

# **ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

## МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМА

Целью лабораторных работ, включенных в настоящий учебно-методический комплекс, является углубленное изучение студентами структурно-механических свойств нефтяных дисперсных систем и явлений, протекающих в этих системах в результате различных физико-химических воздействий. Настоящий лабораторный практикум имеет научно-исследовательскую направленность и призван помочь студентам в выполнении учебной научно-исследовательской работы (УНИРС).

Лабораторные работы включают в себя: литературную, методическую, исследовательскую части и обсуждение результатов. Литературная часть работы должна содержать обзор современной литературы (научные статьи, патенты, учебники, стандарты и т.п.), посвящённой теме исследований. На основании теоретической проработки литературных источников делается предварительный вывод о целесообразности проводимых исследований, их практической и научной значимости.

В процессе выполнения лабораторного практикума студенты должны закрепить и углубить знания, полученные в лекционном курсе, приобрести практические навыки в проведении исследований и количественной обработки результатов эксперимента, ознакомиться с методами изучения реологических свойств нефтяных дисперсных систем.

Выполнение лабораторного практикума студентами включает в себя следующие этапы:

1 Предварительная беседа с преподавателем. Целью этого этапа является обсуждение перечня лабораторных работ, выполняемых студентом в рамках настоящего лабораторного практикума, выбор объектов исследования с учетом направления учебной научно-исследовательской работы, проводимой студентами в текущем семестре. На основании беседы студентом разрабатывается программа и календарный план лабораторных работ, выполняемых в течение учебного семестра, который затем согласовывается с преподавателем. Примерное содержание календарного плана выполнения работ приведено ниже (табл. 23):

Табл. 23 – Примерное содержание календарного плана

| Наименование работы   | Количество часов | Недели  |
|---|------------------|---------|
| 1. Инструктаж по технике безопасности. Выбор и согласование с преподавателем темы работы (желательно чтобы она была связана с тематикой УНИРС). Проведение литературного обзора по теме исследования. | 4                | 1 – 2   |
| 2. Разработка и согласование календарного плана выполнения работы. Составление заказа на необходимое оборудование и реагенты. Освоение методик проведения эксперимента.                               | 4                | 3 – 4   |
| 3. Изучение свойств объектов исследования и/или их компонентов. Приготовление образцов.   | 4                | 5 – 6   |
| 4. Проведение экспериментальных исследований  | 16               | 7 – 14  |
| 5. Обобщение полученных результатов. Составление, оформление и защита отчёта.   | 4                | 15 – 16 |
| Итого:  | 32               |         |

2 Выполнение лабораторной работы. Перед началом каждого занятия студент должен заполнить лабораторный журнал согласно требованиям, указанным в разделе «Оформление отчета», приведенном в соответствующей лабораторной работе. Журнал оформляется индивидуально каждым студентом. Предъявить журнал преподавателю и, после беседы с ним, получить допуск к выполнению работы. Допуск к работе включает в себя проверку теоретических знаний студента по теме лабораторной работы, знание методики её выполнения, вопросов техники безопасности.

3 Защита лабораторной работы. После каждого занятия студент должен представить преподавателю полученные результаты, задать возникшие вопросы, ответить на вопросы преподавателя и получить рекомендации по оформлению результатов и ходу выполнения дальнейших исследований. Окончательная защита проводится в конце семестра и включает в себя проверку теоретических знаний, приобретенных студентом в процессе изучения дисциплины, и умение использовать эти знания для объяснения результатов, полученных в ходе выполнения лабораторного практикума.

## **ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

### **Общие требования безопасности**

К выполнению лабораторных работ допускаются студенты только после прохождения инструктажа по технике безопасности, пожаробезопасности, взрывобезопасности, газобезопасности, электробезопасности и собеседование с преподавателем, под руководством которого проводятся данные работы.

Количество студентов, одновременно работающих в лаборатории, не должно превышать количества индивидуальных рабочих мест.

Работы с химическими веществами студенты должны выполнять с использованием соответствующих средств защиты глаз, органов дыхания, кожных покровов. В качестве спецодежды должны применяться хлопчатобумажные халаты, прорезиненные фартуки, а средств индивидуальной защиты – резиновые перчатки, очки, респираторы.

Все работы, связанные с выделением токсичных веществ, пожароопасных паров или газов должны проводиться только в исправных вытяжных шкафах. Створки и дверцы вытяжных шкафов во время работы следует держать максимально закрытыми. Запрещается проводить работы в вытяжном шкафу, если в нем хранятся материалы и оборудование, не относящиеся к выполняемой операции.

Каждый студент должен работать на закрепленном за ним рабочем месте. Переход на другое рабочее место без разрешения преподавателя не допускается. Рабочее место следует содержать в чистоте, не загромождать его посудой и посторонними предметами.

Студентам запрещается работать в лаборатории в отсутствие преподавателя, лаборанта, а также в неустановленное время без разрешения преподавателя. Категорически запрещается выполнять в учебной лаборатории во время занятий экспериментальные работы, не связанные с настоящим учебным практикумом.

Приступая к работе необходимо:

- надеть спецодежду, наглухо застегнуть ее, манжеты рукавов застегнуть на пуговицы;
- включить приточно-вытяжную вентиляцию;
- проверить наличие заземления приборов и установок, на которых предстоит работать, их исправность;

- проверить подачу воды к лабораторным столам и работу слива жидкости в канализацию;
- убедиться в готовности рабочего места и приступить к выполнению работ после соответствующего разрешения преподавателя;
- уяснить методику работы, правила ее безопасного выполнения;
- проверить соответствие взятых веществ, веществам, указанным в описании работы;
- строго соблюдать технологию подготовки сырья и реагентов и методики приготовления образцов.

Во время работы, необходимо:

- при включении электронагревательных устройств, следить за температурным режимом, не допускать перегрева химических веществ;
- все работы с легковоспламеняющимися и горючими веществами проводить вдали от открытого огня;
- при перегонке органических веществ и других работах, связанных с нагреванием при атмосферном давлении, не работать с герметически закрытой установкой фракционной разгонки – всегда должно быть сообщение с атмосферой;
- не допускается использование шлифовальных соединений без смазки;
- горячие предметы необходимо брать только специальными щипцами;
- при работе со стеклянной посудой соблюдать правила предосторожности, во избежание ранения осколками. Категорически запрещается использовать посуду без соответствующих маркировок, имеющую трещины или отбитые края;
- в случае обнаружения неисправностей оборудования, приспособлений и инструмента, а также получения травм, студент, выполняющий данную работу, ставит в известность преподавателя;
- в лабораториях не создавать шум, не хранить пищевых продуктов, не принимать пищу.

По окончании работы студент обязан выключить воду, газ, сжатый воздух, электроприборы и привести в порядок рабочее место, а также проверить, все ли склянки и посуда с химическими веществами, полученными в процессе эксперимента, закрыты пробками, снабжены этикетками и поставлены на отведенные места.

При выполнении работ **ЗАПРЕЩАЕТСЯ:**

- оставлять без присмотра рабочее место и работающие нагревательные приборы;
- выливать нефтепродукты в канализацию. Отработанные жидкости собирают в сосуд с надписью «Слив»;
- работать без халата, защитного экрана или очков, резиновых перчаток;
- дотрагиваться до горячих предметов, просыпать или проливать горючие материалы на раскалённые поверхности;
- носить по лаборатории горячие и другие опасные предметы;
- сушить торф при температуре выше 180 °С (возможно самовоспламенение);
- тушить загоревшийся торф, мастику, битум и другие нефтепродукты водой. Тушение проводить путём перекрытия доступа воздуха в ёмкость с горящим материалом, накрыв её металлической пластиной или при помощи углекислотного огнетушителя;
- заходить в лабораторию в верхней одежде и заносить личные вещи. Сумки, пакеты и пр. должны храниться в специально отведенном месте;
- загромождать и захламлять коридоры и проходы, а также подходы к средствам пожаротушения, к кранам выключения газа и воды, к шкафам и электрощитам;
- мыть полы и стены керосином, бензином и другими органическими растворителями;
- сушить какие-либо предметы на отопительных приборах;
- убирать случайно пролитые легковоспламеняющиеся и горючие жидкости при зажженных горелках и включенных электронагревательных приборах (в случае пролива таких жидкостей горелки и указанные приборы нужно выключить);
- оставлять на рабочем месте промасленные тряпки или бумагу (их необходимо собирать в металлические ящики с плотно закрывающимися крышками, а ящики в конце дня освободить);
- хранить химические вещества в немаркированной посуде;
- переносить приборы, находящиеся под напряжением;
- вешать на штепсельные розетки, электровыключатели и электропровода различные вещи;
- курить в лаборатории и пользоваться без разрешения преподавателя открытым огнем.

В случае возникновения пожара необходимо:

- оповестить руководителя работ;
- выключить электронагревательные приборы и вентиляцию;
- вызвать пожарную охрану, эвакуировать людей не занятых тушением пожара, применить имеющиеся средства пожаротушения.

Пожаро- и взрывобезопасность в лаборатории обеспечивается студентами, и лаборантом за счет:

- непрерывной работы вентиляции от начала и до конца проведения лабораторных работ;
- применения обезвоженных нефтепродуктов;
- наличия пожарного песка, кошмы, углекислотных и порошковых огнетушителей;
- применения герметичных аппаратов (колба, реактор);
- вывода охлажденных продуктов реакции в вытяжной шкаф;
- исключения установки сосудов с нефтепродуктами вблизи огня;
- исключения попадания воздуха в аппарат (колбу, реактор) с горячим нефтепродуктом или растворителем;
- исключения вывода горячего нефтепродукта или растворителя без охлаждения их до температуры не более 50°C через окружающую среду (воздух) в любой приемник (колба, стакан и т.п.);
- применения защитных электроплиток.

При нарушении основных требований правил техники безопасности студент отстраняется от выполнения работы. С ним проводится повторный инструктаж на рабочем месте. При неоднократном нарушении виновный привлекается к административной ответственности.

### **Требования безопасности при работе с кислотами и щелочами**

Кислоты и щелочи, в своем большинстве, относятся к веществам повышенной опасности и способны вызывать химические ожоги и отравления.

Для предупреждения ожогов при работе с кислотами и щелочами необходимо пользоваться спецодеждой (очки, резиновые перчатки, прорезиненный фартук, респиратор). Кислоты, щелочи и другие едкие жидкости следует переливать с помощью сифонов с грушей или ручных насосов. Работать с концентрированной азотной, серной и соляной кислотами нужно только при включенной вентиляции в вытяжном шкафу.

Запрещается хранить растворы щелочей и концентрированных кислот в тонкостенной стеклянной посуде. Пробы кислот и щелочей отбирают в сосуды, плотно закрывают пробками, в количестве не более 80% их объ-

ема. Необходимо следить за исправностью ниппелей, через которые ведется отбор проб. Запрещается набирать кислоты и щелочи в пипетки ртом, для этой цели следует применять резиновые груши или другие приспособления для отбора проб.

Для приготовления растворов серной, азотной и других кислот их необходимо приливать в воду тонкой струей при непрерывном перемешивании. Приливать воду в кислоту запрещается.

Обработанные кислоты и щелочи следует собирать отдельно в специальную посуду с надписью «Слив для кислот», «Слив для щелочи»; с последующей нейтрализацией перед сливом в канализацию.

Большие куски едких щелочей следует раскалывать на мелкие в специально отведенном месте, предварительно накрыв разбиваемые куски плотной материей (бельтингом). При этом следует пользоваться защитными очками и резиновыми перчатками.

Растворять твердые щелочи следует путем медленного прибавления их к воде небольшими кусочками при непрерывном перемешивании. Кусочки щелочи нужно брать только щипцами.

При смешении веществ, сопровождающемся выделением тепла, необходимо пользоваться термостойкой толстостенной стеклянной или фарфоровой посудой.

Разлитые кислоты или щелочи необходимо засыпать песком, нейтрализовать и лишь после этого проводить уборку. В лабораториях концентрированные кислоты необходимо хранить в склянках на противнях под тягой или в нижней части вытяжного шкафа.

На рабочем месте необходимо иметь соответствующие нейтрализующие вещества: для кислот – 5% раствор  $NaHCO_3$ ; для щелочи – 3% раствор борной кислоты.

### **Правила безопасной работы с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями**

Легковоспламеняющаяся жидкость (ЛВЖ) – жидкость, способная самостоятельно гореть после удаления источника зажигания и имеющая температуру вспышки не выше 61°C.

Горючая жидкость (ГЖ) – жидкость способная самостоятельно гореть после удаления источника зажигания и имеющая температуру вспышки выше 61°C.

Нагрев и перегонку ЛВЖ и ГЖ следует проводить в вытяжном шкафу на предварительно нагретых банях, заполненных соответствующим

теплоносителем. Диаметр бани должен превышать размер используемого нагревательного прибора (электрической плитки с закрытой спиралью), а свободный объем бани должен превышать объем, содержащейся в нагревательном сосуде ЛВЖ и ГЖ.

Во избежание взрыва, запрещается выпаривать ЛВЖ досуха. При выпаривании обязательно должно оставаться небольшое количество жидкости в посуде.

Запрещается нагревать на водяных банях вещества, которые могут вступать в реакцию со взрывом или выделением паров или газов.

При проведении простой перегонки безопасность работы обеспечивается соблюдением следующих правил сборки установки:

- перегонную колбу выбирают с таким расчетом, чтобы перегоняемая жидкость занимала не более  $2/3$  ее объема. В противном случае при интенсивном кипении возможен выброс горячей жидкости из колбы в приемный сосуд, и, как следствие, попадание ее паров в атмосферу;

- холодильники с водяным охлаждением применяют для перегонки жидкостей, кипящих при температуре не выше  $140 - 150^{\circ}\text{C}$ . Более высококипящие вещества перегоняют с использованием воздушных холодильников, водяной холодильник в этом случае может треснуть из-за большого перепада температур;

- установку закрепляют на штативах таким образом, чтобы при необходимости быстро прекратить обогрев, можно было опустить обогревающую баню, а не поднимать перегонную колбу;

- перегоняемую жидкость заливают в колбу только после полной сборки установки и проверки ее крепления. Чтобы залить жидкость в колбу, вынимают термометр и вставляют воронку, конец которой опущен ниже отводной трубки;

- перед началом нагревания в колбу помещают несколько «кипелок» – маленькие осколки фарфора. Нельзя добавлять «кипелки» в кипящую жидкость – это может привести к ее бурному вскипанию и выбросу из колбы. Необходимо отключить нагрев, охладить жидкость на несколько градусов ниже температуры ее кипения, добавить «кипелки» и продолжить перегонку;

- включать колбонагреватель в сеть следует только после завершения всех подготовительных операций, в том числе пуска воды в рубашку холодильника;

- скорость подъема температуры в аппарате не должна превышать  $15^{\circ}\text{C}$  в минуту;

– необходимо постоянно следить за работой холодильника. Если в холодильнике происходит неполная конденсация паров, о чем свидетельствует нагревание форштока холодильника и алонжа, следует немедленно уменьшить интенсивность нагрева. При внезапном прекращении подачи воды следует полностью прекратить нагрев, опустив обогревающую баню или колбонагреватель;

– при перегонке, собранная система должна иметь связь с атмосферой при помощи алонжа с боковым отводом. Категорически запрещается нагревать жидкости в закрытых приборах, колбах, не имеющих сообщения с атмосферой;

– запрещается укрывать колбонагреватели и электроплитки стеклотканью;

– необходимо следить за тем, чтобы электропровода не соприкасались с греющими поверхностями нагревательных электроприборов;

– разборку установки производят только после ее охлаждения до комнатной температуры.

В случае пролива ЛВЖ, а также при утечке горючих газов необходимо немедленно выключить все источники открытого огня, электронагревательные приборы; в дневное время обесточить помещение выключением общего рубильника. Место пролива жидкости засыпать песком, загрязненный песок собрать деревянной (пластмассовой) лопатой или совком. Применение стальных совков или лопат не допускается. При утечке горючих газов необходимо принять немедленные меры к выявлению и устранению причин появления газа.

Запрещается внесение пористых, порошкообразных и других подобных веществ (активированного угля, торфа, губчатого металла, пемзы и т.п.) в нагретые ЛВЖ и ГЖ.

### **Правила безопасной работы с использованием бытового газа и спиртовок**

Ввиду опасности взрыва газовоздушной смеси применение бытового газа для нагревания в лабораториях допускается только в обоснованных случаях.

Зажигание горелки производится следующим образом:

– предварительно зажженную спичку, подносят вплотную к месту несколько ниже верхнего края горелки (не над горловиной) и затем открывают кран;

– если после зажигания слышен свистящий звук, а пламя становится окрашенным, кран нужно закрыть и после остывания горелки до комнатной температуры повторить зажигание указанным способом;

– когда горение станет устойчивым, отрегулировать расход газа вентилем у горелки и добиться нужного пламени подачей воздуха.

При появлении запаха газа во время проведения лабораторных работ студенты покидают рабочее помещение и собираются в коридоре (вдали от входной двери рабочего помещения), а ответственный за данное помещение (лабораторию) перекрывает газовый кран на вводе в помещение, открывает окна для проветривания помещения и сообщает администрации для принятия необходимых мер. При этом запрещается включать и выключать электроприборы, (искрение контактов может послужить причиной взрыва), зажигать спички и пользоваться открытым огнем.

В случае прекращения подачи газа нужно немедленно закрыть запорный кран на вводе газопровода в помещение, а также все краны у рабочих столов и шкафов.

При зажигании спиртовки удостовериться в том, что корпус исправен, фитиль выпущен на нужную высоту и распушен, а горловина и держатель фитиля сухие. Зажженную спиртовку нельзя переносить с места на место, нельзя зажигать одну спиртовку от другой. Гасят спиртовку, накрывая пламя фитиля колпачком. Задувать пламя запрещается. В спиртовках используется только этиловый спирт (денатурат), пользоваться другими горючими жидкостями запрещается.

### **Правила безопасной работы с химической посудой**

Основным травмирующим фактором, связанным с использованием стеклянной посуды, аппаратов и приборов из стекла, являются острые осколки стекла, способные вызывать порезы тела, а также ожоги рук при неосторожном обращении с нагретыми до высокой температуры частями стеклянной посуды.

При проведении всех видов работ по сборке и созданию приборов из стекломатериалов и посуды (например, вставка стеклянных трубок и стеклянных палочек в пробки, соединение их с резиновыми шлангами) необходимо соблюдать следующие правила:

– стеклянные трубки необходимого диаметра можно ломать только после нарезки их специальным ножом (пилой) для резки стекла, предварительно защитив руки полотенцем;

- для обеспечения сборки концы стеклянных трубок нужно оплавлять и смачивать водой или глицерином;
- при соединении стеклянных трубок с просверленной пробкой нужно держать пробку за боковые стороны одной рукой и насаживать ее на трубку, удерживая другой рукой;
- перед сборкой стеклянного прибора шлифы необходимо смазать вазелином или специальной смазкой.

Нагревая жидкость в пробирке, сосуд нужно держать специальным держателем так, чтобы отверстие было направлено в сторону от людей.

Перенося сосуды с горячей жидкостью, нужно держать их двумя руками – одной за дно, другой – за горловину, используя при этом полотенце или специальные теплоизоляционные рукавицы.

При закрытии толстостенного сосуда пробкой следует держать его за верхнюю часть горловины. Нагретый сосуд нельзя закрывать притертой пробкой до тех пор, пока он не охладиться.

На вакуумных установках не разрешается использовать плоскодонную, тонкостенную посуду (кроме специально предназначенной – колб Бунзена, склянки Тищенко и др.). Запрещается обогреть открытым пламенем стеклянные детали работающей вакуумной установки.

При работе на вакуумной установке необходимо пользоваться защитными очками или защитным щитком.

Для удаления из посуды нерастворимых в воде органических веществ пользуются органическими растворителями – ацетоном, петролейным эфиром, бензиновыми фракциями и др. Промывают посуду ополаскиванием изнутри несколько раз минимальными порциями подходящего растворителя, после чего сливают его в специальную банку с этикеткой «Слив»

При мытье посуды использовать резиновые перчатки, а в случае использования агрессивной жидкости (хромовой смеси, концентрированных кислот и щелочей) – защитные очки или маску.

### **Меры предосторожности при работе с ртутью. Способы удаления загрязнения ртутью (демеркуризация)**

Один из наиболее опасных видов загрязнения в химических лабораториях является загрязнение ртутью, которое возможно при разрушении или неправильной эксплуатации термометров и других содержащих ртуть приборов.

При случайном разливе ртути в лаборатории студент должен немедленно сообщить преподавателю или лаборанту и под их руководством приступить к сбору ртути. При избежании втирания ртути в пол и распространения ее по всему помещению, капли ртути начинают собирать с периферии загрязненного участка по направлению к центру.

Разлитую металлическую ртуть вначале следует тщательно собрать, сметая мелкие шарики волосяной кисточкой в «фунтики» из гладкой бумаги. Из «фунтиков» ртуть переносят в банку для последующей очистки. Для сбора капелек ртути используют лейкопластырь, к которому хорошо прилипают мелкие шарики; отделяют ртуть от липкого слоя промывкой ацетоном. Капельки ртути могут быть удалены с поверхности стола, пола, деталей прибора и со стеклянной посуды влажной фильтровальной бумагой. Для этой цели фильтровальную бумагу размачивают, отжимают, и протирают загрязненные ртутью участки. Бумагу после протирки помещают в банку, закрывающуюся пробкой, заливают раствором, в 1 л которого содержится 1-2 г  $KMnO_4$  и 5 мл. концентрированной  $HCl$  и хранят несколько дней, ртуть при этом превращается в каломель.

После проведения механической очистки проводят химическую обработку загрязненных участков – демеркуризацию. Она проводится 20% раствором хлорида железа (III)  $FeCl_3$ . Обрабатываемую поверхность обильно смачивают раствором, затем несколько раз протирают щеткой для лучшего эмульгирования ртути и оставляют до полного высыхания. Хлорид железа вызывает сильную коррозию металла, поэтому металлические части приборов рекомендуется защищать, смазывая их перед обработкой вазелином. Через 1 – 2 суток проводят влажную уборку мыльным раствором и чистой водой.

Демеркуризацию можно проводить раствором перманганата калия. Рекомендуется использовать раствор, содержащий в 1 л 1 – 2 г  $KMnO_4$  и 5 мл концентрированной  $HCl$ . Обработку производят пульверизатором. Через 1 – 2 часа проводят влажную уборку.

### **Меры первой доврачебной помощи пострадавшим при работе с химическими веществами**

При несчастном случае пострадавшему должна быть немедленно оказана доврачебная помощь. О происшедшем должен быть поставлен в известность заведующий кафедрой. До прибытия медицинского работника пострадавшему должен быть обеспечен покой, приток свежего воздуха. В

случае легкого поражения пострадавший должен направиться в медпункт (поликлинику) с сопровождающим лицом.

При термических ожогах обожженное место следует присыпать бикарбонатом натрия (содой), крахмалом, талькой или сделать примочки свежеприготовленным 2%-ным раствором соды, перманганата калия или неразбавленного этилового спирта.

При ожогах химическими веществами, особенно кислотами и щелочами, пораженный участок кожи следует быстро промыть большим количеством воды, после чего на обожженное место наложить примочку: при ожогах кислотой – из 2%-ного раствора пищевой соды, при ожогах щелочью – из 1 – 2%-ного раствора уксусной кислоты или 3%-ного раствора борной кислоты.

При попадании в глаза брызг кислоты необходимо их промыть обильным количеством воды, затем 3%-ным раствором пищевой соды. При попадании в глаза посторонних предметов (куски стекла, металлическая стружка и пр.) удаление их должно проводиться только медицинским работником.

При попадании органических веществ (масляных поганов, битума, гудрона) на кожный покров их удаляют ватным тампоном, смоченным растворителем, близким по полярности данному веществу (спирт, эфир, толуол). После обработки растворителем, промыть обильным количеством воды. Не рекомендуется использовать большое количество растворителя, так как образующийся раствор может проникнуть через кожу в кровь и вызвать более серьезное поражение.

При попадании на кожу фенола следует произвести обтирание пострадавших мест ватными (марлевыми) тампонами, смоченными этиловым спиртом, обильно промыть водой; при попадании на одежду фенола – сменить одежду. Немедленно удалить с лаборатории, даже при кажущемся хорошем состоянии, пострадавшего и обратиться в медпункт. При попадании фенола в глаза необходимо немедленно вызвать скорую помощь и промыть глаза большим количеством воды.

При воспламенении одежды (**не бегать!**), необходимо загасить огонь на пострадавшем, набросив на него кошму. Погасив огонь, приступить к оказанию первой помощи.

При порезах рук или других частей тела стеклом, необходимо удалить из раны мелкие осколки, после чего промыть ее 2%-ным раствором перманганата калия или этиловым спиртом, смазать йодной настойкой и забинтовать.

При отравлениях нужно срочно обратиться к врачу, получить необходимую помощь и рекомендации.

При поражении электрическим током, до прибытия медицинского работника, находящемуся в сознании пострадавшему необходимо обеспечить покой и чистый воздух.

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1.

## ИЗУЧЕНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ И ЭНЕРГИИ АКТИВАЦИИ ВЯЗКОГО ТЕЧЕНИЯ ПОД ДЕЙСТВИЕМ РАЗЛИЧНЫХ ДОБАВОК

**1.1 Цель работы:** Изучение закономерностей изменения кинематической вязкости нефтепродуктов в зависимости от вида, концентрации добавки и температуры. В качестве добавок рекомендуется использовать различные поверхностно-активные вещества (ПАВ).

Определить с помощью капиллярного вискозиметра кинематическую вязкость добавки (если это возможно), нефтепродукта без добавки и с добавлением от 0.01 до 5.0 %масс. добавки. Рассчитать и оценить изменение энергии активации вязкого течения исследуемых образцов в заданном интервале температур (*по заданию преподавателя*).

**1.2 Объекты исследований:** дизельное топливо, масляные погоны, ПАВ – органические амины, спирты, кислоты, кетоны, жидкие и твёрдые промышленные отходы, растворимые в нефтепродукте, прочие добавки.

### **1.3 Порядок проведения работы.**

1.3.1 Взвесить на технических весах стакан объёмом 200мл.

1.3.2 С помощью мерного цилиндра налить в стакан 100 мл испытуемого нефтепродукта. Определить его кинематическую вязкость при заданных температурах.

1.3.3 После проведения испытания образец вылить из вискозиметра в стакан и взвесить его. По разности масс заполненного и пустого стакана рассчитать массу образца нефтепродукта

1.3.4 Определить плотность испытуемого нефтепродукта при выбранных температурах.

1.3.5 Рассчитать энергию активации вязкого течения исследуемого образца в заданном интервале температур.

1.3.6 В чистый сухой стакан объёмом 200 мл поместить 100 мл ПАВ (*если ПАВ находится в жидком состоянии*). Определить его кинематическую вязкость при заданных температурах. Найти по справочнику плотность ПАВ или определить ареометром. Взять при помощи пипетки необходимое количество ПАВ, рассчитанное согласно задания, и добавить в стакан с нефтепродуктом. Затем перемешать стеклянной палочкой в течении 10 минут.

Если ПАВ находится в твёрдом состоянии, его навеску взять на предметном стекле и взвесить на аналитических весах с точностью 0,0001г. Затем перенести ПАВ с помощью стеклянной палочки в стакан с нефтепродуктом и перемешать в течении 10 минут. Взвесить предметное стекло вновь и рассчитать количество ПАВ, которое было введено в нефтепродукт. Рассчитать концентрацию ПАВ (в % масс.) в образце нефтепродукта.

1.3.7 Определить кинематическую вязкость полученной смеси при заданных температурах, таких же, как и для исходного нефтепродукта.

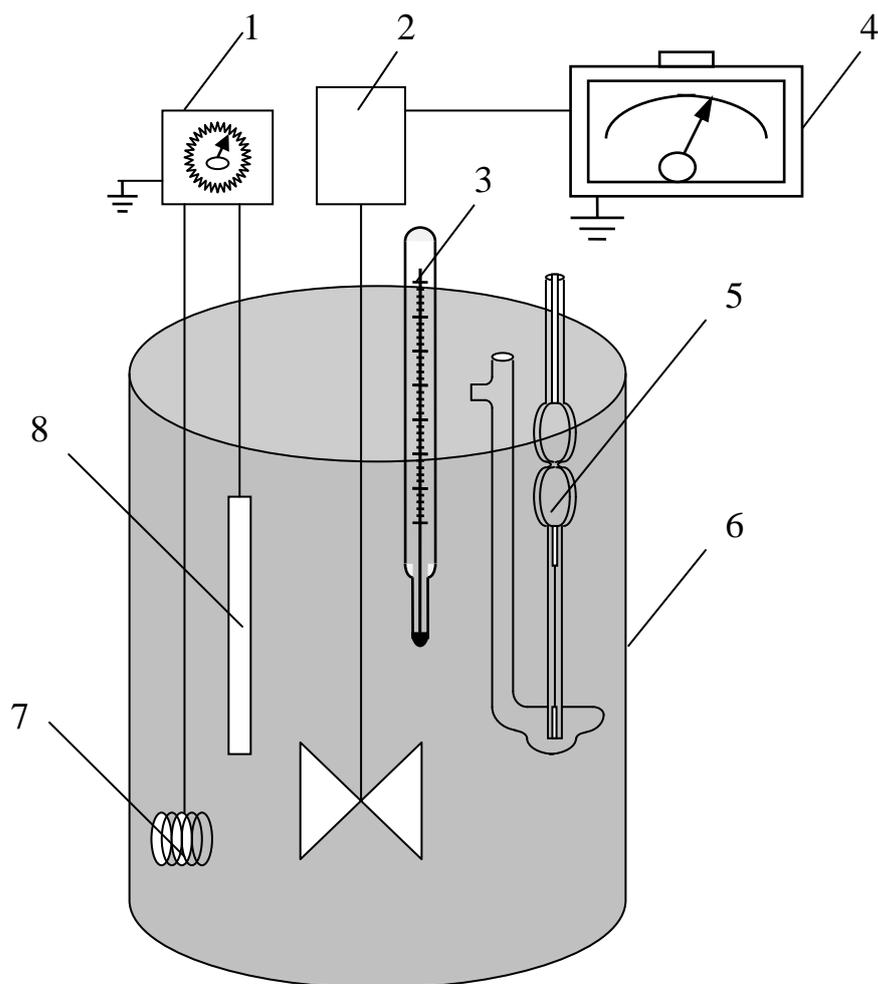
1.3.8 Определить плотность испытуемой смеси при выбранных температурах.

1.3.9 Рассчитать энергию активации вязкого течения исследуемого образца в заданном интервале температур и оценить изменение этого показателя в результате введения в нефтепродукт различных добавок.

Измерение кинематической вязкости проводят в капиллярных вискозиметрах, в которых исследуемый нефтепродукт протекает через капиллярную трубку определённого диаметра. Лабораторная установка для измерения вязкости представлена на рис. 56.

Перед испытанием заполненный нефтепродуктом вискозиметр (5) выдерживают в термостате (6). В зависимости от температуры определения для термостатирования применяют различные жидкости: этиловый спирт или изооктан для температур от минус 60°C до 0°C; дистиллированную воду для температур от 0°C до 90°C; глицерин, прозрачное нефтяное масло и 25%-ный водный раствор нитрата аммония – для температур выше 90°C. Для охлаждения жидкостей в термостате применяют лёд или твёрдую углекислоту. Для контроля температуры термостата применяют термометр (3). Термометр укрепляют таким образом, чтобы его резервуар оказался примерно на уровне середины капилляра вискозиметра. Вискозиметр выбирают с таким расчётом, чтобы время истечения нефтепродукта было не менее 200 с.

Вискозиметр промывают бензином, а затем этиловым спиртом или ацетоном и сушат горячим воздухом или в сушильном шкафу. Заполняют нефтепродуктом до метки, расположенной на капилляре до основания нижнего резервуара. При заполнении вискозиметра и определении времени истечения нефтепродукта необходимо следить, чтобы в последнем не образовывалось пузырьков воздуха.



- |                                |                    |
|--------------------------------|--------------------|
| 1. Терморегулятор              | 5. Вискозиметр     |
| 2. Электродвигатель с мешалкой | 6. Термостат       |
| 3. Термометр                   | 7. Термопара       |
| 4. ЛАТР                        | 8. Греющий элемент |

Рис. 56. Лабораторная установка для измерения кинематической вязкости нефтепродуктов

В термостате вискозиметр закрепляют в строго вертикальном положении, включают мешалку (2), устанавливают терморегулятор (1) на требуемую температуру и, после достижения температуры измерения, выдерживают в течении 20 минут.

Время истечения нефтепродукта через капилляр измеряют секундомером с точностью до 0,02 с. Проводят от 3-х до 5-ти измерений и определяют среднее арифметическое время. Кинематическую вязкость ( $\nu$ ) рассчитывают по формуле:

$$\nu = C \cdot \tau \quad (104)$$

где  $C$  – постоянная вискозиметра (указана в паспорте на прибор);  
 $\tau$  – среднее арифметическое время истечения нефтепродукта, с.

Величину кажущейся энергии активации вязкого течения  $\Delta W$ , служащую косвенной характеристикой прочности структуры в растворе, при постоянном напряжении сдвига и двух различных температурах  $T_1$  и  $T_2$  рассчитывают по формуле:

$$\Delta W = \frac{R \cdot \ln \left[ \frac{\nu_1 \cdot \rho_1 \cdot \sqrt{T_2} \cdot \left( \frac{\rho_2}{\rho_1} \right)^{\frac{4}{3}}}{\nu_2 \cdot \rho_2 \cdot \sqrt{T_1}} \right]}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}} \quad (105)$$

где  $\Delta W$  – энергия активации вязкого течения, Дж/моль;  
 $R$  – универсальная газовая постоянная, Дж/(моль·К);  
 $T_1, T_2$  – температура испытания, К;  
 $\nu_1, \nu_2$  – кинематическая вязкость образцов при температурах  $T_1$  и  $T_2$ , м<sup>2</sup>/с;  
 $\rho_1, \rho_2$  – плотность образцов при температурах  $T_1$  и  $T_2$ , кг/м<sup>3</sup>.

#### 1.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

##### 1. Цель работы.

2. **Литературную часть.** Данный раздел должен быть посвящён обзору современной литературы по теме исследований. Содержать краткое описание методов изучения вязкости нефтепродуктов и влияние на данное свойство различных физико-химических факторов. Методы определения прочности надмолекулярных структур в растворах.

3. **Объект исследования.** В данном разделе приводится точный компонентный состав анализируемых образцов и их свойства.

4. **Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

5. **Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

Результаты эксперимента представить в виде таблицы (см.табл. 24) и графиков: зависимость кинематической вязкости нефтепродукта от кон-

центрации и вида добавки  $\nu=f(C, \% \text{ масс.})$ , зависимость кинематической вязкости добавки, нефтепродукта с добавкой и без нее от температуры  $\nu=f(T, ^\circ\text{C})$ , изменение кажущейся энергии активации вязкого течения при различных температурах.

Табл. 24 – Результаты эксперимента (пример оформления таблицы)

| Нефтепродукт,<br>содержание и вид ПАВ,<br>%масс.          | Кинематическая<br>вязкость $\nu$ ,<br>$\text{мм}^2/\text{с}$ , при<br>температурах |       | Плотность<br>образцов $\rho_1, \rho_2$ ,<br>$\text{кг}/\text{м}^3$ , при тем-<br>пературах, $T_1$ и<br>$T_2$ |          | Кажущаяся<br>энергия<br>активации<br>вязкого течения,<br>Дж/моль |
|---|--|-------|--|----------|--|
|   | $T_1$  | $T_2$ | $\rho_1$   | $\rho_2$ | $\Delta W$   |
| Нефтепродукт  |  |       |  |          |  |
| Добавка 1 (ПАВ)   |  |       |  |          |  |
| Нефтепродукт +<br>+ добавка 1 (несколько<br>концентраций) |  |       |  |          |  |
| Добавка 2 (ПАВ)   |  |       |  |          |  |
| Нефтепродукт +<br>+ добавка 2 (несколько<br>концентраций) |  |       |  |          |  |
| и т.д.  |  |       |  |          |  |

**6 Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о характере влияния температуры и вида добавки на кинематическую вязкость нефтепродукта. На основании результатов определения кажущейся энергии активации вязкого течения, с точки зрения межмолекулярного взаимодействия в нефтяных дисперсных системах, объяснить механизм влияния добавки на надмолекулярную структуру нефтепродукта.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2. ИЗУЧЕНИЕ ВЯЗКОСТИ РАСТВОРОВ ПОЛИМЕРОВ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИХ МОЛЯРНОЙ МАССЫ ВИСКОЗИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

**2.1 Цель работы:** Изучение зависимости вязкости растворов от концентрации полимера и вида растворителя. Изучение влияния различных добавок на вязкость растворов полимера. Определение молярной массы полимера.

Растворы полимеров обладают некоторыми свойствами коллоидных систем, так как размеры макромолекул соизмеримы с размерами частиц высокодисперсных систем. Макромолекулы могут взаимодействовать друг с другом и образовывать ассоциаты. С увеличением концентрации полимера и понижением температуры размеры и время существования ассоциатов увеличиваются. Вязкость полимера зависит от природы и температуры растворителя: чем лучше полимер растворяется в растворителе, тем выше вязкость раствора. В «плохом» растворителе макромолекулы мало-сольватированы, свернуты в компактные клубки – вязкость раствора низкая.

Вязкость раствора зависит еще и от условий определения. Одни и те же макромолекулы могут находиться в различных конформационных состояниях: от линейных до глобул. По этой причине вязкость концентрированных растворов может быть анизотропной, т.е. неодинаковой в различных направлениях. Вязкость раствора с вытянутыми и ориентированными хаотично макромолекулами выше вязкости раствора с макромолекулами в форме клубков и глобул.

Таким образом, вязкость растворов полимеров, имеющих одинаковый состав, концентрацию и температуру, может быть переменной. Поэтому ее сравнивают с вязкостью растворителя. Для растворов полимеров различают относительную, удельную, приведенную и характеристическую вязкость.

При стоянии растворов полимеров возможно изменение вязкости – старение. Это происходит в результате разрыва макромолекул или связывания их в ассоциаты под воздействием кислорода воздуха. В первом случае вязкость уменьшается, а во втором – увеличивается.

**Объекты исследований.** Полимеры – полиолефины, каучуки, нефтяные смолы, асфальтены и другие высокомолекулярные соединения.

Растворители – бензол, толуол, ацетон, вода и пр. Добавки различного происхождения, растворимые в выбранном для проведения испытаний растворителе.

**2.2 Оборудование и реактивы.** 1. Вискозиметр Оствальда (для проведения испытания образцов в рамках одной серии исследований должны использоваться вискозиметры с одинаковым диаметром капилляра). 2. Секундомер. 3. Термостат. 4 Пикнометры. 5. Колбы или химические стаканы на 100 см<sup>3</sup>. 6. Мерные пипетки на 10 см<sup>3</sup>, 15 см<sup>3</sup> и 20 см<sup>3</sup>.

**2.3 Порядок проведения работы.**

Растворяют 1 грамм исследуемого высокомолекулярного соединения в 100 мл растворителя.

В пять колб или химических стаканов вносят указанные в табл. 25 количества исходного раствора полимера и воды.

Табл. 25 – Исходные данные и результаты исследований.

| №  | Объем исходного раствора полимера, см <sup>3</sup> | Объем воды, см <sup>3</sup> | Концентрация с, г/100см <sup>3</sup> | Время, τ, с |   |   | τ <sub>ср</sub> , с | ν | ρ | η <sub>отн</sub> | η <sub>уд</sub> | η <sub>уд</sub> /с |
|--|--|-----------------------------|--------------------------------------|-------------|---|---|---------------------|---|---|------------------|-----------------|--------------------|
|  |  |                             |                                      | 1           | 2 | 3 |                     |   |   |                  |                 |                    |
| Температура проведения эксперимента _____ °С |  |                             |                                      |             |   |   |                     |   |   |                  |                 |                    |
| 1  | 0  | 20                          |                                      |             |   |   |                     |   |   |                  |                 |                    |
| 2  | 5  | 15                          |                                      |             |   |   |                     |   |   |                  |                 |                    |
| 3  | 10   | 10                          |                                      |             |   |   |                     |   |   |                  |                 |                    |
| 4  | 15   | 5                           |                                      |             |   |   |                     |   |   |                  |                 |                    |
| 5  | 20   | 0                           |                                      |             |   |   |                     |   |   |                  |                 |                    |

При помощи вискозиметра при заданной температуре (при определении молярной массы полимера температуру испытания и растворитель выбирается по табл. 26) или при различных температурах определяют время истечения растворов полимера, начиная с самого разбавленного раствора. Переходя к раствору более высокой концентрации, нужно возможно более тщательно с помощью груши удалить из вискозиметра прежний раствор, а затем ополоснуть вискозиметр раствором следующей концентрации (при этом стараться не вспенивать раствор в вискозиметре). Исходные данные и результаты измерений вносят в табл. 25. Для каждого

раствора проводят по 3 измерения и определяют среднее арифметическое время.

Для изучения влияния различных добавок на вязкость растворов полимера в ранее приготовленные растворы вводят одинаковое количество добавки в диапазоне от 0,001 до 0,1 %масс., тщательно перемешивают и определяют время истечения растворов из вискозиметра.

С целью определения интенсивности «старения» растворов исследуемого полимера испытания приготовленных растворов повторяют при одинаковых условиях через 1, 7, 14 суток или другой промежуток времени. Плотность растворителя  $\rho_0$  и приготовленных растворов  $\rho$  при температуре испытания определяют пикнометрическим методом.

## 2.5 Обработка результатов

Рассчитывают относительную  $\eta_{отн}$ , удельную  $\eta_{уд}$ , приведенную  $\eta_{уд}/c$  и характеристическую  $[\eta]$  вязкости растворов.

Относительная вязкость  $\eta_{отн}$  – это отношение вязкости раствора к вязкости растворителя.

$$\eta_{отн} = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{v\rho}{v_0\rho_0} \quad (106)$$

Удельная вязкость  $\eta_{уд}$  – это относительное приращение вязкости растворителя при введении в него полимера:

$$\eta_{уд} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \eta_{отн} - 1 \quad (107)$$

Результаты расчетов вносят в табл. 25.

Характеристическая вязкость  $[\eta]$ , отражающая гидродинамическое сопротивление молекул полимера потоку жидкости, может быть определена для разбавленных растворов полимеров графически. По данным табл. 25 строят график зависимости  $\eta_{уд}/c$  от  $c$  и определяют  $[\eta]$  как начальную ординату (рис. 57).

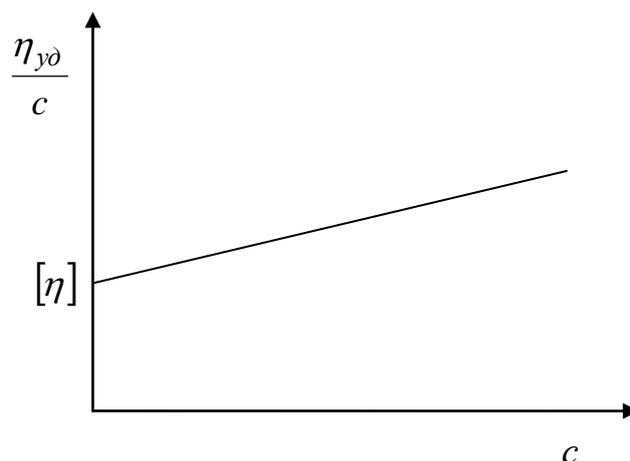


Рис. 57. График для определения характеристической вязкости

Рассчитывают молярную массу полимера (только для систем «полимер – растворитель» приведенных в табл. 26). Характеристическая вязкость зависит от молярной массы полимера ( $M$ ). Связь между ними обычно удовлетворительно выражается эмпирическим уравнением Марка-Хаувинка:

$$[\eta] = KM^\alpha \quad (108)$$

где  $K$  и  $\alpha$  – константы, характерные для исследуемого полимера в данном растворителе.

Константы  $K$  и  $\alpha$  для каждой системы полимер-растворитель находят эмпирически, путем подстановки в уравнение (108) найденного значения  $[\eta]$  и молярной массы, определенной, например, методом светорассеяния. Значения  $\alpha$  и  $K$  для некоторых полимеров приведены в табл. 26.

Табл. 26 – Константы  $K$  и  $\alpha$  в уравнении Марка-Хаувинка

| Полимер        | Растворитель | Температура растворения, °С | $K$  | $\alpha$ | Диапазон молекулярных масс, $M \times 10^{-3}$ |
|----------------|--------------|-----------------------------|------|----------|--|
| 1              | 2            | 3                           | 4    | 5        | 6  |
| Полиэтилен     | декалин      | 100                         | 10,5 | 0,63     | 23 – 35  |
| Полипропилен   | декалин      | 135                         | 1,0  | 0,80     | 110 – 1100                                     |
| Полиизобутилен | толуол       | 25                          | 8,7  | 0,56     | 110 – 340                                      |
| Полибутадиен   | бензол       | 32                          | 1,0  | 0,77     | 143 – 1640                                     |
| Бутилкаучук    | бензол       | 25                          | 69,0 | 0,50     | 1,1 – 500                                      |

Продолжение табл. 26

| 1                   | 2           | 3  | 4    | 5    | 6          |
|---------------------|-------------|----|------|------|------------|
| Полистирол          | циклогексан | 34 | 8,2  | 0,50 | 4,7 – 6270 |
| Поливиниловый спирт | вода        | 25 | 5,95 | 0,67 | 11,6 – 195 |
| Полиметилметакрилат | этилацетат  | 35 | 4,79 | 0,60 | 38,1 – 455 |
| Поливинилацетат     | ацетон      | 50 | 2,80 | 0,67 | 77 – 850   |
| Натуральный каучук  | толуол      | 25 | 2,80 | 0,67 | 40 – 1500  |
| Ацетилцеллюлоза     | ацетон      | 25 | 1,59 | 0,82 | –          |
| Метилцеллюлоза      | вода        | 25 | 2,80 | 0,62 | –          |
| Оксиэтилцеллюлоза   | вода        | 25 | 3,70 | 0,80 | –          |
| Полиметилметакрилат | хлороформ   | 20 | 0,49 | 0,82 | 56 – 980   |

## 2.6 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

### 1. Цель работы.

2. **Литературную часть.** Данный раздел должен быть посвящён обзору современных методов определения реологических свойств и молярной массы полимеров.

3. **Объект исследования.** В данном разделе приводится точный компонентный состав анализируемых образцов и их свойства.

4. **Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

5. **Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

Результаты эксперимента представить в виде таблицы (см. табл. 25) и графиков (диаграмм): зависимость приведенной вязкости от концентрации раствора, зависимость характеристической вязкости полимера от температуры испытания, зависимость характеристической вязкости полимера вида растворителя и концентрации различных добавок, зависимость характеристической вязкости полимера от времени (кривая старения раствора полимера).

6. **Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о характере влияния исследованного внешнего воздействия (концентрация раствора, вид растворителя, добавки, температуры, времени) на вязкостные свойства раствора полимера. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3.**

### **ИЗУЧЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НЕФТЯНЫХ БИТУМОВ И БИТУМНЫХ МАСТИК**

**3.1 Цель работы:** Изучение реологических свойств нефтяных битумов и битумных мастик. Изучение влияния физико-химических воздействий на реологические свойства битумов и мастик.

Определить температуру размягчения, пенетрацию, индекс пенетрации, температуру хрупкости, интервал пластичности, растяжимость, эластичность, гибкость, теплостойкость и динамическую вязкость исходных образцов и образцов, модифицированных добавками различного происхождения в количестве от 0,01 до 5,0 %масс.

**3.2 Объекты исследований:** битум, гудрон, битумные мастики и другие битумно-минеральные материалы, добавки различного происхождения – органические амины, спирты, кислоты, кетоны, жидкие и твёрдые промышленные отходы, растворимые в нефтепродукте..

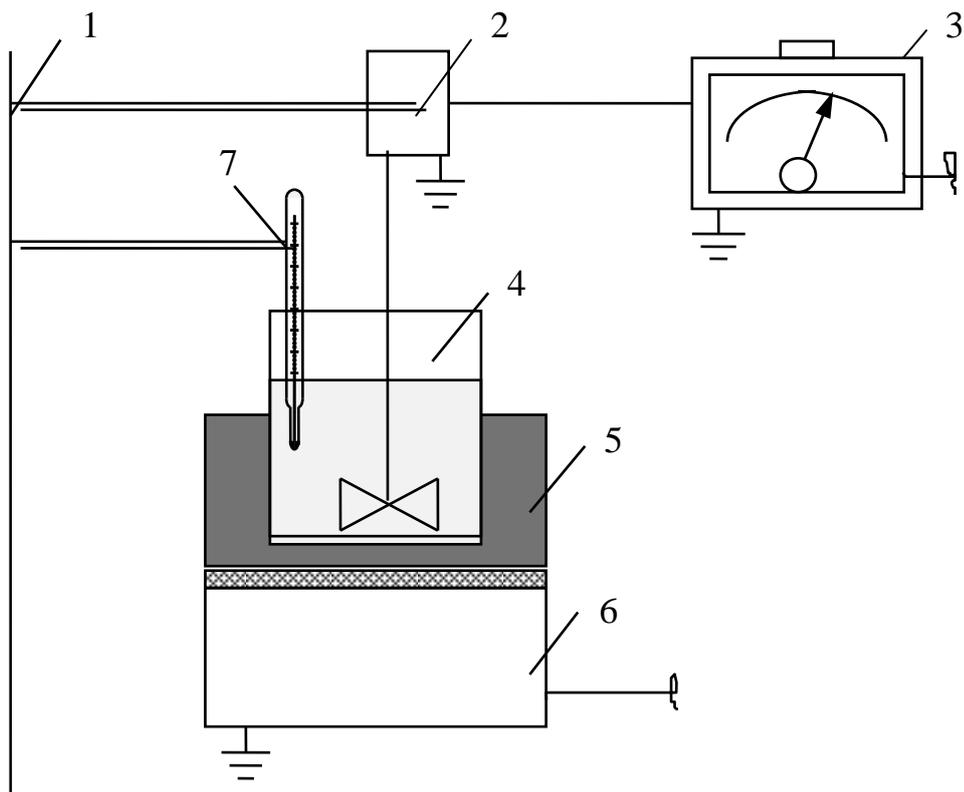
#### **3.3 Порядок выполнения работы**

##### **3.3.1 Методика приготовления мастик**

Количество сырья, необходимое для выполнения настоящей работы, и его вид определяется, исходя из задания. Расчёт количества сырья на один образец мастики следует проводить исходя из того, что его масса должна быть около 200 грамм.

Минеральные наполнители (песок, доломитовая мука) необходимо просушить в сушильном шкафу в металлической ёмкости при температуре 180 – 200 °С в течение часа.

Мастики готовят в металлической цилиндрической ёмкости-смесителе объёмом не менее 0,5 л. Схема лабораторной установки для приготовления мастик представлена на рис. 58.



- |                                 |                   |
|---------------------------------|-------------------|
| 1. Штатив;                      | 5. Песочная баня; |
| 2. Электродвигатель с мешалкой; | 6. Электроплитка; |
| 3. Лабораторный трансформатор;  | 7. Термометр.     |
| 4. Ёмкость - смеситель;         |                   |

Рис. 58. Лабораторная установка для приготовления мастик.

Перемешивание компонентов мастики производится при помощи механической лопастной мешалки (2), число оборотов которой регулируется при помощи лабораторного трансформатора (3). Мастика готовится в ёмкости-смесителе (4), теплота к которой подводится при помощи электроплитки (6) через песочную баню (5). Температура в смесителе контролируется термометром (7). Трансформатор, электроплитка и электродвигатель мешалки должны быть заземлены.

Технология приготовления мастик и последовательность смешивания компонентов определяется их видом и рассматриваются ниже:

**Мастики без полимерных добавок:**

1. Взвешивают ёмкость-смеситель на технических весах с точностью 0,01 г.;

2. Кладут в неё кусочки нефтяного битума, наколотые при помощи битумного ножа и молотка, и снова взвешивают;

3. Рассчитывают массу навески битума путём вычитания из массы смесителя с навеской массы самого смесителя;

4. Исходя из задания, рассчитывают требуемое количество минеральных наполнителей, торфа, пластификатора и берут их навески. Навески сыпучих компонентов следует брать при помощи пластмассовой ложечки в сухие, чистые стеклянные стаканы или на кусочек бумаги размером 50 на 100 мм с загнутыми краями. Навеску пластификатора берут в стеклянный стакан;

5. Собирают лабораторную установку для приготовления мастик, включают обогрев и, когда температура битума в смесителе достигнет 160°C, мешалку;

6. Затем постепенно в битум вводят остальные компоненты мастики в следующей последовательности: торф (в случае получения мастики на основе торфо-битумного вяжущего), минеральные наполнители и пластификатор.

7. Перемешивают при температуре 160 – 180°C в течение 30 минут.

#### **Битумно-резиновые и битумно-пластомерные мастики:**

1. Берут навески исходных компонентов мастики;

2. Собирают лабораторную установку и, когда температура битума в смесителе достигнет 160°C, включают мешалку;

3. Постепенно вводят в битум навеску резиновой крошки или пластомера, доводят температуру до 180 – 220°C и перемешивают до образования однородной массы в течение 1,5 – 3 часов для мастик с резиновой крошкой или 20-40 минут для мастик с пластомерами.

4. Затем постепенно в смеситель вводят торф, наполнители (если необходимо) и пластификатор;

5. Смесь перемешивают при температуре 160 – 180°C в течение 30 минут.

#### **Битумно-эластомерные мастики:**

1. Берут навески пластификатора и эластомера, помещают их в ёмкость-смеситель, собирают лабораторную установку и смешивают при температуре 180 – 220°C в течение 0,5 – 2 часов до образования однородной массы. *Примечание:* Эластомеры плохо растворяются в нефтяном битуме. Для получения качественных мастик эластомеры нужно растереть в смеси с разогретым битумом.

2. Затем вводят в смеситель навеску нефтяного битума и, когда битум расплавится, постепенно добавляют торф (если необходимо) и минеральные наполнители.

Перемешивают смесь при температуре 160 – 180 °С в течение 30 минут.

Состав и показатели качества некоторых мастик приведен ниже:

**1. Мастика битумная кровельная горячая** (ГОСТ 2889) – представляет собой однородную массу, состоящую из битумного вяжущего (дорожный или кровельный битум 50 – 60 % масс. ), наполнителя (асбест 12 – 15 %масс., доломит 25 – 30 %масс.), антисептика (4 – 5 % масс. на органическую массу вяжущего) и пластификатора (1,5 – 2 %масс). Предназначена для устройства рулонных пластичных кровель армированных стекломатериалами. Приготавливается путём смешивания ингредиентов при температуре 160 – 180 °С в течение 1 часа. Требования, предъявляемые к мастикам, представлены в табл. 27.

Табл. 27 –Требования предъявляемые к кровельной мастике

| Показатели качества   | Марки    |          |          |          |           |
|---|----------|----------|----------|----------|-----------|
|   | МБК-Г-55 | МБК-Г-65 | МБК-Г-75 | МБК-Г-85 | МБК-Г-100 |
| Теплостойкость в течение 5 часов при температуре, °С          | 55       | 65       | 75       | 85       | 100       |
| Температура размягчения по КиШ, °С                            | 55 – 60  | 68 – 72  | 78 – 82  | 88 – 92  | 105 – 110 |
| Гибкость при температуре (18 ± 2) °С на стержне диаметром, мм | 10       | 15       | 20       | 30       | 40        |

**2. Мастика “Изол”** – представляет собой многокомпонентную однородную массу, состоящую из строительного битума (50 – 60 %масс.), резиновой крошки (10 %масс.), наполнителя – доломит (20 %масс.), пластификатора (10 %масс.) и антисептика (4 – 5 %масс. на органическую массу вяжущего). Вырабатывается без растворителя – горячая и с растворителем (бензин) – холодная. Предназначена для окрасочной и обмазочной гидроизоляции строительных конструкций и приклеивания рулонных материалов. Требования, предъявляемые к мастике «Изол» марки МБР-Г-Т

следующие: температура размягчения по КиШ не менее 100°С; теплостойкость в течение 2 часов при 70°С; гибкость при минус 10°С на брусе диаметром 20 мм.; водонасыщаемость за 24 часа не более 0,2 %масс.

**3. Мастики для производства рулонных кровельных и гидроизоляционных материалов (СТБ 1107)** – вырабатываются из битумного (Б), битумно-пластомерного (БП) и битумно-эластомерного (БЭ) вяжущего. Состоят из 63 – 71 %масс. битума, 20 %масс. доломита, 0 – 15 %масс. полимерной добавки, 8 – 12 %масс. пластификатора и антисептика (4 – 5% масс. на органическую массу вяжущего). Требования, предъявляемые к данным мастикам представлены в табл. 28.

Табл. 28 – Требования к мастикам применяемым при производстве рулонных кровельных и гидроизоляционных материалов

| Назначение мастики | Вид вяжущего | Условия испытания на гибкость        |                          | Теплостойкость при температуре °С, не ниже |
|--------------------|--------------|--------------------------------------|--------------------------|--|
|                    |              | на брусе с закруглением радиусом, мм | температура °С, не менее |  |
| Кровельные         | Б            | 20 ± 2                               | плюс 5                   | 70   |
|                    | БП           | 15 ± 2                               | минус 10                 | 95   |
|                    | БЭ           | 15 ± 2                               | минус 15                 | 80   |
| Гидроизоляционные  | БП           | 10 ± 2                               | минус 10                 | 95   |
|                    | БЭ           | 10 ± 2                               | минус 15                 | 80   |

Кроме того, данные мастики должны иметь следующие показатели качества: температуру размягчения по КиШ не менее 80 °С; пенетрацию при 25°С не более 34 × 0,1 мм.; водонасыщаемость за 24 часа не более 0,35 %масс., температуру хрупкости не выше минус 18 °С.

**4. Битумно-резиновая изоляционная мастика (ГОСТ 15836)** – представляет собой однородную массу состоящую из нефтяного битума, резиновой крошки 5 – 12 %масс., пластификатора 5 – 7 %масс. и антисептика (4 – 5 %масс. на органическую массу вяжущего). Предназначена для изоляции подземных стальных трубопроводов и других сооружений с целью защиты их от коррозии. Мастику готовят путём непрерывного смешивания битума с резиновой крошкой при температуре 180 – 230 °С в течение 1,5 – 4 часов. Пластификатор добавляется в конце варки. Требования, предъявляемые к мастикам представлены в табл. 29

Табл. 29 – Требования предъявляемые к битумно-резиновым изоляционным мастикам

| Показатели качества               | Марки    |          |          |           |
|-----------------------------------|----------|----------|----------|-----------|
|                                   | МБР - 65 | МБР - 75 | МБР - 90 | МБР - 100 |
| Пенетрация при 25°C, ×0,1 мм.     | ≥ 40     | ≥ 30     | ≥ 20     | ≥ 15      |
| Температура размягчения, °С       | 68 – 72  | 78 – 82  | 88 – 92  | 105 – 110 |
| Растяжимость при 25°C, см.        | ≥ 4      | ≥ 4      | ≥ 3      | ≥ 2       |
| Водонасыщение за 24 часа, % масс. | ≤ 0,2    | ≤ 0,2    | ≤ 0,2    | ≤ 0,2     |

**5. Мастика битумно-резиновая для гидроизоляции промышленных и гидротехнических сооружений (ГОСТ 15836)** – состоит из строительного или изоляционного битумов, резиновой крошки 5 – 10 %масс., пластификатора 5 %масс., минерального наполнителя 0 – 25 %масс., антисептика (4 – 5 %масс. на органическую массу вяжущего). Требования предъявляемые к мастикам представлены в табл. 30. Водонасыщаемость за 24 часа не более 1 %масс.

Табл. 30 – Требования предъявляемые к битумно-резиновым гидроизоляционным мастикам

| Марка    | Показатели качества                  |   |                                      |
|----------|--------------------------------------|---|--------------------------------------|
|          | Температура размягчения, не ниже, °С | Пенетрация при 25 °С, не менее ×0,1 мм. | Растяжимость при 25 °С, не менее см. |
| МБРИ 90  | 90                                   | 20                                      | 3                                    |
| МБРИ 100 | 100                                  | 15                                      | 2                                    |
| МБР 80   | 80                                   | 30                                      | 4                                    |
| МБР 160  | 160                                  | 20                                      | 3                                    |
| МБР 170  | 170                                  | 15                                      | 2                                    |
| МБР 180  | 180                                  | 10                                      | 1,5                                  |
| I        | 70                                   | 16 – 20                                 | 3                                    |
| II       | 76                                   | 16 – 20                                 | 3,5                                  |
| III      | 80                                   | 10 – 16                                 | 2                                    |
| IV       | 90                                   | 20                                      | 2                                    |
| V        | 70                                   | 25                                      | 4                                    |
| VI       | 76                                   | 30 – 40                                 | 4                                    |

**6. Мастика битумно-полимерная гидроизоляционная** – представляет собой однородную массу, состоящую из нефтяного битума, полимерной добавки (термоэластопласты, каучуки) 2 – 5 %масс., пластификатора 5 – 7 %масс., антисептика (4 – 5 %масс. на органическую массу вяжущего) и минерального наполнителя 15 – 25 %масс. Используется для облицовки каналов и бассейнов, набережных рек, промышленных зданий и сооружений, гидротехнических тоннелей и трубопроводов. Водонасыщаемость за 24 часа не более 1 %масс. Требования, предъявляемые к битумно-полимерным гидроизоляционным мастикам, представлены в табл. 31.

Табл. 31 – Показатели качества гидроизоляционных мастик

| Марка  | Показатели качества                 |  |                                     |                                   |
|--------|-------------------------------------|--|-------------------------------------|-----------------------------------|
|        | Температура размягчения, не ниже °С | Пенетрация при 25 °С, не менее ×0,1мм. | Растяжимость при 25 °С, не менее см | Температура хрупкости, не выше °С |
| А-6-15 | 148                                 | 32                                     | 0,8                                 | минус 34,5                        |
| А-6-20 | 138                                 | 63                                     | 3,7                                 | –                                 |
| А-6-25 | 132                                 | 71                                     | 11,6                                | –                                 |
| Б-6-15 | 86                                  | 51                                     | 3,2                                 | минус 30                          |
| Б-6-20 | 92                                  | 60                                     | 3,4                                 | минус 35                          |
| А-7-15 | 108                                 | 49                                     | 6,3                                 | минус 36                          |
| Б-7-20 | 113                                 | 59                                     | 15,8                                | минус 36                          |
| А-9-10 | 85                                  | 37                                     | 6                                   | минус 38                          |
| А-9-15 | 83                                  | 27                                     | 8                                   | минус 38                          |

**7. Битумно-полимерные штукатурные мастики** – состоят из строительного или изоляционного битумов, резиновой крошки 1,5 %масс., пластификатора 2,5 – 5 %масс., минерального наполнителя (песок, доломит) 50 – 80 %масс. и антисептика (4 – 5% масс. на органическую массу вяжущего). Требования предъявляемые к мастикам представлены в табл. 32. Водонасыщаемость за 24 часа не более 1 %масс.

Табл. 32 – Показатели качества битумно-полимерных штукатурных мастик

| Марка   | Показатели качества                       |   |   | Содержание<br>% масс. |         |
|---------|---|---|---|-----------------------|---------|
|         | Температура<br>размягчения,<br>не ниже °С | Пенетрация<br>при 25°С, не<br>менее ×0,1мм. | Растяжимость<br>при 25 °С,<br>не менее см | песок                 | доломит |
| БРМША   | 86  | 19,8  | 2,0                                       | –                     | 50      |
| БРМШ 10 | 86  | 19  | 1,5                                       | 10                    | 40      |
| БРМШ 20 | 87,5                                      | 16  | 1,5                                       | 20                    | 30      |
| БРМШ 40 | 92  | 15  | 2,0                                       | 40                    | 10      |
| БРМШ 60 | 102                                       | 4,2   | 0,75                                      | 60                    | 20      |

### 3.3.2 Определение температуры размягчения

Температуру размягчения определяют по методу кольца и шара (КиШ) по ГОСТ 11506. Сущность данного метода заключается в следующем:

1. На стеклянную или металлическую пластинку кладут папиросную бумагу или кальку, смазывают её глицерином, чтобы битум или мастика не прилипали к бумаге, помещают на пластину кольца и заливают в них расплавленный образец. Для образцов с температурой размягчения ниже 80°С используют два гладких кольца, а для образцов с температурой размягчения свыше 80°С два ступенчатых.

2. Залитые мастикой или битумом кольца охлаждают на воздухе 30 минут.

3. Избыток образца аккуратно срезают горячим ножом.

4. Помещают пластину с кольцами в воду со льдом на 30 минут.

5. Отделяют кольца от пластины и бумаги, а затем устанавливают в гнездо верхней части прибора.

6. В стакан наливают до метки дистиллированную воду или глицерин (если ожидается, что температура размягчения будет более 80 °С), и опускают в него собранный прибор.

7. Выдерживают прибор в стакане 15 минут.

8. Затем вынимают из стакана, в центр каждого кольца кладут шарик и снова опускают в стакан.

9. Нагревают стакан с опущенным в него прибором на электроплитке со скоростью 5 °С в минуту.

За температуру размягчения принимают температуру, при которой размягчённый образец под действием шарика коснётся нижней площадки

прибора. Если шарик продавливают образец, то испытание повторяют. Если при повторном испытании продавливание повторяется, то отмечают это в результате.

**Обработка результатов.** За температуру размягчения образца мастики или битума принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, округленное до целого числа. Результаты признаются достоверными, если расхождение между двумя параллельными определениями не превышает 1 °С для образцов с температурой размягчения ниже 80 °С и 2 °С для образцов с температурой размягчения выше 80 °С.

### 3.3.3 Определение глубины проникновения иглы (пенетрации)

Пенетрация битума или мастики, или их свойство оказывать сопротивление проникновению иглы при стандартной нагрузке, определяется в соответствии с ГОСТ 11501. Испытания проводят следующим образом:

1. Расплавленный образец наливают в стандартную чашку так, чтобы его уровень не доходил до края 5 мм, и охлаждают на воздухе 90 минут.

2. Затем помещают в водяную баню с температурой 25 °С и выдерживают 90 минут.

3. Чашку с образцом переносят в плоский сосуд с водой (25 °С) и устанавливают на столик пенетрометра.

4. Подводят конец иглы к поверхности образца (касание иглы поверхности проверяют по отражению в зеркале).

5. Опускают кремальеру до верхней площадки плунжера с иглой и выставляют на циферблате «0».

6. Одновременно включают секундомер и нажимают на кнопку прибора, давая игле свободно входить в образец в течение 5 секунд.

7. Затем отпускают кнопку, вновь доводят кремальеру до верхней площадки плунжера с иглой и отмечают на циферблате значение пенетрации.

Перед параллельным определением иглу необходимо вымыть в бензине и просушить. Новые определения делают в разных точках поверхности образца битумного материала.

**Обработка результатов.** За результат испытания при 25°С принимают среднее арифметическое значение результатов не менее трёх параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 33.

Табл. 33 – Данные для оценки сходимости результатов эксперимента

| Глубина проникновения иглы<br>(пенетрация) при 25°C, ×0,1мм. | Повторяемость, ×0,1мм.                  |
|--|---|
| до 50  | 2                                       |
| от 50 до 150   | 4                                       |
| от 150 до 250  | 6                                       |
| свыше 250  | 3% от среднего арифметического значения |

Если расхождения результатов определений превышают значения указанные в табл. 33, то испытания повторяют на другом параллельно подготовленном образце. Результаты испытаний округляют до целого числа.

### 3.3.4 Расчет индекса пенетрации

Индекс пенетрации (согласно ГОСТ 22245) рассчитывается по следующей эмпирической формуле.

$$И.П. = \frac{30}{1 + 50A} - 10, \quad A = \frac{2,9031 - \log P}{T_p - 25}, \quad (109)$$

где  $P$  – глубина проникания иглы при 25°C, ×0,1 мм;  
 $T_p$  – температура размягчения, °C.

### 3.3.5 Определение температуры хрупкости

Температура хрупкости определяется по ГОСТ 11507 «Метод определения температуры хрупкости по Фраасу». Сущность данного метода заключается в охлаждении и периодическом изгибе образца битума или мастики и определении температуры, при которой появятся сплошные трещины или образец сломается.

Методика определения температуры хрупкости заключается в следующем:

1. Мاستику или битум, в количестве  $(0,4 \pm 0,01)$  г., расплавляют и наносят на две стальные пластинки, предварительно протёртые толуолом и взвешенные с погрешностью не более 0,01 г.

2. Осторожно нагревают пластинку в течение 5-10 минут, пока образец равномерно не растечётся по всей её поверхности.

3. Пластинку выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут и вставляют в захват устройства для сгибания мастикой наружу.

4. Собирают устройство для охлаждения. Сосуд Дьюара заполняют изооктаном или спиртом на 1/2 высоты. В качестве хладагента используется углекислота или азот.

5. Устройство для сгибания пластинок вставляют в стеклянную пробирку с небольшим количеством хлористого кальция. Термометр размещают так, чтобы ртутный резервуар был на уровне середины стальной пластинки.

6. Вводят в аппарат охлаждающий агент и понижают температуру в пробирке со скоростью 1 °С в минуту. Сгибать пластинку, один раз за 20 секунд, начинают при температуре, примерно на 10 °С выше ожидаемой температуры хрупкости.

7. Аналогичные испытания проводят с другой пластинкой. При этом, сгибать её начинают при температуре на 10 °С выше температуры появления трещин на первой пластинке.

**Обработка результатов.** За температуру хрупкости принимают среднее арифметическое значение двух определений, округленное до целого числа. Результаты считаются достоверными, если расхождение между ними не превышает 3 °С.

### 3.3.6 Определение интервала пластичности

Интервал пластичности исследуемого образца равен разности температур размягчения и хрупкости.

$$И.Пл = T_p - T_{xp} \quad (110)$$

### 3.3.7 Определение растяжимости (дуктильности)

Растяжимость битумов и мастик определяют по ГОСТ 11505. Сущность метода заключается в определении длины, на которую может растянуться без разрыва образец, залитый в форму, раздвигаемую с постоянной скоростью при заданной температуре.

Перед испытанием образец необходимо расплавить и налить в три специальные формы (восьмёрки), установленные на пластинки покрытые папиросной бумагой или калькой, смазанной глицерином. Охладить до комнатной температуры. Излишек срезать горячим ножом от середины к краям. Выдержать образцы в ванне дуктилометра при температуре 25 °С не менее 1 часа, чтобы слой воды над образцом был не менее 25 мм. Установить восьмёрки в растягивающее устройство прибора, включить двигатель и отметить длину, при которой произошёл разрыв образца.

**Обработка результатов.** За растяжимость битума или мастики принимают среднее арифметическое значение трёх параллельных определений. При растяжимости до 10 см результат округляют до 0,1 см, при большем значении результат округляют до целого числа. Результаты при-

знаются достоверными, если расхождение между параллельными определениями не превышает 10% от среднего результата.

### 3.3.8 Определение эластичности

Эластичность битумов, главным образом, битумно-полимерных мастик определяют при помощи дуктилометра по следующей методике. Приготавливают образцы испытуемого материала согласно ГОСТ 11505, затем термостатируют в ванне дуктилометра при заданной температуре, растягивают на длину 20 см и разрезают посередине при помощи ножниц. После этого образцы оставляют в покое в ванне дуктилометра на 1 час при температуре опыта. По истечении часа при помощи линейки измеряют длину нитей битума каждой половинки образца. Эластичность в % рассчитывают по формуле:

$$\varepsilon = 100 - \left[ \frac{l_1 + l_2 - l_0}{200} \right] \cdot 100 \quad (111)$$

где  $l_1, l_2$  – длина нитей половинок образца от полураковины до конца нити после испытания, мм;

$l_0$  – начальное расстояние между двумя полураковинами «восьмёрками» прибора, для стандартного прибора равно 30 мм.

**Обработка результатов.** За эластичность принимают среднее арифметическое значение трёх параллельных определений. Результаты признаются достоверными, если расхождение между параллельными определениями не превышает 5 %.

### 3.3.9 Определение гибкости мастик

Метод определения гибкости мастик основан на изгибании образца пергамина или крафт-бумаги, с нанесенной на него мастикой по полуокружности стержня определенного диаметра при заданной температуре. Мاستику считают выдержавшей испытание, если на ее поверхности не образовались трещины.

Методика проведения испытания заключается в следующем:

1. На кусок пергамина или крафт-бумаги размером 50 на 100 мм, при помощи фарфоровой ложки, наносят разогретую до температуры 140 – 160 °С мастику слоем не более 6 мм (8 – 10 грамм мастики).

2. Выдерживают 2 часа на воздухе при комнатной температуре, а затем:

**Мастики без полимерной добавки** помещают на 15 минут в воду с температурой  $+18 \pm 2^\circ\text{C}$ , вынимают из воды и в зависимости от определён-

ной ранее температуры размягчения, медленно изгибают мастикой вверх по полуокружности стержня заданного диаметра (см. таб. 27). Затем, при условии, что мастика выдержала испытание, вновь помещают образец на 30 минут в воду при температуре  $(5 \pm 1) ^\circ\text{C}$ , вынимают из воды и медленно изгибают по полуокружности стержня с диаметром  $(20 \pm 2)$  мм.

**Мастики содержащие пластимеры** выдерживают 2 часа в морозильной камере при температуре минус  $10^\circ\text{C}$ , затем вынимают из камеры и не позднее чем через 5 секунд проводят испытания на брусе с закруглением радиусом  $(15 \pm 2)$  и  $(10 \pm 2)$  мм.

**Мастики содержащие эластомеры** выдерживают 2 часа в морозильной камере при температуре минус  $15^\circ\text{C}$ , затем вынимают из камеры и не позднее чем через 5 секунд проводят испытания на брусе с закруглением радиусом  $(15 \pm 2)$  и  $(10 \pm 2)$  мм.

### **3.3.10 Определение теплостойкости мастик**

**Теплостойкость** определяется следующим образом:

1. На кусок пергамина или крафт-бумаги размером 50 на 100 мм, при помощи фарфоровой ложки, наносят разогретую до температуры  $140 - 160^\circ\text{C}$  мастику слоем не более 6 мм (8 – 10 грамм мастики). Сверху накрывают куском крафт-бумаги того же размера и прижимают грузом в 2 кг на 2 часа через плоскую металлическую пластину размером  $50 \times 100 \times 2$  мм.

2. Затем груз снимают, а мастику помещают в нагретый сушильный шкаф в подвешенном состоянии и выдерживают в течение 2 часов при температуре :

- мастики без полимерной добавки – при  $70^\circ\text{C}$  (СТБ 1107),
- мастики, содержащие пластимеры – при  $95^\circ\text{C}$ .
- мастики, содержащие эластомеры – при  $80^\circ\text{C}$ .

Мастикку считают выдержавшей испытание, если она не потечёт и не начнёт сползать с подложки.

### **3.3.11 Построение кривых текучести и определение динамической вязкости**

Текучесть под действием различных нагрузок или их деформация под действием напряжения сдвига и динамическая вязкость битумов и битумных мастик определяется при помощи консистометра Гепплера (рис. 59).

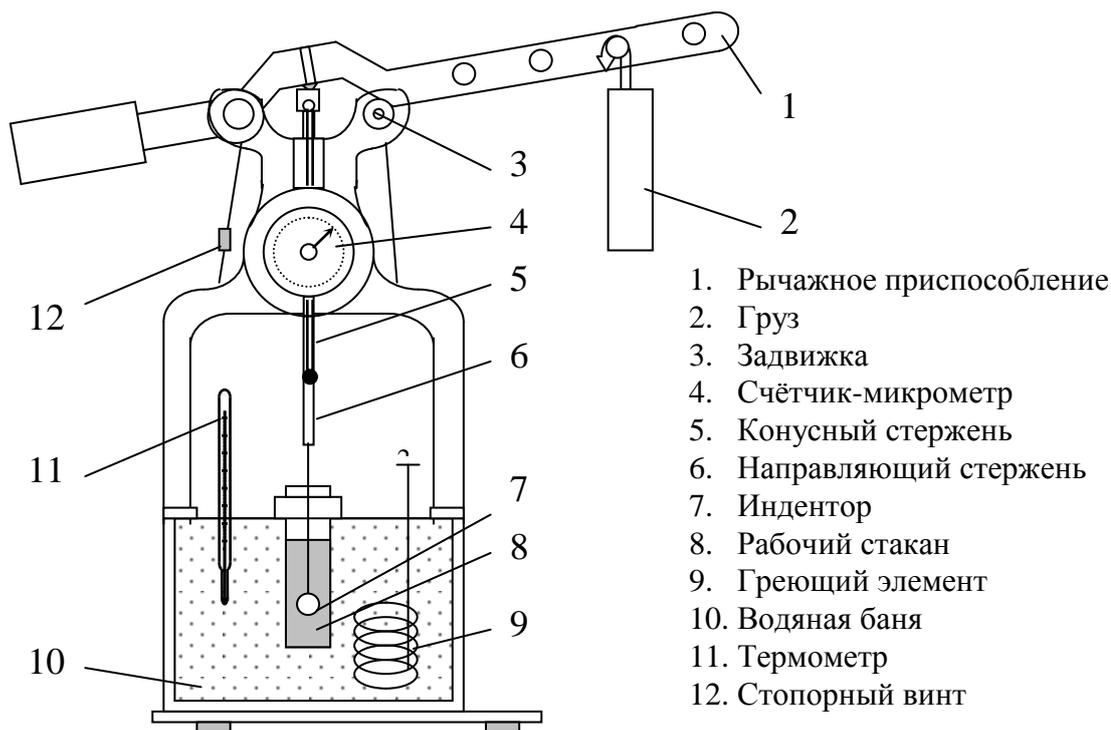


Рис. 59. Консистометр Гепплера

Принцип измерения заключается в определении скорости продавливания исследуемого материала через кольцевой зазор между рабочим стаканом (8) и сферическим индентором (7), который находится под постоянной нагрузкой, создаваемой рычажным приспособлением (1) с грузом (2). Сопротивление пенетрации индентора складывается из трения исследуемого материала по боковой поверхности и гидростатического давления на дно рабочего стакана.

Методика определения динамической вязкости и текучести мастик при помощи консистометра Гепплера заключается в следующем:

1. Предварительно нагретый расплавленный образец заливается в два рабочих металлических стакана (8) до метки.

2. Затем рабочие стаканы с образцами охлаждаются 30 минут на воздухе при комнатной температуре и помещаются в водяную баню консистометра (10), температура в которой поддерживается с помощью термостата или греющего элемента (9) с точностью  $\pm 0,5$  °С.

3. После достижения заданной температуры испытания в один из рабочих стаканов с образцом устанавливается сферический индентор, который закрепляется направляющим стержнем (6). Выдерживается в этих

условиях 20 минут. Второй рабочий стакан оставляется в водяной бане без индентора.

4. Устанавливается необходимая нагрузка на индентор путём подвешивания на рычажный механизм (1) стандартных грузов (2) входящих в комплект прибора. Выдвигается задвижка (3). Направляющий стержень (6) опускается до соприкосновения с конусным стержнем (5), поднятым вверх до упора. Счётчик измерительного устройства (4) устанавливается на «0».

5. Включается секундомер и одновременно ослабляется зажим (12) измерительного устройства, дающий возможность индентору свободно погружаться в образец.

6. Когда погружение индентора прекратится, о чём будет свидетельствовать остановка стрелки счётчика измерительного устройства (4), секундомер выключается, записывается время движения индентора ( $\tau$ , секунд) и отмечается пройденный им путь ( $S$ , см).

7. Рабочий стакан с индентором вынимается из водяной бани и разогревается на плитке. Затем индентор извлекается из стакана, протирается ветошью и используется для проведения параллельного испытания со вторым рабочим стаканом (см. п.п. 3 – 6). Испытания на каждом из образцов повторяют не менее 2 раз.

8. Для построения кривых текучести образца определяют скорость погружения сферического индентора (скорость сдвига) в исследуемый образец при постоянной температуре и различных нагрузках на индентор (напряжениях сдвига).

**Обработка результатов.** Численные значения динамической вязкости образца и скорости сдвига рассчитываются по формулам:

$$\eta = \frac{GK}{U}, \quad U = \frac{S}{\tau} \quad (112)$$

где  $\eta$  – динамическая вязкость, мПа × с;

$G$  – нагрузка на индентор, г;

$S$  – путь пройденный индентором, см;

$\tau$  – время движения индентора, с;

$K = 100$  – постоянная прибора, при работе со сферическим индентором с площадью поперечного сечения шарика  $2 \text{ см}^2$

$U$  – скорость сдвига, см/с.

За динамическую вязкость принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Результаты считаются достоверными, если расхождение между ними не превышает 3%.

Результаты исследований оформляются в виде табл. 34 и графиков зависимости динамической вязкости испытуемых образцов (кПа·с) от температуры (°С) – вязкостно - температурные кривые; скорости сдвига (см/с) от напряжения сдвига (Па) – кривые текучести..

Табл. 34 – Результаты исследований текучести и вязкости образцов при помощи консистометра Геплера

| Температура $T$ , °С | Нагрузка $G$ , г | Отрезок пути пройденный индентором $S$ , см | Время $\tau$ , с | Скорость сдвига $U$ , см/с | Динамическая вязкость $\eta$ , Па·с |
|----------------------|------------------|---|------------------|----------------------------|-------------------------------------|
|                      |                  |   |                  |                            |                                     |
|                      |                  |   |                  |                            |                                     |

### 3.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

**1. Цель работы.**

**2. Литературную часть.** Данный раздел должен быть посвящён обзору современной литературы по теме исследований. Содержать краткое описание теорий строения нефтяных дисперсных систем и методов изучения их реологических свойств.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится компонентный состав анализируемых образцов, свойства компонентов.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о влиянии различных физико-химических воздействий на реологические свойства образцов. Связать полученные результаты со структурными особенностями изучаемых дисперсных систем.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4. ИЗУЧЕНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СВОЙСТВ НЕФТЕПРОДУКТОВ

**4.1 Цель работы:** Изучить влияние способа получения и различных физико-химических факторов на температуру застывания нефтепродуктов.

Сущность метода заключается в предварительном нагревании образца испытуемого нефтепродукта с последующим охлаждением его с заданной скоростью до температуры, при которой образец остается неподвижным. Указанную температуру принимают за температуру застывания.

**4.2 Объекты исследования:** прямогонное и гидроочищенное дизельное топливо, масляные фракции, рафинаты очистки масляных фракций селективными растворителями, депарафинизированное масло, базовые масла, гачи, петролатумы, парафины, церезины, нефть и пр. Добавки и присадки различного происхождения.

**4.3 Оборудование и реактивы.** Термометр любого типа для измерения температуры охлаждающей смеси с градуировкой шкалы 1°С; баня масляная, водяная или воздушная. Пробирка стеклянная со сферическим дном, высотой (160±10) мм, внутренним диаметром (20±1) мм. На наружной боковой поверхности пробирки на расстоянии 30 мм от дна должна быть несмываемая кольцевая метка. Бумага фильтровальная лабораторная. Сетка проволочная. Вата гигроскопичная. Воронка для фильтрования. Холодильное устройство или охлаждающие смеси.

В зависимости от требуемой температуры применяют следующие охлаждающие смеси:

- до плюс 10 °С – лед или вода;
- до минус 21 °С – дробленый лед и кристаллы хлористого натрия;
- до минус 26 °С – дробленый лед и кристаллы хлористого кальция или дробленый лед, кристаллы хлористого натрия и охлажденный ацетон;
- до минус 78 °С – твердая углекислота и ацетон.

**4.4 Подготовка к испытанию.** При наличии воды нефтепродукт обезвоживают. Легкоподвижные продукты взбалтывают периодически в течение 10 – 15 мин со свежепрокаленным и измельченным сульфатом

натрия или хлористым кальцием, после чего отстаивают и фильтруют через сухой фильтр.

Вязкие нефтепродукты подогревают до температуры не выше 45 °С и фильтруют через слой крупнокристаллической, свежепрокаленной поваренной соли. Для этого в стеклянную воронку вкладывают проволочную сетку или немного ваты и сверху насыпают соль.

Обезвоженный продукт наливают в сухую чистую стеклянную пробирку до метки так, чтобы он не растекался по стенкам пробирки. В пробирку при помощи корковой пробки плотно вставляют соответствующий термометр, укрепляя его так, чтобы он проходил по оси пробирки, а его резервуар находился на расстоянии 8 – 10 мм от дна пробирки.

Пробирку с продуктом и термометром помещают в водяную баню, нагретую предварительно до температуры  $(50 \pm 1)$  °С, и выдерживают до тех пор, пока продукт не примет температуру бани.

**4.5 Проведение испытания.** Пробирку с продуктом и термометром вынимают из водяной бани, насухо вытирают ее снаружи и укрепляют при помощи пробки в муфте, так чтобы ее стенки находились приблизительно на одинаковом расстоянии от стенок муфты. Пробирки с муфтой закрепляют в держателе штатива в вертикальном положении и оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока нефтепродукт не охладится до температуры  $(35 \pm 5)$  °С, затем помещают его в сосуд с охлаждающей смесью, температуру которой предварительно устанавливают на 5°С ниже намеченной для определения температуры застывания.

Во время охлаждения продукта установленную температуру охлаждающей смеси поддерживают с погрешностью  $\pm 1$ °С.

Когда продукт в пробирке примет температуру, намеченную для определения застывания, пробирку наклоняют под углом 45° и, не вынимая из охлаждающей смеси, держат в таком положении в течение 1 мин.

После этого пробирку с муфтой осторожно вынимают из охлаждающей смеси, быстро вытирают муфту и наблюдают, не сместился ли мениск испытуемого продукта.

При определении температуры застывания ниже 0 °С в муфту перед испытанием помещают 0,5 – 1,0 см<sup>3</sup> серной кислоты, олеума или любого другого осушителя.

Если мениск сместился, то пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до  $(50 \pm 1)$ °С и проводят новое определение при температуре на

4 °С ниже предыдущей до тех пор, пока при некоторой температуре мениск не перестанет смещаться.

Если температура, при которой проводилось определение, ниже минус 20 °С, то перед новым определением для предохранения пробирки от повреждений вследствие сильных тепловых воздействий пробирку с продуктом и термометром оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока продукт не примет температуру минус 20 °С, а только после этого пробирку помещают в водяную баню.

Если мениск не сместился, то пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до (50 °С, проводят новое определение застывания при температуре на 4 °С выше предыдущей до тех пор, пока при некоторой температуре мениск будет смещаться.

После нахождения границы застывания (переход от подвижности к неподвижности или наоборот) определение повторяют, понижая или повышая температуру испытания на 2 °С до тех пор, пока не будет установлена такая температура, при которой мениск продукта остается неподвижным, а при повторном испытании при температуре на 2 °С выше он сдвигается. Эту температуру фиксируют, как установленную для данного опыта

Для установления температуры застывания продукта проводят два определения, начиная второе определение с температуры на 2 °С выше установленной при первом определении.

#### **4.6 Обработка результатов**

За температуру застывания испытуемого нефтепродукта принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными с 95%-ной доверительной вероятностью, если расхождение между ними не превышает 2 °С.

#### **4.7 Оформление отчёта:**

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

##### **1. Цель работы.**

**2. Литературную часть.** Методы регулирования низкотемпературных свойств нефтепродуктов. Механизм действия депрессорных присадок. Влияние состава и дисперсной структуры нефтепродукта на его низкотемпературные свойства.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится состав и свойства компонентов анализируемых образцов.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и метода определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о характере влияния изученного физико-химического фактора на температуру застывания нефтепродукта. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5. ИЗУЧЕНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ КОАГУЛЯЦИОННЫХ И КОНДЕНСАЦИОННЫХ ДИСПЕРСНЫХ СТРУКТУР

**5.1 Цель работы:** определение пластической прочности коагуляционных и конденсационных дисперсных структур и влияние различных физико-химических воздействий (температуры, концентрации различных добавок, ПАВ и пр.) на изменение пластической прочности дисперсных структур.

**5.2 Объекты исследований:** пластичные смазки, бентонитовые глины (содержащие нефтяные масла), гач, петролатум и пр.

### 5.3 Порядок проведения работы

Измерения проводятся на коническом пластометре, позволяющем осуществить погружение конуса на заданную (фиксированную) глубину. В качестве пластометра используется пенетрометр (по ГОСТ 11501), в котором вместо игл к плунжеру пенетрометра прикрепляется конический конус.

В качестве измерителя усилия в приборе используются электрические весы с точность измерения до 0,1 г.

Испытуемый образец в металлической формочке после термостатирования при заданной температуре в течение 2 часов помещается на чашку весов. Вес образца компенсируется путем установки показания весов на нулевую отметку. Вершина конуса приводится в соприкосновение с поверхностью образца. Опускают кремальеру пенетрометра до верхней площадки плунжера с конусом и выставляют на циферблате «0».

Затем освобождают плунжер с конусом, путем нажатия кнопки прибора, и нажимая на кремальеру медленно погружают конус на заданную глубину, отмечаемую по циферблату пенетрометра. Возникающее при этом усилие определяют по максимальному показанию весов после остановки плунжера с конусом.

Определяют пластическую прочность  $P_m$ , измерив нагрузку  $F$  при погружении конуса на глубину  $h = 0,4$  см. Повторяют измерение еще три раза, увеличивая каждый раз  $h$  на 0,2 см. Поднимают конус, передвигают

формочку и проводят аналогичные измерения на другом участке. Данные записывают в табл. 35.

Табл. 35 – Результаты исследования пластической прочности образца (привести описание образца)

| $T, ^\circ\text{C}$ | $h, \text{см}$ | $F, \text{г}$ | $P_m, \text{г/см}^2$ |
|---------------------|----------------|---------------|----------------------|
|                     |                |               |                      |
|                     |                |               |                      |

К испытываемому образцу добавляют определенное количество добавки или ПАВ от 0,001 до 10% масс., начиная с меньшей концентрации. Добавка или ПАВ вводится в образец путем тщательного перемешивания в течение 5 минут металлическим шпателем без подогрева или стеклянной палочкой с подогревом до температуры плавления. Затем образец охлаждается и термостатируется при заданной температуре в течение 2 часов. Результаты измерений заносятся в табл. 35, на основании которых строится график зависимости средней величины пластической прочности испытываемого образца от содержания добавки или ПАВ.

Пластическая прочность  $P_m$  рассчитывается по формуле:

$$P_m = k \frac{F}{h^2}, \quad k = \frac{1}{\pi} \cos^2 \frac{\alpha}{2} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} \quad (113)$$

где  $k$  - коэффициент, зависящий от угла при вершине конуса:  
при  $\alpha = 60^\circ$ ,  $k = 0,41$ ; при  $\alpha = 40^\circ$ ,  $k = 0,77$ .

Рассчитывается средняя величина  $\bar{P}_m$  для каждого образца.

#### 5.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

- 1. Цель работы.**
- 2. Литературную часть.** Особенности строения и свойств коагуляционных и конденсационных дисперсных структур.
- 3. Объект исследования.** В данном разделе приводится описание объекта исследования и его свойства.
- 4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и проведения испытаний.
- 5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о характере влияния температуры и концентрации ПАВ на пластическую прочность испытуемых образцов. Определить количество добавки ПАВ, приводящее к наиболее резкому понижению пластической прочности дисперсной системы по сравнению с исходным значением. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6. ПОЛУЧЕНИЕ И ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ ЭМУЛЬСИЙ

**6.1 Цель работы:** получение эмульсий; ознакомление с методами определения типа эмульсий; оценка их механических свойств.

**6.2 Объекты исследований:** водно-нефтяные эмульсии, водно-топливные эмульсии, битумные эмульсии.

### **6.3 Порядок проведения работы**

#### **6.3.1 Получение эмульсий**

1. Получения золь парафина методом замены растворителя. К 50 мл воды добавляют по каплям при взбалтывании 1 мл насыщенного раствора парафина в этаноле. Образуется золь с отрицательно заряженными частицами.

2. Получение и обращение фаз в эмульсии толуол-вода. В колбочку с притертой пробкой наливают 5 мл 3% раствора олеата натрия и 5 мл толуола, окрашенного красителем, хорошо растворимым в неполярных жидкостях и нерастворимым в воде, например, судан III.

Жидкость встряхивают до получения однородной эмульсии. Для определения типа образующейся эмульсии помещают каплю ее на предметное стекло и определяют под микроскопом, какая жидкость в является дисперсной фазой, а какая – дисперсионной средой.

К остатку эмульсии в колбочке приливают несколько капель концентрированного раствора хлористого кальция, вновь энергично взбалтывают и определяют тип образовавшейся эмульсии и знак заряда коллоидных частиц.

Знак заряда коллоидных частиц в окрашенных золях можно определить методом капиллярного анализа. Метод основан на том, что целлюлозные стенки капилляров фильтровальной бумаги заряжаются отрицательно, а пропитывающая бумагу вода положительно. Если на листок бумаги нанести каплю исследуемого золь, то частицы, заряженные положительно, адсорбируются на стенках капилляров. При этом образуется окрашенное в центре и бесцветное по краям пятно. Золь с отрицательно заряженными частицами образует равномерно окрашенное пятно

3. Получение предельно концентрированной прямой эмульсии (типа масло в воде). Для получения высококонцентрированной эмульсии углеводорода в воде в градуированный цилиндр вводят 50 мл водного раствора эмульгатора–стабилизатора, в качестве которого можно использовать 5 –

10 %масс. водный раствор олеата натрия или любой другой эмульгатор. Эмульгирование проводят при помощи высокоскоростной мешалки – диспергатора. Углеводородную фазу вводят в раствор эмульгатора порциями по 1 мл.

После добавления порции углеводорода систему перемешивают в течение 1 минуты. При этом надо тщательно следить за тем, чтобы эмульсия не размазывалась по стенкам цилиндра. Это приводит к нерациональному расходованию эмульгатора.

Окончание процесса эмульгирования можно легко определить, прекратив перемешивание и наклонив цилиндр. Если при этом после неоднократного перемешивания наблюдается отделение дисперсионной среды, следует считать процесс эмульгирования законченным, а полученную эмульсию предельно концентрированной. После этого эмульгирование прекращают и по показаниям бюретки измеряют объем эмульгированной жидкости во взятом объеме эмульгатора. Объемная концентрация эмульсии определяется как отношение объема углеводорода к сумме объемов углеводорода и раствора эмульгатора (в процентах). Определить предельную концентрацию прямой эмульсии нефтепродукт в воде с применением различных эмульгаторов и/или различной концентрации эмульгатора в водной фазе. Свойства некоторых эмульгаторов приведена в табл. 36

Табл. 36 – Свойства эмульгаторов

| Эмульгатор   | Химическая формула  | Состояние при 20°C | Плотность при 20°C | Температура затвердевания, °C | Температура вспышки, °C |
|--------------|---|--------------------|--------------------|-------------------------------|-------------------------|
| Динорам С    | R-NH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -NH <sub>2</sub>                 | Паста              | 0,84 (50°C)        | 30                            | 190                     |
| Динорам СЛ   | R-NH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -NH <sub>2</sub>                 | Жидкость           | 0,9                | меньше 9                      | 204                     |
| Динорам 3590 | R-NH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -NH <sub>2</sub>                 | Жидкость           | 0,89               | 9                             | 1,3                     |
| Полирам С    | R-[NH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub> | Паста              | 0,86 (50°C)        | 40                            | 205                     |
| Полирам СЛ   | R-[NH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub> | Жидкость           | 0,92               | 9                             | 195                     |
| Эмульзамин   | Соединения четвертичного аммония                                      | Жидкость           | 0,94 – 0,97        | минус 5                       | 48                      |

#### 4. Получение битумных эмульсий.

Приготовление водной фазы. Взвесить стеклянную ёмкость объёмом 600 мл. Отобрать навеску эмульгатора: для быстро распадающихся эмульсий 1,9 – 3,5 г., для медленно распадающихся 3,8 – 12,5 г. Долить водопроводной водой до 500 мл. Для лучшего растворения эмульгатора, смесь подогреть на водяной бане при температуре 40 – 60 °С, периодически помешивая стеклянной палочкой до получения однородного раствора. Отобрать 100 – 150 мл. раствора эмульгатор-вода. При помощи *pH*-метра определить его кислотность. Вытереть электроды *pH*-метра фильтровальной бумагой и перенести в стакан с дистиллированной водой.

С помощью микробюретки добавить 0,1 мл. 1н. раствора *HCl* в отобранный раствор эмульгатор-вода. Перемешать стеклянной палочкой и измерить *pH*. Затем вновь добавить 0,1 мл. 1н. раствора *HCl* в раствор эмульгатор-вода. Титрование проводить до тех пор, пока *pH* исследуемого раствора не достигнет значения 3,5 – 4. По результатам эксперимента построить график зависимости *pH* раствора от объёма введённого раствора *HCl* ( $pH = f(V \text{ 1н. раствора } HCl, \text{ мл.})$ ). С помощью полученного графика определить количество кислоты, которое необходимо добавить в водную фазу для достижения нужной *pH* среды.

В водную фазу (400 – 350 мл.) добавить необходимое количество соляной кислоты и перемешать стеклянной палочкой до однородного состояния.

Приготовление эмульсии. В металлической ёмкости объёмом не менее 1000 мл. разогреть до температуры 100 – 160 °С около 200 г битума и приготовить раствор «битум (75 %масс.) ÷ толуол (25 %масс.)». Определить с помощью ареометра его плотность.

Приготовить эмульсию при комнатной температуре, путём интенсивного смешивания раствора битум÷толуол с водной фазой. Количество водной фазы рассчитывается по содержанию битума в смеси, согласно задания (от 30 до 65 %масс.). При составлении материального баланса количество введённого в эмульсию толуола не учитывать. Он выполняет функцию разжижителя.

### 6.3.2 Определение типа эмульсии

Тип эмульсии можно определить следующими методами:

а) метод смешения. Эмульсия легко смешивается с жидкостью, которая составляет её дисперсионную среду. Каплю эмульсии и каплю воды помещают рядом на предметное стекло. Наклоняют стекло так, чтобы капли соприкоснулись. Если капли сольются, то дисперсионной средой в

эмульсии является вода. Если нет – то эмульсия относится к типу вода в масле;

б) метод смачивания гидрофобной поверхности. Если капля эмульсии, нанесенная на парафиновую пластинку, не растекается, то дисперсионной средой является вода, а эмульсия относится к типу масло в воде. Если капля эмульсии растекается, то эмульсия относится к типу вода в масле.

в) метод окрашивания непрерывной среды. Эмульсии легко окрашиваются красителями, растворимыми в дисперсионной среде. Эмульсии типа масло в воде равномерно окрашиваются водорастворимыми красителями – метиловый оранжевый, метиленовый голубой и пр. Эмульсии типа вода в масле равномерно окрашиваются маслорастворимыми красителями – судан, фуксин.

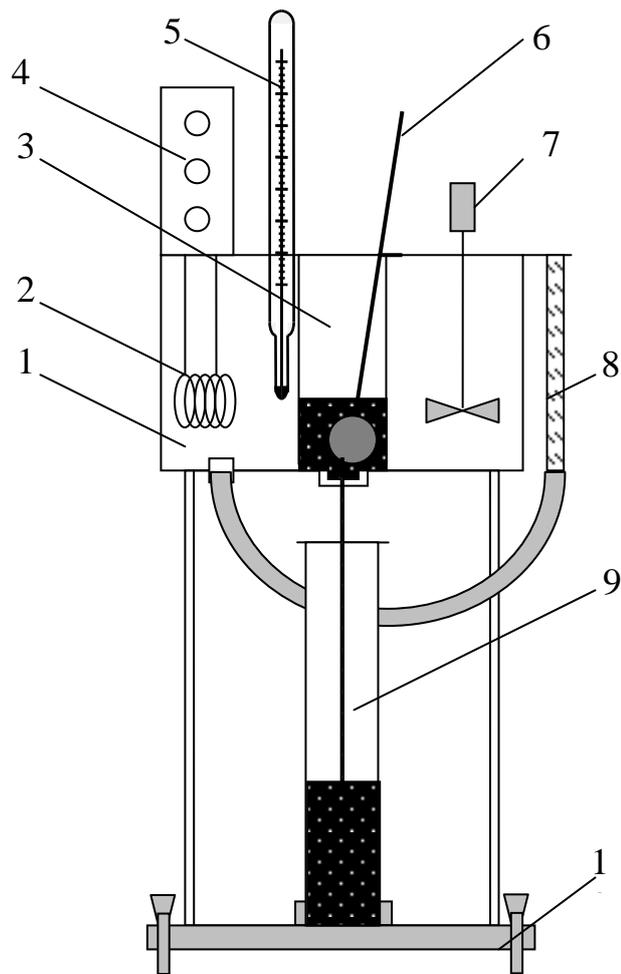
Тип бесцветной эмульсии можно легко определить при помощи метода Троннера, суть которого заключается в следующем. На кусочек фильтровальной бумаги, смоченной 20% масс. водным раствором хлорида кобальта и затем высушенный, помещают каплю эмульсии. Эмульсия типа масло в воде вызывает быстрое появление розового окрашивания. С эмульсией типа вода в масле никаких изменений цвета не наблюдается. Эмульсии промежуточного типа вызывают медленное появление слабого розового окрашивания.

г) метод определения электрического сопротивления. В сосуде для измерения электропроводности поочередно измеряют сначала электрическое сопротивление дистиллированной воды, а затем части полученной эмульсии. Электрическое сопротивление обратных эмульсий значительно выше прямых.

### **6.3.3 Определение условной вязкости эмульсий**

Условная вязкость эмульсии характеризуется временем истечения 50 мл эмульсии из вискозиметра типа ВУБ – Ф1 через калибровочное отверстие диаметром 3 мм. Испытание проводят при температуре  $(20 \pm 2)$  °С или при другой температуре (согласно задания).

Вискозиметр ВУБ – Ф1 (рис. 60) состоит из водяной бани (1), в которую помещен стакан (3) с испытуемым образцом.



1 – Водяная баня; 2 – нагревательный элемент; 3 – стакан для битумной эмульсии; 4 – пульт управления; 5 – термометр; 6 – клапан; 7 – мешалка; 8 – водомерная трубка со шлангом; 9 – мерный цилиндр; 10 – основание с уровнем и регулировочными винтами.

Рис. 60. Устройство прибора для определения условной вязкости эмульсий типа ВУБ – Ф1

Бачек водяной бани при помощи стоек крепится на основании (10), снабженном установочными винтами и уровнем. Вода в бане нагревается кипятильником мощностью 500 Вт (2), и перемешивается ручной мешалкой (7). Температура воды контролируется термометром (5). Включение кипятильника производится тумблером, расположенным вместе с индикаторной лампочкой на пульте управления (4). Уровень воды в бане регулируется по водомерной трубке (8), которая используется для слива воды из бачка бани.

Стакан с эмульсией помещают внутрь бани, отверстие стакана закрывают клапаном (6), снабженным меткой для измерения уровня заливаемой в стакан эмульсии. Объем вытекаемой из стакана эмульсии замеряется мерным цилиндром (9), установленным под сливным отверстием стакана.

Подготовка к работе вискозиметра ВУБ – Ф1 заключается в следующем. Бачек бани заполняется водой через крышку, при этом уровень воды в бачке должен совпадать с отметкой на водомерной трубке. Вилка прибора подключается к сети, загорается зеленый индикатор. Тумблер на панели управления переводится в положение «Вкл.», что приводит к загоранию красного индикатора. По мере нагревания вода перемешивается вращением головки мешалки. При достижении требуемой температуры тумблер выключается. К стакану привинчивается насадка с калибровочным отверстием диаметром 3 мм.

В стакан с клапаном, закрывающим сливное отверстие, заливают подготовленную пробу эмульсии до буртика на клапане. Под стакан устанавливают мерный цилиндр, клапан поднимают, вешают штифтом на край стакана и наблюдают за количеством вытекающей эмульсии по мерному цилиндру.

Когда уровень эмульсии в цилиндре достигнет метки 25 мл, включают секундомер, а когда уровень битума достигнет метки 75 мл, его выключают. За условную вязкость эмульсии, выраженную в секундах, принимают время истечения 50 мл эмульсии.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений вязкости. Испытание считается достоверным, если расхождение между ними не превышает 2 секунд при вязкости эмульсии до 20 секунд включительно, 3 секунд при вязкости эмульсии от 20 до 40 секунд и не более 10 % относительных при условной вязкости эмульсии более 40 секунд.

Условная вязкость битумных эмульсий при 20 °С должна быть не более 35 секунд.

#### **6.3.4 Определение устойчивости эмульсий**

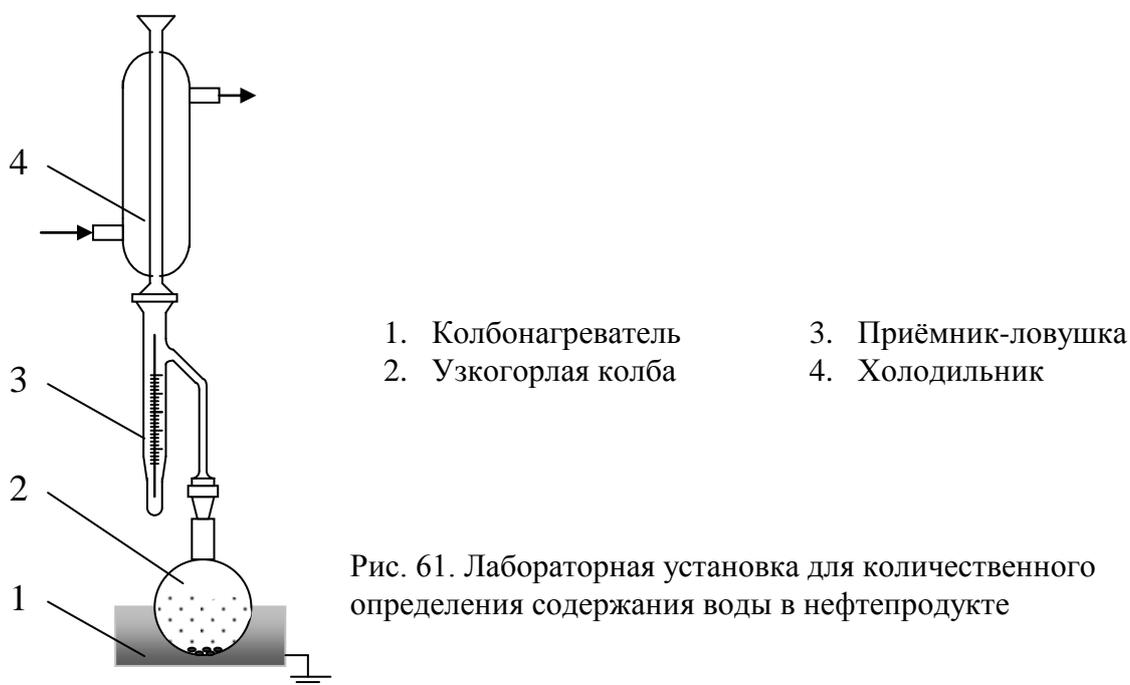
Испытуемый образец эмульсии помещается в делительную воронку, где выдерживается в неподвижном состоянии в течение 10, 15, 30, 45 дней при комнатной температуре. По истечении каждого из указанных периодов для всех образцов определяют плотность при 20 °С (пикнометрическим методом), условная вязкость и/или кинематическая вязкость при

температурах 10 – 50 °С у проб, отобранных сверху и снизу делительной воронки.

Устойчивость эмульсии можно также определить по изменению содержания воды в верхнем и нижнем слое эмульсии после отстаивания образцов. Для этого, по методу Дина и Старка определяют содержание воды в исходной свежеприготовленной эмульсии, а затем в верхнем и нижнем слое эмульсии после отстаивания.

По степени изменения этих показателей судят о расслоении опытных образцов.

Сущность метода определения содержания воды в нефтепродукте по Дину и Старку заключается в отгонке воды из исследуемого продукта в присутствии растворителя на стандартном аппарате (рис. 61).



Пробу нефтепродукта 5 минут встряхивают в колбе (вязкие продукты подогревают до 45 – 50 °С, твёрдые нарезают в стружку) и растворяют в 100 см<sup>3</sup> бензина-растворителя. Навеску продукта берут в зависимости от ожидаемого содержания воды от 25 до 100 г.

При сборке аппарат в колбу 2 помещают кусочки фарфора. Нагревают содержимое колбы до кипения и ведут перегонку со скоростью 2 – 4 капли в секунду. Время перегонки от 30 до 60 минут. Перегонку прекращают, после того, как объём воды в приёмнике - ловушке 3 перестанет увеличиваться, а верхний слой растворителя станет прозрачным. Аппарат

разбирают, когда система охладится до комнатной температуры. Содержание воды  $x$  (в %масс.) вычисляют по формуле:

$$x = \frac{V \cdot \rho}{m} 100 \quad (114)$$

где  $V$  – объём воды в ловушке, см<sup>3</sup>;

$\rho$  – плотность воды при комнатной температуре, г/см<sup>3</sup>;

$m$  – навеска нефтепродукта, г.

### 6.3.5 Определение индекса распада битумных эмульсий

Приготовленным битумным эмульсиям определить индекс распада по следующей методике:

1. В чашку Петри взять навеску 20 г. эмульсии. Взвесить фарфоровую ложечку.

2. С помощью сит определить гранулометрический состав минерального компонента или отсеять частицы заданного размера.

3. С помощью фарфоровой ложечки вводить в чашку с эмульсией частицы минерального компонента, при постоянном перемешивании до разрушения эмульсии. О распаде эмульсии судят по выделению воды при нажатии фарфоровой ложечкой на смесь эмульсия–минеральный наполнитель. Минеральный компонент можно вводить через воронку.

4. Взвесить чашку со смесью эмульсия-песок и фарфоровой ложечкой. Рассчитать количество введенного в эмульсию песка путём вычитания из полученной величины массы чашки, ложечки и эмульсии.

Рассчитать индекс распада  $IR$  эмульсии по следующей формуле:

$$IR = \frac{m_{песка}}{m_{эмульсии}} \cdot 100 \quad (115)$$

За результат определения принимаю среднее значение трех параллельных испытаний.

### 6.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

1. **Цель работы.**

2. **Литературную часть.** Данный раздел должен быть посвящён обзору современной литературы по методам получения и регулирования свойств, выбранных в качестве объекта исследования эмульсий.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится компонентный состав анализируемых образцов и свойства компонентов эмульсии.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков, диаграмм и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о влиянии изученных факторов (температура, вид и концентрация эмульгатора, продолжительность отстаивания и пр.) на свойства эмульсий. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7.**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ СЦЕПЛЕНИЯ БИТУМА С**  
**МИНЕРАЛЬНЫМ МАТЕРИАЛОМ ПО МЕТОДУ СОРБЦИИ**  
**КРАСИТЕЛЯ**

**7.1 Цель работы:** изучение изменения степени сцепления битумной пленки с поверхностью минеральных материалов под действием различных физико-химических воздействий.

**7.2 Объекты исследования:** нефтяные битумы различной глубины окисления, битумные эмульсии, битумные композиционные материалы, битумно-минеральные смеси.

**7.3 Порядок проведения работы**

Настоящая работа включает в себя следующие этапы:

1. Приготовление не менее 5 растворов красителя в дистиллированной воде в диапазоне концентраций от 0,5 до 15 мг/л с точностью 0,01 мг/л. В качестве красителя можно использовать, например, метиленовый голубой ( $N, N, N', N'$  – тетраметилтионин хлористый, 3-х водный).

2. Определение при помощи фотоколориметра оптической плотности приготовленных растворов при выбранной длине волны и построение калибровочной кривой, представляющей зависимость оптической плотности от концентрации красителя в растворе. В случае применения в качестве красителя метиленового голубого длина волны выбирается из диапазона 560 – 590 нм, соответствующего цвету поглощаемого излучения от желто-зеленого до желтого.

3. Подготовка образцов минерального материала и битумо-минеральной смеси, осуществляется следующим образом:

Для проведения исследований используют фракцию минерального материала с размером частиц от 2 до 5 мм, тщательно промывают дистиллированной водой и сушат при температуре 105 – 110°C, песок – в течение 2 ч, мрамор – 5 ч.

Перед испытанием образец битума обезвоживают осторожным нагреванием до 105°C при перемешивании стеклянной палочкой. Обезвоженный и расплавленный битум до подвижного состояния, процеживают через сито с сеткой № 07. Битумные эмульсии специальной подготовке не подвергаются.

Для приготовления битумоминеральной смеси на основе нефтяного битума в две фарфоровые чашки взвешивают по 30 г минерального материала и по 1,2 г испытуемого битума. Затем чашки в течение 20 минут выдерживают в термостате при температуре 130 – 140 °С, вынимают из термостата и перемешивают минеральный материал с битумом металлической ложкой до покрытия всей его поверхности. Затем смесь выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин.

Битумоминеральная смесь на основе битумной эмульсии получают путем перемешивания при комнатной температуре в фарфоровой чашечке 30 г минерального материала с таким количеством битумной эмульсии, в которой содержится около 1,2 г битума.

1. Обработка приготовленных образцов битумоминеральной смеси воздействием кипящей воды согласно ГОСТ 11508:

На металлическую сетку № 025 или 05 с проволочными дужками выкладывают из одной чашки примерно половину подготовленной битумоминеральной смеси, распределяют ее равномерным слоем и опускают сетку в стакан с кипящей дистиллированной водой (высота слоя воды под сеткой и над смесью должна быть по 40—60 мм). Аналогичную операцию производят с битумоминеральной смесью из второй чашки.

Сетки с испытуемыми образцами выдерживают в кипящей воде в течение 30 мин. Битум, отделившийся от смеси и всплывший на поверхность воды в процессе кипячения, снимают фильтровальной бумагой.

По окончании кипячения сетки с испытуемым битумом сразу переносят в стаканы с холодной водой, где выдерживают в течение 3 – 5 мин, после чего смеси переносят на фильтровальную бумагу.

2 Проведение обработки исходного минерального материала и полученных образцов раствором красителя:

Взвешивают с точностью 0,1 г шесть одинаковых тщательно вымытых стеклянных стаканов, помещают в них образцы минерального материала и битумоминеральной смеси – два одинаковых образца минерального материала и по два образца битумоминеральной смеси до и после кипячения. Взвешивают стаканы с образцами и рассчитывают массу взятых навесок испытуемых образцов  $m_{1-6}$ .

В каждый из стаканов наливают по 50 мл заранее приготовленного раствора красителя с концентрацией в диапазоне от 10 до 15 мг/л. Закрывают стаканы предметными стеклами и оставляют на 24 часа.

При помощи фотоколориметра определяют оптические плотности исходного раствора красителя и растворов из каждого стакана.

#### 7.4 Обработка результатов

С помощью калибровочного графика определяют с точностью 0,01 мг/л концентрации красителя в исходном растворе ( $C_0$ ) и в растворах, полученных после сорбции красителя на испытуемых образцах ( $C_{1÷6}$ ).

Рассчитывают величины адсорбции ( $q_{1÷6}$ ) красителя испытуемыми образцами минерального материала и битумоминеральной смеси с точностью  $0,01 \times 10^{-6}$  ед. по формуле (116):

$$q_{1÷6} = \frac{(C_0 - C_{1÷6}) \cdot V}{m_{(1÷6)}}, \quad (116)$$

где  $C_0$  и  $C_{1÷6}$  – исходная и равновесная, установившаяся по колориметру, концентрации красителя, мг/л;

$V$  – объём раствора красителя, равен 0,05 л;

$m_{1÷6}$  – масса соответствующих навесок испытуемых образцов, мг.

Проводят оценку сходимости рассчитанных величин адсорбции параллельно испытуемых образцов:

– два результата параллельных испытаний признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает  $1,0 \times 10^{-6}$  ед.;

– если результаты не достоверны, проводятся повторные исследования.

Рассчитывают степень покрытия битумом поверхности минерального материала в % отн. до ( $S_0$ ) и после ( $S$ ) кипячения по формулам (117) и (118):

$$S_0 = 100 - \frac{\bar{q}_2}{\bar{q}_1} \cdot 100, \quad (117)$$

$$S = 100 - \frac{\bar{q}_3}{\bar{q}_1} \cdot 100, \quad (118)$$

где  $\bar{q}_1, \bar{q}_2$  и  $\bar{q}_3$  – среднеарифметическое значение двух параллельных измерений адсорбции красителя поверхностью соответственно исходным минеральным материалом и битумоминеральной смесью до и после кипячения с точностью  $0,01 \times 10^{-6}$  ед..

Результаты исследований представляют в виде следующей таблицы.

Табл. 37 – Результаты определения степени покрытия частиц песка битумом по методу сорбции красителя (метиленового голубого)

| № образца                               | $m_i$ , г | $C_0$ , мг/л | $C_i$ , мг/л | $q_i \times 10^6$ | $\bar{q}_i \times 10^6$ | $S$ , % отн. |
|---|-----------|--------------|--------------|-------------------|-------------------------|--------------|
| Минеральный материал – песок или мрамор |           |              |              |                   |                         |              |
| 1                                       |           |              |              |                   |                         | –            |
| 2                                       |           |              |              |                   |                         |              |
| Битумоминеральная смесь до кипячения    |           |              |              |                   |                         |              |
| 3                                       |           |              |              |                   |                         | $S_0$        |
| 4                                       |           |              |              |                   |                         |              |
| Битумоминеральная смесь после кипячения |           |              |              |                   |                         |              |
| 5                                       |           |              |              |                   |                         | $S$          |
| 6                                       |           |              |              |                   |                         |              |

Рассчитывают изменение степени покрытия битумом поверхности минерального материала в результате воздействия кипящей воды в % отн. по следующей формуле

$$\Delta S = S_0 - S \quad (119)$$

Проводят повторные испытания с битумом, модифицированным различными добавками, например, адгезионной добавкой «Азол» и/или минеральным материалом, обработанным веществами, повышающими его сцепление с битумной пленкой.

### 7.5 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

**1. Цель работы.**

**2. Литературную часть.** Особенности строения битумной пленки на поверхности минерального материала. Способы оценки и повышения адгезионных свойств битумов.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится компонентный состав анализируемых образцов.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о влиянии различных добавок на степень сцепления битумной пленки с поверхностью минерального материала. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №8. ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ ПЕН

**8.1 Цель работы:** получение пен, определение их свойств, изучение влияния добавки пенообразователей и антипенный присадок на вспенивание нефтепродуктов.

**8.2 Объекты исследования:** нефтяные топлива, масла, вспененные битумы, пенообразователи, антипенные присадки.

### 8.3 Порядок проведения работы.

#### 8.3.1 Получение пенообразователей

Для проведения исследований, согласно задания, берутся готовые пенообразователи и антипенные добавки. Если необходимо, их получают по методике, самостоятельно разработанной студентом и согласованной с преподавателем на основании проведения литературного обзора. В качестве примера рассмотрим методику приготовления алюмосульфонатного пенообразователя, который имеет следующий состав:

- керосиновый контакт, представляющий собой высомолекулярные моносульфоновые кислоты, полученные сульфированием нефтяных дистиллятов (запатентован в 1913 г. русским ученым-химиком Г.С. Петровым). Его называют «Керосиновый контакт Петрова» или просто керосиновый контакт, который является основой композиций для очистки тканей, поверхности металлов, пенообразующих агентов, основа эмульгирующих и смачивающих составов;

- сернокислый глинозем технический ( $Al_2(SO_4)_3 \times 18H_2O$ ), является стабилизатором пены, находит широкое применение в качестве коагулянта для очистки воды;

- едкий натр и вода.

Приготовление пенообразователя состоит из следующих операций:

1. приготовление водного раствора сернокислого глинозема. Для приготовления водного раствора сернокислого глинозема его измельчают, укладывают в сосуд и заливают горячей водой при соотношении сернокислого глинозема и воды 1 к 2. Затем смесь подвергают действию острого пара в течении 2 – 2,5 час. или выдерживают в горячей воде около 24 часов. Раствор тщательно перемешивают;

2. получение 20 % масс. раствора едкого натра;

3. нейтрализация керосинового контакта (получение натриевой соли нефтяных сульфокислот) до нейтральной реакции. Керосиновый контакт разбавляют водой в соотношении 1 к 2 (по объему), и затем добавляют небольшими порциями (при обязательном перемешивании) 20% раствор едкого натрия. При нейтрализации раствор нагревают до температуры 80 – 90 °С, при этом происходит расслоение жидкости. Верхний слой, представляющий собой керосин, удаляют, а нижний слой – раствор натриевой соли и нефтяных сульфокислот, идет (после остывания до 20 °С) на приготовление пенообразователя.

4. смешивание натриевой соли нефтяных сульфокислот с водным раствором сернокислого глинозема в соотношении 1 к 1,2 (по массе).

В качестве стабилизаторов пены могут использоваться желатина, полиакриламид и пр. (до 10 % масс.). Для обеспечения возможности работы на морозе, в их состав вводят также до 20 % масс. различных антифризов – технический этиловый спирт, полиэтиленгликоли.

### 8.3.2 Изучение свойств пенообразователей

Для приготовленных пенообразователей определить следующие свойства: плотность при 20 °С, кинематическую вязкость при 20 и 50 °С, температуру застывания (замерзания).

Вспенивающие свойства пенообразователей определить по следующей методике. Из исходного раствора пенообразователя в мерных колбах на 50 см<sup>3</sup> путем последовательного разбавления в два раза готовят 5 растворов. В цилиндр емкостью 100 см<sup>3</sup> при помощи пипетки вносят 10 см<sup>3</sup> приготовленного раствора. Цилиндр закрывают пробкой, и встряхивают в течение 30 секунд. После прекращения встряхивания включают секундомер, одновременно отмечая объем содержимого цилиндра  $V_{max}$  и объем жидкости под слоем пены  $V_{жс}$ . Объем пены  $V_{пены}$  вычисляется как разность вышеуказанных объемов.

Устойчивость пены оценивается в секундах временем её полураспада  $\tau_{1/2}$ , т. е. временем, за которое объем пены уменьшится вдвое. Кратность пены  $\beta$  рассчитывается по уравнению:

$$\beta = \frac{V_{пены}}{V_0 - V_{жс}} \quad (120)$$

где  $V_0$  – исходный объем жидкости, в настоящем эксперименте 10 см<sup>3</sup>.

Затем эксперимент повторяют с каждым из приготовленных растворов. Результаты исследований заносятся в табл. 38.

Табл. 38 – Зависимость устойчивости пены от концентрации пенообразователя

| № | Концентрация<br>пенообразователя,<br>моль/л | $V_{max}$ ,<br>см <sup>3</sup> | $V_{ж}$ ,<br>см <sup>3</sup> | $V_{пены} = V_{max} - V_{ж}$ ,<br>см <sup>3</sup> | $\tau_{1/2}$ , с | $\beta$ |
|---|---|--------------------------------|------------------------------|---|------------------|---------|
| 1 |   |                                |                              |   |                  |         |
| 2 |   |                                |                              |   |                  |         |
| 3 |   |                                |                              |   |                  |         |
| 4 |   |                                |                              |   |                  |         |
| 5 |   |                                |                              |   |                  |         |

По экспериментальным данным строят следующие графики: зависимость кратности пены от концентрации пенообразователя и зависимость времени полураспада пены от концентрации пенообразователя.

### 8.3.3 Изучение процесса вспенивания нефтяных топлив и масел

Изучить интенсивность вспенивания исходных нефтепродуктов при температурах от минус 20 до плюс 60 °С и нефтепродуктов с добавлением (согласно задания) пенообразователя или антипенной добавки (согласно задания) в количестве от 0,0001 до 2 %масс.

Определить кратность и устойчивость пены согласно методики, приведенной в п. 8.3.2.

### 8.3.4 Получение вспененных битумов. Определение кратности и устойчивости битумных пен

Изучить влияние температуры и количества вспенивающей добавки, вводимой в разогретый битум, на кратность и устойчивость битумной пены. В качестве вспенивающих добавок при выполнении настоящей работе использовать: обводнённые нефтешламы, соли, выделяющие при нагревании газы, например, карбонат или гидрокарбонат аммония или натрия, или их растворы, водонасыщенные пористые материалы, например, измельченный торф, активированный уголь и пр.

Вспенивание битума проводится следующим образом. Разогретый до температуры 100 – 120 °С битум наливается в металлическую ёмкость (3) и подогревается до заданной температуры испытания (140 – 160 °С) в песчаной бане (4), установленной на электроплитке (5) (рис. 62).

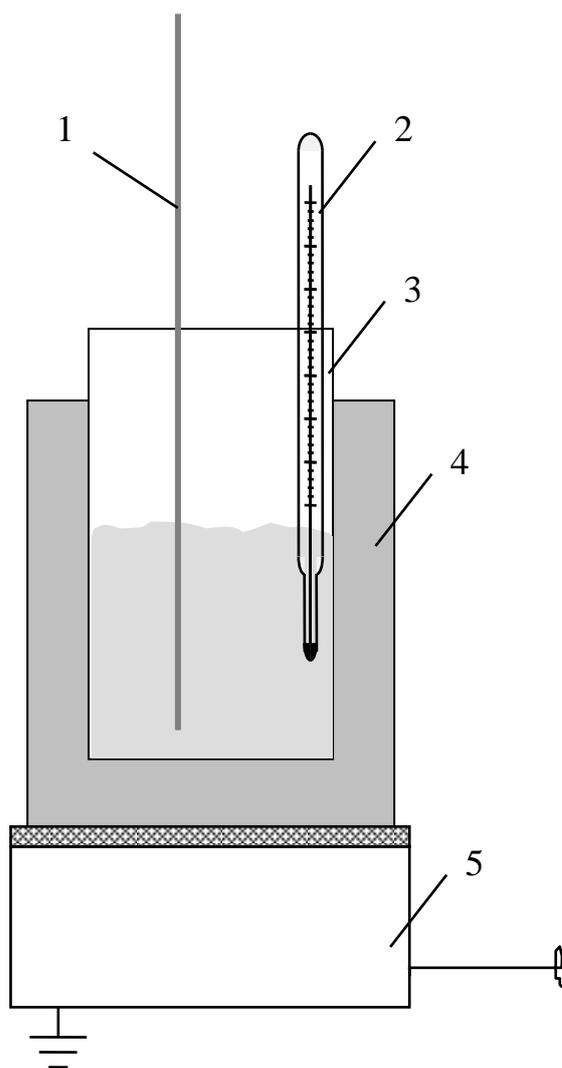


Рис. 62. Лабораторная установка для вспенивания битума

Для проведения исследований используются цилиндрические металлические ёмкости высотой 15 – 50 см и диаметром 5 – 10 см. После подогрева битума до требуемой температуры, контролируемой термометром 2, в него вводится заранее взвешенная навеска вспенивающей добавки, смесь интенсивно перемешивается в течение около 5 секунд при помощи металлического стержня (1). Затем, при помощи стержня (1) делается первый замер высоты пены. Далее замеры повторялись с промежутком в 1 минуту (без перемешивания) до падения столба вспененного битума.

Кратность битумной пены равно отношению максимального объёма пены ( $V_n$ ) к объёму исходного битума ( $V_0$ ), использующегося для её образования:  $K=(V_n+V_0)/V_0$ . Устойчивость пены равна времени её полураспада  $\tau_{1/2}$ , т. е. времени, за которое объём пены уменьшится вдвое.

#### 8.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

**1. Цель работы.**

**2. Литературную часть.** Виды пенообразователей и способы их получения. Факторы, влияющие на вспенивание нефтепродуктов.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится компонентный состав анализируемых образцов.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о влиянии изученных факторов на вспенивание нефтепродукта. Дать теоретическое обоснование полученных результатов. Предложить пути практического применения полученного при выполнении настоящей работы пенообразователя.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №9. ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ ПОРОШКОВ**

**9.1 Цель работы:** Определение плотности, фракционного состава (ситовой анализ) и устойчивости к истиранию, содержания влаги, склонности к влагопоглощению, слеживанию и текучести порошков. Изучение влияния влажности и химической обработки порошков на их вышеперечисленные свойства.

**9.2 Объекты исследований:** порошкообразные адсорбенты, катализаторы, компоненты битумных мастик и асфальтобетонных смесей (песок, доломит), торф, порошкообразные продукты нефтехимического синтеза, сера, минеральные удобрения и пр.

### **9.3 Порядок проведения работы**

#### **9.3.1 Определение кажущейся плотности неуплотненных (насыпной плотности) и уплотненных порошков**

Метод основан на определении отношения массы свободно засыпаемого и уплотненного вибрацией в течение определенного времени порошка к занимаемому им объему.

**Аппаратура.** Стекланный мерный цилиндр с притертой пробкой диаметром  $(35 \pm 5)$  мм, вместимостью  $250 \text{ см}^3$  и ценой деления не более  $2 \text{ см}^3$ . Весы с пределом взвешивания не менее 500 г и погрешностью взвешивания не более 0,1 г. Секундомер

**Проведение испытания.** В чистый сухой цилиндр с помощью воронки помещают  $(100 \pm 0,1)$  г порошка. Цилиндр закрывают пробкой и переворачивают вращательными движениями в вертикальной плоскости, делая 10 полных оборотов с частотой около  $0,5 \text{ с}^{-1}$ . Сразу после окончания вращений цилиндр ставят вертикально, дают порошку отстояться в течение  $(180 \pm 5)$  с, определяют объем  $V_1, \text{ см}^3$ , занимаемый навеской порошка. Затем уплотняют порошок в течение  $(300 \pm 5)$  с при помощи вибростенда и определяют объем  $V_2, \text{ см}^3$ , занимаемый порошком. Допускается производить уплотнение порошка вручную, постукиванием цилиндра о твердую поверхность (около 600 ударов в течение 5 мин) с высоты 10-15 мм.

### **Обработка результатов**

Кажущуюся плотность неуплотненного порошка при свободной за- сыпке (насыпную плотность)  $\rho_1$ , кг/м<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$\rho_1 = \frac{m}{V_1} 1000 \quad (121)$$

где  $m$  – фактическая масса навески порошка, г;

$V_1$  - объем, занимаемый навеской порошка после отстаивания в тече- ние  $(180 \pm 5)$  с, см<sup>3</sup>.

Кажущуюся плотность уплотненного порошка  $\rho_2$ , кг/м<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$\rho_2 = \frac{m}{V_2} 1000 \quad (122)$$

где  $V_2$  - объем, занимаемый навеской порошка после его уплотнения, см<sup>3</sup>.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое резуль- татов трех параллельных определений.

### 9.3.2 Определение фракционного состава порошков (ситовой анализ) и их устойчивости к истиранию

Ситовой анализ основан на количественном определении остатка порошка на ситах после просева с последующим вычислением его содер- жания в процентах от общей массы навески, взятой для отсева. Устойчи- вость к истиранию определяется путем оценки изменения фракционного состава порошка в результате интенсивного встряхивания в закрытой ем- кости.

**Аппаратура.** Технические весы с погрешностью взвешивания не более 0,1 г. Сита металлические с сетками, крышкой и поддоном. Кисть мягкая. Полипропиленовая бутылка объемом 1 л.

#### Проведение испытаний

Для определения фракционного состава, навеску порошка в количе- стве  $(50 \pm 0,5)$  г помещают на верхнее сито (в наборе сит) и производят просеивание ручным встряхиванием, периодически очищая сито от за- стравших частиц мягкой кистью. Рассев ведут до прекращения появления порошка при встряхивании в течение 30 с на черной бумаге, помещенной под ситом. Остаток на сите переносят в предварительно взвешенную (скомпенсированную) тару и взвешивают.

Затем проводят оценку устойчивости образца порошка к истиранию. В полипропиленовую бутылку помещают навеску порошка в количестве  $(50 \pm 0,5)$  г. Бутылку закрывают пробкой и интенсивно встряхивают (около 1200 встряхиваний в течение 10 минут). Затем проводят ситовой анализ порошка.

### Обработка результатов

Содержание остатка после просева на каждом сите  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_c}{m} 100 \quad (123)$$

где  $m_c$  – масса остатка порошка на сите, г;  
 $m$  – общая масса навески, г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Аналогичным образом рассчитывают содержание остатка после просева на сите для образца после встряхивания. По результатам испытаний строят гистограмму, отображающую изменение фракционного состава порошка в результате встряхивания.

### 9.3.3 Определение содержания влаги

Метод основан на определении отношения массы влаги, содержащейся в навеске порошка, к массе этой навески.

**Аппаратура.** Сушильный шкаф с терморегулятором, позволяющим изменять температуру нагрева от 50 до 100 °С. Стекланный стакан с крышкой диаметром  $(82 \pm 1)$  мм и высотой не более 50 мм. Эксикатор с осушителем (например, хлористым кальцием). Весы аналитические.

**Проведение испытания.** В чистый сухой, предварительно взвешенный стакан помещают  $(20 \pm 0,1)$  г порошка. Стакан закрывают крышкой и взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г. Затем стакан с порошком переносят в сушильный шкаф, снимают крышку и сушат до постоянной массы ~ 4 ч при температуре  $(55 \pm 5)$  ° С. Постоянство массы порошка контролируется взвешиванием стакана через 3 ч сушки и в последующем через каждые 15 мин. Перед взвешиванием стакан закрывается крышкой. После возвращения стакан в сушильный шкаф крышка открывается. После достижения постоянной массы закрытый стакан с порошком помещают на

30 мин в эксикатор для охлаждения и затем производят окончательный контроль постоянства массы.

#### **Обработка результатов**

Влажность порошка  $W$ , %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m} 100 \quad (124)$$

где  $m$  – масса исходной навески порошка, г;

$m_1$  – масса стаканчика с порошком до сушки, г;

$m_2$  – масса стаканчика с порошком после сушки, г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

#### **9.3.4. Определение склонности к влагопоглощению и слеживанию**

Метод основан на определении отношения массы влаги, поглощенной навеской порошка, к массе этой навески и последующей визуальной оценке его склонности к слеживанию.

**Аппаратура.** Сушильный шкаф с терморегулятором и стеклянный стакан. Эксикатор с 26 %-м раствором серной кислоты или насыщенным раствором аммония хлористого, позволяющими создать в эксикаторе влажность воздуха (80 %). Весы аналитические. Термометр лабораторный с погрешностью измерения не более 1°С. Сито с размером отверстия 1,0 мм.

**Проведение испытания на склонность к влагопоглощению.** В чистый сухой, предварительно взвешенный стакан помещают  $(14 \pm 0,2)$  г порошка, закрывают крышкой и взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г. Затем стакан с порошком помещают в эксикатор, снимают крышку и кладут ее рядом, эксикатор закрывают крышкой. Порошок выдерживают в эксикаторе 24 ч при температуре  $(20 \pm 3)$  °С. Затем стакан закрывают крышкой, вынимают из эксикатора и взвешивают.

#### **Обработка результатов**

Склонность порошка к влагопоглощению  $B$ , %, вычисляют по формуле

$$B = \frac{m_1 - m_2}{m} 100 \quad (125)$$

где  $m$  – масса исходной навески порошка, г;  
 $m_1$  – масса стакана с навеской после выдержки (увлажнения), г;  
 $m_2$  – масса стакана с навеской до выдержки (увлажнения), г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

**Проведение испытания на склонность к слеживанию.** После завершения испытания на склонность к влагопоглощению стакан с порошком помещают в сушильный шкаф, открывают крышку и высушивают до постоянной массы  $\sim 4$  ч при температуре  $(55 \pm 5)^\circ \text{C}$ . Затем высушенный порошок высыпают с высоты  $(200 \pm 50)$  мм на сито. Осторожно потряхивая сито, просеивают порошок. В случае, если на сите остались какие-либо комки, последние пересыпаются в предварительно взвешенный стакан и взвешиваются.

#### **Обработка результатов**

Склонность порошка к слеживанию  $C$ , %, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_k}{m} 100 \quad (126)$$

где  $m_k$  – масса образовавшихся комков, г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

#### **9.3.4 Определение текучести порошка**

Метод основан на измерении массового расхода порошка при истечении его из отверстия заданного диаметра под действием силы тяжести.

**Аппаратура.** Весы технические. Испытательные воронки с диаметром насадки от 1 до 0,1 мм. Секундомер.

**Проведение испытания.** Загружают в воронку такое количество испытываемого порошка, которое в уплотненном состоянии занимает объем  $0,5 \text{ дм}^3$ . Уплотняют порошок вручную (500 ударов в течение 10 мин), ударяя испытательную воронку с высоты 10 – 15 мм о твердую поверхность. Затем открывают отверстие насадки и определяют время истечения порошка из отверстия насадки заданного диаметра.

**Обработка результатов.** Текучесть порошка  $T_d$ , кг/с, вычисляют по формуле

$$T_d = \frac{m}{\tau_d} \quad (127)$$

где  $m$  – масса навески порошка, кг;

$\tau_d$  – время истечения навески порошка через отверстие заданного диаметра, с.

Вязкость порошка при истечении через отверстие с диаметром  $d$  (м) в м<sup>2</sup>/с можно рассчитать по формуле:

$$\nu_d = \frac{m}{\tau_d \cdot \rho_2 \cdot d} \quad (128)$$

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

### 9.3.5 Изучение влияния влажности и химической обработки порошков на их свойства

Приготовить образцы исследуемого порошка с различной влажностью: просушенного до постоянной массы при температурах 100 °С, 50 °С, воздушно-сухого порошка (при комнатной температуре и влажности) и водонасыщенного порошка. Водонасыщение порошка провести путем погружения на 24 часа навески воздушно-сухого порошка в количестве около 100 г, помещенного в хлопчатобумажный мешочек, в стакан с водой. Определить вышерассмотренные свойства образцов (если это возможно).

На основании литературных данных выбрать, обосновать и разработать методику химической обработки поверхности порошка с целью регулирования его реологических свойств и устойчивости к истиранию. Определить текучесть и устойчивость к истиранию модифицированных порошков.

### 9.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

#### 1. Цель работы.

2. **Литературную часть.** Данный раздел должен содержать результаты литературного обзора по способам регулирования свойств порошков физико-химическими методами..

3. **Объект исследования.** В данном разделе приводится точный компонентный состав анализируемых образцов.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о влиянии влажности и различных физико-химических воздействий на свойства порошков. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №10.**  
**АДСОРБЦИОННОЕ ПониЖЕНИЕ ПРОЧНОСТИ ДИСПЕРСНЫХ**  
**ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ**  
**(ИЗУЧЕНИЕ ЭФФЕКТА РЕБИНДЕРА)**

**10.1 Цель работы:** изучение влияния различных сред на прочность катализаторов и сорбентов.

Сущность метода заключается в испытании гранул пористого сорбента или катализатора на сжатие в сухом виде, и после пропитки различными жидкостями. Определяют усилие разрушения и рассчитывают прочность гранул.

**10.2 Объекты исследования.** активированный уголь, силикагель, нефтяной кокс, углеродные сорбенты, катализаторы, закоксованные катализаторы, нефть, нефтепродукты, поверхностно-активные вещества.

**10.3 Порядок выполнения работы.** Прокаленные образцы хранятся в эксикаторе во избежание адсорбции паров воды из воздуха. Вынимать образцы из эксикатора следует как можно быстрее и немедленно закрывать эксикатор крышкой. Для пропитки гранул используют серию жидкостей различной полярности. Для пропитки каждой жидкостью берут партию из 10 образцов.

Измеряют штангенциркулем диаметр образцов одной из партий. В дальнейшем 10 измеренных образцов используют для пропитки. Для пропитки берут несколько чашек Петри, в каждую чашку помещают кружок фильтровальной бумаги и хорошо смачивают его одной из жидкостей. На смоченную фильтровальную бумагу пинцетом устанавливают вертикально (на основание цилиндра) по 10 образцов в каждую чашку. Чашки закрывают, и образцы выдерживают в таком положении не менее 10 минут. По истечении этого времени чашки поочередно открывают и образцы пинцетом переворачивают – ставят снова вертикально на фильтровальную бумагу, но другим основанием цилиндра, закрывают чашки и выдерживают образцы еще 10 минут. Затем чашки открывают, медленно заливают в них соответствующую жидкость (ту, в которой была смочена фильтровальная бумага) в таком количестве, чтобы все образцы были ею покрыты (50 мл), и выдерживают еще не менее 10 минут. Указанный способ пропитки обеспечивает равномерное поступление жидкости в поры образцов и исключает

ет возможность заземления в них пузырьков воздуха и создания дополнительных напряжений внутри образцов.

Время, в течение которого происходит пропитка образцов, используется для измерений прочности сухих гранул, которые предварительно следует перенести из эксикатора в отдельный бюкс. По истечении времени, необходимого для пропитки, измеряют прочность пропитанных гранул.

Механические испытания проводят на приборе, принцип работы которого заключается в следующем: образец раздавливается между плоскими пластинами. Измерение усилия проводится при помощи динамометра, представляющего собой консольно-закрепленную пружину, связанную с верхней пластиной. Усилие, возникающее при раздавливании образца, изгибает пружину; прогиб пружины фиксируется с помощью стрелочного индикатора.

**10.4 Обработка результатов измерений.** Прочность образцов (напряжение разрушения) рассчитывают по формуле:

$$P = F / s \quad (129)$$

где  $s$  – площадь поперечного сечения образца ( $s = \pi \bar{d}^2 / 4$ ), м<sup>2</sup>;  
 $\bar{d}$  – средний диаметр образцов, принимают равным среднему из результатов десяти измерений, проведенных в начале выполнения работы, м;  
 $F$  – усилие разрушения, кг.

Результаты испытаний заносят в следующую таблицу.

Табл. 39 – Результаты изучения эффекта Ребиндера

| Наименование образца | Среда | Усилие разрушения, $F$ , кг | Напряжение разрушения, $P$ , кг/м <sup>2</sup> |
|----------------------|-------|-----------------------------|--|
|                      |       |                             |  |
|                      |       |                             |  |
|                      |       |                             |  |

Для каждой партии образцов, испытанных в присутствии определенной среды, находят среднее значение прочности.

### 10.5 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

**Цель работы.**

1. **Литературную часть.** Сущность эффекта Ребиндера. Способы повышения прочности адсорбентов и катализаторов.

2. **Объект исследования.** В данном разделе приводится описание объекта исследования и его свойства.

3. **Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и проведения испытаний.

4. **Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

5. **Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о характере влияния явления адсорбции веществ на поверхности твердых тел на их прочность. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №11.**

### **ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ДОБАВОК И ПАВ НА РАЗМЕРЫ ЧАСТИЦ ДИСПЕРСНОЙ ФАЗЫ НЕФТЯНЫХ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ**

**11.1 Цель работы:** Изучить влияние ПАВ на размеры и удельную поверхность частиц дисперсной фазы нефтяных дисперсных систем.

**11.2 Объекты исследований:** гудрон, битум, мастики, тяжелая смола пиролиза (ТСП) и др.; ПАВ – органические амины, спирты, кислоты, кетоны, жидкие и твёрдые промышленные отходы, растворимые в нефтепродукте.

#### **11.3 Порядок выполнения работы**

Приготовить образцы, согласно задания, в количестве около 100 г. Отобрать в плоскодонную колбу объёмом 200 мл около 50 г. образца и провести его деасфальтизацию гексаном или прямогонным бензином, в соотношении 1 к 3, при комнатной температуре. Деасфальтизиат слить и определить плотность дисперсной фазы нефтяной дисперсной системы.

Плотность частиц дисперсной фазы определяется по методу взвешенной капли. Каплю или частицу исследуемого образца (асфальт деасфальтизации) ввести в водно-соляной раствор слабой концентрации, в который добавляется вода или концентрированный раствор соли до тех пор, пока испытуемый образец не будет взвешен внутри раствора. Плотность раствора определяется ареометром. Считается, что плотность нефтепродукта равна плотности водно-соляного раствора.

Параметры частиц дисперсной фазы НДС определяются фотоколориметрическим методом. Его суть заключается в том, что с помощью фотоэлектроколориметра на двух длинах волн 530 и 680 нм определяют оптическую плотность образцов, которые предварительно разбавляются вакуумным масляным дистиллятом или толуолом.

Оптическую плотность образцов определяют по следующей методике:

Взвешивают стакан объёмом 100 см<sup>3</sup> с точностью 0,1 г. Берут в него навеску исследуемого образца (около 5 – 10 г). Взвешивают вновь. По разнице масс рассчитывают массу навески образца и необходимое количество разбавителя. Приливают разбавитель в стакан с образцом, установленный

на чашу технических весов. Подогревают стакан со смесью образец - разбавитель на водяной бане и перемешивают в течении 5 минут стеклянной палочкой. Вынимают из бани и выдерживают на воздухе в течении 20 минут.

Наносят стеклянной палочкой на стекло из плексигласа размером 30×19×3 мм (входит в набор кювет для фотоэлектроколориметра) 3 капли образца и растягивают по поверхности другим таким же стеклом. Накладывают стёкла друг на друга и прижимают. Помещают стёкла с образцом в измерительную камеру прибора. В качестве кюветы сравнения используются стёкла с растворителем. Определяют оптическую плотность образца при длинах волн 530 и 680 нм. Измерение повторяют 3 раза. Все операции, включая измерение оптической плотности, завершают не более чем за 3 минуты во избежание коагуляции частиц дисперсной фазы под действием прижимающих плоскостей.

Считая частицы дисперсной фазы сферическими, рассчитывают их средний относительный диаметр  $d_n$  (нм):

$$d_n = \frac{6000}{d \cdot S} \quad (130)$$

где  $S$  – удельная межфазная поверхность, м<sup>2</sup>/г;  
 $d$  – плотность частиц дисперсной фазы, г/см<sup>3</sup>.

$$S = 8,08 \cdot 10^3 \cdot \frac{\lg D_1 - \lg D_2}{680 - 530} \quad (131)$$

где  $D_1$  и  $D_2$  – оптические плотности при различных длинах волн;  
680, 530 – длины волн, нм.

#### 11.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

**1. Цель работы.**

**2. Литературную часть.** Данный раздел должен быть посвящён обзору современной литературы по тематике основного исследования.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится точный компонентный состав анализируемых образцов и их свойства.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

Результаты эксперимента представить в виде табл. 40 и графика влияния концентрации ПАВ на относительный диаметр частиц дисперсной фазы нефтяной дисперсной системы.

Табл. 40 – Результаты определения параметров частиц дисперсной фазы образцов (*пример оформления таблицы*)

| Состав образцов, в %масс. | Оптическая плотность при 530 нм, $D_{530}$ | Оптическая плотность при 680 нм, $D_{680}$ | Удельная межфазная поверхность, $S_{уд}, м^2/г$ | Средний относительный диаметр частиц $d_n$ нм |
|---------------------------|--|--|---|---|
|                           |  |  |   |   |

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о характере влияния ПАВ на удельную межфазную поверхность и средний относительный диаметр частиц дисперсной фазы нефтяной дисперсной системы. Дать теоретическое обоснование полученных результатов.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ ПАВ СТАЛАГМОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

**12.1 Цель работы:** определить сталагмометрическим методом поверхностное (межфазное) натяжение нефтепродуктов на границе раздела фаз «жидкость – газ» и «жидкость – жидкость». Определить критическую концентрацию мицеллообразования в растворах ПАВ.

**12.2 Объекты исследований:** водные растворы ПАВ, нефтяные масла с присадками, нефтяные топлива с различными добавками, водно-нефтяные композиции.

### 12.3 Порядок проведения работы

#### 12.3.1 Определение поверхностного натяжения на поверхности раздела фаз «жидкость – газ»

Сущность сталагмометрического метода определения поверхностного натяжения заключается в отсчете капель при медленном вытекании исследуемой жидкости из капилляра. Сталагмометр представляет собой стеклянную трубку с расширением посередине и капилляром в нижней части. Расширенная часть ограничена двумя метками

Приборы и реактивы: сталагмометр с резиновой грушей и штатив. стакан объемом 50 мл. Мерные колбы на 50 мл. Мерная пипетка. Исследуемые растворы. Дистиллированная вода. Хромовая смесь. Перед началом работы сталагмометр необходимо тщательно промыть хромовой смесью, затем несколько раз ополоснуть дистиллированной водой.

Сталагмометр закрепляют в штативе в вертикальном положении. Сначала опыт проводят с дистиллированной водой (или другой стандартной жидкостью), для которой известно поверхностное натяжение  $\sigma_0$ . Поверхностное натяжение воды при различных температурах приведено в табл. 41.

Табл. 41 – Поверхностное натяжение воды

|                  | Температура, °С |       |       |       |       |       |
|------------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                  | 10              | 20    | 30    | 40    | 50    | 60    |
| $\sigma_0$ , Н/м | 74,22           | 72,75 | 71,15 | 69,55 | 67,91 | 66,17 |

Поместив капилляр в стаканчик со стандартной жидкостью, при помощи резиновой груши затягивают раствор в прибор (уровень жидкости должен быть выше верхней метки) и дают жидкости по каплям вытекать из сталагмометра в стаканчик. Скорость истечения можно регулировать при помощи винтового зажима. Когда уровень жидкости достигнет верхней метки, начинают отсчет капель; отсчет продолжают до достижения уровнем нижней метки.

Чем меньше поверхностное натяжение истекающей из сталагмометра жидкости, тем меньший объем имеет капля. При определении поверхностного натяжения веществ, имеющих большие молекулы, необходимо увеличивать время образования капель. Если капли будут образовываться быстро, то на их поверхности из-за медленной диффузии молекул не успевает установиться равновесное значение поверхностного натяжения. Для таких растворов измерения проводят при различных уменьшающихся скоростях истечения, пока число капель не приобретет максимальное постоянное значение. Это значение и берут для расчета. Обычно придерживаются скорости истечения, обеспечивающей образование 1 – 3 капель в минуту. Эксперимент повторяют 3 раза для каждого раствора и для расчета поверхностного натяжения используют среднее значение  $n_0$ . Разница между отсчетами не должна превышать 1 – 2 капли.

Аналогичные исследования проводят с исследуемым раствором. Результаты эксперимента спиртов заносят в табл. 42.

Табл. 42 – Исходные данные и результаты эксперимента

|  |  |   |   |                        |                            |                |
|--|--|---|---|------------------------|----------------------------|----------------|
| Температура эксперимента, °С                                   |  |   |   |                        |                            |                |
| Плотность стандартной жидкости, $\rho_0$ , кг/м <sup>3</sup>   |  |   |   |                        |                            |                |
| Поверхностное натяжение стандартной жидкости, $\sigma_0$ , Н/м |  |   |   |                        |                            |                |
| Стандартная жидкость   | Число капель в трех параллельных исследованиях |   |   | Среднее значение $n_0$ |                            |                |
|  | 1  | 2 | 3 |                        |                            |                |
|  |  |   |   |                        |                            |                |
| Исследуемые образцы  | Число капель                                   |   |   | Среднее значение $n$   | $\rho$ , кг/м <sup>3</sup> | $\sigma$ , Н/м |
|  | 1  | 2 | 3 |                        |                            |                |
| Образец 1  |  |   |   |                        |                            |                |
| Образец 2  |  |   |   |                        |                            |                |
| ...  |  |   |   |                        |                            |                |

Расчет поверхностного натяжения исследуемого образца  $\sigma$  (Н/м) производят по формуле:

$$\sigma = \sigma_0 \frac{\rho_0 n_0}{\rho n} \quad (132)$$

где  $\sigma_0, \rho_0, n_0$  – поверхностное натяжение, плотность, число капель стандартной жидкости (дистиллированной воды);

$\sigma, \rho, n$  – соответствующие величины для исследуемого раствора.

### 12.3.2 Определение межфазного натяжения на границе двух несмешивающихся жидкостей

Особенности применения сталагмометрического метода для определения межфазного натяжения на границе раздела фаз «жидкость – жидкость» заключаются в следующем:

1. В сталагмометр следует набирать жидкость, которая лучше смачивает стекло.

2. Если набранная в сталагмометр жидкость имеет меньшую плотность  $\rho_1$ , чем та, в которой образуется капля  $\rho_2$ , то конец сталагмометра должен быть загнут вверх (рис. 63, а). Если набранная в сталагмометр жидкость имеет большую плотность  $\rho_1$ , чем та, в которой образуется капля  $\rho_2$ , то конец сталагмометра должен быть опущен вниз (рис. 63, б).

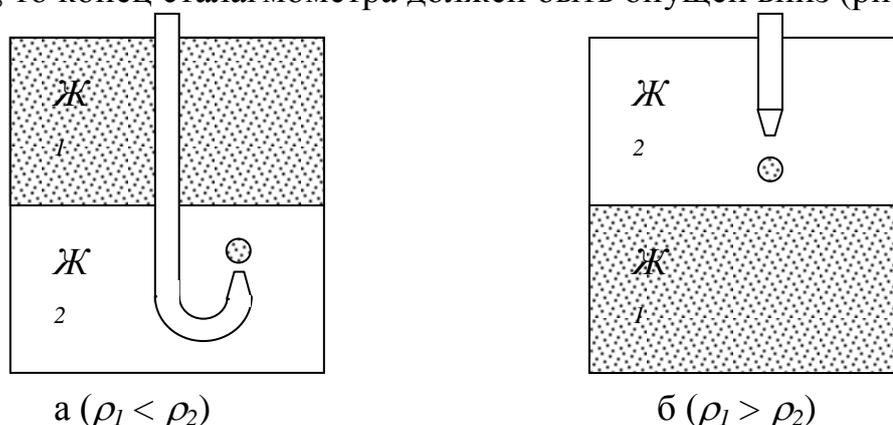


Рис. 63. Форма и способ расположения конца сталагмометра при определении межфазного натяжения на границе двух несмешивающихся жидкостей  $Ж_1$  и  $Ж_2$

3. Межфазное натяжение рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \sigma_0 \frac{|\rho_1 - \rho_2| n_0}{\rho_0 n} \quad (133)$$

где  $\sigma_0$ ,  $n_0$ ,  $\rho_0$  – поверхностное натяжение, число капель и плотность стандартной жидкости;

$n$  – число капель, при истечении жидкости 1 с плотностью  $\rho_1$  в жидкость 2 с плотностью  $\rho_2$ .

### 12.3.3 Определение критической концентрации мицеллообразования в растворах ПАВ

Значение ККМ определяют по характерному перегибу изотермы поверхностного натяжения при увеличении концентрации ПАВ в растворе.

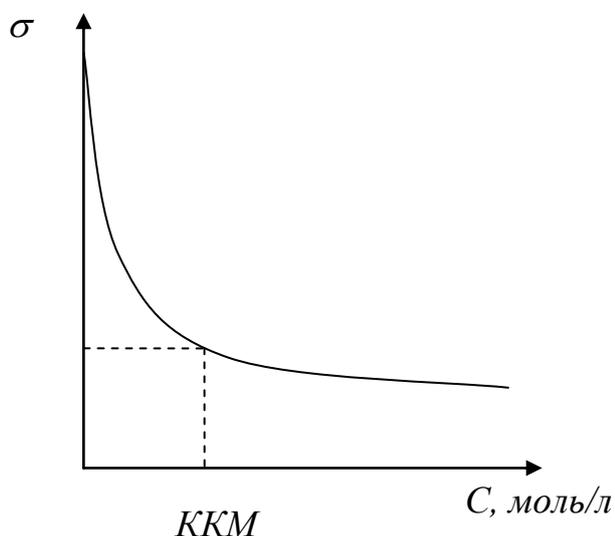


Рис. 64. Зависимость поверхностного натяжения от концентрации раствора ПАВ

Из исходного раствора ПАВ с концентрацией 0,02 моль/л путем последовательного разбавления вдвое в мерных колбах на 50 мл готовят 8 растворов ПАВ. Определяю поверхностное натяжение растворов при постоянной температуре. Строят график зависимости поверхностного натяжения от концентрации раствора и определяют критическую концентрацию мицеллообразования.

## 12.4 Оформление отчёта

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

**1. Цель работы.**

**2. Литературную часть.** Данный раздел должен быть посвящён обзору современной литературы по теме исследований. Содержать краткое описание методов определения поверхностного и межфазного натяжения.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится точный компонентный состав анализируемых образцов и их свойства.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о характере влияния добавки ПАВ на поверхностное натяжение нефтепродуктов. Провести сравнительный анализ исследованных ПАВ по степени влияния на свойства нефтепродуктов

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРАЕВОГО УГЛА СМАЧИВАНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ РАСТВОРАМИ ПАВ

**13.1 Цель работы.** Определить влияние различных ПАВ на угол смачивания поверхности твердых тел. Рассчитать работу адгезии жидкости к поверхности твердого тела.

**13.2 Объекты исследований:** базовые масла с добавлением различных присадок, нефтяной парафин, раствор депмаса в растворителях (метилэтилкетон, толуол и пр.), растворы депмаса с добавлением ПАВ.

### 13.3 Порядок проведения работы.

#### 13.3.1 Определение краевого угла смачивания поверхности металла нефтяными маслами

Металлическую пластинку, поверхность которой тщательно очищена, погружают в стеклянную кювету с маслом на глубину 3 – 5 мм от поверхности. Кювета с пластиной выдерживается при заданной температуре в течение 20 минут. С помощью микропипетки с загнутым концом под пластинку вводят пузырек воздуха, который проецируется на экран с помощью проекционного фонаря. Контур пузырька фотографируют или обводят карандашом на листе бумаги, закрепленной на экране. Определяют краевой угол смачивания, проведя касательную к поверхности раздела «жидкость – газ» (рис. 65).

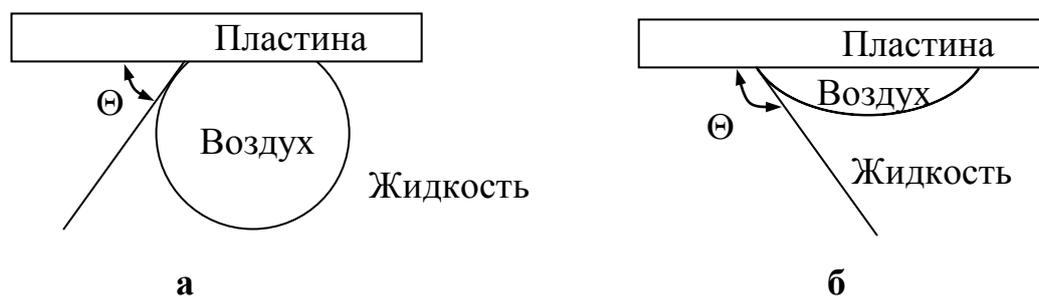


Рис. 65. Краевой угол смачивания для жидкости смачивающей (а) и несмачивающей (б) поверхность пластины.

Измерение проводят для 3 пузырьков и рассчитывают среднее значение краевого угла смачивания  $\Theta$ . Определяют работу адгезии (мДж/м<sup>2</sup>) по уравнению:

$$A_{ад} = \sigma_{жг} (1 - \cos\Theta) \quad (134)$$

где  $\sigma_{жг}$  – поверхностное натяжение на границе раздела фаз «жидкость – газ» при температуре испытания, Н/м.

Полученные результаты представляют в виде табл. 43.

Табл. 43 – Результаты испытаний

| Образец   | Т, °С | Угол смачивания при параллельных испытаниях, $\Theta$ |   |   | Среднее значение $\Theta_{ср}$ | $\sigma_{жг}$ , Н/м | $A_{ад}$ , мДж/м <sup>2</sup> |
|-----------|-------|---|---|---|--------------------------------|---------------------|-------------------------------|
|           |       | 1   | 2 | 3 |                                |                     |                               |
| Образец 1 |       |   |   |   |                                |                     |                               |
| Образец 2 |       |   |   |   |                                |                     |                               |
| ...       |       |   |   |   |                                |                     |                               |

### 13.3.2 Определение краевого угла смачивания парафина водными растворами ПАВ и растворами масла в растворителях (метилэтилкетон, толуол) при помощи горизонтального микроскопа

1. Тонкую стеклянную пластинку с одной стороны покрывают тонким слоем парафина. Для этого на неё наливают расплавленный парафин, а затем дают стечь избытку. Выдерживают пластинку при комнатной температуре в течение 30 минут.

2. Готовят водные растворы ПАВ или растворы депмасла с добавлением и без добавления ПАВ.

3. Выдерживают пластинку, покрытую парафином и приготовленные растворы при заданной температуре в течение 30 минут.

4. Затем пластинку помещают на измерительный столик микроскопа парафином вверх.

5. С помощью шприца или пипетки наносят на пластину, покрытую парафином 1 – 3 капли исследуемого раствора. Если испытание проводится при комнатной температуре, образцы выдерживаются на столике микроскопа в течение 5 минут. Если испытание проводилось при повышенных или пониженных температурах, с момента изъятия образцов из термостата, до измерения краевого угла смачивания должно пройти не более 1 минуты. Включают осветительную лампу прибора. При помощи перемеще-

ния стеклянной пластинки на измерительном столике и винтов, вводят изображение области контакта края капли растворителя с поверхностью парафина. Добиваются четкого изображения капли.

6. Краевой угол, образуемый каплей жидкости с твердой поверхностью парафина, определяют с помощью горизонтального микроскопа с окуляром. Краевой угол смачивания измеряют по угловой шкале подведением точки пересечения двух взаимно перпендикулярных линий к точке трехфазного контакта «жидкость – твердое тело – газ» таким образом, чтобы один из перпендикуляров совпадал с горизонтальной поверхностью образца. Затем угломер поворачивают так, чтобы горизонтальная линия стала касательной к границе капли «жидкость – воздух».

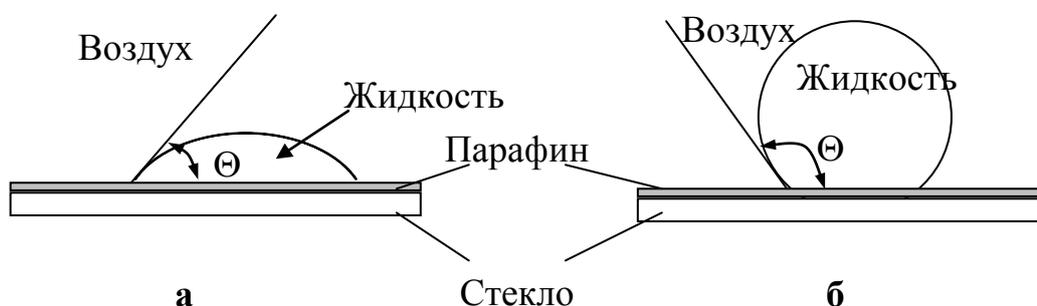


Рис.66. Краевой угол смачивания для жидкости смачивающей (а) и несмачивающей (б) поверхность парафина

7. Величина краевого угла смачивания – разность отсчета при первой и второй установке угловой шкалы. Измерения проводят с обеих сторон капли и берут среднее значение.

8. За результат испытания принимается среднее значение трех параллельных измерений. Расхождение между которыми не должно превышать  $3^\circ$ . Полученные результаты представляют в виде таблицы.

### 13.4 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

#### 1. Цель работы.

2. **Литературную часть.** Данный раздел должен быть посвящён обзору современной литературы по теме исследований. Рассмотрены примеры явления смачивания поверхности твердых тел жидкостью при проведении технологических процессов в нефтепереработке.

**3. Объект исследования.** В данном разделе приводится точный компонентный состав анализируемых образцов и их свойства.

**4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.

**5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.

**6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о влиянии различных ПАВ на краевой угол смачивания исследованных жидкостей поверхности твердых тел. Провести теоретическое обоснование полученных результатов. Предложить пути практического применения полученных результатов.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №14. ИЗУЧЕНИЕ ФЛОКУЛИРУЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ПАВ**

**14.1 Цель работы:** получение устойчивых суспензий, изучение флокулирующей способности ПАВ

**14.2 Объекты исследования:** суспензии глины в воде, флокулянты.

### **14.3 Порядок выполнения работы**

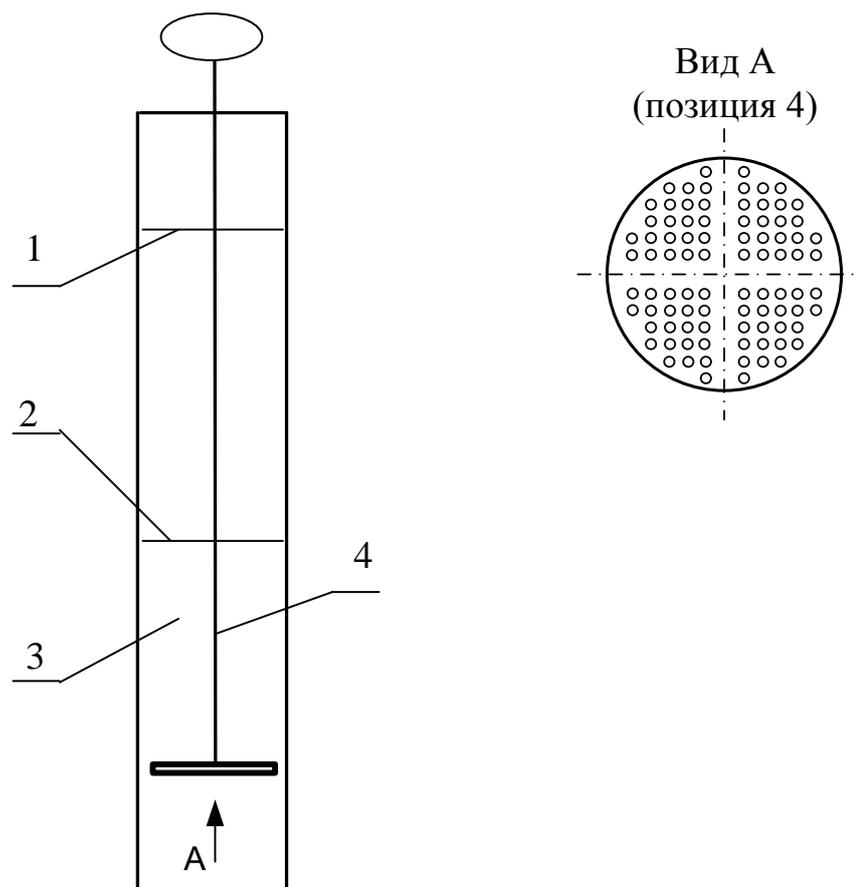
#### **14.3.1 Приготовление 50 мл суспензии глины в воде**

Суспензию глины типа каолина в воде готовят следующим образом. Навеску 10 г. глины растирают в ступке с 3 мл 0,5 % масс. раствора  $Na_2CO_3$  в течение 5 – 10 минут и затем смывают глину в стакан, постепенно приливая в ступку 37 мл раствора карбоната натрия.

Суспензия бентонитовой глины готовится следующим образом. Взвешивают 4 г бентонитовой глины, переносят ее в ступку, добавляют 2 мл воды, хорошо размешивают и растирают пестиком в течение 5 мин. Затем добавлять воду порциями по 3 мл с постоянным перемешиванием до получения однородной суспензии так, чтобы в течение 20 минут довести количество добавленной воды до 46 мл. Полученная ~ 8 % масс. суспензия оставляется на 30 мин для самодиспергирования оставшихся комочков глины

#### **14.3.2 Определение флокулирующей способности ПАВ**

Оценку флокулирующей способности проводили на экспериментальной установке, изображённой на рис. 67.



1, 2 – метки, 3 – мерный цилиндр на 250 мл, 4 – мешалка.  
 Рис. 67. Прибор для оценки флокулирующей способности ПАВ

Экспериментальная установка состоит из мерного цилиндра 3, ёмкостью 250 мл, и дисковой мешалки с отверстиями (4). На цилиндре устанавливаются две метки верхняя (1) для начала отсчёта времени прохождения фронта осветления суспензии, и нижняя (2) – для окончания отсчёта времени.

В мерный цилиндр на 250 мл наливают 50 мл ранее приготовленной суспензии, доводят дистиллированной водой, доводим объём раствора до 240 мл. Тщательно перемешивают суспензию мешалкой (4). Добавляют в суспензию раствор флокулянта, тщательно перемешивают в течение 10 секунд. После этого мешалку вынимают из цилиндра. При пересечении фронтом осветления суспензии верхней метки включают секундомер и определяют время его прохождения между метками 1 и 2.

#### 14.4 Обработка результатов

Флокулирующие свойства ПАВ оцениваются по скорости разрушения суспензии,  $\tau_{фл}$  мм/с:

$$\tau_{фл} = \frac{l}{\bar{\tau}} \quad (135)$$

где  $l$  – расстояние между метками 1 и 2, мм;

$\bar{\tau}$  – среднее арифметическое время прохождения фронта осветления суспензии между метками в двух параллельных испытаниях, с.

Расхождение между временем прохождения фронта осветления между метками в двух параллельных испытаниях не должно превышать 5 с. Полученные результаты представляют в виде табл. 43.

Табл. 43 – Результаты оценки флокулирующей способности ПАВ

| № п/п | Количество вводимого в суспензию раствора ПАВ, % масс. | Время прохождения меток в двух параллельных испытаниях, с |          | $\bar{\tau} = \frac{\tau_1 + \tau_2}{2}$ , с | Скорость разрушения суспензии, $\tau_{фл}$ , мм/с |
|-------|--|---|----------|--|---|
|       |  | $\tau_1$  | $\tau_2$ |  |   |
| 1     |  |   |          |  |   |
| 2     |  |   |          |  |   |
| 3     |  |   |          |  |   |

#### 14.5 Оформление отчёта:

Отчёт по лабораторной работе должен содержать следующие разделы:

- 1. Цель работы.**
- 2. Литературную часть.** Факторы, влияющие на устойчивость суспензий. Виды флокулянтов и механизм их действия.
- 3. Объект исследования.** В данном разделе приводится точный компонентный состав анализируемых образцов и их свойства.
- 4. Методическую часть,** содержащую краткое описание методик приготовления образцов и методов определения их свойств.
- 5. Исследовательскую часть.** В этом разделе в виде графиков и таблиц представляются результаты исследований.
- 6. Обсуждение результатов и выводы:** На основании результатов эксперимента сделать вывод о влиянии количества и вида добавляемого флокулянта на скорость разрушения суспензии. Провести теоретическое обоснование полученных результатов.