

Профессиональный учебный центр

АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ Ч. I

Методические указания к лабораторным занятиям
для лаборантов химического анализа
третьего и четвертого разрядов

Составитель ***И.В. Александрова,***
кандидат технических наук, доцент

Тобольск, 2017

АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ Ч. I. Методические указания к лабораторным занятиям для лаборантов химического анализа третьего и четвертого разрядов / сост. И.В. Александрова; Филиал ТИУ в г. Тобольске, Профессиональный учебный центр, 2017. – 32 с.

Аннотация

Методические указания к лабораторным занятиям предназначены для лаборантов химического анализа третьего и четвертого разрядов, курс обучения которых составляет 480 часов.

Приведено содержание основных тем дисциплины, краткое изложение теоретического материала, приведено описание лабораторных установок, основных свойств используемых нефтепродуктов, реагентов и особенностей безопасной работы с ними, изложены цели и задачи работ, последовательность их выполнения и порядок обработки результатов.

ВВЕДЕНИЕ

Программой обучения лаборантов химического анализа третьего и четвертого разрядов предусмотрено выполнение лабораторного практикума.

Методические указания включают теоретический материал, методики определения показателей качества нефтепродуктов, их эксплуатационных характеристик, описание лабораторных установок, цели и задачи работ, последовательность их выполнения, расчет показателей и порядок обработки результатов. В указаниях приводятся контрольные вопросы по разделам, что позволяет обучающимся оценивать уровень освоения материала по изучаемой дисциплине.

Перед началом работы обучающиеся сдают допуск к работе, включающий теоретические основы изучаемого раздела лекционного курса, которому посвящено практическое задание, а также экспериментальную часть работы. По результатам эксперимента обучающийся оформляет отчет по работе, содержащий: название работы, цель работы, краткое теоретическое введение, экспериментальную часть, выводы по работе.

После проведения лабораторных работ обучающийся должен знать:
- основные источники углеводородного сырья и требования, предъявляемые к ним; классификацию товарных нефтепродуктов.

После проведения лабораторных работ обучающийся должен уметь:
- классифицировать различные нефтепродукты; работать в коллективе; проводить анализ качества нефтепродуктов.

- определять основные физико-химические свойства и показатели.

После проведения лабораторных работ обучающийся должен владеть:

- методами анализа сырья и вспомогательных материалов; методами технологических расчетов основных показателей нефтепродуктов.

Правила безопасной работы в лаборатории

При выполнении работ по испытаниям и анализу нефтепродуктов необходимо строго соблюдать правила противопожарной безопасности, к которым относятся следующие.

А. Общая часть

1. В лаборатории необходимо соблюдать чистоту, порядок, тишину и правила техники безопасности.
2. В лаборатории запрещается пить воду, принимать пищу, курить и работать без халата.
3. Необходимо экономить газ, электроэнергию, воду и реактивы. После пользования газом, водой и электричеством закройте краны и выключите электроприборы.
4. Не выливайте в раковины остатки не нейтрализованных кислот и щелочей, огнеопасных жидкостей, неприятно пахнущих веществ, а также растворов, содержащих ценные реактивы. Сливайте указанные вещества в специальные склянки, находящиеся в вытяжном шкафу.
5. Не бросайте в раковину бумагу, остатки фильтров, вату, песок и другие твердые вещества.
6. Бережно и аккуратно обращайтесь с посудой и оборудованием.
7. Рабочее место, посуду и приборы необходимо содержать в порядке и чистоте.
8. Лабораторные работы выполняются каждым студентом самостоятельно.
9. Для выполнения лабораторной работы необходимо изучить существо работы, ознакомиться с установкой и начать выполнение работы с разрешения преподавателя. Нельзя оставлять действующую установку без присмотра.
10. Все работы, связанные с выделением ядовитых газов и паров, необходимо проводить только в вытяжном шкафу.
11. В лабораторном журнале необходимо кратко и точно вести запись выполненной работы.
12. В описании работы должны быть приведены расчеты, условия проведения опыта, наблюдаемые явления, зарисовки установок и результаты опыта.
13. После окончания работы необходимо вымыть посуду, убрать рабочее место. Уходя из лаборатории необходимо тщательно вымыть руки с мылом.
14. Категорически запрещается работать в лаборатории одному.

Б. Правила работы с легковоспламеняющимися, взрывоопасными, ядовитыми и едкими веществами

1. При работе с горючими веществами, а также при работе с концентрированными кислотами и щелочами обязательно надевайте защитные очки.
2. При работе с легковоспламеняющимися веществами (этиловым эфиром, ацетоном, спиртом, бензолом, этилацетатом, гексаном, толуолом и другими) нельзя нагревать сосуды с ними на открытом пламени. Для их нагревания надо применять водяную, песчаную или масляную бани или скрытый электрообогрев.
3. При возникновении пожара необходимо:
 - а) выключить в лаборатории газ;
 - б) убрать горючие вещества;
 - в) выключить электроприборы;
 - г) очаг пожара засыпать песком, накрыть асбестовым одеялом или гасить пожар при помощи огнетушителя;
 - д) при загорании эфира, бензина, бензола и других нерастворимых в воде веществ очаг пожара надо гасить песком или асбестовым одеялом, а не водой;
 - е) при загорании одежды не следует бежать. На пострадавшего надо набросить халат, асбестовое одеяло или гасить его загоревшуюся одежду водой;
 - ж) при невозможности погасить очаг пожара собственными средствами нужно вызвать противопожарную службу.
4. Работа с нефтепродуктами, растворителями, концентрированными кислотами и щелочами проводится под наблюдением преподавателя или лаборанта.

В. Правила работы с электроприборами и опасными газами

1. При работе с электроприборами следует проверить наличие у них заземления.
2. О всех обнаруженных неисправностях электроприборов и проводов доложить лаборанту.
3. В случае загорания или искрения электроприборов немедленно их выключить (обесточить) и сообщить лаборанту.
4. Запрещается оставлять без присмотра установки и электроприборы, работающие под напряжением.
5. При работе с баллонами со сжатыми газами (например, в работе на хроматографах) следует предохранять баллоны:

- а) от нагревания (солнечными лучами, недалеко расположенными нагревательными приборами, отопительными батареями, горелками);
- б) от ударов твердыми телами;
- в) от их падения (баллоны должны быть прочно закреплены);
- г) от загрязнения штуцеров кислородных баллонов органическими веществами и их смесями (во избежание возгорания последних);
- д) от чрезмерных усилий при открывании баллонного вентиля.

Рекомендации к выполнению лабораторных работ

Для выполнения лабораторных работ обучающимся выдаются необходимые методические указания и справочные данные.

При подготовке к работе обучающимся рекомендуется придерживаться следующего плана.

1. Прочитать название работы, основные теоретические положения и порядок выполнения работы. Выяснить смысл всех непонятных слов. Задача первого прочтения состоит в том, чтобы разобраться с последовательностью выполнения лабораторной работы.

2. Ознакомиться с лабораторной посудой и приборами, которые предлагается использовать в работе.

3. Разобрать формулы, выяснить, какие величины и с какой точностью будут определяться, каковы их размерности.

4. Начертить в лабораторном журнале таблицы, в которые будут заноситься экспериментальные данные.

5. Продумать, какой окончательный результат должен быть получен в данной лабораторной работе.

6. Изучить опасные свойства веществ, используемых в проведении эксперимента, и безопасные методы работы с ними.

Обучающиеся допускаются к выполнению работы после проверки знаний в объеме вопросов для самопроверки.

Требования к оформлению отчета

- 1. В начале отчета формулируются цель и задачи работы.
- 2. Дается небольшое теоретическое введение в работу, раскрывающее суть работы.
- 3. Указывается перечень оборудования и реактивов, используемых для проведения работы.
- 4. Зарисовывается схема установки (прибора).
- 5. Описывается ход проведения эксперимента.

6. Приводятся расчетные формулы как в символьном виде, так и с подставленными числами.
7. Формулируются выводы. В выводах должны быть проанализированы полученные результаты.
8. Оформленный отчет сдается преподавателю.

Лабораторная работа № 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ ПИКНОМЕТРИЧЕСКИМ СПОСОБОМ

Краткие сведения о процессе

Плотностью вещества называется масса вещества, содержащаяся в единице объема. В системе СИ плотность выражается в $\text{кг}/\text{м}^3$. За единицу плотности принимается масса 1м^3 дистиллированной воды при температуре 4°C .

Плотность большинства нефтей находится в пределах $830\text{-}960\text{ кг}/\text{м}^3$. Чем меньше плотность нефти, тем меньше в ней содержится смолисто-асфальтовых веществ и больше – алифатических соединений.

Плотности нефтей, добытых из нефтеносных пластов различного геологического возраста и соответственно с разных глубин, существенно различаются. Чем больше геологический возраст и соответственно больше глубина залегания пласта, тем нефть имеет меньшую плотность.

Плотность является важным химотологическим нормируемым показателем, определяющим эксплуатационные свойства топлив и масел.

Экспериментально плотность нефти (нефтепродукта) определяют одним из трёх стандартных методов: ареометром (нефтеденсиметром), гидростатическими весами Вестфалья-Мора и пикнометром. Из них наиболее быстрым является ареометрический, а наиболее точным – пикнометрический. Преимуществом пикнометрического метода также является использование малых количеств анализируемой пробы.

В практической работе часто пользуются *относительной плотностью вещества* – отношением массы нефти или нефтепродукта к массе чистой воды при 4°C , взятой в том же объеме. Относительная плотность – величина безразмерная. Поскольку плотность зависит от температуры, а нефтепродукты и вода имеют разные коэффициенты расширения, необходимо при определении плотности указывать температуры воды и нефтепродукта, при которых проводилось определение. В РФ относительную плотность нефти и нефтепродуктов определяют при температуре 20°C и

относят к плотности воды при 4°С. Относительную плотность принято обозначать через ρ_4^{20} . На практике очень часто приходится определять плотность при температуре, отличающейся от 20°С. Чтобы получить сравнимые результаты, проводят пересчет плотности ρ_4^{20} по формуле Менделеева:

$$\rho_4^{20} = \rho_4^t + \lambda \cdot (t - 20)$$

где ρ_4^t - относительная плотность при температуре испытания; λ - средняя температурная поправка плотности на 1°С; t - температура, при которой проводится определение, °С.

Формула показывает, что плотность нефти и нефтепродуктов уменьшается с повышением температуры и увеличивается с ее понижением. Однако следует отметить, что результат пересчета плотности по формуле получается правильным только в том случае, когда определение плотности нефти и нефтепродуктов проводится при температуре не ниже 0°С и не выше 50°С. Чтобы получить значение абсолютной плотности в кг/м³, надо численное значение относительной плотности умножить на 1000.

Цель работы. Определение плотности нефти или нефтепродукта пикнометрическим способом. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Приборы, посуда, реактивы, материалы

Пикнометр
Термостат
Хромовая смесь
Вода дистиллированная
Этиловый спирт
Пипетка
Бумага фильтровальная

Подготовка к анализу

Стандартной температурой, при которой определяется плотность нефти и нефтепродукта, является 20°С. Для определения плотности применяют стеклянные пикнометры с меткой и капиллярной трубкой различной ёмкости. Каждый конкретный пикнометр характеризуется «водным чис-

лом», т.е. массой воды в объёме данного пикнометра при 20°C. Перед определением водного числа пикнометр промывают последовательно хромовой смесью, дистиллированной водой, этиловым спиртом и сушат. Чистый и сухой пикнометр взвешивают с точностью до 0,0002 г. С помощью пипетки наполняют пикнометр дистиллированной водой (пикнометры с меткой – выше метки, а капиллярные – доверху). Затем пикнометр с водой термостатируют при 20°C в течение 30 мин. Когда уровень воды в шейке пикнометра перестанет изменяться, отбирают избыток воды пипеткой или фильтровальной бумагой, вытирают шейку пикнометра внутри и закрывают пробкой. Уровень воды в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. В капиллярных пикнометрах избыток воды из капилляра отбирают фильтровальной бумагой. Пикнометр с установленным уровнем воды при 20°C тщательно вытирают снаружи и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Водное число пикнометра вычисляют по формуле: $m = m_2 - m_1$,
где m_2, m_1 - масса пикнометра соответственно с водой и пустого, г.

Методика проведения работы

Плотность нефти (нефтепродукта) с вязкостью при 50 °C не более 75 мм²/с определяют следующим образом. Сухой и чистый пикнометр наполняют с помощью пипетки анализируемой нефтью (нефтепродуктом) при 18-20 °C (пикнометр с меткой – немного выше метки, а капиллярный – доверху), стараясь не замазать стенки пикнометра. Затем пикнометр с нефтью (нефтепродуктом) закрывают пробкой и термостатируют при 20 °C до тех пор, пока уровень нефти (нефтепродукта) не перестанет изменяться. Избыток нефти (нефтепродукта) отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой. Уровень нефти (нефтепродукта) в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. Пикнометр с установленным уровнем вынимают из термостата, тщательно вытирают и взвешивают с точностью до 0,0002 г. Видимую плотность ρ' анализируемой нефти (нефтепродукта) вычисляют по формуле:

$$\rho' = (m_3 - m_1) / m ,$$

где m_3 – масса пикнометра с нефтью (нефтепродуктом), г;

m_1 - масса пустого пикнометра, m – водное число пикнометра, г.

«Видимую» плотность пересчитывают в плотность ρ_4^{20} по формуле:

$$\rho_4^{20} = (0,99823 - 0,0012) \rho' + 0,012 = 0,99703 \rho' + 0,0012 ,$$

Приведённые по этой формуле поправки к «видимой» плотности приведены в таблице. Для получения плотности ρ_4^{20} анализируемой нефти (нефтепродукта) поправку вычитают из значения «видимой» плотности.

Расхождения между параллельными определениями плотности не должно превышать 0,0004.



Рис.1. Пикнометр

Контрольные вопросы

1. Что такое плотность и удельный вес?
2. Какова зависимость плотности нефтепродуктов от температуры.
3. Что такое истинная плотность?
4. Что такое относительная плотность?
5. Назовите формулу Д.И.Менделеева.

Лабораторная работа № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ АРЕОМЕТРОМ

Краткие сведения о процессе

Применение ареометров (нефтеденсиметров) основано на законе Архимеда, согласно которому на тело, погруженное в жидкость, действует выталкивающая сила, направленная вертикально вверх и равная весу вытесненной жидкости в объеме погруженной части тела. Иногда в среднюю часть ареометра (поплавок) впаивают термометр, ртутный шарик которого одновременно является частично и грузом. За счет груза и симметричной формы ареометр всегда находится в жидкости в вертикальном положении. Ареометры выпускаются с ценой деления шкалы от 0,0005 до 0,006, с термометрами и без термометров.

Вес ареометров подбирается таким образом, чтобы при погружении в испытуемые жидкости они не тонули и не всплывали бы выше той части, где нанесена градуировочная шкала плотности. Таким образом, по закону Архимеда, плавающая в жидкости, ареометр будет погружаться на большую глубину в более легкой жидкости и на меньшую в более тяжелой. В равновесном состоянии по верхнему краю мениска отсчитывают на шкале плотность жидкости.

Цель работы: Определить плотность нефти и товарных нефтепро-

дуктов ареометром в стандартных условиях. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Приборы, посуда, реактивы, материалы

Набор ареометров для нефтепродуктов
Термостат
Цилиндр 100 см³

Методика проведения работы

В стеклянный цилиндр, диаметр которого в два и более раз больше диаметра поплавка ареометра, осторожно по стенке или по стеклянной палочке налить испытуемый нефтепродукт, причем в таком количестве, чтобы при погружении в него ареометра уровень жидкости не поднялся выше края цилиндра.

Чистый и сухой ареометр осторожно взять за верхний край и осторожно поместить в нефтепродукт.

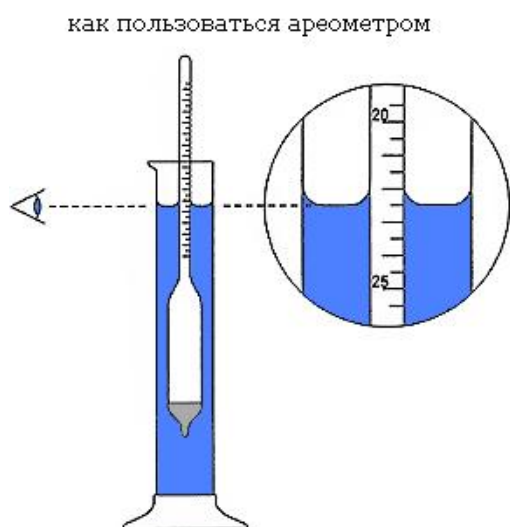


Рис.2. Прибор для определения плотности нефтепродуктов

После того как ареометр установится и прекратятся его колебания, произвести отсчет по верхнему краю мениска. Глаз наблюдателя при этом должен находиться на уровне мениска.

Одновременно с этим отметить температуру нефтепродукта. Если плотность не при 20°C, а при какой-нибудь другой температуре, то полу-

ченную так называемую видимую плотность пересчитывают по формуле Менделеева в ρ_4^{20} . При этом значение температурной поправки для нефтепродуктов берут из табл. 1. Результаты работы представить в табл. 2.

Таблица 1

Температурные поправки при определении относительной плотности

Плотность	Поправка на 1 °С	Плотность	Поправка на 1 °С
0,700-0,710	0,000897	0,831-0,840	0,000725
0,711-0,720	0,000884	0,841-0,850	0,000712
0,721-0,730	0,000870	0,851-0,860	0,000699
0,731-0,740	0,000857	0,861-0,870	0,000686
0,741-0,750	0,000844	0,871-0,880	0,000673
0,751-0,760	0,000831	0,881-0,890	0,000660
0,761-0,770	0,000818	0,891-0,900	0,000647
0,771-0,780	0,000805	0,901-0,910	0,000633
0,781-0,790	0,000792	0,911-0,920	0,000620
0,791-0,800	0,000778	0,921-0,930	0,000607
0,801-0,810	0,000765	0,931-0,940	0,000594
0,811-0,820	0,000752	0,941-0,950	0,000581
0,821-0,830	0,000738		

Таблица 2

Нефтепродукт	Температура определения плотности, °С	ρ_4^t	Средняя поправка λ	ρ_4^{20}
1				
2				
...				

Контрольные вопросы

1. Классификация нефтей по плотности. Единицы измерения плотности.
2. Зависимость плотности нефтепродуктов от углеводородного, фракционного составов и от температуры.
3. Способы определения и расчета плотности.
4. Плотность индивидуальных фракций нефти.
5. Сравнительный анализ плотностей различных фракций.

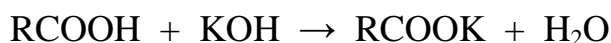
Лабораторная работа № 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Краткие сведения о процессе

Кислотность нефти и нефтепродуктов зависит от содержания в них нафтеновых, карбоновых и оксикарбоновых кислот, фенолов и других соединений кислотного характера. Из перечисленных выше соединений нафтеновые кислоты играют доминирующую роль.

Наряду с моноциклическими нафтеновыми кислотами в нефтях содержатся и полициклические кислоты с двумя и более циклами в молекуле. Жирные кислоты, фенолы и другие кислые вещества присутствуют в нефтях в незначительных количествах, но все же их содержание сказывается на величине общей кислотности. Исходя из этого, кислотность нефти и её продуктов принято выражать не в содержании тех или иных кислых веществ, а в массовом количестве щелочи, идущем на нейтрализацию всех кислых органических соединений и отнесённом к единице массы или объёма анализируемого нефтепродукта или нефти. Обозначая условно нафтеновые кислоты через RCOOH, реакцию нейтрализации можно описать следующим уравнением:



Полученная по реакции соль сильного основания и слабой кислоты в водном растворе будет подвергаться гидролизу, образуя исходные вещества. Чтобы избежать гидролиза следует реакцию нейтрализации проводить в среде органических веществ, а щелочь растворять в органическом растворителе. В качестве реактива при определении кислотности обычно применяют спиртовой раствор KOH. Для растворения анализируемого нефтепродукта подбирают вещества или смесь веществ, хорошо растворяющих углеводороды и кислые соединения, например, этиловый спирт, смесь этилового спирта с бензолом, смесь этилового спирта с диэтиловым эфиром и др.

Кислотность нефтей и минеральных масел выражают кислотным числом, которое показывает, сколько мг KOH необходимо затратить для нейтрализации свободных органических кислот, содержащихся в 1 г нефти или минерального масла. Кислотность бензинов, лигроинов, керосинов и дизельных топлив выражается в мг KOH на 100 мл испытуемого нефтепродукта. Различие в количественной оценке кислотности для топлив и масел объясняется тем, что требования для топлив в отношении кислотности гораздо выше, чем для масел.

Присутствие органических кислот, обладающих коррозионной агрессивностью, в нефтепродуктах крайне нежелательно. Кислотность топлив и масел строго нормируется в соответствующих ГОСТах.

Для авиабензинов и топлива Т-1 допускается кислотность не более 1 мг КОН на 100 мл, для автомобильных бензинов - не более 3.

Кислотное число масел, не содержащих присадок, нормируется в пределах от 0,02 до 0,35 мг КОН на 1 г продукта. Для турбинных, трансформаторных, парфюмерных и др. сортов масел кислотное число не должно превышать 0,05 мг на 1 г масла.

Цель работы. Провести анализ кислотности автомобильных бензинов, керосинов, лигроинов, дизельных топлив, минеральных масел кислотного-основным индикаторным титрованием. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Из определённого объёма анализируемого нефтепродукта кипячением этиловым спиртом извлекают органические кислоты, которые потом нейтрализуют прямым титрованием спиртовым раствором гидроксида калия.

Реактивы, посуда, материалы

Этиловый спирт, 85 % водный раствор. Смешивают 89 мл ректификованного спирта с 11 мл дистиллированной воды.

Индикатор нитрозиновый жёлтый, 0,5 % водный раствор

Гидроксид калия, 0,05 н спиртовой раствор

Дистиллированная вода

Пипетки или цилиндры 50 мл

Бюретки

Колбы конические 250 мл

Холодильник обратный

Методика проведения работы

В коническую колбу вместимостью 250 мл с обратным холодильником наливают 50 мл 85 % этилового спирта. Устанавливают её на плитку закрытого типа и кипятят в течение 5 мин для удаления из спирта растворённого углекислого газа. В горячий спирт приливают 5 капель индикатора и нейтрализуют 0,05 н раствором гидроксида калия до перехода окраски из жёлтой в зелёную.

В колбу с нейтрализованным горячим спиртом приливают 50 мл испытуемого нефтепродукта и кипятят с обратным холодильником для удаления углекислого газа. К горячему раствору вновь добавляют 5 капель индикатора и титруют при перемешивании 0,05 н раствором КОН до перехода окраски из жёлтой в зелёную. Если при добавлении индикатора окраска будет синей или сине-зелёной, то титрование не проводят, так как это указывает на нулевую кислотность.

Кислотность испытуемого нефтепродукта X (в мг КОН/100мл) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{V_1}{V} \cdot T \cdot 100$$

где V_1 - объём 0,05 н спиртового раствора КОН, пошедший на титрование пробы, мл;

V – объём испытуемого нефтепродукта, мл;

T – титр 0,05 н раствора КОН, мг/мл.

Обычно первое определение кислотности проводится в несколько замедленном темпе и титруемая смесь может насытиться углекислым газом за счёт быстрого его поглощения этиловым спиртом из воздуха. Это приводит к завышенным результатам. Поэтому определение следует повторить. При титровании второй пробы надо сразу прилить почти весь необходимый объём КОН. Допускается отклонение между параллельными определениями при кислотности до 2 – не более 0,05 мг, а от 2 до 5 – не более 0,1 мг КОН/100 мл.

Контрольные вопросы

1. Какие соединения в нефтепродуктах создают кислотность?
2. Что такое органические кислоты и органические основания?
3. На какой реакции основано определение кислотности в нефтепродуктах?
4. Что такое нафтеновые кислоты?
5. Приведите примеры органических кислот.

Лабораторная работа № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В НЕФТЕПРОДУКТАХ по методу Дина и Старка

Краткие сведения о процессе

Диапазон содержания воды в нефтях весьма широк и может изме-

няться от десятых долей до 60 % и более.

Содержащаяся вода в нефтях может быть в трех формах: растворенная, диспергированная и свободная. Содержание растворенной воды зависит в основном от химического состава нефти и нефтепродуктов и температуры. При снижении температуры растворимость воды в нефти и в нефтепродуктах уменьшается и вода может выделяться в виде дисперсных частиц, образуя водонефтяные эмульсии. Содержание воды в нефти может достигать до 97,5, однако большинство нефтей образуют с водой достаточно устойчивые эмульсии с содержанием воды не более 60 %. Остальная часть воды находится в свободном состоянии и легко отстаивается. В нефтепродуктах содержание воды значительно меньше, чем в нефтях. Большинство нефтепродуктов по отношению к воде обладает очень низкой растворяющей способностью. Кроме того, нефтяные дистиллятные топлива обладают и меньшей, чем нефть, эмульгирующей способностью, так как в процессе переработки удаляется значительная часть смолистых веществ, нафтеновых кислот и их солей, серосодержащих соединений, которые играют роль эмульгаторов.

Наличие воды в моторных топливах, смазочных маслах крайне нежелательно. Содержание воды в смазочных маслах усиливает их склонность к окислению и ускоряет коррозию металлических поверхностей, соприкасающихся с маслом. Присутствие воды в моторных топливах может привести при низких температурах к прекращению подачи топлива из-за забивки топливных фильтров кристаллами льда.

Существующие количественные методы определения воды в жидких продуктах делят на прямые и косвенные. К прямым относятся метод Дина и Старка, титрование реактивом Фишера, гидридкальциевый метод и центрифугирование, к косвенным – диэлькометрический, ИК-спектрофотометрический, кондуктометрический, колориметрический и др.

Цель работы. Определение количественного содержания воды в нефтях и нефтепродуктах методом, основанном на азеотропной перегонке пробы нефти или нефтепродукта с растворителями. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Приборы, посуда, реактивы, материалы

Колбонагреватель или электроплитка
Приёмник-ловушка
Обратный холодильник
Колба круглодонная вместимостью 0,5 л

Воронка стеклянная
Цилиндр вместимостью 100 мл
Бензин марки БР-1
Изооктан
Н-гептан
Кипелки
Бумага фильтровальная
Весы лабораторные типа ВЛЭ-1

Подготовка к анализу

По этому методу в качестве растворителя используют бензин-растворитель для резиновой промышленности марки БР-1, выкипающий при 80-120 °С, или изооктан или н-гептан. Пробу нефти тщательно перемешивают встряхиванием в склянке в течение 5 мин. Высоковязкие нефти и нефтепродукты предварительно нагревают до 40-50 °С. Из перемешанной пробы нефти или нефтепродукта берут навеску 100 г в чистую, сухую, предварительно взвешенную стеклянную колбу. Затем в колбу приливают 100 мл растворителя и содержимое перемешивают. Маловязкие нефтепродукты допускается брать в колбу по объёму. В этом случае мерным цилиндром отмеряют 100 мл испытуемого нефтепродукта и выливают в колбу. Затем этим же цилиндром отмеряют 100 мл растворителя и также выливают в колбу. Для равномерного кипения в колбу бросают кипелки. Колбу при помощи шлифа присоединяют к отводной трубке приёмника-ловушки, а к верхней части приёмника-ловушки на шлифе присоединяют холодильник. Во избежание конденсации паров воды из воздуха верхний конец холодильника необходимо закрыть ватой.

Методика проведения работы

Содержимое колбы нагревают с помощью колбонагревателя или на электрической плитке. Отгонку ведут так, чтобы из трубки холодильника в приёмник-ловушку падали 2-4 капли в секунду. Нагрев прекращают после того, как объём воды в приёмнике-ловушке перестанет увеличиваться и верхний слой растворителя станет совершенно прозрачным. Продолжительность отгонки должна быть не менее 30 и не более 60 мин. Если на стенках трубки холодильника имеются капельки воды, то их сталкивают в приёмник-ловушку стеклянной палочкой. После охлаждения испытуемого продукта до комнатной температуры прибор разбирают. Если количество воды в приёмнике ловушке не более 0,3 мл и растворитель мутный, то при-

ёмник помещают на 20-30 мин в горячую воду до осветления и снова охлаждают до комнатной температуры. После охлаждения определяют объём воды в приёмнике-ловушке с точностью до одного верхнего деления.

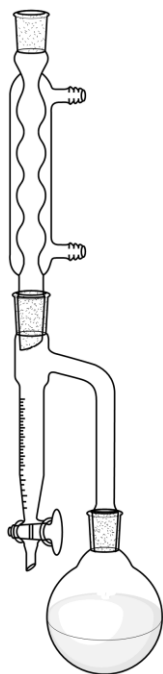


Рис.3. Установка для определения содержания воды

Обработка результатов

Массовую долю воды X , % вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 100}{G}, \%$$

где G – навеска нефти или нефтепродукта, взятая для испытания, г;

V – объём воды, собравшийся в приёмнике-ловушке, мл.

Количество воды в приемнике-ловушке 0,03мл и меньше считается следами.

Расхождения между результатами двух определений содержания воды не должны превышать одного верхнего деления занимаемой водой части приёмника-ловушки.

Контрольные вопросы

1. За счет чего происходит накопление воды в добываемой из скважины нефти?
2. Нормы по содержанию воды в подготовленной нефти?
3. Какими способами производится обезвоживание нефти?
4. Где применяют деэмульгаторы? Марки деэмульгаторов.
5. Для чего предназначен электродегидратор?

Лабораторная работа № 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФАКТИЧЕСКИХ СМОЛ (по Бударову)

Краткие сведения о процессе

В моторных топливах содержатся соединения, способные к смолообразованию. Для этих топлив определяют так называемые фактические смолы, т.е. смолистые вещества, образующиеся за период анализа (испарение навески исходного топлива в струе воздуха или водяного пара). Содержание фактических смол при хранении моторного топлива может увеличиваться. Поэтому содержание фактических смол на месте производства и на месте потребления нормируют. Так, бензин марки А-76 на месте производства может содержать фактических смол не более 5 мг на 100 мл, а на месте потребления – не более 10 мг на 100 мл. для дизельных топлив установленная норма составляет 30-60 мг на 100 мл, для авиационных бензинов 2-4 мг на 100 мл.

Метод определения фактических смол (по Бударову) служит для условной оценки склонности топлива к смолообразованию при его применении в двигателе.

Цель работы. Определение фактических смол в моторном топливе (бензине, керосине, дизельном топливе) по выбору преподавателя методом, основанным на выпаривании испытуемого топлива под струей водяного пара в условиях испытания. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Приборы, посуда, реактивы, материалы

Прибор типа ПОС в комплекте
Воронка В-36-80 ХС, В-56-80 ХС
Эксикатор
Пипетки 1-1-10, 1-1-20, 2-1-10, 2-1-20, 1-1-25, 2-1-25
Цилиндры 1-25, 1-50, 1-100, 2-25, 2-50, 2-100
Толуол
Ацетон
Спирт этиловый ректифицированный технический
Натрий сернокислый, свежепрокаленный
Вода дистиллированная

Бумага фильтровальная

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Термометры ТЛ-2 № 4

Подготовка к испытанию

Прибор типа ПОС собирают и подготавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

В зависимости от фракционного состава испытуемого топлива устанавливают следующий температурный режим: 160 ± 3 °С - при испытании топлив с температурой конца перегонки до 205 °С (бензин); 180 ± 3 °С - при испытании топлив с температурой конца перегонки до 310 °С (керосин); 225 ± 3 °С - при испытании топлив, выкипающих выше 300 °С (дизельное топливо).

Стаканы для определения фактических смол, нижние концы трубок, расположенных на крышках и подающих в стаканы пар, тщательно промывают растворителем (толуолом, ацетоном или спирто-толуольной смесью 1:4) как снаружи, так и внутри.

Подготовленные стаканы ставят в карманы прибора, нагретого до температуры испытания, плотно закрывают крышками и выдерживают 20 мин, после чего снимают крышки и через 2 мин стаканы вынимают щипцами из карманов, охлаждают 20 мин в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Подлежащее испытанию топливо фильтруют через бумажный фильтр. При наличии явных следов воды топливо взбалтывают со свежепрокаленным серноокислым натрием в течение 10 - 15 мин и фильтруют.

Методика проведения работы

В стаканы для воды наливают с помощью измерительного цилиндра дистиллированную воду в следующих количествах: 25 см³ при испытании бензинов, 35 см³ при испытании керосинов, 60 см³ - дизельных топлив.

В зависимости от температуры конца кипения измерительным цилиндром или пипеткой отмеряют в два стакана бензина по 25 см³, керосина по 20 см³, дизельного топлива - по 10 см³.

Стаканы с топливом помещают в гнезда прибора, нагретого до заданной температуры. Гнезда осторожно и плотно закрывают крышками так, чтобы ниппели вошли в каналы на крышке, а пришлифованные плоскости крышек и карманов герметически соприкасались, не пропуская паров и топлива.

Немедленно после этой операции два стакана с водой ставят в гнезда

и также плотно закрывают крышками. Спустя 60 мин после того, как были поставлены стаканы с водой, открывают крышки гнезд и через 2 мин щипцами вынимают стаканы из гнезд.

Стаканы со смолами помещают в эксикатор, охлаждают 20 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Обработка результатов

Концентрацию фактических смол (X) в миллиграммах на 100 см^3 топлива в каждом стакане вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{V},$$

где m_1 - масса чистого сухого стакана, мг;

m_2 - масса стакана со смолами, мг;

V - объем топлива, налитого в стакан для испытания, см^3 .

Расхождения между результатами двух определений концентраций фактических смол не должны превышать значений, указанных в таблице.

Концентрация фактических смол, мг на 100 см^3 топлива	Допускаемое расхождение
До 15	2 мг
Св. 15 до 40	3 мг
» 40 » 100	8 % от меньшего результата
» 100	15 % от меньшего результата

Концентрация фактических смол до 2 мг на 100 см^3 топлива оценивается как их отсутствие. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений. Результат испытания округляют до целых единиц.

Контрольные вопросы

1. Какие соединения способствуют образованию смол в нефтепродуктах?
2. Типы смол, содержащихся в нефтепродуктах.
3. Какими способами производится удаление смол из нефтепродуктов?
4. Что такое процесс деасфальтизации?
5. Какие вещества используются для проведения процесса деасфальтизации?

Лабораторная работа № 6

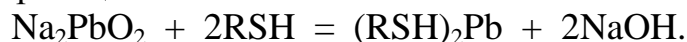
ИСПЫТАНИЕ НА МЕДНУЮ ПЛАСТИНКУ

Краткие сведения о процессе

Товарные нефтепродукты строго контролируются на содержание серосодержащих соединений. В автомобильных бензинах массовая доля общей серы регламентируется в пределах 0,10-0,12 %, а в авиационных – не более 0,05 %. При этом содержание тиольной серы в бензинах не должно превышать 0,01 %. Коррозионная активность бензинов практически не проявляется при массовой доле в них сероводорода не более 0,0003 %, а свободной серы 0,0015 %. В этом случае проба бензина на медную пластинку дает отрицательный результат. Чем больше серы в бензине, тем больше образуется нагара в двигателе. В настоящее время разработаны и применяются различные методы качественного и количественного анализа серосодержащих соединений в нефти и в нефтепродуктах. Из качественных методов определения активных серосодержащих соединений в лабораторной практике наибольшее применение нашли проба на медную пластинку и так называемая Докторская проба. Анализ на докторскую пробу заключается в том, что нефтепродукт интенсивно перемешивают с раствором плюмбита натрия и порошковой серой. При этом, если анализируемый нефтепродукт содержит сероводород, выпадает черный кристаллический осадок сульфида свинца:



Докторская проба очень чувствительна и позволяет обнаруживать сероводород при его содержании 0,0006 %. Тиолы взаимодействуют с плюмбитом натрия по реакции:



При этом нефтепродукт окрашивается в оранжевый, коричневый или черный цвет.

Настоящий метод устанавливает способ определения коррозионного воздействия на медь таких нефтепродуктов, как авиационное топливо для турбореактивных двигателей, автомобильный бензин, газовый бензин или другие углеводороды с давлением паров по Рейду не более 124 кПа (1,24 бар), уайт-спириты, растворители (Стоддарда), керосин, дизельное топливо, дистиллятное жидкое топливо и смазочное масло.

В результате сернистой коррозии медная пластинка, выдержанная в нефти или в нефтепродукте, при повышенной температуре в течение

определенного времени окрашивается в различные цвета (пятна) от бледно-серого до почти черного.

Цель работы. Выдерживание медной пластинки в испытуемом топливе при повышенной температуре и фиксировании изменения ее внешнего вида, характеризующего коррозионное воздействие топлива. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Приборы, посуда, реактивы, материалы

Пробирки стеклянные диаметром (17 ± 1) мм, высотой (150 ± 5) мм
Вата гигроскопическая
Термостатирующая баня с погрешностью поддержания температуры не более 1°C
Щипцы или пинцет из нержавеющей стали или никелированные
Чаша выпарительная фарфоровая
Микропорошок шлифовальный с зернистостью M14 или M10 или аналогичный с той же зернистостью
Шкурка шлифовальная или шлифовальный порошок с зернистостью абразивного материала 6-8
Бумага фильтровальная
Термометры типов ТЛ-2 № 2; ТЛ-2 № 3; ТЛ-5 № 2; ТЛ-6 № 2; ТЛ-6 № 3
Изооктан эталонный или технический
Толуол
Спирт этиловый ректификованный
Ртутный столбик не должен выступать над поверхностью жидкости в бане более чем на 25 мм при температуре испытания
Уровень воды в бане должен быть выше уровня топлива в пробирках не менее чем на 30 мм.

Подготовка поверхности пластинок

При подготовке поверхности вручную кладут лист абразивной бумаги на плоскую поверхность, смачивают его керосином или растворителем и шлифуют пластинку, перемещая ее по бумаге круговыми движениями, предохраняя пластинку от соприкосновения с пальцами беззольной фильтровальной бумагой. Подготовку поверхности медной пластинки можно осуществлять на шлифовальных станках, применяя соответствующие сорта сухой бумаги или ткани.

С пластинки удаляют металлическую пыль, тщательно протирая чистыми ватными тампонами до тех пор, пока свежий тампон не станет чистым. После этого пластинку сразу же погружают в приготовленный растворитель (изооктан), из которого сразу же вынимают для окончательной обработки или хранят в растворителе для дальнейшего использования.

Удаляют пластинку из растворителя, удерживая ее пальцами, защищенными беззольной фильтровальной бумагой, шлифуют сначала торцы, а затем боковые стороны карборундовым порошком с размером частиц 105 мкм (150 меш), который берут с чистой стеклянной пластинки ватным тампоном, смоченным каплей растворителя. Пластинку тщательно вытирают чистыми тампонами и в дальнейшем берут ее щипцами из нержавеющей стали; ни в коем случае нельзя прикасаться к ней пальцами. Пластинку закрепляют в зажиме и шлифуют основные поверхности карборундовым порошком, нанесенным на вату. Шлифование производят по продольной оси медной пластинки. Со всех шести граней медной пластинки удаляют пятна карборундовой бумагой с размером абразивных частиц, обеспечивающих необходимое качество обработки поверхности.

Касание руками свежешлифованной поверхности пластинки не допускается.

Методика проведения работы

Испытуемое топливо фильтруют через бумажный фильтр, наливают в пробирки 10 см³, опускают в них с помощью пинцета (щипцов) подготовленные к испытанию пластинки и закрывают пробирки корковыми пробками.

Пробирки с топливом и медными пластинками помещают в вертикальном положении в нагретую водяную баню.

Топливо для реактивных двигателей выдерживают в течение 3 ч при температуре $(100 \pm 1)^\circ\text{C}$, остальные топлива - при $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$.

По истечении 3 ч пластинку извлекают пинцетом из пробирки и промывают в фарфоровой чаше не менее двух раз спиртотолуольной смесью или изооктаном и просушивают на фильтровальной бумаге (промокшая). Не допускается касание руками поверхности пластинки.

Для каждого испытуемого топлива проводят не менее двух параллельных определений.

Просушенные пластинки осматривают со всех сторон, сравнивают со свежешлифованной пластинкой (эталоном) и устанавливают изменение (или отсутствие изменения) цвета, наличие (или отсутствие) налетов или пятен на их поверхности и записывают результаты осмотра. При этом по-

явление равномерного оранжевого оттенка, без изменения первоначального блеска, не считают изменением цвета пластинки.

Топливо считают не выдержавшим испытание, если хотя бы при одном определении на пластинке образовался налет или пятна черного, коричневого или серо-стального цвета. При других изменениях или отсутствии изменения цвета пластинки топливо считают выдержавшим испытание.

Контрольные вопросы

1. Какие вещества придают коррозионную агрессивность нефтепродуктам?
2. Какая реакция лежит в основе определения метода?
3. Как влияют сернистые соединения на коррозионную агрессивность нефтепродуктов?
4. Какое нормативное содержание сернистых соединений в нефтепродуктах?
5. Что значит “испытание на медную пластинку выдерживает”?

Лабораторная работа № 7

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ

Краткие сведения о процессе

Продукты нефтепереработки относятся к числу пожароопасных веществ. Пожароопасность керосинов, масел, мазутов и других тяжелых нефтепродуктов оценивается температурами вспышки и воспламенения.

Температурой вспышки называется температура, при которой пары нефтепродукта, нагреваемого в определенных условиях, образуют с окружающим воздухом смесь, вспыхивающую при поднесении к ней пламени.

Температура вспышки в известной мере характеризует огнеопасность нефтепродукта. Вначале ее определяли для керосинов, чтобы обнаружить в них примесь бензина, которая приводила к взрывам во время горения керосина. В настоящее время температура вспышки является нормируемым показателем смазочных масел, дизельных и котельных топлив, осветительных керосинов, бензинов растворителей и др.

Наряду с огнеопасностью нефтепродукта по температуре вспышки можно составить представление о характере углеводородов, входящих в его состав, а также о наличии примесей легкоиспаряющихся компонентов.

Высококипящие углеводороды повышают температуру вспышки и, наоборот, низкокипящие снижают ее.

Температура вспышки зависит от физико-химических свойств масла, от параметров атмосферного воздуха и от методики определения и конструкции прибора. В зависимости от условий эксплуатации нефтепродукта для определения его температуры вспышки применяют приборы открытого или закрытого типа, которые различаются условиями испарения в них испытуемого нефтепродукта. Для одного и того же продукта температура вспышки, определенная в открытом и закрытом тиглях, будет неодинаковой. В открытом приборе она будет всегда выше.

Температурой воспламенения называется температура, при которой нагреваемый в определенных условиях нефтепродукт загорается при поднесении к нему пламени и горит не менее 5 секунд. Температура воспламенения всегда выше температуры вспышки. Чем тяжелее нефтепродукт, тем больше эта разница. При наличии в маслах летучих примесей эти температуры сближаются.

Воспламенение смеси паров нефтепродукта с воздухом происходит только при определенной минимальной концентрации паров нефтепродукта в воздухе, которая соответствует *нижнему пределу взрываемости*.

При нагревании в открытом тигле пары масла легко диффундируют в окружающую атмосферу и рассеиваются в ней. Наоборот, в закрытом приборе созданы условия для накопления паров над испаряющейся жидкостью, и взрывная концентрация паров нефтепродукта достигается при температуре более низкой, чем в открытом приборе. Разность между температурами вспышки, определенными в открытом и закрытом приборе, может достигать нескольких десятков градусов. Наибольшее расхождение в этих температурах характерно для нефтепродуктов с неоднородным фракционным составом или с примесью низкокипящих углеводородов. Увеличивается эта разность также с абсолютным увеличением температуры вспышки смазочных масел.

Цель работы. Определение температуры вспышки нефтяных масел по выбору преподавателя. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Аппаратура

Прибор для определения вспышки в закрытом тигле, тип ТВЗ.

Термометры типов ТН 1-1, ТН 1-2, ТН-6.

Секундомер.

Метод реализуется в диапазоне температур от минус 15 до 360 °С и не применим для испытания полимеризующихся при нагревании, гидролизующихся и быстро окисляющихся жидкостей.



Рис.4. Аппарат ТВ3 для определения температуры вспышки в закрытом тигле

Ход определения

Исследуемую жидкость наливают в чистый сухой тигель до метки, не допуская смачивания стенок тигля выше указанной метки.

Тигель закрывают крышкой и устанавливают в нагревательную баню, вставляют термометр.

Включают перемешивающее устройство.

Включают обогрев прибора и нагревают исследуемую жидкость со скоростью 5-6 °С/мин.

Испытание на вспышку начинают проводить при достижении температуры образца на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки и повторяют через каждый 1 °С повышения температуры для жидкостей с температурой вспышки до 104 °С и через каждые 2 °С - для жидкостей с температурой вспышки более 104 °С.

В момент испытания на вспышку перемешивание прекращают. Поворотом пружинного механизма открывают заслонку на крышке и опускают пламя горелки внутрь тигля за время 0,5 с, оставляют горелку в нижнем положении 1 с и быстро возвращают в исходное положение. Следят за пламенем при открывании и закрывании заслонки.

За температуру вспышки принимают показания термометра в момент появления первого пламени над поверхностью жидкости. Вспышку паров исследуемой жидкости над поверхностью крышки тигля не учитывают.

Испытание на вспышку (в случае ее отсутствия) прекращают при достижении температуры кипения исследуемой жидкости.

Если пламя горелки погасло в момент открывания крышки, результат этого определения не учитывают.

Если испытанию подвергают жидкость с неизвестной температурой вспышки, то проводят предварительное определение.

Этот результат не учитывают, если расхождение между предварительным и последующим испытанием превышает величину, указанную в таблице.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Вещество	Температура вспышки, °С	Допускаемые расхождения	
		сходимость	воспроизводимость
Химические органические вещества и нефтепродукты	До 104	2,0	3,5
	Св. 104	5,5	8,0

Контрольные вопросы

1. Что называется нижним и верхним пределом воспламенения?
2. Какими способами проводится определение вспышки нефтепродуктов?
3. Как оценивается огнеопасность нефтепродукта?
4. От чего главным образом зависит температура вспышки?
5. Дайте определение температуры вспышки?

Лабораторная работа № 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КАПЛЕПАДЕНИЯ

Краткие сведения о процессе

Пластичные смазки представляют собой смесь масляной основы с загустителем до мазеобразного состояния. В качестве масляной основы смазок применяют масла нефтяного и синтетического происхождения, составляющие 80-90% всех масел. Загустителями могут быть мыла жирных кислот, парафин, сажа, органические пигменты и т.д. В зависимости от класса смазки загустители составляют от 5 до 80% ее массы.

Узлы трения, в которых используются пластичные смазки, более просты по конструкции, и при правильном выборе смазок по эксплуатационным свойствам не требуется постоянный контроль за работой этих узлов.

К основным свойствам пластичных смазок относятся: предел прочности, температура каплепадения, коллоидная стабильность, испаряемость, химическая стабильность, пенетрация, водостойкость.

Предел прочности характеризует минимальное удельное напряжение, при котором происходит разрушение каркаса смазки. Для рабочих температур предел прочности не должен превышать 300-500 Па и должен быть менее 100-200 Па.

Температура каплепадения определяет верхний температурный предел применения смазки. Как правило, рекомендуют применять смазку при температуре на 15-20 °С ниже температуры ее каплепадения. По температуре каплепадения, которая зависит от загустителя, смазки делят на низкоплавкие, среднетемпературные и тугоплавкие.

Коллоидная стабильность характеризует способность смазок противостоять выделению из них масла.

Испаряемость смазки оценивают измерением потерь масла в нормированных условиях.

Химическая стабильность отражает стойкость смазки против окисления кислородом воздуха. Оценку химической стабильности производят по увеличению кислотного числа масла.

Пенетрация характеризует консистенцию смазки, т.е. способность нести нагрузку и сопротивляться выдавливанию из подшипника. Она определяется глубиной погружения стандартного конуса в смазку при температуре 25 °С.

Водостойкость — свойство пластичной смазки не разрушаться при соприкосновении с водой (неводостойкая смазка при погружении ее в теплую воду растворяется через 10-15 мин). По этому признаку смазки делят на водостойкие и неводостойкие.

Пластичные смазки подразделяют на четыре группы: антифрикционные, консервационные, канатные и уплотнительные.

Температурой каплепадения пластичных смазок называется та температура, при которой происходит падение первой капли смазки, помещенной в капсуле специального прибора и нагреваемой в строго определенных условиях.

Определение температуры каплепадения той или иной пластичной смазки основано на процессе размягчения или расслаивания ее при нагре-

вании, то вызывает процесс образования и выпадения из нее жидких капель.

Цель работы. Определение температуры каплепадения пластичных смазок по выбору преподавателя. Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Сущность метода заключается в определении температуры, при которой происходит падение первой капли нефтепродукта, помещенного в патрон прибора и нагреваемого в строго определенных условиях согласно требованиям ISO 6299.3, ГОСТ 29188.1-91.

Аппаратура, материалы

Прибор «Капля 20»
Образцы пластичных смазок
Шпатель
Бензин-растворитель
Бумага фильтровальная



Рис.5. Прибор «Капля 20»

Подготовка к анализу

С поверхности образца испытуемого нефтепродукта шпателем снимают верхний слой, затем в нескольких местах (не менее трех) берут пробы примерно в равных количествах на расстоянии не менее 15 мм от стенок сосуда.

Пробы складывают в фарфоровую чашку и осторожно смешивают, не допуская образования воздушных пузырьков в толще продукта.

Пластичные смазки, отобранные из общей пробы, плотно вмазывают шпателем в гильзу прибора, следя за тем, чтобы в продукт не попадали воздушные пузырьки. Гильзу, заполненную смазкой, тщательно вытирают, срезают шпателем излишек продукта с ее верхней части, вращением штока по верхнему краю гильзы убирают излишек смазки и вставляют гильзу в патрон.

Методика проведения работы

Патрон с образцом смазки помещают в ячейку нагревательного блока. Прибор позволяет одновременно анализировать до шести образцов смазки.

На графическом дисплее задают текущую дату, выбирают из базы данных прибора наименование смазки и задают программное повышение температуры продукта с заданной скоростью в стандартном режиме.

Либо испытание проводят в ускоренном режиме - для испытания продукта с неизвестной температурой каплепадения. Диапазон определения температуры каплепадения: от плюс 35 до плюс 370°C.

На графическом дисплее наблюдают отображение информации о ходе и результатах испытания.

Включается звуковая сигнализация начала процесса каплепадения для каждой ячейки. Автоматически производится остановка процесса испытания по окончании анализа всех ячеек, при этом производится фиксация и запоминание температуры начала процесса каплепадения для каждой из шести ячеек по отдельности. Прибор автоматически переходит в режим охлаждения.

Производится не менее двух определений для каждого образца смазки. Расхождения между результатами двух определений температуры каплепадения не должны превышать 2 °С для смазок с температурой каплепадения до 200 °С и 3°C для смазок с температурой каплепадения свыше 300 °С.

Контрольные вопросы

1. Что представляют собою пластические смазки, их состав?
2. Назначение консистентных смазок?
3. Как классифицируются консистентные смазки?
4. Что называется температурой каплепадения консистентных смазок, для каких целей используется этот параметр?
5. Что представляют собою прибор для определения температуры каплепадения консистентных смазок, порядок ее определения?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Основной:

1. Ахметов, С. А. Технология глубокой переработки нефти и газа. [Текст]: Учебник для вузов. Тюмень: - 2013 – 625 с.
2. Ахметов, С. А. Технология переработки нефти, газа и твердых горючих ископаемых [Текст]: учебное пособие для студентов вузов / С. А. Ахметов, М. Х. Ишмияров, А. А. Кауфман; под ред. С. А. Ахметова. - СПб.: Недра. - 2009.
3. Евдокимов Б. П. Топливо и смазочные материалы [Текст]: Учебное пособие. — Сыктывкар: СЛИ, 2013. — 65 с.
4. Капустин, В. М. Нефтяные и альтернативные топлива с присадками и добавками [Текст]: Учебное пособие / М.: Колос, 2008. – 232 с.
5. Курасов, В. С. Применение топлива, смазочных материалов и технических жидкостей [Текст]: Учебное пособие / В.С. Курасов, В.В. Вербицкий— Краснодар: КубГАУ, 2013. – 112 с.
6. Левашова, А. И. Введение в химмотологию [Текст]: Учебное пособие / А. И. Левашова, Е. Н. Ивашкина, С. Г. Маслов - Томск, ТПУ, 2012. - 120 с.
7. Магарил, Е. Р. Моторные топлива [Текст]: Учебное пособие / Е. Р. Магарил, Р. З. Магарил. - М.: КДУ. – 2008. – 159 с.
8. Остриков, В. В. Топливо, смазочные материалы и технические жидкости [Текст]: Учебное пособие / В. В. Остриков, С. А. Нагорнов, О. А. Клейменов и др. - Тамбов: Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2008. - 304 с.
9. Попов, Ю. В. Основные эксплуатационные свойства моторных топлив. [Текст]: Учебно-методическое пособие / Ю. В. Попов, С. М. Леденев, Е. В. Медников - Волгоград: ВолгГТУ, 2008. – 84 с.

Дополнительный:

1. Агаев, С. Г. Улучшение низкотемпературных свойств дизельных топлив [Текст]: Монография. / С. Г. Агаев [и др.]; ТюмГНГУ. - Тюмень: ТюмГНГУ - 2009. – 145 с.
2. Сафонов, Л. С. Качество автомобильных топлив. Эксплуатационные свойства. Требования к качеству. Методы испытаний [Текст]: Справочник и учебное пособие для студентов / Л. С. Сафонов, А. И. Ушаков, И. В. Чечкенов - СПб.: НПКИЦ, 2006. - 389 с.
3. Туманян, Б. П. Практические работы по технологии нефти [Текст]: Малый лабораторный практикум. – М.: Техника, 2006. – 160 с.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ.....	3
Правила безопасной работы в лаборатории.....	4
Рекомендации к выполнению лабораторных работ.....	6
Требования к оформлению отчета.....	6
Лабораторная работа № 1. Определение плотности нефтепродуктов пикнометрическим способом.....	7
Лабораторная работа № 2. Определение плотности нефтепродуктов ареометром	10
Лабораторная работа № 3. Определение кислотности нефтепродуктов	13
Лабораторная работа № 4. Определение содержания воды в нефтепродуктах по методу Дина и Старка	15
Лабораторная работа № 5. Определение содержания фактических смол (по Бударову).....	19
Лабораторная работа № 6. Испытание на медную пластинку.....	22
Лабораторная работа № 7. Определение температуры вспышки в закрытом тигле.....	25
Лабораторная работа № 8. Определение температуры каплепадения пластичных смазок.....	28
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	32

Учебное издание

АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ
Ч. I

Методические указания к лабораторным занятиям

Составитель
АЛЕКСАНДРОВА Ирина Владимировна