

МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«БЕЛОРУССКО-РОССИЙСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра «Технологии металлов»

ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА

*Методические рекомендации к лабораторным работам
для студентов направления подготовки
21.03.01 «Нефтегазовое дело» дневной формы обучения*



Могилев 2025

УДК 665.6
ББК 35.51
Х46

Рекомендовано к изданию
учебно-методическим отделом
Белорусско-Российского университета

Одобрено кафедрой «Технологии металлов» «22» мая 2025 г., протокол № 16

Составитель канд. биол. наук И. А. Лисовая

Рецензент канд. техн. наук, доц. М. Н. Миронова

Методические рекомендации к лабораторным работам предназначены для студентов направления подготовки 21.03.01 «Нефтегазовое дело» дневной формы обучения.

Учебное издание

ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА

Ответственный за выпуск	Д. И. Якубович
Корректор	И. В. Голубцова
Компьютерная верстка	Н. П. Полевничая

Подписано в печать . Формат 60×84/16. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать трафаретная. Усл. печ. л. . Уч.-изд. л. . Тираж 16 экз. Заказ №

Издатель и полиграфическое исполнение:
Межгосударственное образовательное учреждение высшего образования
«Белорусско-Российский университет».

Свидетельство о государственной регистрации издателя,
изготовителя, распространителя печатных изданий

№ 1/156 от 07.03.2019

Пр-т Мира, 43, 212022, г. Могилев.

© Белорусско-Российский
университет, 2025

Содержание

Введение.....	4
1 Лабораторная работа № 1. Определение непредельных углеводородов в светлых нефтепродуктах.....	5
2 Лабораторная работа № 2. Определение фракционного состава нефти.....	8
3 Лабораторная работа № 3. Определение вязкости нефти и нефтепродукта.....	10
4 Лабораторная работа № 4. Определение устойчивости асфальтеносодержащих дисперсных систем.....	14
5 Лабораторная работа № 5. Определение плотности нефти и нефтепродукта.....	16
6 Лабораторная работа № 6. Метод анилиновых точек.....	23
7 Лабораторная работа № 7. Определение температуры застывания нефти.....	26
8 Лабораторная работа № 8. Методика определения теплоты сгорания жидких топлив	28
Список литературы.....	30

Введение

Лабораторные работы по дисциплине «Химия нефти и газа» проводятся с целью закрепления теоретического материала, который излагается на лекциях и самостоятельно прорабатывается студентами. В ходе лабораторного практикума студенту ставится задача освоить приемы и методы ведения физико-химического эксперимента, приобрести навыки работы с аппаратурой, научиться основным способам обработки экспериментальных данных и оценки погрешностей полученных результатов.

Методические рекомендации в сжатой форме знакомят студентов с основными теоретическими положениями, относящимися к данной лабораторной работе или группе лабораторных работ со схожей тематикой, основным оборудованием и приемами работы на нем, обработкой результатов эксперимента.

Отчет по лабораторной работе сдается преподавателю не позднее начала следующей лабораторной работы. Преподаватель проверяет отчет и может возвратить его для исправления ошибок либо для переделки лабораторной работы.

Данные экспериментов и полученные значения различных величин обычно представляют в виде таблиц, графиков или уравнений. Экспериментальные данные должны быть записаны с максимально возможной точностью. При использовании мерной градуированной посуды (пипеток, бюреток), нецифрового измерительного оборудования (термометров, рН-метров и др.) данные регистрируют, как правило, с точностью до «цена деления пополам». В таблицах должны быть представлены численные значения с тем числом значащих цифр, которые отвечают погрешности эксперимента.

Содержание отчета по лабораторной работе.

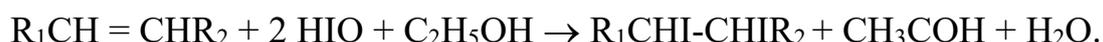
- 1 Название работы.
- 2 Цель работы.
- 3 Ход эксперимента.
- 4 Экспериментальные данные.
- 5 Обработка экспериментальных данных.
- 6 Вывод.

1 Лабораторная работа № 1. Определение непредельных углеводов в светлых нефтепродуктах

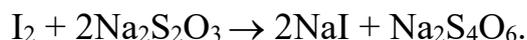
Определение непредельных углеводов в светлых нефтепродуктах можно осуществлять путем определения т. н. йодных чисел. Метод заключается в проведении реакции между спиртовым раствором йода и спиртовым раствором анализируемого нефтепродукта в присутствии большого избытка воды. Спиртовой раствор йода реагирует с водой с образованием йодноватистой кислоты по реакции



Гидролиз усиливается в присутствии ненасыщенных соединений и особенно при избытке воды. Образовавшаяся йодноватистая кислота вступает во взаимодействие с ненасыщенными соединениями быстрее, чем йод, присоединяясь по месту двойных связей:



Избыток йода оттитровывается тиосульфатом натрия:



Определение необходимо выполнять очень быстро с соблюдением всех рекомендуемых условий. Однако точность метода недостаточна, т. к. возможно протекание побочных реакций замещения



что приводит к завышенным результатам. С другой стороны, ввиду плохой растворимости некоторых топлив в спирте возможно получение заниженных результатов за счёт неполноты реакции присоединения йода. Методика анализа проста и требует небольшой затраты времени.

Аппаратура, посуда, реактивы.

Колбы с притёртой пробкой вместимостью 500 см³; цилиндры вместимостью 25 и 250 см³; капельница; бюретка; спирт этиловый ректификованный или ацетон (при анализе дизельного топлива); тиосульфат натрия, 0,1 Н раствор; вода дистиллированная; калий йодистый 20-процентный водный раствор; крахмал 0,5-процентный раствор; спиртовой раствор йода.

Проведение испытания.

Для взятия навески нефтепродукта его наливают в капельницу и взвешивают. В коническую колбу вводят 15 см³ этилового спирта и из капельницы

отсчитывают 13–15 капель нефтепродукта, после чего её вновь взвешивают для определения массы добавленного нефтепродукта. Если нефтепродукт взят в ампуле, то в коническую колбу наливают 5 см³ этилового спирта, разбивают в нём стеклянной палочкой ампулу, следя за тем, чтобы капилляр при этом был измельчён, и обмывают палочку и стенки колбы 10 см³ этилового спирта.

При анализе дизельных топлив и реактивного топлива Т-6 навеску вносят в колбу с 15 см³ ацетона.

Мерным цилиндром отмеряют 25 см³ спиртового раствора йода и приливают в колбу, плотно закрывают её пробкой, предварительно смоченной раствором йодистого калия, осторожно встряхивают колбу. Прибавляют 150 см³ дистиллированной воды, быстро закрывают колбу пробкой, содержимое колбы встряхивают в течение 5 мин и оставляют в темноте ещё на 5 мин. Обмывают пробку и стенки колбы небольшим количеством дистиллированной воды. Добавляют 20...25 см³ раствора йодистого калия и титруют раствором тиосульфата натрия. Когда жидкость в колбе примет светло-жёлтый цвет, прибавляют от 1 до 2 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

Для вычисления йодного числа проводят контрольный опыт.

После проведения анализа растворы сливаются в раковину, посуда тщательно моется и сушится, бюретка заполняется дистиллированной водой.

Обработка результатов.

Йодное число X испытуемого нефтепродукта, 1 г йода на 100 г нефтепродукта, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot F \cdot 0,01269}{m} \cdot 100, \quad (1.1)$$

где V – объём 0,1 Н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 – объём 0,1 Н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование испытуемого нефтепродукта, см³;

F – фактор 0,1 Н раствора тиосульфата натрия, $F = 1$;

0,01269 – количество йода, эквивалентное 1 см³ 0,1 Н раствора тиосульфата натрия;

m – масса испытуемого нефтепродукта, г.

Массовую долю непредельных углеводородов X_1 , %, в нефтепродукте вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot M}{254}, \quad (1.2)$$

где X – йодное число нефтепродукта, т. е. число граммов йода на 100 г нефтепродукта;

M – средняя молярная масса непредельных углеводородов анализируемого

нефтепродукта (таблица 1.1).

Таблица 1.1 – Зависимость молярной массы непредельных углеводородов от температуры выкипания 50-процентной фракции (по объёму)

Температура выкипания 50-процентного отгона фракций, °С	Молярная масса непредельных углеводородов, кг/кмоль	Температура выкипания 50-процентного отгона фракций, °С	Молярная масса непредельных углеводородов, кг/кмоль
50	77	175	144
75	87	200	161
100	99	225	180
125	113	250	200
150	128	260	208

Точность метода.

Сходимость. Два результата определений, полученные в одинаковых условиях одним исполнителем на одной и той же аппаратуре и пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95-процентной достоверностью), если расхождение между ними не превышает 10 % от величины меньшего результата.

Воспроизводимость. Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях на одной и той же пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 20 % от величины меньшего результата.

Контрольные вопросы

1 Каким образом можно определить содержание непредельных углеводородов в светлых нефтепродуктах?

2 В чем заключается метод йодных чисел? Приведите уравнения соответствующих реакций.

3 Приведите формулу для вычисления йодного числа, поясните каждую составляющую.

4 Приведите формулу для расчета массовой доли непредельных углеводородов в нефтепродукте, поясните каждую составляющую.

5 Что такое сходимость и воспроизводимость результатов испытаний?

2 Лабораторная работа № 2. Определение фракционного состава нефти

В технических условиях на авиационные и автомобильные бензины, на авиационные, тракторные и осветительные керосины, на дизельные топлива и на растворители одним из важнейших показателей является фракционный состав. Обычно для этих нефтепродуктов при проведении разгонки в стандартных условиях нормируются: температура начала кипения, температуры, при которых отгоняется 10 %, 50 %, 90 % и 97,5 % от загрузки, а также процент остатка и иногда температура конца кипения.

Температура начала кипения и особенно температура выкипания 10 % топлива t_{10} характеризует его пусковые свойства. Чем ниже эта температура, тем, следовательно, больше в топливе легкоиспаряющихся веществ и тем легче и при более низкой температуре можно запустить холодный двигатель.

Температура выкипания 50 % топлива t_{50} оказывает решающее влияние на быстроту прогрева запущенного на холоду двигателя и на соответствующий расход топлива. С понижением t_{50} прогрев ускоряется, а расход топлива на него снижается.

Не меньшее значение имеет и полнота испарения топлива, что, по данным стандартной разгонки, хорошо характеризуется температурами выкипания 90 %, 97 %, 98 % и конца кипения. При повышении этих температур уменьшается полнота испарения топлива, что влечёт за собой неравномерность в его распределении по цилиндрам двигателя, разжижение смазки, увеличение расхода топлива и масла и, в конечном итоге, ускоряет износ двигателя.

Определение фракционного состава проводится при атмосферном давлении в простых перегонных аппаратах, не снабжённых ректифицирующими устройствами.

Аппаратура, посуда, реактивы.

Колбонагреватель; колба круглодонная вместимостью 500 см³; насадка; цилиндр мерный на 100 см³; термометр с градуировкой от 0 °С до 360 °С; нефтепродукт.

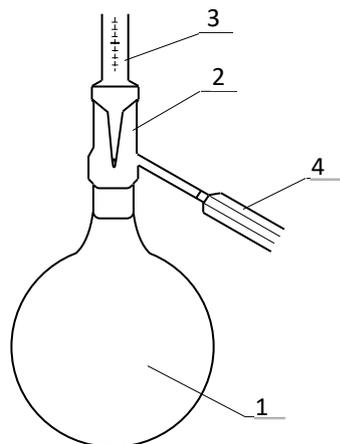
Проведение испытания.

В чистую сухую колбу с помощью мерного цилиндра наливают 100 см³ испытуемого нефтепродукта. Собирают прибор, как показано на рисунке 2.1. При этом ось термометра должна совпадать с осью шейки колбы, а верх ртутного шарика находиться на уровне нижнего края отводной трубки в месте её припая.

После сборки прибора начинают равномерно нагревать колбу. Нефтепродукт испаряется, конденсируется в холодильнике и поступает в мерный цилиндр.

Для соблюдения стандартных условий разгонки необходимо регулировать нагрев таким образом, чтобы от начала нагрева до падения первой капли дистиллята в приёмник прошло не менее 5 и не более 10 мин (для керосинов и лёгких

дизельных фракций – 10...15 мин). Температуру, при которой в мерный цилиндр падает первая капля, отмечают как температуру начала кипения.



1 – колба круглодонная; 2 – насадка; 3 – термометр; 4 – холодильник

Рисунок 2.1 – Прибор для определения фракционного состава

Дальнейшая интенсивность нагрева должна обеспечивать равномерную скорость перегонки с отбором 4...5 см³ дистиллята в 1 мин, что примерно соответствует 20–25 каплям в 10 с. Фиксируют температуры отбора каждые 10 мл (10 %). В случае определения фракционного состава бензина отмечают также объём дистиллята при 70 °С, 100 °С и 180 °С. После отгона 90 % нагрев регулируется так, чтобы до конца перегонки, т. е. до выключения нагрева, прошло от 3 до 5 мин. При перегонке керосинов и лёгкого дизельного топлива после отгона 95 % нагрев не усиливают, но отмечают время до конца перегонки – оно не должно превышать 3 мин. Обогрев выключают в тот момент, когда в мерном цилиндре объём станет равным высшему нормируемому проценту отгона (97,5 %, 98 % и т. п.) для данного нефтепродукта. Если же нормируется температура конца кипения, то нагрев ведут до тех пор, пока ртутный столбик термометра не остановится на некоторой высоте, а после этого не начнёт опускаться.

Температуру остановки принимают за температуру конца кипения нефтепродукта.

Обработка результатов.

По данным, полученным опытным путём, строится график зависимости объёма дистиллята в процентах от температуры выкипания фракций.

Если перегонка ведётся при барометрическом давлении выше 770 или ниже 750 мм рт. ст., то в показания термометра вводят поправку, рассчитанную по формуле

$$B = 0,00012(760 - p)(273 + t), \quad (2.1)$$

где p – барометрическое давление во время перегонки, мм рт. ст.;

t – температура, показанная термометром, °С.

Поправка B прибавляется к показаниям термометра при барометрическом давлении ниже 750 мм рт. ст. и вычитается при барометрическом давлении выше 770 мм рт. ст.

Точность метода.

Для двух параллельных разгонок допускаются следующие расхождения: для температуры начала перегонки – 4 °С; для конечных и промежуточных точек фракционного состава – 2 °С и 1 мл; для остатка – 0,2 мл.

Контрольные вопросы

1 Какие показатели, как правило, нормируются в ТУ на авиационные и автомобильные бензины, на авиационные, тракторные и осветительные керосины, на дизельные топлива при проведении разгонки в стандартных условиях?

2 Какие температуры характеризуют т. н. пусковые свойства перечисленных топлив?

3 Каким образом температура выкипания 50 % топлива t_{50} оказывает влияние на быстроту прогрева запущенного на холоду двигателя и на соответствующий расход топлива?

4 Какие показатели и каким образом характеризуют температуры выкипания 90 %, 97 %, 98 % и температуру конца кипения?

5 Каким образом осуществляется определение фракционного состава при атмосферном давлении в простых перегонных аппаратах, не снабжённых ректифицирующими устройствами?

3 Лабораторная работа № 3. Определение вязкости нефти и нефтепродукта

Определение кинематической вязкости нефтепродуктов.

Сущность метода заключается в измерении калиброванным стеклянным вискозиметром времени истечения, в секундах, определённого объёма испытуемой жидкости под влиянием силы тяжести при постоянной температуре. Кинематическая вязкость является произведением измеренного времени истечения на постоянную вискозиметра.

При определении кинематической вязкости нефтепродуктов могут использоваться следующие вискозиметры:

а) типа ВПЖ-1 (рисунок 3.1) – применяются для измерения вязкости прозрачных (просвечивающих) нефтепродуктов; эти приборы рекомендуется применять при положительной температуре;

б) типа ВПЖ-2 (рисунок 3.2) и типа Пинкевича (рисунок 3.4) – применяются для измерения вязкости прозрачных (просвечивающихся) нефтепродуктов при положительной и отрицательной температуре;

в) типа ВНЖ (рисунок 3.3) – применяются для измерения вязкости прозрачных (непроецирующихся) нефтепродуктов.

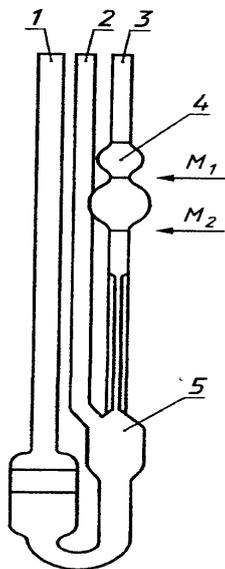


Рисунок 3.1 – Вискозиметр типа ВПЖ-1

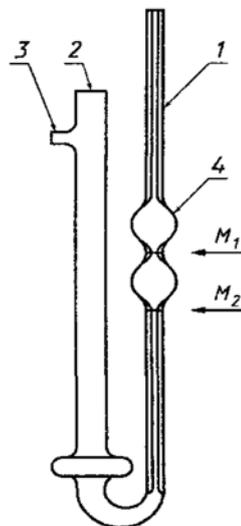


Рисунок 3.2 – Вискозиметр типа ВПЖ-2

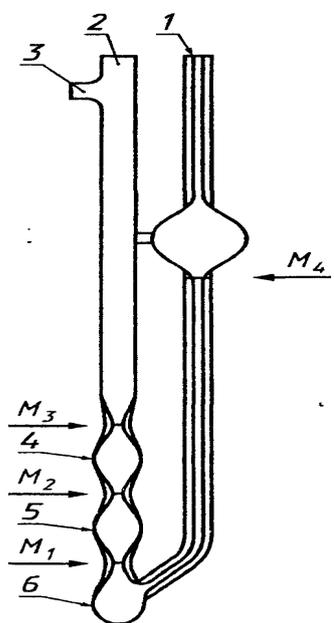


Рисунок 3.3 – Вискозиметр типа ВНЖ

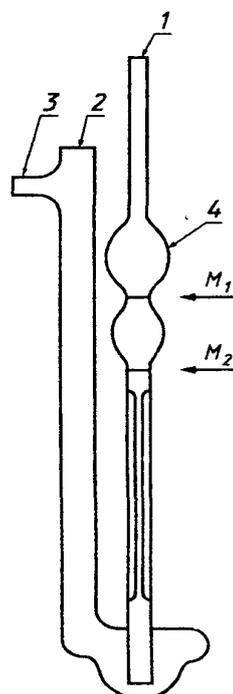


Рисунок 3.4 – Вискозиметр типов ВПЖ-4 и Пинкевича

Вязкость может определяться как при высоких, так и при низких температурах. Для этого используются термостатирующие устройства – термостаты, обеспечивающие длительное поддержание заданной температуры.

Термостат может быть наполнен следующими жидкостями: спиртом этиловым техническим (гидролизным) или спиртом этиловым синтетическим, техническим изооктаном – для температуры от минус 60 °С до 0 °С; дистиллированной водой – для температуры от 0 °С до плюс 90 °С; чистым глицерином или глицерином, разбавленным водой в соотношении 1:1, светлым нефтяным маслом; 25-процентным водным раствором азотнокислого аммония – для температуры выше плюс 90 °С.

Для охлаждения жидкостей в термостате применяют лёд, твёрдую углекислоту (сухой лёд), жидкий азот.

Аппаратура, посуда, реактивы.

Вискозиметр; груша резиновая; стакан стеклянный вместимостью 50 см³; штатив; секундомер.

Подготовка к испытанию.

Для определения кинематической вязкости испытуемого нефтепродукта подбирают вискозиметр с таким расчётом, чтобы время истечения этого нефтепродукта было не менее 200 с. Перед определением вязкости вискозиметр должен быть тщательно промыт растворителем и высушен. При наличии воды в нефтепродукте его осушают безводным сульфатом натрия или крупнокристаллической поваренной солью, после чего отфильтровывают.

Проведение испытания.

Для заполнения вискозиметров типов ВПЖ-2, ВПЖ-4 и Пинкевича на отводную трубку 3 надевают резиновую трубку. Далее, зажав пальцем колено 2 и перевернув вискозиметр, опускают колено 1 в сосуд с нефтепродуктом и засасывают его (с помощью груши, водоструйного насоса или иным способом) до метки M_2 , следя за тем, чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха. В тот момент, когда уровень жидкости достигает метки M_2 , вискозиметр вынимают из сосуда и быстро переворачивают его в нормальное положение.

Снимают с внешней стороны конца колена 1 избыток жидкости и надевают на его конец резиновую трубку. Затем засасывают жидкость в колено 1 примерно до 1/3 высоты расширения 4. Сообщают колено 1 с атмосферой и определяют время опускания мениска жидкости от метки M_1 до M_2 (см. рисунок 3.1). Во всех вискозиметрах, за исключением вискозиметра типа ВНЖ, производят несколько измерений времени течения жидкости. Для повторных измерений перекачивают жидкость с помощью груши, подсоединённой к отводу 3 до 1/3 высоты расширения 4.

Наименьшее число измерений, в зависимости от времени опыта, должно быть:

- время опыта от 200 до 300 с – пять измерений;
- время опыта от 300 до 600 с – четыре измерения;

– время опыта свыше 600 с – три измерения.

После проведения испытания нефтепродукт сливают в стаканчик, вискозиметр промывают прямогонным бензином, затем ацетоном.

Обработка результатов.

Вычисляют среднее арифметическое времени истечения нефтепродукта в вискозиметре, кроме времени истечения в вискозиметре типа ВНЖ, когда производят только одно измерение. Среднюю арифметическую величину вычисляют с точностью до 0,1 с.

Кинематическую вязкость испытуемого нефтепродукта определяют по формуле

$$\nu = C \cdot \tau \cdot K, \quad (3.1)$$

где C – постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$;

τ – среднее арифметическое времени истечения нефтепродукта в вискозиметре, с;

K – коэффициент, учитывающий изменение гидростатического напора жидкости в результате расширения её при нагревании; для вискозиметров типа ВПЖ-1 $K = 1$; для вискозиметров типов ВПЖ-2, ВПЖ-4 и Пинкевича $K = 1 + 0,000040 \cdot \Delta t$; для вискозиметров типа ВНЖ $K = 1 + 0,000087 \cdot \Delta t$; для вискозиметра типа ВПЖМ $K = 1 + 0,000074 \cdot \Delta t$ (где Δt – разность между температурой нефтепродукта при заполнении вискозиметра и температурой нефтепродукта при определении вязкости).

Кинематическую вязкость нефтепродукта вычисляют с точностью до четвёртой значащей цифры.

Контрольные вопросы

1 Какие виды вязкости вам известны? Что такое кинематическая вязкость нефтепродуктов?

2 От чего зависят вязкостно-температурные свойства нефтепродуктов?

3 Какой из вискозиметров используется в экспериментальной части? Охарактеризуйте его.

4 Какие термостатирующие устройства вам известны?

5 Охарактеризуйте обработку результатов эксперимента, поясните расчетную формулу определения кинематической вязкости.

4 Лабораторная работа № 4. Определение устойчивости асфальтеносодержащих дисперсных систем

Критерием кинетической устойчивости асфальтеносодержащей дисперсной системы является *фактор устойчивости* Φ_U , представляющий собой отношение концентраций дисперсной фазы, которое устанавливается за фиксированное время в двух слоях, расположенных на определенном расстоянии друг от друга в направлении сил осаждения. Чаще всего для нефтяных остатков определение концентрации дисперсной фазы проводят по содержанию асфальтенов в верхнем и нижнем слоях раствора исследуемого нефтепродукта.

Под действием гравитационного поля оседают только достаточно крупные частицы (0,1...100 мкм). Заменяя гравитационное поле действием центрифуги с ускорением, превышающим в 100–1000 раз ускорение свободного падения, можно достаточно быстро осадить частицы асфальтенов. Воздействие центробежного поля достаточной интенсивности позволяет в течение 5...10 мин при 20 °С и частоте вращения ротора центрифуги 3000...4000 об/мин достигнуть седиментационного равновесия в асфальтеносодержащих смесях.

Цель работы: исследование кинетической устойчивости асфальтеносодержащей дисперсной системы в гравитационном поле методом центрифугирования, определение фактора устойчивости Φ_U с использованием спектрофотометра ПЭ-3200С/УФ.

Проведение испытания.

Последовательность шагов по определению фактора устойчивости следующая:

- 1) приготовление образцов пробы нефти с добавлением присадки и без нее;
- 2) центрифугирование приготовленных образцов;
- 3) измерение оптической плотности образцов на спектрофотометре.

Методика проведения эксперимента и обработка результатов.

Проводить анализ не менее двух параллельных опытов с каждым образцом. Рассчитать объем 0,2 г исследуемой нефти, объем присадки, указанный преподавателем. Отобрать дозатором пробу нефти, объем присадки и поместить конические колбы на 250 мл. Из колбы с присадкой отобрать рассчитанный объем пробы 0,2 г и поместить в колбу на 250 мл. В каждую колбу отдельными порциями прилить 20 мл растворителя пипеткой дозатором (1...10 мл), всякий раз тщательно перемешивая его с нефтепродуктом. Вначале добавить 4 мл толуола, затем 16 мл н-гептана. После того, как будет добавлена последняя порция, содержимое конических колб перемешать в течение 1 мин для создания однородной смеси. Содержимое конических колб разлить в пробирки для центрифуги по 10 мл.

Центрифугирование провести на лабораторной центрифуге ОПН-8. Для проведения центрифугирования проб задать следующие параметры: частота вращения ротора – 4000 об/мин, время – 12 мин (с учетом времени разго-

на 1...2 мин).

После окончания центрифугирования из пробирок при помощи пипетки дозатора (100...1000 мкл) отобрать верхний слой центрифугата (1 мл), который перенести в пустые бюксы 1в и 2в соответственно, с двух параллельных образцов, средний слой отобрать примерно до нижнего слоя и отбросить. Нижний слой с осадком (1 мл) перенести в бюксы 1н и 2н. В бюксы с верхним и нижним слоями центрифугата добавить 5 мл толуола и перемешать.

Далее провести определение оптической плотности приготовленных растворов на спектрофотометре ПЭ-3200С/УФ (см. правила работы). Кюветы с помощью дозатора заполнить приготовленными растворами, закрыть их крышками и установить в кюветодержатель. Рабочие поверхности нужно перед каждым измерением тщательно промыть спиртом. При установке кювет в кюветодержатель нельзя пальцами рук касаться рабочих участков поверхностей (ниже уровня жидкости в кювете). Провести измерение оптической плотности растворов при длине волны $\lambda = 540$ нм. В режиме «Количественный анализ образцов» провести измерение концентрации образцов асфальтенов. В «Основном режиме» измерить значения оптических плотностей образцов нефти.

Фактор устойчивости рассчитать по формуле

$$\Phi_y = A_1/A_2,$$

где A_1 – оптическая плотность верхнего слоя;

A_2 – оптическая плотность нижнего слоя.

Обработка результатов измерений.

Указать концентрации образцов асфальтенов и условия центрифугирования. Результаты не менее трех параллельных измерений в верхнем и нижнем слоях центрифугата занести в таблицу 4.1. Сделать выводы.

Таблица 4.1 – Результаты эксперимента

Наименование образца	Место отбора центрифугата	Оптическая плотность	Фактор устойчивости Φ_y	Среднее значение
Нефть				
Нефть + присадка				

Контрольные вопросы

- 1 Какая разница между агрегативной и кинетической (седиментационной) устойчивостью?
- 2 Каким образом можно регулировать кинетическую устойчивость НДС?
- 3 Какое практическое значение имеет фактор устойчивости для НДС?
- 4 Какая разница между устойчивостью НДС при низких и высоких температурах?
- 5 Как влияет растворитель на размеры радиусов частиц?

5 Лабораторная работа № 5. Определение плотности нефти и нефтепродукта

Определение плотности ареометром.

Сущность метода заключается в погружении ареометра в испытуемый продукт, снятии показания по его шкале при температуре определения и пересчёте результатов на плотность при температуре 20 °С.

Ареометр представляет собой тело вытянутой (чаще всего цилиндрической) формы, утяжелённое в своей нижней части. Форма ареометра должна быть строго симметрична по отношению к вертикальной оси. По принципу действия возможны два типа ареометров: ареометры с постоянной массой (наиболее употребительный тип) и ареометры с постоянным объёмом.

Первый тип (рисунок 5.1) основан на погружении ареометра в исследуемый жидкий нефтепродукт на различную глубину в зависимости от плотности жидкости; в этом случае ареометр должен быть снабжён шкалой.

Второй тип (рисунок 5.2) основан на погружении ареометра в жидкость всегда на определённую глубину; в этом случае ареометр должен быть снабжён меткой, до которой он погружается в нефтепродукт, и специальным приспособлением для нагрузки (весы Вестфаля – Мора).

Наиболее распространённым является метод определения плотности ареометром с постоянной массой.

Аппаратура, посуда, реактивы.

Ареометры; мерный цилиндр 100 см³.

Проведение испытания.

Определение плотности ведётся следующим образом: нефтепродукт осторожно, по стеклянной палочке (чтобы не образовывалось пены), наливается в стеклянный цилиндр, установленный на ровной поверхности.

При этом необходимо следить за тем, чтобы в нефтепродукте не образовывалось пузырьков воздуха.



Рисунок 5.1 – Ареометр с постоянной массой

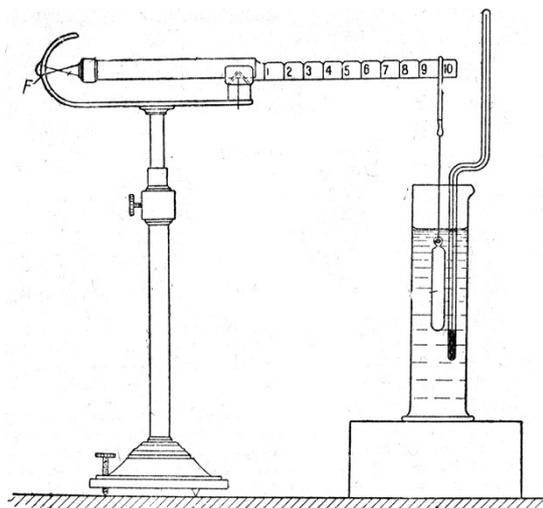


Рисунок 5.2 – Весы Вестфалья – Мора (ареометр с постоянным объемом)

После того как испытуемый нефтепродукт примет температуру окружающей среды, в него медленно и осторожно вводят чистый и сухой ареометр, держа его за верхний конец. После прекращения колебания ареометра производится отсчёт по верхнему краю мениска. Температура определения отсчитывается либо по термометру ареометра, если ареометр снабжён термометром, либо по термометру, дополнительно погружённому в цилиндр. По округлённому значению температуры и плотности, определённой по шкале ареометра, находят плотность испытуемого продукта при 20 °С (таблица 5.6).

Этот метод, принятый как стандартный, применяется, главным образом, при приёмочных испытаниях нефтепродуктов и при заводском контроле качества продукции. Им также пользуются во всех случаях, когда требуется быстро и не слишком точно определить плотность нефтепродуктов. Точность, которую можно получить при определении плотности ареометром, не слишком высока. В случае, когда необходимо определить плотность высоковязких нефтепродуктов, на практике поступают следующим образом: густой нефтепродукт разбавляют точно равным объёмом керосина известной плотности. Плотность определяют способом, описанным ранее.

Если плотность густого (испытуемого) нефтепродукта ρ , плотность керосина ρ_1 , то при условии равных объёмов плотность раствора ρ_2 определяется как

$$\rho = 2\rho_2 - \rho_1. \quad (5.1)$$

Таблица 5.1 – Перевод плотности при температуре испытания в плотность при 20 °С

Температура испытания, °С	Плотность по шкале ареометра, г/см ³									
	0,800	0,810	0,820	0,830	0,840	0,850	0,860	0,870	0,880	0,890
	Плотность при 20 °С									
15,0	0,7965	0,8065	0,8166	0,8266	0,8367	0,8467	0,8567	0,8667	0,8768	0,8868
15,5	0,7968	0,8069	0,8169	0,8270	0,8370	0,8470	0,8570	0,8671	0,8771	0,8871
16,0	0,7972	0,8072	0,8173	0,8273	0,8373	0,8474	0,8574	0,8674	0,8774	0,8874
16,5	0,7975	0,8076	0,8176	0,8276	0,8377	0,8477	0,8577	0,8677	0,8777	0,8877
17,0	0,7979	0,8079	0,8179	0,8280	0,8380	0,8480	0,8580	0,8681	0,8781	0,8881
17,5	0,7982	0,8083	0,8183	0,8283	0,8383	0,8483	0,8584	0,8684	0,8784	0,8884
18,0	0,7986	0,8086	0,8186	0,8287	0,8387	0,8487	0,8587	0,8687	0,8787	0,8887
18,5	0,7989	0,8090	0,8190	0,8290	0,8390	0,8490	0,8590	0,8690	0,8790	0,8890
19,0	0,7993	0,8093	0,8193	0,8293	0,8393	0,8493	0,8593	0,8694	0,8794	0,8894
19,5	0,7996	0,8097	0,8197	0,8297	0,8397	0,8497	0,8597	0,8697	0,8797	0,8897
20,0	0,8000	0,8100	0,8200	0,8300	0,8400	0,8500	0,8600	0,8700	0,8800	0,8900
20,5	0,8004	0,8103	0,8203	0,8303	0,8403	0,8503	0,8603	0,8703	0,8803	0,8903
21,0	0,8007	0,8107	0,8207	0,8307	0,8407	0,8507	0,8607	0,8706	0,8806	0,8906
21,5	0,8011	0,8110	0,8210	0,8310	0,8410	0,8510	0,8610	0,8710	0,8810	0,8910
22,0	0,8014	0,8114	0,8214	0,8313	0,8413	0,8513	0,8613	0,8713	0,8813	0,8913
22,5	0,8018	0,8117	0,8217	0,8317	0,8417	0,8516	0,8616	0,8716	0,8816	0,8916
23,0	0,8021	0,8121	0,8220	0,8320	0,8420	0,8520	0,8620	0,8719	0,8819	0,8919
23,5	0,8025	0,8124	0,8224	0,8323	0,8423	0,8523	0,8623	0,8723	0,8823	0,8922
24,0	0,8028	0,8128	0,8227	0,8327	0,8427	0,8526	0,8626	0,8726	0,8826	0,8926
24,5	0,8032	0,8131	0,8231	0,8330	0,8430	0,8530	0,8629	0,8729	0,8829	0,8929
25,0	0,8035	0,8134	0,8234	0,8334	0,8433	0,8533	0,8633	0,8732	0,8832	0,8932

Определение плотности пикнометром.

Пикнометрический метод определения плотности основан на сравнении массы нефтепродукта в определённом объёме с массой воды в том же объёме и при той же температуре.

Метод применяется для определения плотности нефти, жидких и твердых нефтепродуктов, а также гудронов, асфальтов, битумов, креозота и смеси этих продуктов с нефтепродуктами, кроме сжиженных и сухих газов, получаемых при переработке нефти и легколетучих жидкостей.

К пикнометрам обычного типа, применяемым в нефтяных лабораториях для определения плотности жидких нефтепродуктов, относятся: пипеткообразный пикнометр Шпренгеля – Оствальда (рисунок 5.3), пикнометр Реньо (рисунок 5.4) и пикнометр с капиллярным отверстием в пробке (рисунок 5.5).

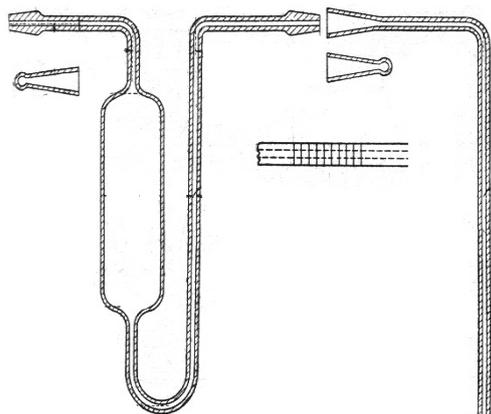


Рисунок 5.3 – Пикнометр Шпренгеля-Оствальда

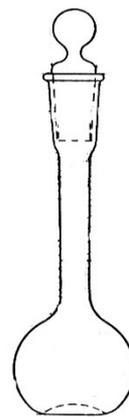


Рисунок 5.4 – Пикнометр Реньо

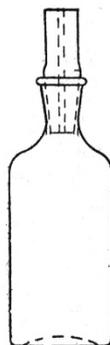


Рисунок 5.5 – Капиллярный пикнометр

Аппаратура, посуда, реактивы.

Пикнометры; весы типа ВЛА-200; пипетка; фильтровальная бумага.

Проведение испытания.

Подготовка пикнометра. Пикнометр и пробку с капилляром тщательно моют хромовой смесью, затем водой. Ополаскивают дистиллированной водой, потом ацетоном или спиртом. Такую промывку ведут перед калибровкой или при неравномерном смачивании пикнометра жидкостью. Для предотвращения появления статического заряда поверхность пикнометра протирают слегка увлажнённым куском ткани.

Подготовленный пикнометр взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, наполняют при помощи пипетки дистиллированной свежeproкипячённой и охлаждённой до 18 °С...20 °С водой (пикнометры типов ПЖ-1, ПЖ-2, ПТ – немного выше метки, пикнометр типа ПЖ-3 – до полного заполнения), следя за тем, чтобы в пикнометр не попали воздушные пузырьки, и погружают до горловины в термостат или баню с температурой 20 °С.

Пикнометр выдерживают при 20 °С в течение 30 мин. Когда уровень воды в

шейке пикнометра с меткой перестанет изменяться, избыток воды отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой и вытирают шейку пикнометра внутри. Уровень воды в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. Пикнометр с установленным при 20 °С уровнем воды тщательно вытирают снаружи безворсовой тканью, снимают статический заряд и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

«Водное число» пикнометра M вычисляют по формуле

$$M = m_c - m_0, \quad (5.2)$$

где m_c – масса пикнометра с водой, г;

m_0 – масса пустого пикнометра, г.

«Водное число» пикнометра устанавливают перед первым использованием пикнометра и не реже одного раза после 20 определений плотности продуктов.

Определение плотности продукта.

1 Проведение испытания для жидких нефтепродуктов. Пикнометр, подготовленный, с установленным «водным числом» взвешивают с погрешностью 0,0002 г, заполняют испытуемым продуктом с помощью пипетки при температуре 18 °С...20 °С, стараясь не задеть стенки пикнометра, не допуская возникновения пузырьков. Пикнометр закрывают пробкой, погружают до горловины в термостат или баню с температурой 20 °С и выдерживают до тех пор, пока уровень испытуемого продукта не перестанет изменяться (как правило, не менее 30 мин). Избыток продукта отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой. Уровень продукта в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. Пикнометр с испытуемым нефтепродуктом вынимают из бани, охлаждают при температуре, которая немного ниже заданной температуры, тщательно вытирают снаружи, удаляют статическое электричество и взвешивают с вышеуказанной погрешностью.

2 Проведение испытания для твёрдых и вязких нефтепродуктов. Пикнометр с установленным «водным числом» взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, заполняют (примерно наполовину) нагретым до 50 °С...60 °С вязким испытуемым продуктом так, чтобы продукт не попал на стенки пикнометра, нагревают до (90 ± 10) °С (в зависимости от вязкости продукта) в течение 20...30 мин для удаления пузырьков воздуха и дают ему охладиться в термостате или водяной бане до температуры 20 °С. При определении плотности твердого продукта пикнометр заполняют (примерно наполовину) мелкими кусочками продукта и затем помещают в термостат при температуре на 10 °С выше его температуры плавления, но не ниже 100 °С для удаления воздуха и полного расплавления.

Когда пикнометр частично (примерно наполовину) заполнен, нагрет и охлажден до температуры, близкой к 20 °С, его взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г.

В пикнометр с испытуемым продуктом наливают свежeproкипяченную дистиллированную воду, вытесняя таким образом воздух, воздушные пузырьки снимают тонкой проволокой. Заполненный пикнометр погружают до горловины

в баню (или термостат) при 20 °С или другой заданной температуре и выдерживают не менее 30 мин, пока все воздушные пузырьки не выйдут на поверхность и уровень жидкости в пикнометре не установится. Затем пикнометр закрывают крышкой (пробкой). Далее пикнометр вынимают из бани и охлаждают до температуры, которая немного ниже температуры испытания. Сухой мягкой тканью с поверхности пикнометра снимают остатки воды и нефтепродукта, удаляют статическое электричество и взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г.

Обработка результатов.

Вычисление плотности жидких нефтепродуктов. Если температура определения одинакова с температурой определения «водного числа», то плотность вычисляют по формуле (5.3); если температура определения отличается от температуры определения «водного числа», то по формуле (5.4).

$$\rho_t = \frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0)} + C; \quad (5.3)$$

$$\rho_t = \left[\frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0)} + C \right] \left[\frac{1}{1 - \alpha(t_c - t_t)} \right], \quad (5.4)$$

где ρ_t – плотность образца при температуре определения, кг/м³;

ρ_c – плотность воды при температуре определения «водного числа» (таблица 5.1), кг/м³;

m_0 – масса пустого пикнометра на воздухе, г;

m_c – масса пикнометра с водой на воздухе при температуре определения «водного числа», г;

m_t – масса пикнометра с образцом на воздухе при температуре испытания, г;

C – поправка на давление воздуха (таблица 5.2);

t_c – температура, при которой определяется «водное число», °С;

t_t – температура, при которой проводится испытание, °С;

α – коэффициент объёмного расширения стекла, из которого изготовлен пикнометр.

Таблица 5.1 – Плотность воды, из которой удалён воздух, при температуре определения

В граммах на сантиметр кубический

°С	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
ρ_c	0,9990	0,9989	0,9987	0,9985	0,9984	0,9982	0,9979	0,9977	0,9975	0,9972	0,9970

Коэффициент объёмного расширения боросиликатного стекла $10 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$;
коэффициент расширения для пикнометров из натриевого стекла $25 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

Вычисление плотности твёрдых и вязких нефтепродуктов. Если температура определения одинакова с температурой определения «водного числа», то плотность вычисляют по формуле

$$\rho_t = \frac{(m_1 - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0 - m_2 + m_1)} + C; \quad (5.5)$$

если температура определения отличается от температуры определения «водного числа», то по формуле

$$\rho_t = \left[\frac{(m_1 - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0 - m_2 + m_1)} + C \right] \left[\frac{1}{1 - \alpha(t_c - t_1)} \right], \quad (5.6)$$

где m_1 – масса пикнометра в воздухе, частично наполненного твёрдым или вязким образцом, г;

m_2 – масса пикнометра с образцом в воздухе, наполненного водой при температуре t_t , г.

Таблица 5.2 – Значение поправки C

$\frac{m_t - m_0}{m_c - m_0}$	Поправка C , кг/м ³	$\frac{m_t - m_0}{m_c - m_0}$	Поправка C , кг/м ³
0,60	0,48	0,80	0,24
0,61	0,47	0,81	0,23
0,62	0,46	0,82	0,22
0,63	0,44	0,83	0,20
0,64	0,43	0,84	0,19
0,65	0,42	0,85	0,18
0,66	0,41	0,86	0,17
0,67	0,40	0,87	0,16
0,68	0,38	0,88	0,14
0,69	0,37	0,89	0,13
0,70	0,36	0,90	0,12
0,71	0,35	0,91	0,11
0,72	0,34	0,92	0,10
0,73	0,32	0,93	0,08
0,74	0,31	0,94	0,07
0,75	0,30	0,95	0,06
0,76	0,29	0,96	0,05
0,77	0,28	0,97	0,04
0,78	0,26	0,98	0,02
0,79	0,25	0,99	0,01

Примечание – Поправки, приведённые в таблице 5.2, могут применяться для плотности воздуха от 1,1 до 1,3 кг/м³. Если плотность необходимо выразить в г/см³, то значения поправок следует разделить на 1000.

Поправки рассчитаны на основании стандартной плотности воздуха 1,222 кг/м³ при 15,56 °С и давлении 101,3 кПа.

Контрольные вопросы

- 1 Перечислите методы определения плотности нефти и нефтепродуктов.
- 2 Охарактеризуйте типы ареометров, а также метод определения плотности ареометром с постоянной массой.
- 3 На чем основан пикнометрический метод определения плотности?
- 4 Что такое «водное число» пикнометра?
- 5 Чем отличается проведение испытания по определению плотности для жидких нефтепродуктов от такового для твёрдых и вязких нефтепродуктов при использовании пикнометрического метода?

6 Лабораторная работа № 6. Метод анилиновых точек

Анилиновой точкой называют минимальную температуру, при которой равные объемы анилина и испытуемого нефтепродукта полностью растворяются, превращаясь в гомогенный раствор.

Установлено, что растворимость различных групп углеводородов в анилине различна:

- хорошо растворяются ароматические углеводороды;
- плохо – парафиновые.

С повышением температуры растворимость возрастает, но также быстрее для ароматических углеводородов и медленнее для парафиновых, т. е. анилиновая точка для первых ниже, чем для вторых.

Анилиновая точка нефтепродукта (бензин, керосин, дизельное топливо) косвенно характеризует его групповой химический состав:

- чем выше, тем более парафинистым является нефтепродукт;
- чем ниже, тем больше содержание ароматических углеводородов.

Наиболее распространенным стандартным способом определения анилиновой точки является метод равных объемов (ГОСТ 12329–2021).

Аппаратура, посуда, реактивы.

Термометр; пробки; пробирка для образца; пробирка-муфта; гибкая проводочная мешалка; анилин свежеперегнанный; гептан нормальный эталонный.

Сущность метода равных объемов заключается в следующем.

1 В пробирку помещают (или/или) и перемешивают механическим способом:

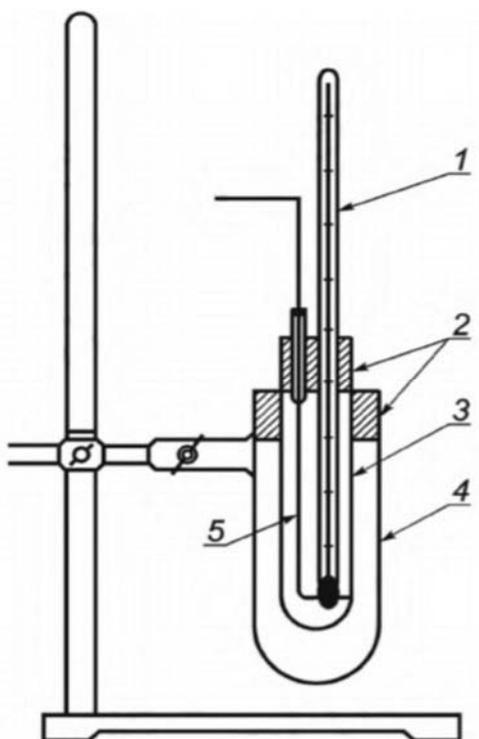
- известные объемы анилина и анализируемого продукта;
- анилина, образца и эталонного n-гептана.

2 Смесь нагревается с регулируемой скоростью до перемешивания двух фаз.

3 Затем смесь подвергается охлаждению с управляемой скоростью и фиксируется температура разделения двух фаз, являющаяся анилиновой точкой.

Проведение испытания.

В чистую и сухую пробирку 2 (рисунок 6.1) помещают по 2 мл анилина и анализируемой бензиновой фракции, плотно закрывают пробкой со вставленным в нее термометром 1 и мешалкой 5 и укрепляют в муфте 3, погруженной в водяную баню 4.



1 – термометр; 2 – пробки; 3 – пробирка для образца; 4 – пробирка-муфта; 5 – гибкая проволочная мешалка

Рисунок 6.1 – Ручной аппарат для определения анилиновой точки

Продукт и анилин берут с помощью пипеток вместимостью 2 мл. Термометр помещают так, чтобы середина ртутного шарика находилась на уровне линии раздела слоев анилина и продукта. Температуру водяной бани медленно повышают, при этом непрерывно перемешивают мешалкой продукт с анилином. Отмечают температуру полного смешения жидкостей (при этом раствор становится прозрачным), прекращают нагревание и дают воде медленно остывать.

Когда в пробирке 2 появляется муть, что свидетельствует о начале разделения фаз, снова начинают перемешивать раствор мешалкой. Вначале при перемешивании муть исчезает, но затем наступает момент исчезающего помутнения. За анилиновую точку принимают наивысшую температуру, при которой муть при перемешивании не исчезает. Температуры полного смешения и помутнения не должны расходиться более чем на 0,1 °С. Определение анилиновой точки повторяют с новым образцом исследуемой фракции.

Обработка результатов.

За анилиновую точку принимают среднюю температуру трех определений с учетом поправки на погрешность калибровки термометра, округляемой до 0,05 °С.

Массовую долю ароматических углеводородов в нефтепродукте или растворителе A в процентах вычисляют по формуле

$$X = (T_1 - T_2) \cdot K,$$

где T_1 – анилиновая точка деароматизированного нефтепродукта или растворителя;

T_2 – анилиновая точка исходного нефтепродукта или растворителя;

K – анилиновый коэффициент, указанный в таблице.

Таблица 6.1 – Значение анилинового коэффициента K

$(T_1 - T_2), ^\circ\text{C}$	Анилиновый коэффициент K		
	Растворитель, выкипающий в пределах 60 °С ... 130 °С	Уайт-спирит	Растворитель, выкипающий в пределах 180 °С...240 °С
До 1,5	1,00	–	–
1,5...2,0	1,08	–	1,46
2,0...3,0	1,12	–	1,46
3,0...4,0	1,15	–	1,45
4,0...5,0	1,18	–	1,45
5,0...6,0	–	1,31	1,44
6,0...8,0	–	1,30	1,43
8,0...10,0	–	1,29	1,42
10,0...12,0	–	1,28	1,41
12,0...14,0	–	1,27	1,39

Контрольные вопросы

1 Что такое анилиновая точка?

2 Какова закономерность растворимости различных групп углеводородов в анилине?

3 Каким образом анилиновая точка нефтепродукта (бензин, керосин, дизельное топливо) косвенно характеризует его групповой химический состав?

4 В чем заключается сущность способа определения анилиновой точки методом равных объемов?

5 Охарактеризуйте метод максимальной анилиновой точки.

7 Лабораторная работа № 7 Определение температуры застывания нефти.

Температура, при которой нефть или нефтепродукт в стандартных условиях теряют подвижность, называется температурой застывания. Температура застывания нефти изменяется в довольно широких пределах: от $-62\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $+35\text{ }^{\circ}\text{C}$. От температуры застывания нефти и нефтепродуктов зависят условия их транспортировки, хранения и эксплуатации.

На температуру застывания нефти и нефтепродуктов существенное влияние оказывает содержание парафинов, способных при соответствующих температурах к структурированию и образованию ассоциатов (надмолекулярных структур).

С увеличением молекулярной массы углеводородов (особенно *n*-алканов) их ассоциирующая способность возрастает, соответственно, с утяжелением нефтяных фракций (бензиновая – дизельная – масляная – остаточная) повышается его температура застывания. С позиций физико-химической механики нефтяных дисперсных систем температура застывания нефти (нефтепродукта) определяется как переход из свободно-дисперсного в связанно-дисперсное (твердое) состояние. На формирование и устойчивость надмолекулярных структур в нефтях и нефтепродуктах при низких температурах можно влиять веществами, называемыми депрессаторами. К природным депрессаторам относятся смолисто-асфальтовые вещества.

Температуру застывания рекомендуется определять только после термообработки нефти. При определении температуры застывания предварительную термообработку нефти (нефтепродукта) проводят при $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Эта температура соответствует в среднем температуре плавления твердых углеводородов (парафина), выделенных из различных нефтей. Таким образом, проводя термообработку, приводим исходные пробы нефтяных дисперсных систем в одинаково стабильное состояние.

Сущность метода заключается в предварительной термообработке пробы анализируемой нефти (нефтепродукта) с последующим охлаждением до температуры, при которой нефть (нефтепродукт) теряет подвижность.

Аппаратура, посуда, реактивы.

Стеклоаналитическая пробирка высотой (160 ± 10) мм и внутренним диаметром (20 ± 1) мм; стеклянная пробирка высотой (130 ± 10) мм и внутренним диаметром (40 ± 2) мм; термометры; водяная баня; штатив; серная кислота или олеум; этиловый спирт; твердый диоксид углерода.

Проведение испытания.

Обезвоженную пробу нефти (нефтепродукта) наливают в сухую чистую стеклянную пробирку высотой (160 ± 10) мм и внутренним диаметром (20 ± 1) мм до кольцевой метки (на расстоянии 30 мм от дна пробирки) так, чтобы она не растекалась по стенкам пробирки. Затем в пробирку с помощью

пригнутой корковой пробки вставляют соответствующий термометр (по предполагаемой температуре застывания). При этом термометр должен проходить по оси (середине) пробирки, а его резервуар находится на расстоянии 8...10 мм от дна пробирки.

Пробирку с анализируемой пробой и термометром помещают в водяную баню и термостатируют при $(50 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$, пока проба нефти (нефтепродукта) не примет эту температуру. Затем пробирку вынимают из бани, вытирают насухо и вставляют с помощью корковой пробки в пробирку-муфту, высотой (130 ± 10) мм и внутренним диаметром (40 ± 2) мм. Если температура застывания анализируемой пробы ниже $0 \text{ }^\circ\text{C}$, то в пробирку-муфту предварительно наливают 0,5...1,0 мл серной кислоты, олеума или другого осушителя. Осушитель в пробирке-муфте необходим для поглощения влаги из воздуха и предупреждения появления на стенках росы при охлаждении. Собранный прибор закрепляют в штативе в вертикальном положении. Когда анализируемая нефть (нефтепродукт) охладится до $(35 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$, прибор опускают в охлаждающую смесь. В качестве охлаждающей смеси применяют этанол с твердым диоксидом углерода или другие реагенты, обеспечивающие необходимую температуру. Температура охлаждающей смеси должна быть на $5 \text{ }^\circ\text{C}$ ниже предполагаемой температуры застывания нефти (нефтепродукта). Температуру охлаждающей смеси поддерживают с точностью $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

Когда проба примет предполагаемую температуру застывания, прибор наклоняют под углом $45 \text{ }^\circ\text{C}$ и выдерживают в таком положении, не вынимая из охлаждающей смеси, в течение 1 мин. Затем прибор вынимают из охлаждающей смеси, быстро вытирают и наблюдают за смещением мениска анализируемой нефти (нефтепродукта). Если мениск нефти (нефтепродукта) сместится, то пробирку с нефтью (нефтепродуктом) отсоединяют от пробирки-муфты и снова нагревают на водяной бане до $(50 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$. Новое определение проводят при температуре на $4 \text{ }^\circ\text{C}$ ниже предыдущей. Исследование продолжают до тех пор, пока при некоторой температуре мениск нефти (нефтепродукт) не перестанет смещаться. Затем пробирку с нефтью (нефтепродуктом) отсоединяют от пробирки-муфты и снова нагревают на водяной бане до $(50 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$. Новое определение проводят при температуре на $4 \text{ }^\circ\text{C}$ выше предыдущей. Анализ продолжают до тех пор, пока при некоторой температуре мениск нефти (нефтепродукта) не перестанет изменяться. Установив границу температуры застывания анализируемой нефти (нефтепродукта) с точностью до $4 \text{ }^\circ\text{C}$, определение повторяют, снижая или повышая температуру испытания на $2 \text{ }^\circ\text{C}$.

Исследования продолжают до тех пор, пока мениск нефти (нефтепродукта) не перестанет смещаться. Зафиксированная при этом температура и есть температура застывания анализируемой пробы. При повторном (проверочном) испытании при температуре на $2 \text{ }^\circ\text{C}$ выше установленной температуры застывания мениск нефти (нефтепродукта) должен смещаться.

Обработка результатов.

Для определения температуры застывания нефти (нефтепродукта) проводят два параллельных испытания. Второе испытание проводят при температуре

на 2 °С выше установленной в первом испытании. Среднее арифметическое результатов двух параллельных испытаний принимают за температуру застывания анализируемой нефти (нефтепродукта). Расхождения между результатами не должны превышать 2 °С.

Контрольные вопросы

- 1 Зачем проводят термообработку испытываемой пробы нефти (нефтепродукта)?
- 2 Каким нефтепродуктам определяют температуру застывания?
- 3 Какие вещества называются депрессорами?
- 4 Какие углеводороды влияют на температуру застывания нефти (нефтепродуктов)?
- 5 Почему при определении температуры застывания нефти и нефтепродукта проба должна быть обезвожена?

8 Лабораторная работа № 8. Методика определения теплоты сгорания жидких топлив

Определение теплотворной способности топлива производится путём сжигания топлива в атмосфере кислорода. Теплота, выделяющаяся при горении топлива, поглощается жидкостью. Зная массу жидкости, по изменению ее температуры вычисляют теплоту сгорания.

Аппаратура, посуда, реактивы.

Экспериментальная тепловая установка – калориметр; электронные весы.

Проведение испытания.

- 1 Ознакомиться с экспериментальной установкой и подготовить ее к работе.
- 2 Выбрать жидкость. Установить параметры жидкости t_0 , V . Значения занести в таблицу 8.1.
- 3 Выбрать топливо. Измерить начальную массу топлива m_1 с помощью электронных весов. Полученные значения занесите в таблицу 8.1.
- 4 Установить КПД тепловой установки η . Значение занести в таблицу 8.1.
- 5 Сжечь топливо, положив его в горелку и нажав кнопку «Пуск».
- 6 Нагреть жидкость на 30 °С...50 °С от первоначальной температуры. Новое показание термометра t занести в таблицу 8.1.
- 7 Остановить горение кнопкой «Пауза» и измерить массу топлива m_2 помощью электронных весов. Полученные значения занести в таблицу 8.1.
- 8 Определить массу сгоревшего топлива $\Delta m = m_1 - m_2$.
- 9 Вычислить по формуле (8.6) значение удельной теплоты сгорания топлива. Данные опыта занести в таблицу 8.1.

Таблица 8.1 – Результаты эксперимента

Но- мер п/п	c , Дж/ кг·К	ρ , кг/м ³	t_0 , °С	V , м ³	m_1 , кг	m_2 , кг	Δm , кг	η , %	t , °С	q , Дж/кг	q_T , Дж/кг	Δq , Дж/кг	ε_q , %
1													
2													
...													

10 Нажать на кнопку «Стоп» и повторить пп. 2–9 для той же жидкости несколько раз.

11 Рассчитать среднее значение исследуемой величины и оценить погрешность эксперимента.

11 Сформулировать выводы.

Обработка результатов.

Расчетная формула для количества теплоты, выделившейся при полном сгорании топлива,

$$Q_1 = q \cdot \Delta m, \quad (8.1)$$

где Q – количество выделившейся теплоты, Дж;

q – удельная теплота сгорания, Дж/кг;

Δm – масса сгоревшего топлива, кг.

Количество теплоты, необходимое для нагревания жидкости, прямо пропорционально массе жидкости и изменению ее температуры:

$$Q_2 = c \cdot m \cdot (t - t_0), \quad (8.2)$$

где c – удельная теплоемкость жидкости, Дж/кг·К;

m – масса жидкости, кг;

$(t - t_0)$ – изменение температуры жидкости, К.

Пусть при горении топлива часть тепла теряется (диссипация энергии в окружающую среду, нагревание калориметра и т. д.). Обозначим как η КПД тепловой установки. Тогда имеет место равенство

$$\eta = \frac{Q_1}{Q_2} \cdot 100 \%; \quad (8.3)$$

$$\eta = \frac{c \cdot m \cdot (t - t_0)}{q \Delta m} \cdot 100 \%. \quad (8.4)$$

Зная массу сгоревшего топлива и параметры жидкости, можем определить удельную теплоту сгорания топлива:

$$q = \frac{c \cdot m \cdot (t - t_0)}{\eta \Delta m} \cdot 100 \% . \quad (8.5)$$

С учётом, что $m = \rho \cdot V$, окончательно получим

$$q = \frac{c \cdot \rho \cdot V \cdot (t - t_0)}{\eta \Delta m} \cdot 100 \% . \quad (8.6)$$

Контрольные вопросы

- 1 Дайте определение количества теплоты.
- 2 Как обозначается данная величина?
- 3 Каковы единицы измерения данной физической величины?
- 4 Физический смысл теплоемкости.
- 5 Физический смысл удельной теплоты сгорания топлива.

Список литературы

- 1 **Рябов, В. Д.** Химия нефти и газа : учеб. пособие / В. Д. Рябов. – 3-е изд., испр. и доп. – М. : ИНФРА-М, 2023. – 311 с.
- 2 **Кривцова, Н. И.** Химия нефти и газа. Лабораторный практикум : учеб.-метод. пособие / Н. И. Кривцова, Н. Л. Мейран, Е. М. Юрьев. – Томск : Том. политехн. ун-т, 2018. – 127 с.