

**ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ
ПРИРОДНЫХ ЭНЕРГОНОСИТЕЛЕЙ И
УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ.**

ЧАСТЬ 2

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2021**

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет

Кафедра химических технологий и переработки энергоносителей

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРИРОДНЫХ ЭНЕРГОНОСИТЕЛЕЙ И УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ.

ЧАСТЬ 2

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2021

УДК 665.7.085(073)

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРИРОДНЫХ ЭНЕРГОНОСИТЕЛЕЙ И УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ. ЧАСТЬ 2: Методические указания к лабораторным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *Н.К. Кондрашева, А.А. Шайдулина, В.А. Рудко, К.С. Смышляева.* СПб, 2021. 56 с.

Изложены цели и задачи дисциплины, даны краткие теоретические сведения по физико-химическим свойствам дизельных и судовых топлив, методикам их анализа.

Предназначены для студентов направления подготовки 18.03.01 «Химическая технология», направленность (профиль) «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов», а также могут быть полезны для студентов других специальностей.

Научный редактор проф. *Н.К. Кондрашева*

Рецензент к.х.н. *В.А. Сальников* (ИК СО РАН, Институт катализа СО РАН)

© Санкт-Петербургский
горный университет, 2021

ВВЕДЕНИЕ

Методические указания по курсу «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов» предназначены для выполнения лабораторных работ студентами бакалавриата по направлению подготовки 18.03.01 «Химическая технология» по профилю «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов», 2.

Методические указания включают теоретический материал, методики определения показателей качества нефтепродуктов, их эксплуатационных характеристик, цели 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.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Цель работы: изучение принципа работы газового хроматографа на примере разделения смеси нормальных углеводородов.

1. Теоретические сведения

Хроматография [гр. chrōmatos – цвет + graphō – пишу] – метод разделения, анализа и физико-химических исследований веществ, основанный на перемещении зоны вещества вдоль слоя сорбента в потоке подвижной фазы с многократным повторением сорбционных и десорбционных актов. При этом разделяемые вещества распределяются между двумя несмешивающимися фазами (в зависимости от их относительной растворимости в каждой фазе): подвижной и неподвижной.

Газовая хроматография – хроматография, в которой подвижная фаза находится в состоянии газа или пара инертный газ (газ-носитель). Неподвижной фазой (НЖФ) является высокомолекулярная жидкость, закрепленная на пористый носитель или на стенки длинной капиллярной трубки.

Газовая хроматография универсальный метод разделения смесей разнообразных веществ, испаряющихся без разложения. При этом компоненты разделяемой смеси перемещаются по хроматографической колонке с потоком газа-носителя. По мере движения разделяемая смесь многократно распределяется между газом-носителем (подвижной фазой) и нелетучей неподвижной жидкой фазой, нанесенной на инертный материал (твердый носитель), которым заполнена колонка.

Принцип разделения неодинаковое сродство веществ к летучей подвижной фазе и стационарной фазе в колонке. Компоненты смеси селективно задерживаются последней, поскольку растворимость их в этой фазе различна, и таким образом разделяются (компонентам с большей растворимостью требуется большее время для выхода из жидкой фазы, чем компонентам с меньшей растворимостью). Затем вещества выходят из колонки и регистрируются детектором. Сигнал детектора записывается в виде

хроматограммы автоматическим потенциометром (самописцем) или же регистрируется компьютером.

Газовый хроматограф представляет собой прибор, использующий принцип хроматографии в системах газ–адсорбент или газ-жидкость. В аппаратурном оформлении это совокупность нескольких самостоятельных, параллельно функционирующих систем. Типичная блок-схема газового хроматографа изображена на рисунке 1.

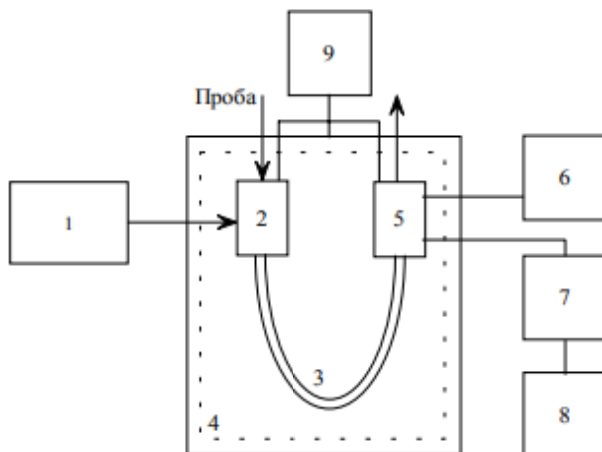


Рис. 1 – Принципиальная схема газового хроматографа: 1 – система подготовки газов; 2 – система дозирования; 3 – колонка; 4 – система термостатирования; 5 – система детектирования; 6 – блок питания детектора; 7 – усилитель сигнала детектора; 8 – регистратор (самописец, компьютер); 9 – измерители режима хроматографа (расход газов, стабилизация температур и электрического питания детекторов)

Система подготовки газов служит для установки, стабилизации и очистки потоков газа-носителя и дополнительных газов. Она включает блок регулировки расходов газов, обеспечивающий очистку, подачу и стабилизацию скорости и расхода газа-носителя в колонку, а также других газов, необходимых для работы детектора, например, воздуха и водорода для пламенноионизационного детектора.

Система дозирования позволяет вводить в поток газаносителя определенное количество анализируемой смеси в газообразном или жидком состоянии. Представляет собой устройство с самоуплотняющейся резиновой мембраной или крандозатор. Устройство ввода пробы необходимо термостатировать при температуре, равной температуре колонки или выше на 20-30°C.

Система детектирования преобразует соответствующие изменения физических или физико-химических свойств бинарных смесей (компонент — газ-носитель по сравнению с чистым газом носителем) в электрический сигнал. Величина сигнала зависит как от природы компонента, так и от содержания его в анализируемой смеси.

Система термостатирования служит для установки и поддержания рабочих температур термостатов колонок (до 350 °С), испарителя, детектора и других узлов хроматографа.

Система регистрации преобразует изменения физикохимических параметров в электрический сигнал, величина и форма которого регистрируются на ленте самописца или в современном варианте – на мониторе компьютера. Прибор должен быть снабжен соответствующим электрометрическим усилителем, обеспечивающим получение на выходе электрического сигнала, пропорционального концентрации определяемого компонента в газе-носителе, выходящем из колонки.

Система инструментальной обработки данных позволяет вести управление экспериментом и обработку результатов в диалоговом режиме. С помощью компьютерных программ, имеющих алгоритм распознавания и сформированных банков данных, можно решать задачи расшифровки сложных хроматограмм и количественного определения компонентов.

Рассмотренная схема типична для обычного газового хроматографа, используемого в количественном анализе, однако газовый хроматограф может иметь гораздо более сложную схему, содержащую несколько колонок и детекторов, включающий автоматические устройства для подготовки и дозирования пробы.

Помимо этих общих основных элементов дополнительное оснащение газового хроматографа определяется его назначением: он

может служить в качестве универсального аналитического прибора, для изучения физико-химических величин, в качестве универсального аналитического анализатора для контроля за составом смесей и для регулирования производственного процесса или в качестве анализатора элементного состава органических соединений.

Во всех случаях для надежного функционирования прибора необходимо подбирать соответствующие газы, параметры электрической схемы, насадочные или капиллярные колонки, приспособления для закрепления колонок в термостате и устройства для отбора и внесения проб в дозатор.

2. Реактивы и оборудование

Для проведения лабораторной работы необходимы следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- Газовый хроматограф Цвет-800;
- Стальная насадочная колонка длиной 2 м и диаметром 2 мм;
- Баллон с гелием или азотом;
- Микрошприц на 10 мкл;
- Цеолит типа NaX.

3. Порядок выполнения работы

1. Открывают баллон с газом-носителем и проверяют прохождение газа через систему хроматографа.

2. Включают хроматограф и компьютер.

3. Устанавливают необходимые температуры испарителя, колонки и детектора:

3.1. Температура колонки 120 °С;

3.2. Температура испарителя и детектора 150 °С.

4. Включают детектор (если газ не выходит из колонки хроматографа, то детектор не включают, а проверяют уплотнения и возможные утечки газа-носителя).

5. Устанавливают скорость газа-носителя 30 мл/мин.

6. Микрошприцом поочерёдно вводят в хроматограф предложенные преподавателем углеводороды. Трижды определяют время удерживания каждого углеводорода. В качестве неудерживаемого компонента берут метан, который отбирают микрошприцом из газовой сети и разбавляя воздухом вводят в хроматографическую колонку. Для него также определяют время удерживания.

8. Трижды хроматографируют выданную преподавателем смесь углеводородов, вводя в хроматограф микрошприцом небольшое количество жидкой пробы и получая на диаграммной ленте три хроматограммы с четко обозначенными пиками, соответствующими содержанию трех компонентов в анализируемой смеси. Для каждого компонента определяют время удерживания, исправленное время удерживания и удерживаемые объёмы.

9. Идентификацию компонентов контрольной пробы проводят, сравнивая полученные для компонентов смеси t_R и V_R с аналогичными значениями индивидуальных углеводородов. Таким образом устанавливают качественный состав анализируемой смеси.

9. Результаты проведения испытания оформляются согласно таблице 1.

Таблица 1

Результаты эксперимента по определению йодного числа

№, п/п	Наименование пробы	Время удерживания, с	Высота пика	Ширина пика
1				
2				
...				

4. Обработка полученных результатов

За истинное время удерживания принимают среднее значение этого показателя и по нему рассчитывают удерживаемый объём, используя формулу:

$$\tau'_R = \tau_R - \tau_m$$

где $t'(R)$ – исправленное время удерживания компонента сорбентом в хроматографической колонке; $t(R)$ – время выхода

компонента; $t(m)$ – время удерживания неударживаемого компонента.

Количественный состав смеси устанавливается по методу внутренней нормализации по формуле:

$$\%X_i = \frac{K_i S_i}{\sum_{i=1}^n (K_i S_i)} \cdot 100$$

где S_i – площадь пика, K – константа, характерная для углеводорода.

Площадь пика рассчитывается по формуле:

$$S = \frac{1}{2} hW$$

где h – высота пика; W – ширина полосы пика.

Значения высот и оснований пиков берётся как среднее значение этих параметров, полученных для каждого компонента на трёх хроматограммах.

5. Оформление отчета

- а) краткая теоретическая часть, в которой необходимо изложить характеристику исследуемой пробы;
- б) описание методики выполнения работы с полученными данными эксперимента;
- в) обработку полученных результатов с приложением заготовки;
- г) выводы, содержащие результаты лабораторной работы.

6. Контрольные вопросы

1. Для чего применим хроматографический метод анализа;
2. Сущность хроматографии;
3. Классификация хроматографических методов;
4. Схема газового хроматографа с указанием основных частей (испаритель, колонка, детектор и т.д.);
5. Типы колонок: насадочные и капиллярные. В чем различие, преимущество и недостатки.

6. В каких случаях используем какой вид колонки. Основные характеристики колонки: материал, длина, диаметр и т.д.;
7. Подвижная и неподвижная фаза в газовой хроматографии;
8. Дозы введения пробы в хроматограф (для газообразных и жидких образцов);
9. Типы детекторов в газовой хроматографии: катарометр и пламенно-ионизационный детектор. Принцип работы. Преимущества и недостатки;
10. Что такое мертвое время, время удерживания, нулевая линия;
11. Оценка эффективности, селективности и разделительной способности хроматографических колонок;
12. Количественный анализ в хроматографии. Метод внутреннего стандарта и метод нормализации (простой нормировки).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНОГО ЧИСЛА НЕФТЕПРОДУКТОВ

Цель работы: в работе анализируется прямогонная дизельная фракция с установки ЭЛОУ-АВТ до и после процесса гидроочистки, а также легкой газойль замедленного коксования и каталитического крекинга. Фракции анализируются по следующим показателям согласно ГОСТ 2070-82 Нефтепродукты светлые. Методы определения йодных чисел и содержания непредельных углеводородов.

1. Краткие теоретические сведения

Свойства нефтяных продуктов и дистиллятов в значительной степени определяются их химическим составом. Для ряда топлив, когда это имеет исключительное значение по условиям применения, в стандартах предусматривается характеристика группового углеводородного состава, т.е. содержание в них углеводородов отдельных классов. Почти для всех светлых топлив нормируется показатель йодного числа.

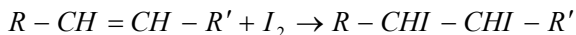
Йодное число дизельного топлива – количество йода (в г) способного присоединиться к 100 г топлива в определенных условиях, т.е. характеризует содержание в топливе непредельных углеводородов, которые обуславливают химическую нестойкость нефтепродуктов. Под влиянием температуры, кислорода воздуха, каталитического действия металлов, света и других факторов ненасыщенные углеводороды быстро окисляются и полимеризуются, что приводит к осмолению топлив и ухудшению их эксплуатационных свойств.

Смолы в топливах являются сложными продуктами окисления, полимеризации и конденсации непредельных углеводородов и других нестабильных соединений. Светлые продукты прямой перегонки нефти при хранении в течение продолжительного времени не претерпевают никаких изменений, тогда как в этих же условиях продукты, полученные с помощью процессов крекинга и риформинга, быстро осмоляются. При длительном хранении крекинг-продуктов содержание в них смолистых веществ повышается, что приводит к изменению цвета нефтепродуктов, увеличению неиспаряющегося остатка и осаждению на дне хранилищ маслянистого липкого слоя. Продукты каталитического крекинга по стабильности приближаются к топливам прямой перегонки.

Наличие смол в моторных топливах увеличивает отложения и нагарообразование в двигателях. В дизельных топливах смолистые вещества, перемешиваясь с водой и свежим топливом образуют стойкую эмульсию, попадание которой в топливную систему может привести к засорению топливных фильтров, к коррозии и перебоям работы дизельного двигателя. Смолистые вещества снижают ценность топлива, так как они забивают топливопроводы, закупоривают сетки и фильтры, понижают антидетонационные свойства.

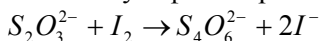
Межгосударственными стандартами установлено, что йодное число дизельных топлив не должно превышать 6 г йода на 100 г топлива.

Метод йодных чисел основан на способности непредельных углеводородов легко присоединять атомы галогенов:



Для определения йодных чисел применяют не кристаллический йод, а его спиртовой раствора, так как при этом ускоряется процесс присоединения и результаты получаются более точными.

Содержание оставшегося йода определяется методом йодометрического титрования, основанного на реакциях окисления восстановителей свободным I_2 . Йод хорошо растворяется в органических растворителях, благодаря чему данный метод может быть успешно применен для исследования качества нефтепродуктов. Для определения йодных чисел применяют не кристаллический йод, а его спиртовой раствора, так как при этом ускоряется процесс присоединения и результаты получаются более точными. В качестве восстановителя выступает тиосульфат натрия:



Фиксирование конечной точки титрования происходит с помощью специфического индикатора – крахмала, который образует с йодом комплексно-адсорбционное соединение синего цвета. Эта реакция позволяет легко обнаружить йод при концентрации 10^{-5} Н. Т.к соединение йода с крахмалом достаточно прочное, крахмал следует добавлять в конце титрования, когда окраска раствора становится бледно-желтой за счет ионов I_3^- .

2. Реактивы и оборудование

Для проведения лабораторной работы необходимы следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- Мерная пипетка объёмом 1 см^3 ;
- Конические колбы с притёртой пробкой, вместимостью $250 (500) \text{ см}^3$ - 2шт.;
- Мерные цилиндры, бюретки объёмом 25 см^3 ;
- Спирт этиловый;
- Калий йодистый (20%-ный раствор);
- Йод (2%-ный спиртовой раствор);
- Тиосульфат натрия (раствор 0,1 н);

- Крахмал растворимый 0,5 % водный раствор;
- Вода дистиллированная;
- Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

3. Порядок выполнения работы

1. Взвешивают в конической колбе вместимостью 250 см³ необходимое количество нефтепродукта с погрешностью не более 0,0004 г в зависимости от предполагаемого йодного числа как указано в таблице 2.

Таблица 2

Масса нефтепродукта для получения значения йодного числа	
Йодное число, г йода на 100 г нефтепродукта	Масса нефтепродукта, г
до 5	2 – 4
5 - 10	1 - 2
более 10	0,2 – 0,4

2. Наливают в коническую колбу с нефтепродуктом 15 см³ ацетона.

3. Из бюретки добавляют 25 см³ спиртового раствора йода, плотно закрывают колбу пробкой предварительно смоченной раствором йодистого калия, осторожно встряхивают колбу.

4. Прибавляют 150 см³ дистиллированной воды, быстро закрывают колбу пробкой, содержимое колбы встряхивают и течение 5 мин и оставляют в темноте на 5 мин.

5. Обмывают пробку и стенки колбы небольшим количеством дистиллированной воды. Добавляют 20 см³ раствора йодистого калия и титруют раствором тиосульфата натрия. Когда жидкость в колбе примет светло-желтый цвет, прибавляют 1 – 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

6. Для вычисления йодного числа проводят контрольный опыт, как указано в п. 1- 4, но без нефтепродукта. Результаты проведения испытания оформляются согласно таблице 3.

Результаты эксперимента по определению йодного числа

Название нефтепродукта	Масса нефтепродукта, взятая для анализа (m), г	Объем спиртового раствора йода ($V_{\text{йода}}$), мл	Объем титранта, израсходованного на титрование нефтепродукта (V), мл
Прямогонная дизельная фракция до гидроочистки			
Прямогонная дизельная фракция после гидроочистки			
Легкий газойль каталитического крекинга			
Легкий газойль замедленного коксования			

4. Обработка полученных результатов

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

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

где V – объем раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³; V₁ – объем раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование испытуемого нефтепродукта, см³; F – фактор раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/дм³; 0,01269 – количество йода, эквивалентное 1 см³ раствора тиосульфата натрия точно 0,1 моль/дм³; m – масса испытуемого нефтепродукта, г.

За результат определения йодного числа испытуемого нефтепродукта принимают среднеарифметическое значение двух последовательных определений, округляя его до второго десятичного знака. Сходимость. Два результата определений, полученных в одинаковых условиях одним исполнителем на одной и той же аппаратуре, и пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если

расхождение между ними не превышает 10% от величины меньшего результата.

Для нахождения массовой доли непредельных углеводородов (X_1) необходимо знать среднюю молекулярную массу непредельных углеводородов в исследуемом нефтепродукте. Массовую долю непредельных углеводородов в нефтепродукте вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{X \cdot M}{254}$$

где X – йодное число нефтепродукта, г йода на 100 г нефтепродукта; M – средняя молекулярная масса непредельных углеводородов анализируемого нефтепродукта; 254 - молекулярная масса йода. Расхождение результатов двух последовательных определений массовой доли непредельных углеводородов не должно превышать 0,3%. Зависимость молекулярной массы непредельных углеводородов от температуры выкипания 50%-ной фракции (по объему), определяемой по ГОСТ 2177 (таблица 4).

Таблица 4

Результаты эксперимента по определению йодного числа

Температура выкипания 50%-ного отгона фракций, °С	Молекулярная масса непредельных углеводородов
125	113
150	128
175	144
200	161
225	180

5. Оформление отчета

- а) краткая теоретическая часть, в которой необходимо изложить характеристику исследуемой анализируемой пробы;
- б) описание методики выполнения работы с полученными данными эксперимента;
- в) обработку полученных результатов с приложением заготовки;
- г) выводы, содержащие результаты лабораторной работы.

6. Контрольные вопросы

1. Принцип определения йодного числа.
2. Дайте характеристику йодному числу.
3. С какой целью определяют йодное число в нефтепродуктах?
4. Какие топлива нормируются по содержанию непредельных углеводородов?
5. Влияние непредельных углеводородов на стабильность топлива.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА НЕФТЕПРОДУКТОВ

Цель работы: в работе анализируется прямогонная дизельная фракция с установки ЭЛОУ-АВТ до и после процесса гидроочистки, а также легкий газойль замедленного коксования и каталитического крекинга. Фракции анализируются согласно ГОСТ 5985-79 Нефтепродукты. Метод определения кислотности и кислотного числа.

1. Краткие теоретические сведения

Коррозионные свойства топлива определяются не только наличием водорастворимых кислот и щелочей, воды и сернистых соединений, но и наличием органических кислот. Свежие и отработанные нефтепродукты, биодизельное топливо и смеси биодизельного топлива могут содержать компоненты в виде присадок или продуктов разложения и окисления, образовавшихся при эксплуатации. К таким соединениям относят нафтеновые кислоты, фенолы, асфальтогеновые кислоты и др.

Особенностью кислых органических соединений является селективное действие на различные металлы. Нафтеновые кислоты не вызывают коррозию черных металлов, но оказывают агрессивное воздействие на цветные металлы (свинец и цинк), взаимодействуя с образованием солей. Обычно эти соли не растворимы в топливе находятся в нем во взвешенном состоянии, но могут также и

выпадать в виде осадков. Наличие солей органических кислот в топливах представляет очень серьезную опасность, так как они, забивая фильтры и форсунки топливной системы, могут явиться причиной нарушения питания двигателя.

Содержание органических кислот в топливах оценивается методами определения кислотности и кислотного числа топлива.

Кислотное число топлива – количество щелочи в миллиграммах гидроксида калия на грамм образца, необходимое для титрования образца в установленном растворителе до заданной конечной точки титрования с использованием определенной системы детектирования.

Согласно ГОСТ 305-2013 «Топливо дизельное. Технические условия» кислотность дизельных топлив не должна превышать 5 мг КОН/ 100 мл топлива. По ГОСТ 2084-77 «Бензины автомобильные. Технические условия» кислотность автомобильных бензинов не может быть более 3 мг КОН/ 100 мл топлива. Кислотность тяжелых топлив в стандартах не нормируется.

2. Реактивы и оборудование

Для проведения лабораторной работы необходимы следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- Титратор потенциометрический автоматический АТП-02;
- Измерительный рН электрод, хлорсеребряный электрод сравнения (Ag/AgCl), заполненный раствором электролита LiCl – 1М-3М в этаноле, комбинированный электрод;
- стакан для титрования вместимостью 250 см³;
- Тoluол;
- 2-пропанол обезвоженный;
- Водные буферные растворы рН 4 и рН 11;
- Спиртовой раствор КОН концентрацией 0,1 н.

3. Проведение испытания

1. В стакан для титрования на 250 см³ помещают образец нефтепродукта массой в зависимости от предполагаемого

кислотного числа, как указано в таблице 5, и добавляют 125 см³ растворителя для титрования.

Таблица 5

Масса нефтепродукта для получения значения кислотного числа

Кислотное число, мг КОН/дм ³	Масса нефтепродукта, г	Точность взвешивания, г
От 0,05 – 1,0 включ.	20,0 ± 2,0	0,1000
Св. 1,0 – 5,0 включ.	5,0 ± 0,5	0,0200
Св. 5 – 20 включ.	1,0 ± 0,1	0,0050
Св. 20 – 100 включ.	0,25 ± 0,02	0,0010
Св. 100 – 260 включ.	0,10 ± 0,01	0,0005

2. стакан для титрования устанавливают на титровальный стенд, регулируют положение электродов, чтобы они были погружены в испытуемый раствор приблизительно наполовину.

3. Включают автоматический титратор и регулируют прибор в соответствии с инструкциями изготовителя для обеспечения динамического режима добавления титрующего раствора.

4. Проводят калибровку электрода.

4.1. Может быть использована калибровки, проведенная ранее, или сделанная заново. Калибровка проводится по 2-м буферным растворам. Для проведения калибровки в рабочем окне нажмите по иконке «Электрод» или вызовите режим «калибровки» в «Диспетчере» программ.

4.2. Нажмите кнопку «Калибровать», укажите паспортные данные электрода в появившемся окне и введите дату.

4.3. Погрузите электрод в буферный раствор 1, выдержите несколько минут, введите название и значение pH буферного раствора при данной температуре, нажмите кнопку «Пуск» и, после установления показаний, - «Стоп».

4.4. Кнопкой «Далее» перейдите к раствору № 2, введите его аналогично первому.

4.5. Значение крутизны должно быть не менее 0,89 от теоретического значения минус 58,16 мВ/pH. Пример результатов калибровки представлен на рисунке 2.

5. Титруют спиртовым раствором КОН. Аппарат должен быть отрегулирован так, чтобы при достижении точки перегиба,

пригодной для применения в расчете, скорость добавления титрующего раствора и его объем соответствовали изменению наклона кривой титрования.

6. Титрование заканчивают, когда потенциал, показываемый аппаратом, будет больше потенциала буферного раствора рН 11 на 200 мВ. Конечная точка титрования считается достигнутой, если первая производная кривой титрования создает максимум, который значительно выше помех от статического электричества. Пример представлен на рисунке 3.

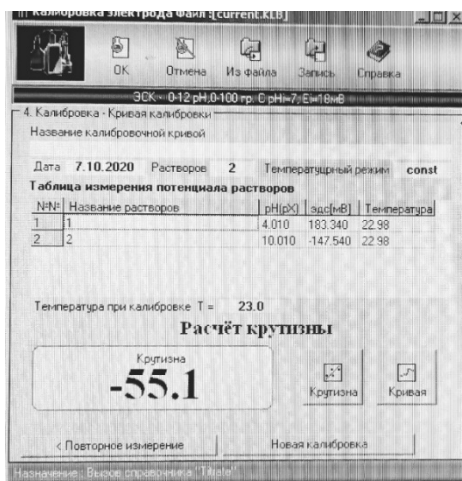


Рис. 2 – Результаты калибровки электрода

7. Для каждой партии образцов и каждого вновь приготовленного растворителя для титрования выполняют контрольное титрование 125 см³ растворителя.

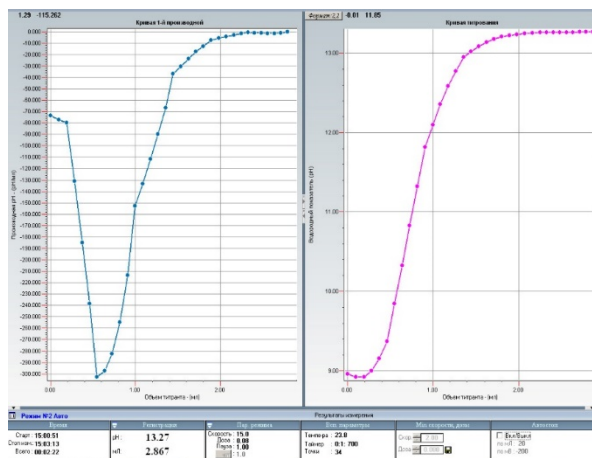


Рис. 3 – Кривые титрования

8. Результаты проведения испытания оформляются согласно таблице 6.

Таблица 6

Результаты эксперимента по определению йодного числа

Наименование нефтепродукта	Масса нефтепродукта, взятая для анализа (m), г	Объем титранта, израсходованного на титрование нефтепродукта (V), мл
Прямогонная дизельная фракция до гидроочистки		
Прямогонная дизельная фракция после гидроочистки		
Легкий газойль каталитического крекинга		
Легкий газойль замедленного коксования		
Холодная проба		

4. Обработка полученных результатов

Кислотное число испытуемого нефтепродукта, мг КОН/г, вычисляют по формуле:

$$КЧ = \frac{(A - B) \cdot M \cdot 56,1}{W} \cdot 100$$

где А – объём спиртового раствора КОН, израсходованный на титрование образца до конечной точки титрования, см³; В – объём спиртового раствора КОН, израсходованный на холостое титрование, см³; М – концентрация спиртового раствора КОН, моль/дм³; W - масса испытуемого нефтепродукта, г.

5. Оформление отчета

- а) краткая теоретическая часть, в которой необходимо изложить характеристику исследуемой анализируемой пробы;
- б) описание методики выполнения работы с полученными данными эксперимента;
- в) обработку полученных результатов с приложением заготовки;
- г) выводы, содержащие результаты лабораторной работы.

6. Контрольные вопросы

1. Принцип работы комбинированного электрода.
2. Дайте характеристику кислотному числу.
3. С какой целью определяют кислотное число в нефтепродуктах?
4. Какие компоненты нефти повышают значение кислотного числа нефтепродуктов?
5. Какие топлива нормируются по содержанию непредельных углеводородов?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРЕДЕЛЬНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОЙ ФРАКЦИИ

Цель работы: получение навыков по анализу низкотемпературных характеристик дизельного топлива (пределной температуры фильтруемости)

1. Теоретические сведения

Дизельное топливо (ДТ) – это продукт переработки нефти, предназначенный для быстроходных дизельных и газотурбинных двигателей наземной и судовой техники.

Дизельное топливо классифицируется по сезонности: летнее, зимнее и арктическое.

Виды дизельного топлива

Дизельное топливо подразделяется на разновидности по нескольким параметрам.

Во-первых, принимается во внимание содержание серы, измеряемое в мг/кг. По этому параметру ДТ делится на три вида:

I – до 350,

II – до 50,

III – до 10.

Во-вторых, топливо подразделяется по сезону использования, а, если точнее, по температуре окружающей среды. Обозначается она буквенной маркировкой:

Л – «летнее». Может использоваться, когда температура воздуха не опускается ниже 0 градусов.

Е – «межсезонное» можно использовать до -15.

З – «зимнее» имеет специальные присадки, снижающие его вязкость, и хорошо подходит для работы до -30 градусов.

А – арктическое – специальная разновидность, выпускающаяся для регионов с суровым климатом, где столбик термометра опускается до -50.

Сорта топлива и актуальные стандарты

Кроме вышеперечисленных видов, дизельное топливо подразделяется на сорта и классы, причем первое деление актуально для регионов с умеренным климатом, а второе – с холодным.

В первом случае основным параметром, по которому и производится разделение, является предельная температура фильтруемости (ПТФ). Сорта делятся следующим образом:

- Сорт А – ПТФ $< +5$ °С;
- Сорт В – ПТФ < 0 °С;
- Сорт С – ПТФ < -5 °С;
- Сорт D – ПТФ < -10 °С;
- Сорт Е – ПТФ < -15 °С;
- Сорт F – ПТФ < -20 °С.

Низкотемпературные свойства топлива

Одной из основных проблем при эксплуатации дизельных топлив в холодный период времени является ухудшение его низкотемпературных свойств.

Особенность дизельных топлив заключается в том, что физико- химические свойства самих дизельных топлив очень существенно меняются при низких температурах. В состав дизельного топлива входят нормальные парафины, которые при пониженных температурах начинают кристаллизоваться, в результате чего топливо начинает мутнеть, увеличивается его вязкость и ухудшается прокачиваемость. При дальнейшем понижении температуры в дизельном топливе происходит формирование более крупных кристаллов парафинов, которые постепенно забивают микропоры фильтра, фактически блокируя подачу топлива к узлам топливной аппаратуры, что затрудняет пуск самого двигателя.

Основными низкотемпературными свойствами дизельных топлив являются:

1. Температура застывания – температура, при которой топливо теряет свою подвижность.

2. Температура помутнения – температура, при которой в топливе начинают выпадать парафины.

3. Предельная температура фильтруемости - это та температура, при которой топливо после охлаждения в определенных условиях способно еще проходить через фильтр с установленной скоростью.

ПТФ - это именно та температура, при которой дизельное топливо еще не застыло, но уже не способно прокачаться по топливной системе. По этой причине, именно ПТФ является основным параметром, который нормируется в требованиях стандарта ГОСТ Р 52368-2013 касательно использования дизельных топлив в зависимости от климатических условий на территории РФ.

2. Реактивы и оборудование

Определение предельной температуры фильтруемости дизельной фракции проводят согласно ГОСТ 22254-92 «Топливо дизельное. Метод определения предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре».

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- автоматический аппарат для определения предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре – ПТФ-ЛАБ-12;
- дизельная топливо летнее;
- дизельное топливо межсезонное;
- дизельное топливо арктическое.

Подвергаемая испытанию проба дизельного топлива предварительно профильтрована через фильтр «белая лента».

3. Порядок выполнения работы

1. Подготовка эксперимента

- 1.1. Собрать фильтрующую систему по схеме, приведенной на рисунке 4.



Рис. 4 – Схема сборки фильтрующей системы: 1 – корпус фильтрующей системы; 2 – корпус оправки; 3 – фиксирующее кольцо сетки; 4 – уплотнительное кольцо фильтрующей сетки; 5 – цилиндр; 6 – фильтрующая сетка.

1.2. Собрать узел пипетки в последовательности, показанной на рисунке 5

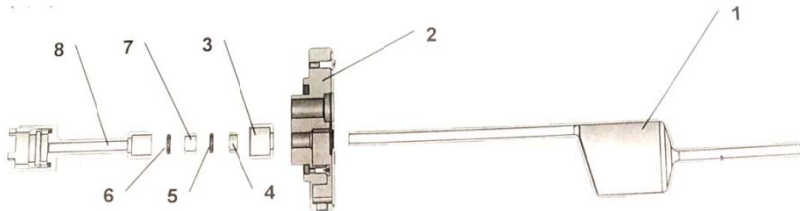


Рис. 5 – Сборка узла пипетки: 1 – пипетка; 2 – крышка испытательного модуля; 3 – накидная гайка; 4 – фиксирующее кольцо; 5, 6 – уплотнительные кольца; 7 – латунная втулка; 8 – фильтрующая система.

Более длинная трубка пипетки должна быть обращена в сторону фильтрующей системы, конец трубки должен быть вставлен в отверстие фильтрующей системы до упора. Фильтрующая система фиксируется на трубке накидной гайкой.

Схема узла пипетки в сборе показана на рисунке 6.

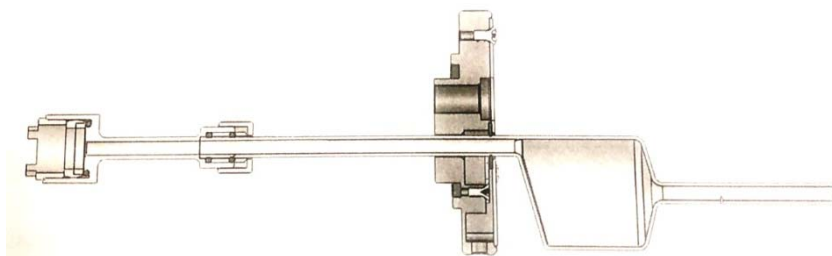


Рис. 6 – Узел пипетки в сборе

- 1.3. Поместите подготовленную пробу дизельного топлива в испытательный сосуд так, чтобы уровень жидкости соответствовал метке на стенке сосуда.

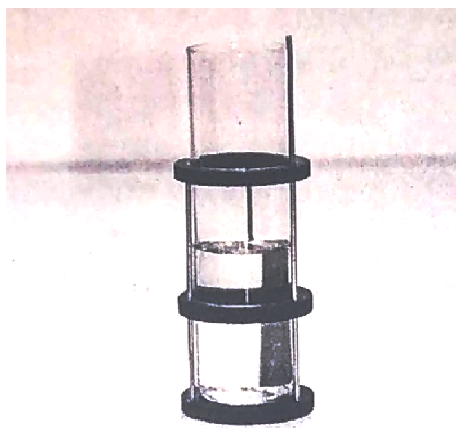


Рис. 7 – Заполненный испытательный сосуд

- 1.4. Аккуратно поместите испытательный сосуд с пробой в гнездо охлаждающей бани так, чтобы сосуд был погружен в охлаждающую баню полностью.



Рис. 8 – Установка испытательного сосуда в охлаждающую баню

- 1.5. Установите на испытательный сосуд крышку испытательного модуля с узлом пипетки и термодатчиком. Крышка испытательного модуля должна полностью закрыть горловину охлаждающей бани.



Рис. 9 – Установка испытательного модуля

- 1.6. Наденьте на верхнюю трубку пипетки узел верхнего оптического датчика. Соблюдайте осторожность и не прилагайте больших усилий во избежание повреждения трубок пипетки. Аккуратно зафиксируйте узел датчика поворотом верхней части узла по часовой стрелке. Проверьте, шланг, соединяющий узел с системой разрезания, чтобы он не был пережат или перекручен.

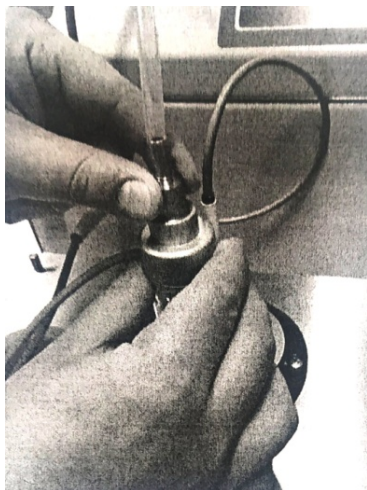


Рис. 10 – Установка узла верхнего оптического датчика на верхнюю трубку пипетки

1.7. Испытательный модуль подготовлен к эксперименту.



Рис. 11 – Готовый испытательный модуль

2. **Выполнение испытания**

- 2.1. Включите аппарат при помощи выключателя электропитания и дождитесь появления на дисплее главного окна встроенного программного обеспечения.
- 2.2. Нажмите кнопку старта, при этом откроется стартовое окно программы. Введите температуру помутнения образца в соответствующее поле редактирования.
- 2.3. Нажмите кнопку начала эксперимента, при этом автоматически начнется охлаждение пробы и ее прокачка через фильтрующую систему
- 2.4. Дождитесь окончания эксперимента. По окончании эксперимента над схемой эксперимента будет выведено итоговое значение предельной температуры фильтруемости для данной пробы. Запишите полученные данные в таблицу 7.

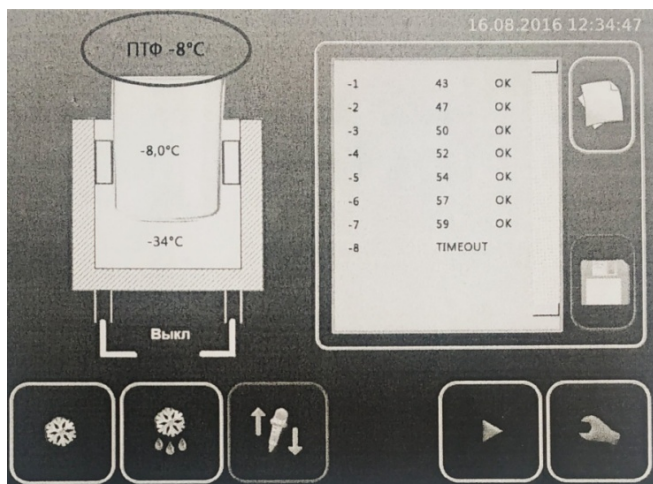


Рис. 12 – Главное окно по окончании эксперимента

Значения, полученные при определении ПТФ образцов ДТ, записывают в таблицу 1.

Таблица 7

Результаты эксперимента по определению ПТФ

Номер образца	Предполагаемое значение ПТФ, °С	Полученное значение ПТФ, °С

- 2.5. По окончании испытания необходимо нажать кнопку включения встроенной системы размораживания пробы.
- 2.6. После окончания эксперимента провести промывку фильтрующей системы.

3. Промывка фильтрующей системы

Промывку фильтрующей системы необходимо проводить после каждого эксперимента.

Для выполнения промывки следует налить в испытательный сосуд растворитель так, чтобы уровень жидкости соответствовал риске на стенке испытательного сосуда, установить сосуд в гнездо охлаждающей бани и подготовить аппарат к работе.

Далее необходимо зайти в главное меню аппарата и выбрать пункт «ПРОМЫВКА». Ход промывки будет отображаться в виде полосы на дисплее. По окончании промывки следует дать жидкости стечь из пипетки в испытательный сосуд и слить ее, соблюдая правила утилизации химических отходов.

4. Обработка полученных результатов

Полученные результаты занести в таблицу 8. Сравнить полученное значение с допустимым по ГОСТ и сделать вывод.

Таблица 8

Результаты эксперимента по определению ПТФ

Номер образца	Предполагаемое значение ПТФ, °С	Полученное значение ПТФ, °С	Сорт ДТ	Марка ДТ

5. Оформление отчета

- а) краткая теоретическая часть, в которой необходимо изложить характеристику исследуемого образца топлива;
- б) описание методики выполнения работы с полученными данными эксперимента;
- в) обработку полученных результатов с приложением заготовки;
- г) выводы, содержащие результаты лабораторной работы.

6. Контрольные вопросы

1. Дайте характеристику исследуемому дизельному топливу.
2. Приведите основные требования, предъявляемые к ДТ по ГОСТ.
3. Назовите основные процессы нефтепереработки, направленные на получение компонентов товарного дизельного топлива.
4. Какие показатели характеризуют низкотемпературные свойства топлив?
5. Что такое температура застывания?
6. Что такое предельная температура фильтруемости?
7. Что такое температура фильтруемости?
8. От чего зависят низкотемпературные свойства дизельного?
9. Назовите основные способы улучшения низкотемпературных свойств.
10. Как влияют n-алканы на низкотемпературные свойства нефтепродуктов?
11. Как влияют арены на низкотемпературные свойства нефтепродуктов?
12. Как влияют смолы на низкотемпературные свойства нефтепродуктов?
13. Как влияют асфальтены на низкотемпературные свойства нефтепродуктов?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТА

Цель работы: определить температуру застывания нефтепродукта, сопоставить полученные данные с показателями ГОСТ, сделать вывод.

1. Теоретические сведения

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

Наиболее низкую температуру, при которой наблюдается движение нефтепродуктов в условиях испытания, принимают за температуру текучести.

Температурой застывания называется температура, при которой налитый в пробирку стандартных размеров испытуемый нефтепродукт при охлаждении застывает настолько, что при наклоне пробирки с испытуемой жидкостью под углом 45° уровень жидкости остается неподвижным в течение 1 мин.

Температура застывания нефтепродукта представляет собой определенную техническую характеристику, по которой судят об эксплуатационных свойствах данного нефтепродукта. Эта характеристика имеет большое практическое значение при всех товаротранспортных операциях при низких температурах, а также при использовании нефтепродуктов в зимних условиях.

Застывание нефти и нефтепродуктов вызывается резким увеличением вязкости при низких температурах, а также наличием в них растворенных твердых парафинов и церезинов, которые постепенно, в зависимости от температуры их плавления и растворимости, переходят при охлаждении в твердое состояние и образуют кристаллическую решетку, внутри которой удерживаются загустевшие жидкие углеводороды. Чем больше содержание парафина, тем выше температура застывания.

Существенное влияние на температуру застывания оказывает присутствие асфальто-смолистых веществ, которые обволакивают частицы парафина и тем затрудняют образование кристаллической решетки.

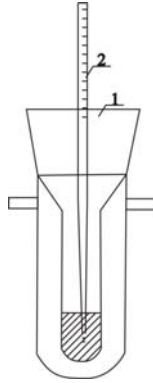
Температура застывания нормируется почти для всех нефтяных масел, а также дизельных и котельных топлив.

2. Реактивы и оборудование

- секундамер;
- штатив;
- стандартные стеклянные пробирки;
- сосуд Дьюара;
- исследуемый нефтепродукт;
- твердая углекислота;
- уайт спирт;
- термометр температуры охлаждающей смеси с градуировкой шкалы 1 °С.

3. Порядок выполнения работы

- На технических весах в маленький стаканчик взвесить 10-15г испытуемого нефтепродукта, (например: дизельное топливо, моторное масло и т.д.);
- поместить взвешенный нефтепродукт в стандартную пробирку (рисунок 13) высотой 160 и диаметром 20мм с кольцевой меткой на расстоянии 30мм от дна;
- пробирку закрыть пробкой, в середину которой вставлен термометр, при этом ртутный шарик термометра должен находиться на расстоянии около 10мм от дна пробирки;
- подготовленную пробирку поместить в термостат с температурой воды до 80 °С и выдержать в нем, пока продукт не нагреется до 60 °С;
- после нагрева пробирку вынуть и поместить в штатив для охлаждения на воздухе до 30 °С;
- пробирку поместить сосуд Дьюара, заполненный уайт спиритом, в вертикальном положении и выдержать до предполагаемой



температуры застывания;

Рис. 13 - Прибор для определения температуры застывания нефтепродуктов:
1 - пробирка; 2 – термометр

- затем пробирку вынуть из криостата и наклонить под углом 45° на 1 мин, наблюдать за поведением мениска. Если мениск сместится, снова нагреть на водяной бане до 60°C и провести повторное определение при температуре на 4°C ниже предыдущей.

Повторные определения проводят несколько раз, снижая каждый раз температуру на 4°C , до тех пор, пока мениск перестанет смещаться. Если в первом опыте мениск испытуемого продукта остался на прежнем уровне, то проводят одно или несколько повторных определений до получения постоянного мениска при более высокой температуре, чем в первоначальном опыте.

Определив температуру застывания испытуемого продукта с точностью до 4°C , проводят повторные определения, повышая и понижая температуру испытания на 2°C . За температуру застывания принимают ту температуру, при которой мениск будет постоянным.

4. Обработка полученных результатов

Полученные результаты занести в таблицу 9. Сравнить полученное значение с допустимым по ГОСТ и сделать вывод.

Результаты эксперимента по определению температуры застывания

Номер опыта	Нефтепродукт	$t_{\text{заст}}, ^\circ\text{C}$	Допустимая температура застывания по ГОСТ
1			
2			
3			
4			
5			

5. Оформление отчета

- а) краткая теоретическая часть, в которой необходимо изложить характеристику исследуемой пробы;
- б) описание методики выполнения работы с полученными данными эксперимента;
- в) обработку полученных результатов с приложением заготовки;
- г) выводы, содержащие результаты лабораторной работы.

6. Контрольные вопросы

1. Классификация парафиновых углеводородов. Влияние их строения и содержания в нефтепродуктах на низкотемпературные свойства.
2. Классификация дизельных топлив по низкотемпературным свойствам.
3. Температурные пределы использования разных марок дизельных топлив.
4. Низкотемпературные свойства дизельных топлив и масел. По каким показателям их оценивают.
5. Механизм застывания дизельных топлив и масел.
6. Способы улучшения низкотемпературных свойств дизельных топлив.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ НЕФТЯНЫХ ФРАКЦИЙ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

Цель работы: ознакомиться с правилами работы с термометром Бекамана, определить молекулярную массу нефтепродукта.

1. Теоретические сведения

Молекулярная масса (ММ) является важнейшей физико-химической характеристикой вещества. Молекулярная масса нефтяных фракций и нефтепродуктов как смеси дает понятие об относительной молекулярной массе «средней» молекулы из числа молекул, входящих в их состав. Молекулярная масса, как и плотность, является опорной характеристикой, используемой для расчета других показателей, таких например, как молекулярная рефракция. Знание ММ необходимо при определении структурно-группового состава нефтяных фракций и нефтепродуктов.

В случае смесей химических соединений, каковыми являются фракции нефти и нефтепродукты, молекулярная масса складывается из ММ отдельных компонентов. Молекулярная масса широко используется для расчетов аппаратуры нефтеперерабатывающих заводов.

Молекулярная масса сырых нефтей находится в довольно широких пределах, но чаще всего значение ее соответствует интервалу 220 – 300. ММ нефтяных фракций увеличивается с повышением температуры кипения фракции. Молекулярная масса нефтяных остатков и их составных частей определить с большей вероятностью трудно, так как они склонны к структурообразованию и образованию устойчивых надмолекулярных структур.

Существует ряд методов определения ММ, однако в нефтяной практике наиболее широкое распространение получил криоскопический метод, основанный на измерении понижения температуры замерзания растворителя при добавлении к нему исследуемого вещества.

Для разбавленных растворов справедливо правило Рауля – Вант – Гоффа, согласно которому осмотическое давление прямо пропорционально молярной концентрации, а между концентрацией молекул растворенного вещества C (г-моль вещества на 1000 г чистого растворителя) и понижением температуры начала кристаллизации Δt бесконечно разбавленного раствора существует зависимость:

$$\Delta t = K \cdot C,$$

где Δt – разность между температурами замерзания чистого растворителя и раствора нефтепродукта в растворителе, °С;

K – криоскопическая постоянная (константа), или молекулярная депрессия, определяемая свойствами только одного растворителя и зависящая от его абсолютной температуры затвердевания и скрытой теплоты плавления.

Если в 1000 грамм чистого растворителя растворено m грамм вещества, то $m = C \cdot M$, тогда молекулярная масса $M = K \cdot m / \Delta t$.

Величину Δt определяют экспериментально, как разность между температурой замерзания раствора исследуемой фракции нефти в растворителе и температурой замерзания чистого растворителя.

При исследовании нефтепродуктов наиболее часто в качестве растворителя используют бензол или нафталин, к чистоте которых предъявляются очень жесткие требования.

В криоскопическом методе используется дифференциальный термометр Бекмана, позволяющий определять не саму температуру, а ее изменение (до 0,01°С). Криоскопический метод определения молекулярной массы не свободен от погрешностей, так как в основе лежит закон Рауля, применимый к сильно разбавленным растворам. Поэтому истинную молекулярную массу можно определять только в сильно разбавленных растворах.

Более перспективным является электрометрический метод измерения температурной депрессии, где исключены погрешности, связанные с использованием термометра Бекмана. Применение полупроводникового сопротивления (термистора) позволяет регистрировать изменение температуры в зависимости от изменения сопротивления ($\Delta 1^\circ\text{C} = \Delta 100 \text{ Ом}$), т.е. изменение сопротивления на

0,1 Ом позволяет регистрировать изменение температуры на $0,001^{\circ}\text{C}$.

Метод определения молекулярной массы криоскопическим методом основан на определении температуры замерзания чистого растворителя, а затем растворителя с добавлением исследуемого вещества. Растворы замерзают при более низкой температуре, чем чистые растворители. Понижение температуры (депрессия) пропорционально концентрации исследуемого вещества.

2. Реактивы и оборудование

- прибор Бекмана (рисунок 14);
- электроплитка;
- фарфоровая чашка;
- фильтровальная бумага;
- коническая воронка;
- бензол чистый для криоскопии (нафталин химически чистый, перекристаллизованный);
- образец нефтепродукта, предварительно очищенный от мехпримесей и воды.

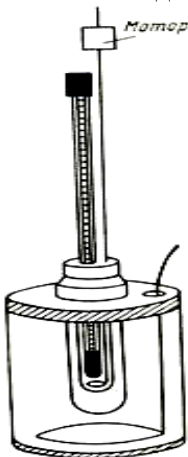


Рис. 14 - Прибор Бекмана для определения молекулярной массы

Прибор Бекмана состоит из толстостенной стеклянной пробирки, вставленной с помощью корковой прокладки в другую пробирку, служащую воздушной муфтой. Последняя пробирка укрепляется на крышке (металлической) охлаждающей бани, снабженной проволочной мешалкой. В пробирку на корковой пробке вставляется термометр Бекмана и мешалка из нихромовой проволоки для перемешивания раствора.

3. Порядок выполнения работы

Правила работы с термометром Бекмана

Термометр Бекмана (метастатический) предназначен для измерения небольших разностей температур в различных интервалах абсолютных температур (рисунок 15). Шкала термометра имеет длину 25-30 см, градуирована всего на 5°C (иногда на 2 или 6 °C). Соответственно разность температур можно измерять с достаточной точностью – до $2 \cdot 10^{-3}$ градуса.

Термометр имеет два резервуара ртути: нижний (основной) и верхний (запасной). Особенность устройства состоит в том, что можно изменять количество ртути в нижнем резервуаре в соответствии с областью измерений. Для измерений при высоких температурах можно переводить часть ртути из основного резервуара в запасной (верхний). Для измерений при низких температурах наоборот переводят ртуть в основной (нижний) резервуар. Переводя некоторое количество ртути из верхнего резервуара в нижний или добавляя из верхнего в нижний, всегда можно настроить термометр так, чтобы столбик ртути находился в нужной части шкалы.

Настраивают термометр Бекмана на требуемую температуру следующим образом.

1. В стакане подогревают воду до температуры на 5°C выше комнатной, температуру измеряют с помощью обычного ртутного или спиртового термометра.
2. Приводят в соприкосновение ртуть обоих резервуаров термометра Бекмана. Для этого подогревают нижний резервуар рукой. Ртуть расширится и поднимается по

капилляру, при этом она должна заполнить капилляр полностью. Если нагревания рукой оказывается недостаточно, можно опустить нижний резервуар в теплую воду.

3. Переворачивают термометр головкой вниз и, держа его в наклонном положении, добиваются слияния ртути в запасном резервуаре со столбиком в капилляре (рисунок 16).

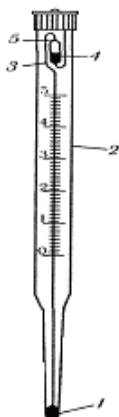


Рис. 15 - Термометр Бекмана общий вид

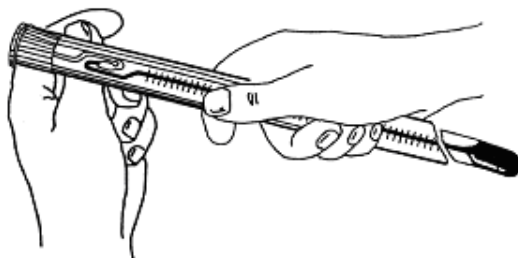


Рис. 16- Термометр Бекмана настройка термометра

4. Осторожно, чтобы не разорвать ртуть, возвращают термометр в вертикальное положение.

5. Нижний резервуар сразу погружают в заранее подготовленный стакан с водой необходимой температуры. Выдерживают термометр в таком состоянии 5 минут.
6. Вынимают термометр из воды. Держа плотно его посередине одной рукой, энергично ударяют руку с зажатым термометром о другую, вызывая тем самым разрыв столбика ртути.
7. Погружают опять термометр в воду с нужной температурой, чтобы убедиться, что количество ртути в капилляре достаточно для проведения опыта.

При работе с термометром Бекмана следует соблюдать следующие правила техники безопасности:

1. Все действия с термометром проводят только над столом (лучше над подносом). Не следует носить термометр по лаборатории, мыть нижний резервуар над раковиной.
2. Не следует прикладывать значительных усилий к термометру. Закреплять его в штативе, вставлять в пробку калориметра следует осторожно.
3. Настроенный термометр нельзя класть на стол, его можно держать только в вертикальном положении, установив в штатив.
4. По окончании работы с термометром нижнюю часть его споласкивают дистиллированной водой над стаканом, вытирают осторожно фильтровальной бумагой. Термометр убирают в футляр. Рекомендуется хранить термометр также в вертикальном положении, чтобы избежать излишнего перетекания ртути в верхний резервуар.

Опыт с бензолом

Сначала определяют температуру замерзания чистого бензола. В качестве охлаждающего агента используют воду с кусочками льда и хлоридом натрия. Постоянно помешивая бензол, наблюдают по термометру за понижением температуры.

Температуру замерзания устанавливают в момент образования твердой фазы по постоянству температуры. Для бензола T плавления (замерзания) = $+5,5^{\circ}\text{C}$.

Затем готовят растворы различных концентраций нефтяных фракций в бензоле, от 0,2 до 1,0 % масс., для чего берут 3 навески нефтепродукта (0,16–0,25 г), (0,25–0,35 г) и (0,35–0,50 г). К каждой навеске приливают 20–25 см³ бензола, снова взвешивают, устанавливая массу взятого бензола, и рассчитывают концентрацию (% масс.) раствора нефтепродукта.

Для каждого раствора определяют температуру замерзания точно так же, как и температуру замерзания чистого растворителя (бензола). Результаты опыта записывают в таблицу 10.

Таблица 10

Результаты определения молекулярной массы нефтепродукта с бензолом в качестве растворителя

Номер опыта	m, грамм	B, грамм	ω , % масс.	t_1 , $^{\circ}\text{C}$	t_2 , $^{\circ}\text{C}$	Δt , $^{\circ}\text{C}$
1						
2						
3						
4						

Опыт с нафталином

Перед опытом нафталин два раза очищают методом возгонки, независимо от степени его чистоты. Для этого нафталин насыпают в фарфоровую чашку, накрывают листом фильтровальной бумаги с мелкими дырочками, проколотыми иглой по всему листу. Сверху бумагу накрывают конусом воронки. Воронку закрепляют на штативе лапкой. Фарфоровую чашку ставят на электроплитку и нафталин слегка нагревают. Возгоняясь, нафталин проходит через отверстия фильтровальной бумаги и концентрируется на поверхности воронки; отсюда его очищают стеклянной палочкой в склянку с притертой пробкой.

В пробирку прибора берут точную навеску нафталина 20 г. В пробирку на пробке вставляют термометр Бекмана, мешалку и помещают её в водяную баню, вода которой нагрета до $T=+80 - +81^{\circ}\text{C}$. Когда нафталин расплавится и ртуть в термометре Бекмана

поднимется до верха шкалы (следить, чтобы ртуть не ушла в резервуар), пробирку с нафталином быстро вытирают тряпочкой и укрепляют в воздушной муфте, которая находится в термостате, где поддерживают температуру воды точно +78°C. Через некоторое время ртуть в термометре Бекмана понизится, затем опять повысится. Достигнув определенного предела, температура некоторое время остается постоянной, а затем начинает уменьшаться. Верхний предел температуры будет температурой замерзания нафталина (t_1).

Если нафталин чистый, то расхождения результатов параллельных опытов (2–3) невелики и составляют около $\pm 0,004^\circ\text{C}$,

После определения температуры замерзания нафталина в эту же пробирку вносят точную навеску нефтепродукта, концентрация которого в нафталине должна быть 1,5 – 3,0 % масс. Пробирку со смесью нагревают в бане до $T = +80 \text{ --} +81^\circ\text{C}$, затем переносят в баню с температурой +78°C и определяют температуру замерзания смеси (t_2), как описано выше.

Результаты опыта записывают в таблицу 11.

Таблица 11

Результаты определения молекулярной массы нефтепродукта с нафталином в качестве растворителя

Номер опыта	m, грамм	B, грамм	ω , % масс.	t_1 , °C	t_2 , °C	Δt , °C
1						
2						
3						
4						

4. Обработка результатов

Относительную молекулярную массу рассчитывают по формуле:

$$M = 1000K \cdot m / (B \cdot \Delta t),$$

где K – криоскопическая постоянная растворителя (бензол - 5,12; нафталин - 6,93);

m – масса исследуемого нефтепродукта (фракции), г;

B – масса растворителя (бензола, нафталина), г;

t_1 – температура замерзания чистого растворителя, °C;

t_2 – температура замерзания раствора нефтепродукта в растворителе, °C;

Δt – разность ($t_1 - t_2$) между температурами замерзания чистого растворителя и раствора нефтепродукта (депрессия).

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 3%.

Относительную молекулярную массу при нулевой концентрации в растворителе можно получить, если ее найденные значения в эксперименте нанести на ось ординат, а на ось абсцисс – концентрации нефтепродуктов в растворителе, и продолжить полученную линию до пересечения с осью ординат (рисунок 14).

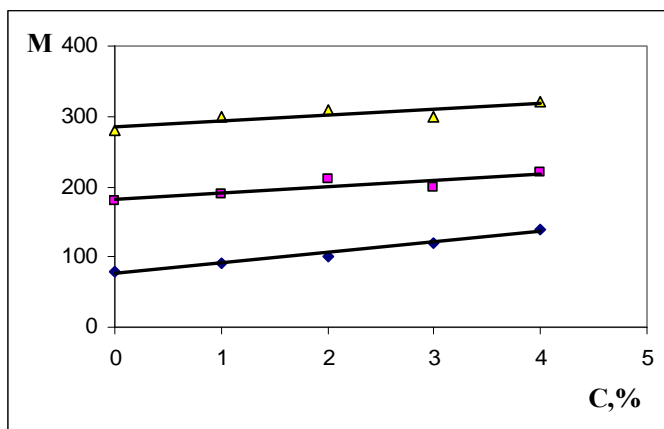


Рис. 14 - Кривые зависимости молекулярной массы нефтепродуктов (M) от их концентрации (C) в растворителе (бензоле)

5. Оформление отчета

- краткая теоретическая часть, в которой необходимо изложить характеристику исследуемого образца топлива;
- описание методики выполнения работы с полученными данными эксперимента;
- обработку полученных результатов с приложением заготовки;
- выводы, содержащие результаты лабораторной работы.

6. Контрольные вопросы

1. Какие физико-химические характеристики нефтепродуктов существуют?
2. Что такое молекулярная масса нефтепродукта?
3. Какие методы по определению молекулярной массы нефтепродукта существуют?
4. Какие существуют растворители?
5. Что такое криоскопическая постоянная?
6. В чем заключается правило Рауля – Вант – Гоффа?
7. Опишите правила работы с термометром Бекмана.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ОСАДКА ПОСЛЕ СТАРЕНИЯ

Цель работы: определить значение показателя «общий осадок после старения» для остаточного судового топлива, сделать вывод о его стабильности или нестабильности.

1. Теоретические сведения

Судовое топливо (СТ) делится на два вида: маловязкое и высоковязкое.

Судовое маловязкое топливо (СМТ), называемое также дистиллятным, используется для высокооборотных и среднеоборотных двигателей судов. СМТ получают компаундированием среднетислятных фракций первичных и вторичных процессов переработки нефти.

Судовое высоковязкое топливо (СВТ), называемое также остаточным, используется судами со среднеоборотными и малооборотными двигателями. СВТ получают на базе остаточных, тяжелых фракций с добавлением средних дистиллятов.

Основным документом, регламентирующим показатели качества судового топлива, на сегодняшний день является ГОСТ 32510-2013 «Топлива судовые. Технические условия», который был разработан с учетом требований международного стандарта ISO 8217:2012, и включает в себя требования к 4 маркам дистиллятного и к 11 маркам остаточного топлива.

Стабильное судовое топливо – это топливо, в котором не образуется осадка, которое не расслаивается, имеет постоянный состав и свойства при хранении и использовании. Топливо, полученное прямой перегонкой нефти, без использования вторичных процессов – стабильно. Но стабильное топливо может быть не только прямогонным, но и полученным на базе фракций вторичной переработки нефти. При несовместимости компонентов топлив происходит потеря стабильности, образование и выпадение осадка.

При получении компаундированных судовых высоковязких топлив на базе остаточных фракций необходимо особое внимание уделять стабильности топливной системы. СВТ, получаемые компаундированием остаточных и дистиллятных нефтяных фракций, могут содержать фракции, состоящие наряду с нафтенами, аренами, парафиновыми углеводородами, также асфальтены, которые являются центрами коагуляции и вызывают осадкообразование. Устойчивость данных коллоидных топливных систем определяется внешней молекулярной структурой асфальтенов, а именно размером сольватной оболочки – структурно-механического барьера, который мешает коагуляции асфальтенов.

В результате процессов термического разложения ухудшается стабильность асфальтенов, входящих в состав остатков атмосферной и вакуумной перегонки нефти. При термическом крекинге молекулы асфальтенов утрачивают часть своей внешней структуры. Если удалить избыточное количество алкильных групп, часть асфальтенов начнет коагулировать, взвешенное состояние асфальтенов в топливной системе нарушится, начнется седиментация и образование осадка.

Изменение состава топливной системы путем смешения стабильного высоковязкого топлива с маловязкой парафиновой фракцией может влиять на стабильность асфальтенов и сделать всю топливную смесь нестабильной. Когда это происходит, два вида топлива являются несовместимыми.

Высокоароматизированная среда способствует стабилизации асфальтенов, образованию устойчивых, стабильных топливных систем. В связи с этим, существует необходимость регулирования

агрегативной устойчивости путем корректировки состава судового высоковязкого топлива.

Для определения стабильности и совместимости судовых высоковязких топлив, полученных на базе продуктов глубокой переработки нефти и прямой перегонки нефти, применяются методы, основанные на химическом или термическом старении судового топлива, которое приводит к нарушению равновесия в системе, укрупнению асфальтеновых ассоциатов, выпадению их в осадок. Для определения общего осадка после старения используют метод ГОСТ Р ISO 10307-1-2009.

Схема проведения процесса фильтрования представлена на рисунке 15.

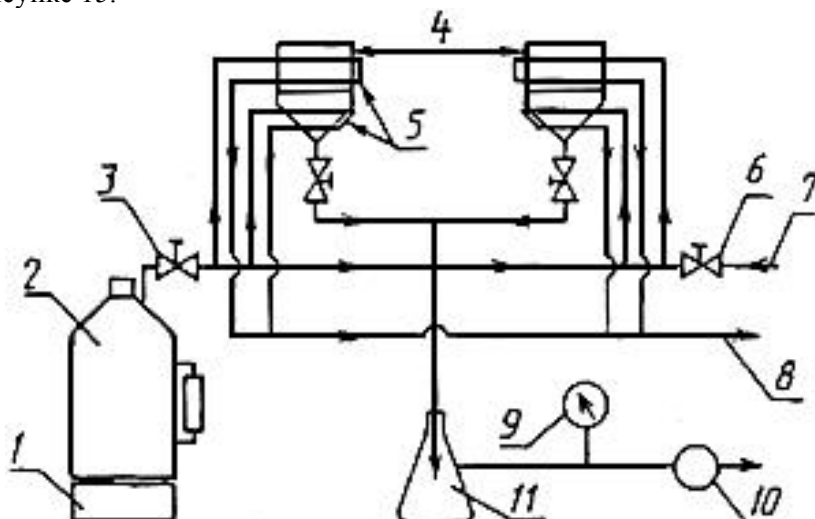


Рис. 15 – Схема аппарата фильтрования. 1 - источник нагрева; 2 - генератор пара; 3 - пар; 4 - фильтровальный блок; 5 - охлаждающие трубки; 6 - холодная вода; 7 - подвод охлаждающей смеси; 8 - фенольная линия; 9 - вакуумметр; 10 - вакуумный насос; 11 - колба Бюхнера

2. Реактивы и оборудование

- Аппарат фильтрования (рисунок 15);

- весы с точностью измерений до 0,0001 г.;
- сушильный шкаф, нагретый до 110 °С
- термостат нагретый до 100 °С;
- плитка с магнитной мешалкой;
- эксикатор;
- пинцет;
- воздушный холодильник;
- 2 конические колбы;
- стеклянные фильтры;
- образец остаточного судового топлива;
- раствор для фильтрации, состоящий из 85% об. н-гептана и 15% об. толуола;
- цетан эталонный.

3. Порядок выполнения работы

1. Подготовка образца
 - 1.1. Взвесить большую коническую колбу с мешалкой ($m_{\text{бм}}$)
 - 1.2. Добавить в нее $25 \pm 0,2$ г. образца
 - 1.3. Записать общую массу колбы с образцом ($m_{\text{бмо}}$)
 - 1.4. Поставить колбу на плитку с мешалкой, на 10 мин, 50 Вт, предварительно разогрев плитки 30 мин.
 - 1.5. Добавить по каплям 2,5 мл цетана
 - 1.6. Перелить образец в колбу для горячей фильтрации (мешалку примагнитить ко дну)
 - 1.7. Взвесить большую колбу с остатком и мешалкой ($m_{\text{бмг}}$)
 - 1.8. Установить воздушный холодильник и термостатировать на плитке в колбе для горячего титрования в течении 1 часа (не допускать прямого контакта образца с водой)
2. Сборка установки (за 30 минут до конца термостатирования)
 - 2.1. Взвесить верхний и нижний фильтр (на подписанных бумажных фильтрах) (m_3 и m_1)
 - 2.2. Установить воронку в колбу Бунзена и подключить трубку вакуумного насоса, проверить работу
 - 2.3. Установить металлический фильтр в воронку углублением вверх

- 2.4. Установить стеклянные фильтры, добиваясь максимальной точности
 - 2.5. Установить верхнюю часть, предварительно включив вакуумный насос, чтобы зафиксировать фильтры
 - 2.6. Затянуть по кругу от руки крепежные болты, избегая перекосов
 - 2.7. Поставить верхнюю часть установки в сушильный шкаф
3. Фильтрация
- 3.1. По окончании термостатирования собрать установку и включить вакуумный насос
 - 3.2. Колбу для горячего фильтрования аккуратно извлечь из воды, не отсоединяя воздушный холодильник
 - 3.3. Извлечь воздушный холодильник, предварительно протерев стык пробки и горлышка колбы от влаги, не допускать попадания воды в образец
 - 3.4. Добавлять образец на фильтр по каплям, не допуская образования слоя жидкости более чем 2 мм (следить за герметичностью установки)
 - 3.5. После завершения фильтрации промыть колбу и фильтр 50 мл 85% раствора гептана
 - 3.6. Разобрать установку и достать фильтры
 - 3.7. Поставить фильтры на 20 мин в сушильный шкаф на 110 °С
 - 3.8. Взвесить фильтры

4. Обработка результатов

Таблица 12

Результаты измерений для анализа «Общий осадок после старения»

Номер опыта	$m_{бм}, \text{Г.}$	$m_{бмо}, \text{Г.}$	$m_{бмг}, \text{Г.}$	$m, \text{Г.}$	$m_1, \text{МГ}$	$m_2, \text{МГ}$	$m_3, \text{МГ}$	$m_4, \text{МГ}$

Массовую долю осадка, полученного в результате анализа с предварительным химическим старением пробы, $S_6, \%$, вычисляют по формуле:

$$S_6 = \frac{(m_5 - m_4) - (m_3 - m_2)}{10m_1},$$

где m_1 - масса образца, г;

m_1 - масса нижнего фильтра перед фильтрацией, мг;

m_2 - масса нижнего фильтра после фильтрации, мг;

m_3 - масса верхнего фильтра перед фильтрацией, мг;

m_4 - масса верхнего фильтра после фильтрации, мг.

5. Оформление отчета

- а) краткая теоретическая часть, в которой необходимо изложить характеристику исследуемого образца топлива;
- б) описание методики выполнения работы с полученными данными эксперимента;
- в) обработку полученных результатов с приложением заготовки;
- г) выводы, содержащие результаты лабораторной работы.

6. Контрольные вопросы

1. Что такое судовое топливо?
2. Назовите основные требования, предъявляемые к судовому топливу.
3. Что такое стабильность судового топлива?
4. При каких условиях топливо может стать нестабильным?
5. Как влияет углеводородный и компонентный состав судового топлива на его свойства?
6. Какие углеводороды влияют на стабильность судовых топлив?
7. Что такое асфальтены?
8. Какие основные компоненты входят в состав судовых топлив.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

(справочное)

ТРЕБОВАНИЯ К ДИЗЕЛЬНОМУ ТОПЛИВУ Р ГОСТ 305-2013

Наименование показателя	Значение для марки			
	Л	Е	З	А
1	2	3	4	5
1 Кинематическая вязкость при температуре 20 °С, мм ² /с (сСт)	3,0-6,0	3,0-6,0	1,8-5,0	1,5-4,0
2 Плотность при температуре 15 °С, кг/м ³ , не более	863,4	863,4	843,4	833,5
3 Цетановый индекс, не менее	45			
4 Массовая доля серы, мг/кг, не более	2000			
5 Массовая доля меркаптановой серы, %, не более	0,01			
6 Температура вспышки, определяется в закрытом тигле, °С, не ниже Для тепловозных и судовых дизелей и газовых турбин Для дизелей общего назначения	62 40	62 40	40 30	35 30
7 Массовая доля сероводорода	отсутствие			
8 Содержание водорастворимых кислот и щелочей	отсутствие			
9 Кислотность, мг КОН /г на 100 см ³ , не более	0,5	0,5	0,5	0,5
10 Йодное число, г йода на 100 г топлива, не более	6			
11 Зольность, %, не более	0,01			
12 Общее загрязнение, мг/кг., не более	24			
13 Коксуемость 10% остатка разгон-ки (микрометод), % масс., не более	0,20			
14 Содержание воды, мг/кг, не более	200			
15 Предельная температура фильтруемости, °С, не выше:	Минус 5	Минус 15	Минус 25	Минус 45
16 Фракционный состав:				
50 % перегоняется при температуре, °С, не выше	280	280	280	255
95 % (по объему) перегоняется при температуре, °С, не выше	360	360	360	360

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
(справочное)
**ТРЕБОВАНИЯ К СУДОВЫМ ДИСТИЛЛЯТНЫМ
ТОПЛИВАМ ПО ГОСТ Р 32510-2013**

Наименование показателя	Значение для марки			
	DMX	DMA	DMZ	DMB
1	2	3	4	5
1 Кинематическая вязкость при температуре 40 °С, мм ² /с	1,400-5,500	2,000-6,000	3,000-6,000	2,000-11,000
2 Плотность при температуре 15 °С, кг/м ³ , не более	-	890,0	890,0	900,0
3 Цетановый индекс, не менее	45	40	40	35
4 Массовая доля серы, %, не более	0,50	0,50	0,50	0,50
5 Температура вспышки, °С, не ниже	61	61	61	61
6 Сод. сероводорода, мг/кг, не более	2,00	2,00	2,00	2,00
7 Кисл. число, мг КОН /г, не более	0,5	0,5	0,5	0,5
8 Общий осадок горячим фильтрованием, % масс., не более	-	-	-	0,10 ³⁾
9 Окисл. стабильность - общее кол-во осадка, г/м ³ , не более	25	25	25	25 ⁴⁾
10 Коксуемость 10% остатка разгон-ки (микрометод), % масс., не более	0,30	0,30	0,30	-
11 Коксуемость (микрометод), % масс., не более	-	-	-	0,30
12 Температура помутнения, °С, не выше	Минус 16	-	-	-
13 Темп. текучести, °С, не выше: зимой летом	- -	Минус 6 0	Минус 6 0	0 6
14 Внешний вид	Прозрачное			-
15 Содержание воды, % об., не более	-	-	-	0,30
16 Зольность, %, не более	0,010	0,010	0,010	0,010

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

(справочное)

ТРЕБОВАНИЯ К СУДОВЫМ ОСТАТОЧНЫМ ТОПЛИВАМ ПО ГОСТ Р 32510-2013 ДЛЯ МАРОК RMA 10 - RME 180

Наименование показателя	Значение для марки			
	RMA 10	RMB 30	RMD 80	RME 180
Кинематическая вязкость при 50 °С, мм ² /с, не более	10	30	80	180
Плотность при 15 °С, кг/м ³ , не более	920	960	975	991
Расчетный индекс ароматизации CCAI, не более	850	860	860	860
Массовая доля серы, %, не более	0,5			
Содержание H ₂ S, % не более	2,0			
Температура вспышки в закрытом тигле, °С, не ниже	61			
Общий осадок со старением, % масс, не более	0,1			
Кислотное число, мг КОН/г, не более	2,5			
Коксуемость (микрометод), % масс., не более	2,5	10,0	14,0	15,0
Температура текучести, °С, не выше	зимой	0	0	30
	летом	6	6	30
Зольность, %, не более	0,04	0,07	0,07	0,07
Содержание воды, % об., не более	0,30	0,50	0,50	0,50
Содержание ванадия, мг/кг, не более	50	150	150	150
Содержание натрия, мг/кг, не более	50	100	100	50
Содержание алюминия и кремния, мг/кг, не более	25	40	40	50

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

(справочное)

ТРЕБОВАНИЯ К СУДОВЫМ ОСТАТОЧНЫМ ТОПЛИВАМ ПО Р 32510-2013 ДЛЯ МАРОК RMG 180 - RMK 700

Наименование показателя	Значение для марки						
	RMG				RMK		
	180	380	500	700	380	500	700
Кинемат. вязкость при 50 °С, мм ² /с, не более	180	380	500	700	380	500	700
Плотность при 15 °С, кг/м ³ , не более	991				1010		
Расчетный индекс ароматизации CCAI, не более	870				870		
Массовая доля серы, %, не более	0,5						
Содержание H ₂ S, % не более	2,0						
Температура вспышки в закрытом тигле, °С, не ниже	61						
Общий осадок со старением, % масс, не более	0,1						
Кислотное число, мг КОН/г, не более	2,5						
Коксуемость (микрометод), % масс., не более	18,0				20,0		
Температура текучести, °С, не выше							
зимой	30				30		
летом	30				30		
Зольность, %, не более	0,10				0,15		
Содержание воды, % об., не более	0,50				0,50		
Содержание ванадия, мг/кг, не более	350				450		
Содержание натрия, мг/кг, не более	100				100		
Содержание алюминия и кремния, мг/кг, не более	60				60		

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Ахметов, А.Ф.* Основы нефтепереработки. Учебное пособие/ А.Ф. Ахметов, Н.К. Кондрашева, Е.В. Герасимова. – 2011 – 301 с.
2. *Ахметов, С.А.* Технология глубокой переработки нефти и газа: Учебное пособие для вузов / С.А. Ахметов. - 2-е изд., перераб. и доп. – СПб.: Недра, 2013. – 544 с.
3. *Баннов, П.Г.* Процессы переработки нефти: учебно-методическое пособие/ П.Г. Баннов. – М.: ЦНИИТЭнефтехим, 2001. – 415 с.
4. *Богомолова, А.И.* Современные методы исследования нефтей / А.И. Богомолова, М.Б. Темянко, Л.И. Хотынцевой. – Л.: Недра. – 1985 – 431 с.
5. ГОСТ Р ИСО 10307-1-2009 Нефтепродукты. Определение содержания общего осадка в остаточных жидких топливах. Часть 1. Метод горячей фильтрации. – Введ. 2010-07-01. – М.: Стандартинформ. – 2010. – 8 с.
6. ГОСТ 20287-91 Нефтепродукты. Методы определения температур текучести и застывания. – Введ. 1992-01-01. – М.: Стандартинформ. – 2006. – 9 с.
7. ГОСТ 32327-2013 Нефтепродукты. Определение кислотного числа потенциометрическим титрованием. – Введ. 2015-01-01. – М.: Стандартинформ. – 2014. – 38 с.
8. ГОСТ 32510-2013. Топлива судовые. Технические условия (с Поправкой). – Введ. 2015-01-01. - М.: Стандартинформ, 2014. - 19 с.
9. ГОСТ 305-2013. Топливо дизельное. Технические условия (с Поправкой). – Введ. 2015-01-01. - М.: Стандартинформ, 2019. – 23 с.
10. ГОСТ 2070-82 Нефтепродукты светлые. Методы определения йодных чисел и содержания непредельных углеводородов– Введ. 1973-07-01. - М.: Стандартинформ, 2006. – 12 с.
11. *Кондрашева Н.К.* Разработка судовых топлив с улучшенными экологическими свойствами на базе вторичных

процессов нефтепереработки / Н.К. Кондрашева, В.А. Рудко, К.И. Смышляева, В.С. Шаклеина, Р.Р. Коноплин, И.О. Деркунский, О.А. Дубовиков // Известия СПбГТИ(ТУ) 2019. №48(74). С. 78-83.

12. *Митусова Т.Н.* Влияние диспергирующих присадок и компонентного состава на стабильность судовых высоковязких топлив / Митусова Т. Н., Рудко В. А., Кондрашева Н. К., Лобашова М. М., Ершов М. А. // Записки Горного института. –2017. – № 6, V 228. С. 722 - 725.

13. *Пахомов Ю.А.* Топливо и топливные системы судовых дизелей / Ю. А. Пахомов, Ю. П. Коробков, Е. В. Дмитриевский, Г.Л. Васильев. – М.: РКонсульт. – 2004. – 496 с.

14. *Рудин, М.Г.* Карманный справочник нефтепереработчика. / М.Г. Рудин, В.Е. Сомов, А.С. Фомин. - М.: ЦНИИТЭнефтехим. - 2004. - 336 с.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	3
Лабораторная работа № 1. Газовая хроматография.....	4
Лабораторная работа № 2. Определение йодного числа нефтепродуктов.....	10
Лабораторная работа № 3. Определение кислотного числа нефтепродуктов.....	16
Лабораторная работа № 4. Определение предельной температуры фильтруемости дизельной фракции.....	22
Лабораторная работа № 5. Определение температуры застывания нефтепродукта.....	33
Лабораторная работа № 6. Определение молекулярной массы нефтяных фракций и нефтепродуктов.....	37
Лабораторная работа № 7. Определение общего осадка после старения.....	46
Приложение.....	52
Библиографический список.....	56

**ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРИРОДНЫХ
ЭНЕРГОНОСИТЕЛЕЙ И УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ.
ЧАСТЬ 2**

***Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01***

Сост.: *Н.К. Кондрашева, А.А. Шайдулина, В.А. Рудко, К.С. Смышляева*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой
химических технологий и переработки энергоносителей

Ответственный за выпуск *Н.К. Кондрашева*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 26.05.2021. Формат 60×84/16.
Усл. печ. л. 3,3. Усл.кр.-отт. 3,3. Уч.-изд.л. 3,0. Тираж 75 экз. Заказ 474.

Санкт-Петербургский горный университет
РИЦ Санкт-Петербургского горного университета
Адрес университета и РИЦ: 199106 Санкт-Петербург, 21-я линия, 2