

ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 21.03.01*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2020**

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

Кафедра физической химии

ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 21.03.01*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2020

УДК 665.6 (073)

ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА: Методические указания к лабораторным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *В.В. Сергеев, И.С. Фиалковский, И.Т. Жадовский*. СПб, 2020. 49 с.

Приведены краткий теоретический материал, перечень необходимого лабораторного оборудования, методика выполнения и обработки результатов эксперимента.

Предназначено для студентов бакалавриата направления 21.03.01 «Нефтегазовое дело» и специальности 21.05.02 «Прикладная геология».

Научный редактор проф. *О.В. Черемисина*

Рецензент д-р химич. наук, доц. *Н.Г. Суходолов* (Санкт-Петербургский государственный университет)

Введение

Лабораторные работы проводятся с целью закрепления теоретического материала, который излагается на лекциях и самостоятельно прорабатывается студентами по учебникам и учебным пособиям. 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 указания 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, правилами оформления лабораторных протоколов, обработкой результатов эксперимента.

Перед выполнением лабораторной работы студенты должны получить к ней допуск. Для допуска требуется знание теоретических основ выполняемой работы в пределах данных методических указаний, хода ее выполнения, порядка записи и обработки результатов измерений и вычисления погрешностей, наличие протокола ведения эксперимента, содержащего необходимые исходные данные и таблицы для записи экспериментальных данных образец протокола, приводится в описании каждой лабораторной работы.

Для выполнения экспериментов после получения допуска студент получает от преподавателя индивидуальное задание.

Полученные результаты эксперимента должны быть сразу занесены в протокол. Он должен быть выполнен по возможности аккуратно, в протокол необходимо занести используемое оборудование, реактивы, все экспериментальные данные, концентрации использованных растворов и др. В конце работы экспериментальные данные предъявляются преподавателю. Протокол является неотъемлемой частью отчета и должен быть подписан преподавателем с указанием даты выполнения работы. Исправления, подтирки, корректор в протоколе не допускаются. Новые измерения должны заноситься ниже прежних и опять подписываться преподавателем. Отчет без

подписанного протокола на проверку не принимается, а лабораторная работа выполняется вновь.

Отчет по лабораторной работе вместе с протоколом сдается преподавателю не позднее начала следующей лабораторной работы. Отчет должен быть оформлен в соответствии с индивидуальным заданием согласно методическим указаниям к конкретной работе.

Преподаватель проверяет отчет и может вернуть его для исправления ошибок либо для переделки лабораторной работы. Возврат отчета на исправление допускается не более двух раз и только в течение месяца со дня выполнения работы. По истечении этого срока, если отчет не принят, работа подлежит переделке с новым персональным заданием. Принятый отчет подлежит защите. На защите требуется знание теоретического и практического материала по защищаемой лабораторной работе.

Обработка результатов физико-химических измерений Погрешность измерений

Точность измерения тем больше, чем меньше относительная погрешность ε , представляющая собой соотношение абсолютной погрешности Δx_i к самой измеряемой величине:

$$\varepsilon = \frac{\Delta x_i}{x_{\text{ист}}}.$$

Абсолютная погрешность результата измерений определяется разностью измеренной и истинной величин:

$$\Delta x_i = x_i - x_{\text{ист}}.$$

Точность измерения зависит как от систематических ошибок (правильность), так и от случайных ошибок (воспроизводимость).

Систематические ошибки вызываются факторами, действующими при сколько угодно большом числе измерений, например, неправильная концентрация раствора, сбита нулевая точка стрелочного прибора, недопустимо грубое округление справочных данных. Исключение или сведение к минимуму систематических ошибок является обязанностью любого исследователя.

Случайные ошибки вызываются непредсказуемыми и поэтому не контролируемыми явлениями. Случайные ошибки могут воз-

никать за счет погрешностей при приготовлении растворов, определении концентраций. Величина случайной погрешности (случайной ошибки) серии измерений не может быть меньше точности измерительного прибора. Поэтому представление результатов с точностью лучшей, чем погрешность измерительного прибора, является такой же грубой ошибкой, как и полное игнорирование погрешностей или произвольное «округление» результатов до первой или второй значащих цифр.

Особый тип погрешностей составляют промахи (грубые ошибки), чаще всего возникающие по вине экспериментатора. Это грубые ошибки в получении показаний из-за неверного расчета цены деления, грубые ошибки в расчетах и т.д. Необходимо уметь быстро выделять промахи из серии измерений и исключать их из дальнейшего рассмотрения.

Выражение результатов измерений и расчетов

Данные экспериментов и полученные их 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. Результаты вычислений следует округлить так, чтобы с одной стороны, не потерять при расчетах точности измерений, а с другой стороны – не приводить лишних цифр расчета, чтобы не создавать ложного представления о высокой точности эксперимента. Поэтому, прежде чем округлять полученные результаты, следует оценить погрешность полученной величины и затем округлить числа так, чтобы последняя цифра (включая ноль) в числе была первой сомнительной цифрой, а предпоследняя отвечала погрешности измерения.

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.

2. Цель работы.
3. Ход эксперимента (см. «выполнение работы»).
4. Экспериментальные данные (см. «содержание протокола лабораторной работы»).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

Лабораторная работа № 1. Определение кислотности нефтепродуктов методом потенциометрического титрования

Цель работы

Определение уровня кислотности в предложенной пробе нефтепродукта.

Сущность работы

Определение уровня кислотности осуществляется согласно ГОСТ 32327-2013 «Нефтепродукты. Определение кислотного числа потенциометрическим титрованием» и основано на реакции нейтрализации: $\text{H}^+ + \text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$ с использованием комбинированного электрода (рис 1). В качестве индикаторного электрода в основном используют стеклянный электрод, вследствие протекания реакции потенциал стеклянного электрода постепенно понижается. Как только все ионы H^+ окажутся связанными и наступает резкий скачок потенциала. При дальнейшем добавлении щелочи потенциал электрода меняется незначительно. Электродом сравнения служит хлорсеребряный электрод. В данной работе надо получить зависимость ЭДС от объема добавленной щелочи – кривую титрования. Определить точку эквивалентности и вычислить концентрацию кислот в пробе.

Оборудование и реактивы

pH-метр; Комбинированный электрод; Мерный цилиндр объемом 50 мл; Магнитная мешалка; Якорь магнитной мешалки; Стакан для титрования объемом 100 или 200 мл; Стакан для щелочи объемом 50 мл; Бюретка для титрования объемом 25 мл; Гидроксид натрия (калия), 0,05 М спиртовой раствор; Разбавитель – смесь хлороформа и этилового или пропилового спирта; Растворитель - толуол; Проба нефтепродукта.

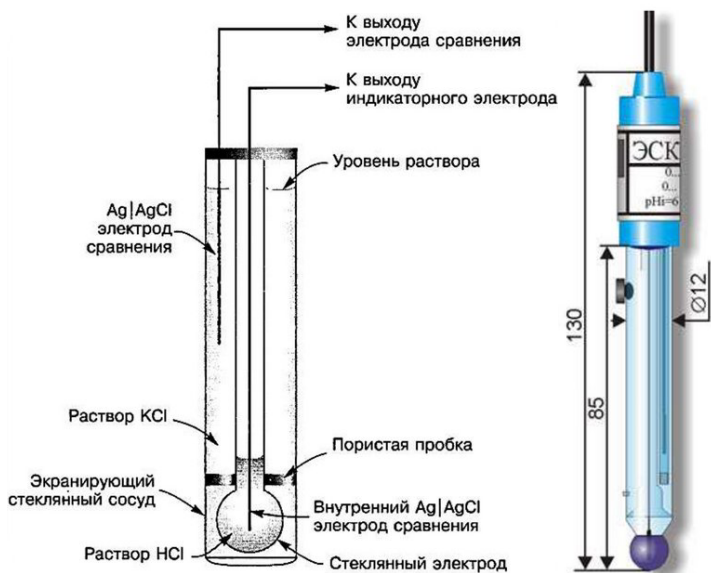


Рис. 1 Состав комбинированного электрода для измерения кислотности пробы

Выполнение работы

Перед каждым титрованием подготовленные электроды выдерживают в воде с pH 4,5-5,5 не менее 5 мин. Перед использованием электроды промывают неполярным растворителем, используемым в качестве разбавителя в титровании пробы.

1. В стакан для титрования мерным цилиндром отбирают пробу бензина объёмом 50 мл.
2. В стакан с пробой помещают якорь магнитной мешалки.
3. Бюретку заполняют раствором щелочи – в бюретку помещают максимально возможный объем щелочи.
4. Проверяют отсутствие воздуха в шланге и носике бюретки, при необходимости воздух удаляют. Для этого приподнимают нос бюретки под острым углом и нажимают на шарик в бюретке.
5. После того, как бюретка заполнена и воздуха в ней нет, доводят объём щелочи до отметки «0».
6. Стакан с пробой и якорем устанавливают на магнитную мешалку и размещают под бюреткой.

7. Измерительный комбинированный электрод закрепляют в лапке штатива и опускают в стакан с пробой. Электрод должен быть максимально погружен в раствор и при этом не должен мешать свободному вращению якоря.

8. Проверяют уровень пробы: боковое окошко электрода должно быть закрыто исследуемым раствором. Если это не так, то доливают разбавитель.

9. Включают рН-метр в режим измерения ЭДС и записывают показания прибора в таблицу.

10. Титруют раствором NaOH с шагом 0,5 (1) мл до резкого изменения значения ЭДС, после которого получают значения ЭДС еще для 5 точек, прибавляя каждый раз по 0,5 (1) мл щелочи.

11. Удаляют раствор для титрования, промывают электрод и кончик бюретки растворителем для титрования и водой.

12. Результаты эксперимента заносят в таблицу экспериментальных данных протокола лабораторной работы (таблица 1).

Протокол лабораторной работы

1. Объем пробы, взятый для титрования

$$V_a = \text{_____ мл.}$$

2. Концентрация раствора гидроксида натрия

$$C_T = \text{_____ экв./л.}$$

3. № задачи _____.

4. Зависимость э.д.с. от объема титранта

Таблица 1

Экспериментальные данные

Объем титранта V , мл	E , мВ	Объем титранта V , мл	E , мВ
0		11	
1		12	
2		13	
3		14	
4		15	
5		16	
6		17	
7		18	
8		19	
9		20	
10			

Обработка экспериментальных данных

1. По данным таблицы экспериментальных данных построить кривую потенциометрического титрования (рис.2)

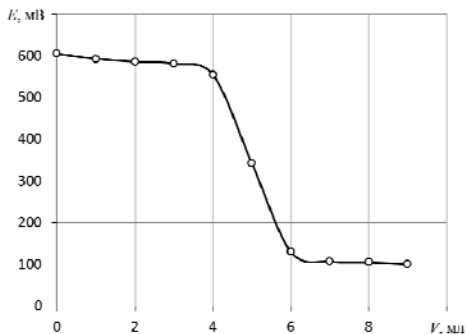


Рис. 2 Кривая кислотно-основного потенциометрического титрования

3. Заполнить таблицу 2

Таблица 2

Данные для построения дифференциальной кривой титрования

Объем титранта V , мл	E , мВ	$\Delta E/\Delta V$
0	E_0	-
1	E_1	$(\Delta E/\Delta V)_1 = E_0 - E_1$
2	E_2	$(\Delta E/\Delta V)_2 = E_1 - E_2$
3	E_3	$(\Delta E/\Delta V)_3 = E_3 - E_1$
...

3. Построить дифференциальную кривую потенциометрического титрования, ее обработать, как показано на рисунке 3, и определить точку эквивалентности.

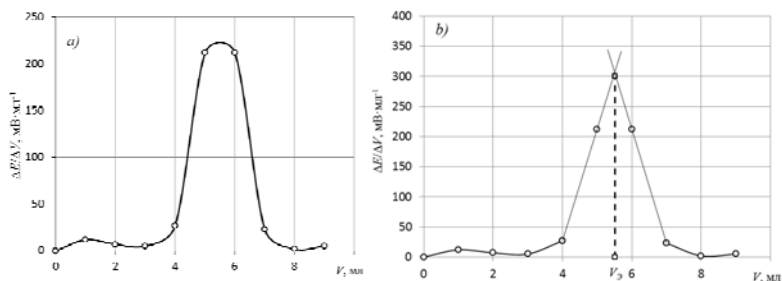


Рис. 3 Определение точки эквивалентности потенциметрического титрования

4. Рассчитать концентрацию кислоты по формуле:

$$C_{\kappa} = \frac{C_{\text{T}} \cdot V_{\text{э}}}{V_{\text{a}}},$$

где $V_{\text{э}}$ – объем NaOH в точке эквивалентности, мл; C_{T} – концентрация NaOH, экв./л; V_{a} – объем пробы, взятой для анализа, мл.

Лабораторная работа № 2. Определение кинематической вязкости нефтепродуктов

Цель работы

Определить кинематическую вязкость нефтепродукта

Сущность работы

На вязкость нефти и нефтепродуктов существенное влияние оказывают температура и структура углеводородов. С понижением температуры вязкость возрастает. Вязкость повышается с ростом разветвленных цепей в молекулах алканов и нафтендов, с увеличением числа циклов в молекулах. Наименьшей вязкостью и наиболее полой кривой вязкости обладают алифатические углеводороды. Наибольшей вязкостью и наиболее крутой кривой вязкости – ароматические (особенно полициклические) углеводороды.

С понижением температуры высоковязкие нефти, природные битумы и остаточные нефтепродукты (мазут, гудрон) могут проявлять аномальную вязкость, называемую структурной вязкостью. При этом их течение перестает быть пропорциональным приложенному напряжению, т. е. они становятся неньютоновскими жидкостями.

Причиной структурной вязкости является содержание в нефти и нефтепродукте смолисто-асфальтеновых веществ и парафинов. Определение структурной вязкости таких объектов ведется с использованием стандартного метода (ГОСТ 1929-87) ротационными вискозиметрами. Для характеристики дизельных топлив и моторных масел используют кинематическую вязкость.

Определение кинематической вязкости производится посредством капиллярного вискозиметра (рис.4) в соответствии ГОСТ 33-2000. Вискозиметр представляет собой U-образную трубку, в колено 1 которой впаян капилляр 7. При измерении вязкости жидкость из резервуара 4 течет по капилляру 7 в расширение 6.

Оборудование и реактивы

Стеклянный вискозиметр; Образец нефти или нефтепродукта (бензин, дизельное топливо и т.п.); Стакан стеклянный вместимостью 800 или 1000 мл (водяная баня), термометр.

Выполнение работы

1. В стеклянный стакан объемом 800 или 1000 мл (водяная баня) наливают холодную воду и размещают термометр.

2. Через колено 2 в вискозиметр из химического стаканчика заливают пробу нефти примерно на половину уровня резервуара 6.

3. Вискозиметр устанавливают в водяную баню так, чтобы расширение 5 было ниже уровня жидкости в термостате. Далее весь опыт проводят в водяной бане!!!

4. Пробу в вискозиметре выдерживают от 3 до 5 минут при температуре бани для выравнивания температуры нефти и бани.

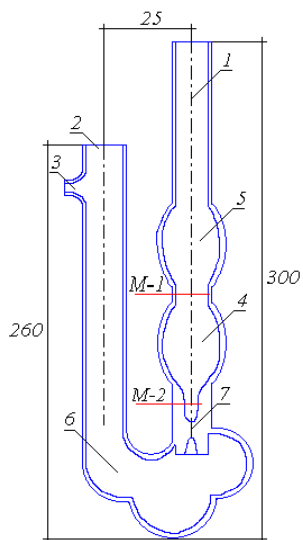


Рис. 4 Схема вискозиметра

5. Закрывают пальцами отверстия 2 и 3 и при помощи резиновой груши перемещают нефть в колено 1 выше метки М1, грушу снимают.

6. Отмечают время, за которое жидкость протечет между отметками М1 и М2.

7. Опыт повторяют.

8. Повторяют п.п. 1-7 при 2 других температурах, например, при комнатной температуре (в водяную баню воду не наливают или опыт проводят вне бани) и при температуре горячей воды из-под крана.

Протокол лабораторной работы

1. Таблица экспериментальных данных

№	Температура, °С	Время, с
1		
2		
3		

Обработка результатов эксперимента

Кинематическую вязкость при температуре определения находят по формуле:

$$V_t = K \cdot \tau (\text{см}^2 \times \text{сек}^{-1}),$$

где τ - время истечения нефти, с; K - постоянная вискозиметра, зависящая только от геометрических размеров вискозиметра ($K = 0,2711 \text{ см}^3 / \text{с}^2$).

Лабораторная работа № 3. Определение содержания солей хлоридов в нефти индикаторным титрованием

Цель работы

Определить концентрацию Cl^- в предложенной пробе нефти.

Сущность работы

Определение содержания солей хлоридов основано на их извлечении в водную вытяжку с последующим титрованием пробы

водной фазы нитратом ртути (II) с использованием в качестве индикатора дифенилкарбозида в присутствии азотной кислоты

Оборудование и реактивы

Экстрактор с делительной воронкой; Мерный цилиндр объемом 25 или 50 мл; Мерный цилиндр для воды объемом 100 мл; Колба для титрования объемом 200 мл – 2 шт.; Стакан для нитрата ртути объемом 50 мл; Бюретка для титрования объемом 25 мл; Пипетка объемом 10 мл; Воронка; Фильтр; Нитрат ртути (II), 0,05 М раствор; Азотная кислота, 0,2 М раствор; Индикатор (смесь дифенилкарбозида и бромфенолового синего); Вода для приготовления водной вытяжки; Тoluол; Проба нефти.

Выполнение работы

1. Проверить положение крана делительной воронки -1. Убедиться, что кран находится в положении «закрыто».

2. Мерным цилиндром вместимостью 25 или 50 мл отбирают пробу нефти объемом 25 мл и помещают её в делительную воронку.

3. При вязкой нефти цилиндр, которым отбирали пробу, ополаскивают небольшим количеством (не более 20 мл) толуола или бензина и присоединяют смыв к пробе нефти в делительной воронке.

4. Мерным цилиндром вместимостью 100 мл отбирают 100 мл **воды для приготовления водной вытяжки** и помещают её в делительную воронку.

5. Погрузить мешалку 2 с электромотором 3 в делительную воронку, нажать кнопку «**пуск**».

5. Погрузить мешалку 2 с электромотором 3 в делительную воронку, нажать кнопку «**пуск**».

6. Настроить скорость вращения мешалки:

6.1. нажать кнопку «**установка**» для входа в режим настройки блока управления

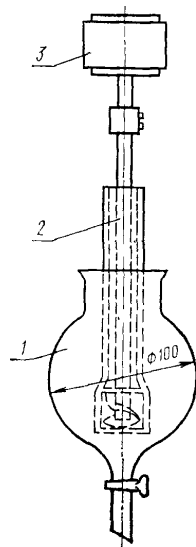


Рис. 5 Схема экстрактора с делительной воронкой

6.2. кнопками «**выбор**» и ▲ ▼ установить число оборотов (от 800 до 1200): нефть с водой должна равномерно перемешиваться, но не слишком интенсивно во избежание получения устойчивой эмульсии.

6.3. кнопками «**выбор**» и ▲ ▼ установить продолжительность перемешивания (10 минут)

6.4. нажать кнопку «**установка**» для выхода из режима настройки

7. Перемешивать нефть с водой в течение 10 мин. Остановить мешалку (кнопкой «стоп» или *она остановится автоматически*).

8. Дать фазам расслоиться в течение 5-10 мин.

9. Водную фазу (внизу) через бумажный фильтр слить в коническую колбу. **Органическую фазу вылить в емкость для органических отходов, указанную преподавателем!!!**

10. Провести анализ содержания солей хлоридов.

10.1. Бюретку заполняют раствором нитрата ртути – в бюретку помещают максимально возможный объем титранта.

10.2. Проверяют отсутствие воздуха в шланге и носике бюретки, при необходимости воздух удаляют. Для этого приподнимают нос бюретки под острым углом и нажимают на шарик в шланге бюретки.

10.3. После того, как бюретка заполнена и воздуха в ней нет, доводят объём титранта до отметки «0».

10.4. В две конические колбы отобрать по пробе водной вытяжки объемом 10 мл.

10.5. К каждой пробе прилить дистиллированной воды до уровня раствора в колбе от 1 до 1,5 см.

10.6. К каждой пробе добавить 1-2 мл индикатора – раствор приобретет синий цвет.

10.7. К каждой пробе по каплям! Добавить азотную кислоту до изменения цвета индикатора на желтый (можно использовать шприц на 1-2 мл).

При работе с кислотой не допускать попадания на слизистые и кожу, в противном случае промыть большим количеством воды для предотвращения появления ожога.

10.8. Титровать нитратом ртути до изменения цвета индикатора на фиолетовый.

10.9. Записать объем нитрата ртути.

Повторить п.п. 10.3, 10.8 и 10.9 с другой колбой.

Протокол лабораторной работы

Объем нефти для приготовления водной вытяжки

$V_{\text{нефти}} = \dots\dots\dots$ мл

Объем воды для приготовления водной вытяжки

$V_{\text{H}_2\text{O}} = \dots\dots\dots$ мл

Объем пробы вытяжки, взятый на проведение анализа

$V_a = \dots\dots\dots$ мл

Концентрация раствора нитрата ртути (титранта)

$C_T = \dots\dots\dots$ экв/л

Объем нитрата ртути, израсходованный на титрование проб

$V_{T1} = \dots\dots\dots$ мл

$V_{T2} = \dots\dots\dots$ мл

$V_{T, \text{cp}} = \dots\dots\dots$ мл

Обработка результатов эксперимента

Вычислить содержание хлоридов в пробе нефти по формуле:

$$[\text{Cl}^-] = \frac{C_T V_{T, \text{cp}}}{V_a} \cdot \frac{V_{\text{H}_2\text{O}}}{V_{\text{нефти}}} \cdot M_{\text{Cl}}$$

По полученным данным отнести к классу нефти согласно ГОСТ Р 51858-2002.

Лабораторная работа № 4. Определение содержания воды в нефти методом Дина-Старка

Цель работы

Определить объёмную долю воды в нефти

Сущность метода

Метод рекомендован ГОСТ 2477-2014 «Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды» для определения влагосодержания нефти. Анализ является обязательным при промышленной подготовке нефти. Заключается в отгонке паров воды, их конденсации в обратном холодильнике. Сконденсированные пары воды

собирают в градуированный приемник (ловушку) и отмеряют полученное количество воды по границе раздела фаз конденсатов воды и растворителя.

Оборудование и реактивы

Колбонагреватель или песчаная баня; Прибор Дина-Старка: колба круглодонная, ловушка для воды, холодильник Либиха; Мерный цилиндр объемом 100 мл; Разбавитель: «сухой» толуол или керосин, т.е. предварительно хорошо обезвоженный (!).

Выполнение работы

1. Пробу испытуемого жидкого нефтепродукта хорошо перемешивают пятиминутным встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на 3/4 емкости. Вязкие и парафинистые нефтепродукты предварительно нагревают до 40-50 °С.

2. Мерным цилиндром вместимостью 100 мл отбирают 100 мл пробы и помещают ее в круглодонную колбу. При переливании пробы из цилиндра в колбу надо не запачкать шлиф горла колбы. Если он запачкался, то следует его протереть кусочком фильтра или салфеткой, смоченной в растворителе.

3. Если нефть слишком вязкая, то добавляют от 50 до 100 мл растворителя (толуол, керосин)

4. В пробу вещества в колбе помещают кипелки – небольшие кусочки силикатного кирпича или пористого фаянса-фарфора. Кипелки нужны для равномерного кипения жидкости и предотвращения её выброса в холодильник.

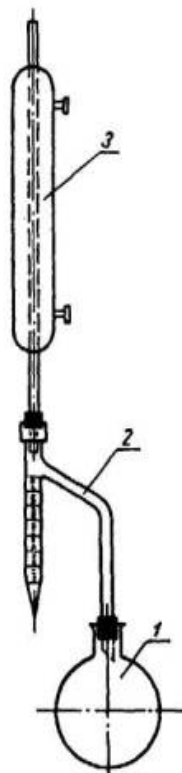


Рис. 6 Установка для обезвоживания нефтепродукта

5. Собрать Аппарат Дина-Старка (1 – круглодонная колба, 2 – ловушка, 3 – холодильник) как показано на рисунке 6:

5.1. Колбу с пробой поместить в колбаонагреватель; горло колбы закрепить в лапе штатива.

5.2. К колбе присоединить ловушку.

5.3. К ловушке присоединить холодильник, который тоже крепят в лапе штатива.

Вся установка должна быть без перекосов. Соединения плотные (чтобы газ не уходит мимо), но «без фанатизма»: при нагреве при чересчур плотном присоединении стекло непременно треснет. Попросите преподавателя проверить правильность сборки установки.

6. Холодильник при помощи шлангов подсоединяют к источнику воды: вход снизу, выход сверху. Убедившись, что соединение с водой достаточно плотное и прочное, пускают воду в холодильник

7. Включают колбаонагреватель.

8. Содержимое колбы доводят до кипения и далее нагревают так, чтобы скорость конденсации дистиллята в ловушку была от 2 до 5 капель в 1 с.

9. Перегонку прекращают, как только объем воды в приемнике-ловушке не будет увеличиваться и верхний слой растворителя станет совершенно прозрачным. Время перегонки должно быть не менее 30 и не более 60 мин.

10. Записывают объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, с точностью до одного верхнего деления занимаемой водой части приемника-ловушки (При снятии показаний обратить внимание на границу раздела фаз (легкая фракция нефтепродуктов – вода)- записывать значение объема только для воды (нижний слой).

Протокол лабораторной работы

Объем нефти для $V_{\text{нефти}} = \dots\dots\dots$ мл

Объем воды $V_{H_2O} = \dots\dots\dots$ мл

Обработка результатов эксперимента

Вычислить содержание воды в пробе нефти по формуле:

$$\phi_{H_2O} = \frac{V_{H_2O}}{V_{\text{нефти}}} \cdot 100\% .$$

По полученным данным отнести к классу нефти согласно ГОСТ Р 51858-2002.

Лабораторная работа № 5. Определение АСП в нефти по сернокислотному способу

Цель работы

Определить содержание асфальтенов, смол и парафинов в образце нефти

Сущность метода

АСП осаждаются действием серной кислоты на образец нефти с образованием «кислого гудрона». Способ определения смолисто-асфальтовых веществ основан на взаимодействии крепкой серной кислоты со смолисто-асфальтовыми соединениями нефти и нефтепродуктов в бензиновом растворе. Взаимодействие протекает в двух направлениях: с одной стороны, протекают чисто химические реакции сульфирования и полимеризации, а с другой — осаждаются (коагулирует) та часть смол, которая находится в нефтепродукте в виде коллоидного раствора. В результате этих процессов в качестве продуктов реакции образуется так называемый «кислый гудрон», оседающий на дне реактора.

Способ является приближенный, в связи с тем, что серная кислота может переводить в кислый гудрон не только смолистые вещества, но и некоторые высокомолекулярные углеводороды классов нефти, а при наличии в испытуемом нефтепродукте непредельных углеводородов с открытыми двойными связями (олефинов, диолефинов) также и низкомолекулярные. Поэтому данный способ не применим к продуктам крекинга и пиролиза. Также серная кислота не действует на все смолистые вещества, и часть из них не реагирует. Так как кислый гудрон склонен к набуханию, то он впитывает в себя значительные количества бензина, соответственно увеличиваясь в объеме. Кислый гудрон растворяется в бензиновом растворе с

образованием коллоидного раствора с потерями смолистых веществ в осадке.

Несмотря на недостатки этим способом можно ориентировочно высокоекспрессно определять содержание смолисто-асфальтовых веществ (так называемых «акцизных» смол) в нефтях и нефтепродуктах. Действительное содержание смолисто-асфальтовых веществ в испытуемом продукте следует определять при помощи адсорбентов.

Оборудование и реактивы

Делительная воронка вместимостью 500 мл – 1 шт.; штатив с муфтой и кольцом для крепления воронки – 1 шт.; мерный цилиндр объёмом 50 мл для отбора пробы нефти и разбавителя – 1 шт.; мерный цилиндр объёмом 50 мл для воды – 1 шт.; мерный цилиндр объёмом 10 мл для отбора серной кислоты – 1 шт.; стакан химический объёмом 50 мл для отбора серной кислоты – 1 шт.; мерный цилиндр вместимостью 25 мл для измерения объема АСП – 1 шт.; разбавитель (толуол, бензин прямогонный «калоша» или прямогонный керосин); серная кислота, концентрацией не менее 50 %.

Выполнение работы

1. Проверить положение крана делительной воронки. Убедиться, что кран находится в положении «закрыто».

2. Мерным цилиндром вместимостью 50 мл отбирают 50 мл разбавителя и помещают его в делительную воронку.

3. Мерным цилиндром вместимостью 50 мл отбирают 50 мл пробы и помещают её в делительную воронку.

4. Цилиндр, которым отбирали пробу, ополаскивают 50 мл разбавителя и присоединяют смыв к пробе в делительной воронке.

5. Воронку закрывают крышкой, смесь пробы и разбавителя перемешивают.

6. В мерный цилиндр вместимостью 10 мл отбирают 20 мл серной кислоты и приливают её к пробе в делительной воронке.

7. Открывают крышку воронки и осторожно приливают кислоту к пробе нефти.

8. Делительную воронку закрывают пробкой и, вынув из штатива, несильно встряхивают два-три раза. После каждого встряхивания нужно обязательно открывать пробку для выпуска газов,

образующихся вследствие испарения легких частей бензина, так как при действии серной кислоты смесь может разогреться.

9. Делительную воронку со смесью аккуратно перемешивают 3 минуты путем небыстрого вращения (если сильно трясти получится прочная эмульсия и опыт не выйдет).

10. После окончания взбалтывания устанавливают отстойник строго вертикально в штатив для отстаивания образовавшихся смолистых веществ от бензинового раствора продукта примерно на 15 минут.

11. При помощи мерного цилиндра вместимостью 50 мл добавляют воду в объеме около 50 мл, немного перемешивают и дают смеси расслоиться. Получится 3 фазы: верхняя – нефтяная, посередине – вода с серной кислотой, нижняя – смесь АСП.

12. Нижнюю фракцию, содержащую АСП, перелить в мерный цилиндр объемом 25 мл и определить её объем.

Протокол лабораторной работы

Объем нефти $V_{\text{нефти}} = \dots\dots\dots$ мл

Объем АСП $V_{\text{АСП}} = \dots\dots\dots$ мл

Обработка результатов эксперимента

Вычислить содержание АСП в пробе нефти по формуле:

$$\phi_{\text{АСП}} = \frac{V_{\text{АСП}}}{V_{\text{нефти}}} \cdot 100\% .$$

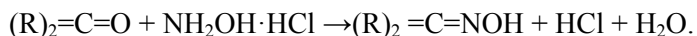
Лабораторная работа № 6. Определение карбонильного числа

Цель работы

Определить долю карбонильных групп, которая соответствует содержанию кетонов и/или альдегидов в пробе водорастворимого ПАВ.

Сущность метода

Определение карбонильных групп основано на реакции оксимирования:



Выделившуюся в результате реакции соляную кислоту титруют гидроксидом натрия.

Оборудование и реактивы

Штатив с муфтой и лапкой для крепления бюретки – 1 шт.; бюретка вместимостью 25 мл с шариком – 1 шт.; колба коническая для титрования вместимостью 150 или 250 мл – 3 шт.; пипетка Мора для отбора пробы объёмом 10 мл – 1 шт.; флакон для индикатора вместимостью 100 мл – 1 шт.; цилиндр мерный для отбора гидрохлорида гидроксиламина вместимостью 50 мл – 1 шт.; стакан химический вместимостью 50 мл для отбора раствора гидроксида натрия – 1 шт.; гидрохлорида гидроксилмин, раствор концентрацией 0,5 моль/л; гидроксид натрия, раствор концентрацией 0.2 моль/л; индикатор: 5 частей 0,1 % раствора диметилового желтого и 4 части 0,1 % раствора метиленового голубого в 90 % этаноле; проба раствора для анализа.

Выполнение работы

1. Бюретку заполняют раствором гидроксида натрия и зануляют её.

1.1. Бюретку заполняют раствором щелочи – в бюретку помещают максимально возможный объем титранта.

1.2. Проверяют отсутствие воздуха в шланге и носике бюретки, при необходимости воздух удаляют. Для этого приподнимают нос бюретки под острым углом и нажимают на шарик в шланге бюретки.

1.3. После того, как бюретка заполнена и воздуха в ней нет, доводят объём титранта до отметки «0».

2. Мерным цилиндром вместимостью 50 мл отбирают 50 мл раствора гидроксиламина и помещают его в колбу для титрования.

3. При помощи флакона-капельницы в каждую колбе прибавляют по 6 капель индикатора

4. Раствор щелочи из бюретки по каплям приливают к раствору для нейтрализации оксимирующего раствора гидроксиламина до появления зелёной окраски.

5. Доводят объём титранта в бюретке до отметки «0»

6. Операции с 1.3 по 5 повторяют со второй колбой для титрования.

7. Мерной пипеткой отбирают 10 мл пробы и приливают её к нейтрализованному раствору в колбе для титрования. Повторяют для второй колбы.

8. Перемешивают содержимое колб и оставляют на 30 мин.

9. Готовят эталонный раствор. Для этого берут пустую колбу для титрования, мерным цилиндром отмеряют в неё 20 мл дистиллированной воды и повторяют операции с 1.3. по 5.

10. Титруют выделившуюся HCl раствором гидроксида натрия до появления не исчезающей зелёной окраски, которую сравнивают с окраской эталонного раствора.

Протокол лабораторной работы

Объем пробы, взятый на проведение анализа

$$V_a = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}$$

Концентрация раствора щелочи (титранта)

$$C_T = \underline{\hspace{2cm}} \text{ экв/л}$$

Объем щелочи, пошедший на нейтрализацию оксимирующего раствора $V_b = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}$

Объем щелочи, израсходованный на титрование проб

$$V_{T1} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}$$

$$V_{T2} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}$$

$$V_{T, \text{cp}} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ мл}$$

Обработка результатов эксперимента

Массовую долю карбонильных групп (X) в исследуемом веществе вычисляют по формуле

$$X = (V_T - V_b) \cdot 0,0056 \cdot 100 / V_a,$$

где V_T – объем 0,2 М раствора NaOH, пошедший на титрование пробы, мл; V_b – объем титранта, пошедший на нейтрализацию оксимирующего раствора, мл; 0,0056 – число граммов карбонильной группы, соответствующее 1 мл 0,2 М раствора NaOH, г; m – навеска анализируемого вещества, г.

Найденный из двух определений средний массовый процент карбонильной группы сравнивают с вычисленным для данного вещества.

Лабораторная работа №7. Определение температуры вспышки и воспламенения нефтепродуктов

Цель работы

Определение температур вспышки и воспламенения в открытом тигле по методу Бренкена.

Сущность метода

Большинство нефтей имеют температуру вспышки паров ниже 0°C. Например, температура вспышки усть-балыкской и самогторской нефтей равна соответственно -30°C и ниже -35°C. Природный битум Мордово-Кармальского месторождения, добытый методом внутрипластового горения, имеет температуру вспышки 59°C. Фракции 120...230°C и 180...350°C мордово-кармальского природного битума имеют температуру вспышки соответственно 32 и 91°C.

По температуре вспышки нефтепродукты делятся на легковоспламеняющиеся и горючие. К легковоспламеняющимся относятся нефтепродукты, имеющие температуру вспышки паров не более 61°C в закрытом тигле (не более 66°C в открытом тигле). К горючему классу относятся нефтепродукты с температурой вспышки более 61°C в закрытом тигле (более 66°C в открытом тигле). Легковоспламеняющимися нефтепродуктами являются моторные топлива. Так, автомобильный бензин имеет температуру вспышки в закрытом тигле -50°C, авиационный -30°C. Топлива для реактивных двигателей, в зависимости от сортности, должны иметь температуру вспышки не ниже 28...60°C, а топлива для быстроходных дизелей 35...61°C. Температура воспламенения дизельных топлив находится в пределах 57...119°C. Температура воспламенения всегда выше температуры вспышки. Температура самовоспламенения нефтепродукта с увеличением его молекулярной массы уменьшается: если бензины самовоспламеняются при температурах выше 500°C, то дизельные топлива при 300...330°C. По температурам вспышки, воспламенения и самовоспламенения оценивают пожаро- и взрывоопасность нефти и нефтепродукта. Температуру вспышки нефти, лёгких нефтяных фракций и моторных топлив определяют в закрытом и открытом тиглях. Определение в открытом тигле применяют для масел и тёмных нефтепродуктов.

Оборудования и реактивы

Нефтепродукт, железный тигель, песчаная баня, электроннагревательный прибор, термометр до 360°C, лучины, защитная маска.

Выполнение работы

Подготовка к анализу

Для определения температур вспышки и воспламенения берут обезвоженный нефтепродукт. Тигель промывают бензином, затем при наличии углеродистых отложений очищают металлической щеткой, промывают дистиллированной водой и высушивают.

Прибор для определения температуры вспышки и воспламенения устанавливают в таком месте, где нет заметного движения воздуха и попадания дневного света на поверхность тигля, и защищают от движения воздуха щитом или экраном. Для проведения анализа тигель охлаждают до 15—25°C и ставят в наружный тигель аппарата с прокаленным песком. При этом песок должен быть на высоте около 12 мм от верхнего края внутреннего тигля, а между дном этого тигля и наружным тиглем толщина песка должна быть 5...8 мм. Анализируемый нефтепродукт наливают во внутренний тигель так, чтобы его уровень был ниже края тигля на 12 мм для нефтепродуктов со вспышкой до 210°C включительно и на 18 мм для нефтепродуктов со вспышкой выше 210°C.

Внимание! Не допускается заливание нефтепродукта выше уровня, отмеченного на внутренней стороне тигля и разбрызгивания нефтепродукта.

Термометр устанавливают во внутренний тигель с нефтепродуктом в строго вертикальном положении, так чтобы ртутный шарик находился в центре тигля приблизительно на одинаковом расстоянии от дна тигля и уровня нефтепродукта.

Проведение анализа

При анализе наружный тигель аппарата нагревают на электроплитке. За 40°C до ожидаемой температуры вспышки скорость нагрева ограничивают до 4°C/мин. За 10°C до ожидаемой температуры вспышки проводят медленно по краю тигля на расстоянии 10—14 мм от поверхности анализируемого нефтепродукта и параллельно этой поверхности пламенем лучины. Длина пламени должна быть 3...4 мм, время продвижения пламени от одной стороны тигля до другой 2...3 с. Определение повторяют через 2°C подъёма темпе-

ратуры. За температуру вспышки принимают температуру, которую показывает термометр при появлении первого синего пламени над частью или над всей поверхностью анализируемого нефтепродукта. При этом не следует смешивать истинную вспышку с отблеском от пламени лучины. В случае появления неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой через 2°С. После установления температуры вспышки нефтепродукта, если требуется определить температуру его воспламенения, продолжают нагревание наружного тигля так, чтобы анализируемый нефтепродукт нагревался со скоростью 4°С/мин. Через каждые 2°С подъёма температуры к нефтепродукту подносят пламя лучины. За температуру воспламенения принимают температуру, показываемую термометром в тот момент, в который анализируемый нефтепродукт при поднесении к нему пламени загорается и продолжает гореть не менее 5 с.

Расхождения между двумя последовательными определениями температуры вспышки не должны превышать при температуре вспышки до 150°С - 4°С, выше 150°С - 6°С. Расхождения между двумя последовательными определениями температуры воспламенения не должны превышать 6°С. **Внимание! Данную работу следует проводить только в защитных масках.**

Лабораторная работа №8. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путём прямой перегонки и ректификации

Цель работы

Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путём прямой перегонки и ректификации.

Сущность метода

Разделение нефти и нефтепродуктов методом перегонки.

Первичными методами переработки нефти и нефтепродуктов являются перегонка (при атмосферном и пониженном давлениях) и ректификация. С помощью данных методов определяют фракционный состав нефти и нефтепродукта.

Перегонка (дистилляция) — это физический метод разделения, основанный на испарении жидкости и конденсации паров, обогащённых легколетучим компонентом. Перегонку можно проводить периодически и непрерывно. При периодической перегонке содер-

жимое перегонного аппарата частично или полностью отгоняется. В этом процессе происходит непрерывное изменение состава паровой и жидкой фаз, а также температуры отбора паров. При непрерывной перегонке продукт непрерывно вводят в перегонный аппарат. При этом обычно разделение паровой и жидкой фаз происходит однократно, поэтому такой процесс называется однократной перегонкой или однократным испарением. В этом процессе образующаяся паровая фаза остается в равновесии в смеси с жидкой до установления конечной (заданной) температуры. Фазы разделяются после установления этой температуры.

Прямой перегонкой можно разделить до определённой степени смесь компонентов, температуры кипения которых отличаются более, чем на 50°C.

Прямая перегонка нефти

Обычно процесс простой перегонки проводят периодически. При периодической перегонке жидкость постепенно испаряется, и образующиеся при этом пары непрерывно удаляются из системы и конденсируются с получением дистиллята (иногда этот процесс называют простой дистилляцией). При этом содержание низкокипящей фракции (НК) в исходной жидкости уменьшается, что приводит к снижению содержания НК в дистилляте - в начале процесса содержание НК максимально, а в конце процесса - минимально.

Простую перегонку можно проводить при атмосферном давлении или под вакуумом (для снижения температуры перегонки). Для получения нужных фракций (или разного состава дистиллята) применяют фракционную, или дробную, перегонку.

Оборудование и реактивы

Нефть, колба Вюрца, насадка Вюрца, прямой холодильник, алонж, приемники, термометр на 250°C, кипелки, электронагревательный прибор, аналитические весы.

Выполнение работы

Собирают установку для прямой перегонки (рис. 7). Во взвешенную колбу помещают 30 мл отфильтрованного нефтепродукта и снова взвешивают для определения массы нефтепродукта. В

колбу помещают кипелки. При простой перегонке термометр следует помещать так, чтобы верхняя граница ртутного шарика находилась на уровне нижнего края отверстия отводной трубки. После того, как установка для перегонки полностью собрана, подставляют нагревательный прибор. Отбор фракций производится двумя способами: отбираются фракции с чёткими температурами кипения; если в течение перегонки не устанавливается чёткая температура кипения, то отбор фракций проводится через 5°С. По окончании перегонки, остывшую колбу взвешивают для определения массы кубового остатка.

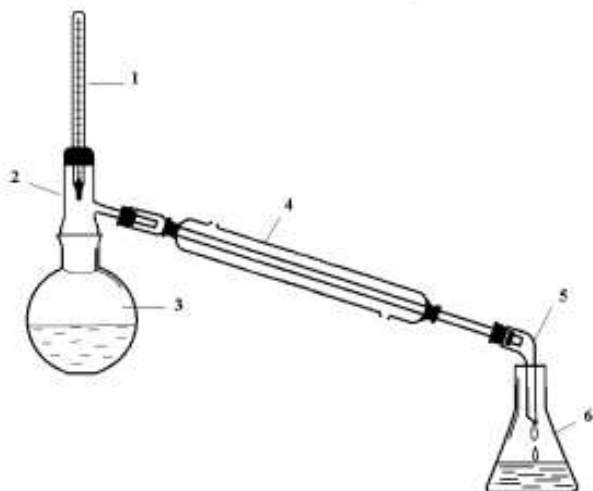


Рис. 7 Установка для перегонки:
 1 – термометр; 2 – насадка Вюрца; 3 – круглодонная колба;
 4 – холодильник Либиха; 5 – аллонж; 6 – приемник.

Протокол лабораторной работы

Таблица 3

Экспериментальные данные

Температурный	Масса, г	Вы
---------------	----------	----

интервал, °С	Пустой приемник m_0	Приемник с продуктом m_n	Фракции ($m_n - m_0$) m_ϕ	ход (процент отгона), % - $100 (m_\phi/0,3)$
50-230 Пример (62-85; 85-120; 120-180; 180-230)				
Остаток				

Полученные результаты сравнить с данными, полученными при фракционировании нефти на ректификационной колонке (при отсутствии данные взять у преподавателя).

Лабораторная работа № 9. Фракционирование нефтепродуктов на ректификационной колонке под атмосферным давлением

Цель работы

Определение фракционного состава нефтепродукта с использованием ректификационной колонки.

Оборудование и реактивы

Нефть или смесь органических веществ (углеводородов), колба Вюрца, дефлегматор, обратный холодильник, головка полной конденсации, приемники, термометр на 250°С, кипелки, электронагревательный прибор.

Сущность метода

Ректификация — физический метод разделения, основанный на многократном противоточном контакте жидкой и паровой фаз. При этом паровая фаза обогащается низкокипящим компонентом, а жидкая — высококипящим. Ректификация, как перегонка, может осуществляться периодически и непрерывно. Ректификацией можно разделять смесь компонентов, различающихся по температуре кипения всего на 0,5°С.

Выполнение работы

Перед перегонкой ректификационную колонку собирают так, как это изображено на рис.8. В колбу 4 загружают взвешенные 30 мл хорошо высушенной исследуемой жидкости. Определение массы нефтепродукта проводят также, как и при прямой перегонке. Перед началом перегонки в колбу необходимо поместить кипелки. Колбу присоединяют к дефлегматору 3, сообщённому с головкой полной

конденсации 2, к которой присоединён приёмник 6. Шлифы прибора должны быть промазаны смазкой, нерастворимой в перегоняемой жидкости. Приёмниками служат пришлифованные колбы ёмкостью 15—25 мл. Термометр (с ценой деления 0,2—0,5°С) устанавливают так, чтобы его шарик находился на 1—2 см ниже боковой трубки.

Кран головки полной конденсации держат закрытым, чтобы колонка работала с полным орошением, без отбора дистиллята. Необходимо дать колонке «захлебнуться» — заполнить центральную трубку и часть головки. Таким образом, из насадки удаляется воздух, и вся она смачивается флегмой и паром. При «захлебывании» желательнo регулировать нагрев колбы так, чтобы до появления жидкости в головке прошло 15—20 мин. Через 5—10 мин после «захлебывания» уменьшают нагрев колбы. Поддерживая слабое кипение жидкости в колбе и не прекращая орошения, дают стечь избытку флегмы в колбу.

Затем устанавливают оптимальный режим перегонки. По достижении равновесия записывают температуру кипения жидкости, и слегка открывают кран для отбора дистиллята. При отборе дистиллята нужно не только поддерживать в колонке режим, близкий к только что установленному, но и следить за соотношением орошения, возвращаемого в колонку, и дистиллята, отбираемого в приемник, за один и тот же промежуток времени.

Для хорошего разделения важно, чтобы это соотношение (флегмовое число) было высоким, но чтобы количество флегмы не достигало величины, при которой колонка начинает «захлёбываться». Для большинства простейших колонок оптимальное флегмовое число должно лежать в интервале 20:1 -45:1.

Перегонку ведут до заданной глубины отбора, после чего отставляют колбонагреватель, дают жидкости охладиться и стечь в колбу. Колбу отсоединяют от колонки и взвешивают.

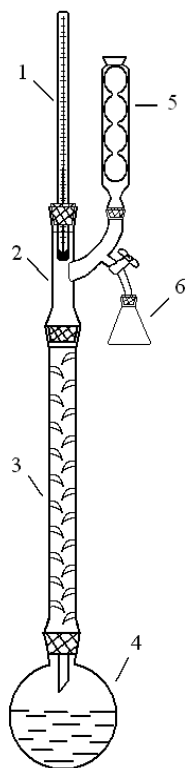


Рис. 8 Ректификационная колонна: 1 – термометр, 2 – головка полной конденсации, 3 – дефлегматор, 4 – круглодонная колба, 5 – обратный холодильник, 6 – приемник

Суммируют массы отогнанных фракций и остатка и вычисляют потери при перегонке. Обычно их относят к массе первой фракции.

При разделении углеводородов перегонкой следует выделять фракции в правильных температурных интервалах. Если фракционирование осуществляется для выделения заранее намеченных соединений с уже известными температурами кипения, то при первой перегонке фракции отбирают так, чтобы их низшие и высшие пределы отстояли одинаково от точек кипения соответствующих чистых веществ. Подвергая выделенные фракции повторному фракциони-

рованию, температурные пределы всё более сужают, пока не будут достигнуты постоянные точки кипения. Если же целью фракционирования является выделение возможно большего числа индивидуумов, то при первых перегонках отбирают фракции в пределах 10 или 5°C.

Непрерывный отбор дистиллята

При этом способе слегка открывают кран для отбора дистиллята у головки так, чтобы установить заранее заданное флегмовое число. Отсчёт температуры производят через равные объёмы дистиллята. Величину флегмового числа уменьшают, увеличивая скорость отбора дистиллята, если в приемнике собирается индивидуальное вещество (или азеотропная смесь). Признаком этого является постоянство температуры паров в головке полной конденсации в течение некоторого времени. При переходе от фракции к фракции флегмовое число опять увеличивают, уменьшая скорость отбора дистиллята. Это процесс называется «отжимом» фракции.

Периодический отбор дистиллята

При этом способе периодически на 1—5 сек. полностью открывают кран для отбора дистиллята, спускают в приемник небольшое количество последнего (иногда 1—2 капли) и закрывают кран. Отбор дистиллята в дальнейшем производят таким же способом через равные промежутки времени, отбирая каждый раз одинаковое его количество. Температуру и объём дистиллята отсчитывают непосредственно перед очередным отбором.

Флегмовое число при этом определяют по отношению числа капель, падающих в колонку за известный промежуток времени, не меньший, чем требуется для того, чтобы 5 раз отобрать дистиллят, к числу капель, падающих в приемник за тот же промежуток. При периодическом отборе флегмовое число варьируют изменением отношения времени, в течение которого кран закрыт, ко времени, в течение которого кран открыт. Для уменьшения флегмового числа предпочтительно чаще открывать кран на короткий промежуток времени, нежели удлинять промежуток времени, в течение которого кран бывает открыт.

Отжим фракций при периодическом отборе дистиллята производят следующим образом. Открыв кран, отбирают небольшое

количество дистиллята. Так как при этом удаляется часть легколетучего компонента, то равновесие в колонке нарушается и температура пара в головке начинает увеличиваться. Когда кран вновь закрывают, в колонке постепенно вновь устанавливается состояние равновесия, и пар в головке обогащается легколетучим компонентом; температура пара при этом понижается (до некоторого предела). Когда температура установится, вновь отбирают дистиллят.

Выбранный способ отбора дистиллята определяется преподавателем

Протокол лабораторной работы

Таблица 4

Экспериментальные данные

Температурный интервал, °С	Масса, г			Выход (процент отгона), % - $100 \cdot (m_{\phi} / 0,3)$
	Пустой приемник m_0	Приемник с продуктом m_{π}	Фракции $(m_{\pi} - m_0) m_{\phi}$	
50-230				
Остаток				

Лабораторная работа №10. Исследование пенообразования

Цель работы

Определение стабильности пены по времени жизни отдельного пузырька пены. Определение времени жизни пены, исследование взвешивающей способности пен.

Сущность работы

Для повышения устойчивости пены к раствору пенообразователя добавляют специальные стабилизаторы. Роль стабилизаторов могут выполнять мыла или высокомолекулярные соединения. В нефтепромысловой практике в качестве стабилизаторов пен используют карбоксиметилцеллюлозу (КМЦ), этансульфонатцеллюлозу (ЭСЦ), полиакриламид и другие вещества. Такие стабилизаторы образуют на поверхности пузырьков коллоидные пленки с высокими структурно-механическими свойствами, что повышает устойчивость пен. На рисунке 9 показана схема образования пузырька газа в жидкости (1), на поверхности (2) и в воздухе (3).

При выходе пузырька из жидкости он обволакивается двойным слоем ориентированных в жидкости молекул пенообразователя. Такой пузырек газа находится в неравновесном состоянии. Стенки пузырька при вытекании жидкости утончаются, и он лопается, так как, не в состоянии выдержать большое внутренне давление $P \approx \frac{4}{r} \sigma$ где σ – поверхностное натяжение r – радиус пузырька. При избытке газовой фазы отдельные пузырьки газа слипаются и теряют сферическую форму превращаясь в полиэдрические ячейки, стенки которых состоят из весьма тонких пленок дисперсионной среды (рисунок 10). Такая структура называется ячеистой или сотобразной.

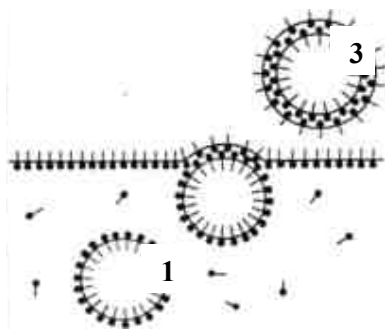


Рис. 9 Схема образования пузырька газа

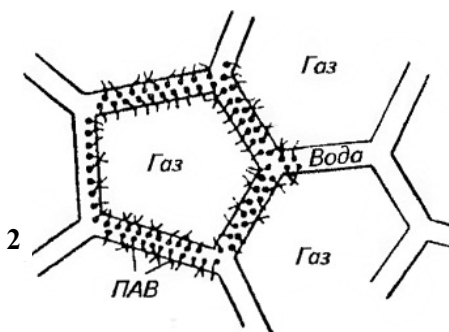


Рис. 10 Схема строения ячеистой структуры пены

Основные свойства пены: пенообразующая способность (вспенивание) или близкое ей понятие – кратность пены (отношение объема пены к объему раствора, пошедшего на ее образование), стабильность (устойчивость) или время "жизни" (в секундах или минутах) элементарной пены – отдельного пузырька или пленки, столба пены и др.

К основным технологическим свойствам пен относят закупоривающее свойство пен (упругие пузырьки пены проникают вглубь пор, капилляров твердой породы и закупоривают их) и взвешивающая способность пен. Благодаря этому свойству достигается большая скорость выноса породы при бурении скважин с ис-

пользованием 3-х фазных пен вместо глинистых растворов. Этим достигается лучшая очистка забоя скважины и предотвращается прихват бурильного инструмента при прекращении бурения.

Оборудование и реактивы компрессор, кристаллизатор (чашка Петри), растворы ПАВ, КМЦ, желатин, секундомер, мерные цилиндры, химические стаканы, пипетка, стеклянные трубки, фильтр Шотта, пенагон

Выполнение работы

1. Стабильность пены

В мелкий кристаллизатор наливают исследуемый раствор ПАВ, КМЦ или желатина. Затем под поверхность раствора пипеткой выпускают один пузырек воздуха. Диаметр выходного отверстия пипетки составляет 1,5 мм, диаметр пузырька 4 мм. При появлении пузырька на поверхности жидкости включают секундомер, когда пузырек лопнет, секундомер выключают. Время существования пузырька ($\tau_{эл}$) характеризует устойчивость пены. В чистой воде время жизни пузырька исчезающе мало. Для изучения зависимости времени существования пузырька от разведения исследуемый раствор разводят и измеряют $\tau_{эл}$. Полученные данные сводят в таблицу 5 и затем строят график зависимости $\tau_{эл}$ от концентрации раствора пенообразователя (разведения).

Таблица 5

Время существования пузырька воздуха в водных растворах пенообразователей различной концентрации

Пенообразователь	Время существования пузырька ($\tau_{эл}$), с при разведении			
	Исходный раствор (концентрация)	1:1	1:2	1:4
Карбоксиметилцеллюлоза				
Олеат натрия/додецилсульфат				
Олеиновая кислота				
Полиакриламид				

2. Определение времени жизни пены ($\tau_{ж}$)

Раствор ПАВ объемом 40 см³ помещают в цилиндр вместимостью 500 см³, затем продувают воздух через раствор для образо-

вания устойчивой пены и заполняют ею цилиндр. Фиксируют время окончания пенообразования. Время, за которое отделяется 20 см³ жидкости принимают за время жизни пены $\tau_{ж}$ и отмечают в протоколе лабораторной работы.

3. Изучение технологического свойства пены – способности к выносу глины.

В пеногон заливают 30 см³ раствора ПАВ и засыпают 1-2 г мелкодисперсной глины. Затем включают подачу воздуха. После окончания вспенивания и гашения пены определяют эффективность процесса выноса глины. Опыт повторяют (после промывки пеногона и цилиндра), добавляя к первоначально взятому раствору ПАВ 2 см³ раствора КМЦ или желатина.

Лабораторная работа 11. Получение пен методом встряхивания и определение их кратности

Цель работы

Расчет кратности полученных пен

Оборудование и реактивы

6 стеклянных колб, мерная колба объемом 50 мл, цилиндр с пробкой объемом 100 мл, секундомер, водный раствор поверхностно-активного вещества.

Выполнение работы

1. Из исходного водного раствора ПАВ с известной концентрацией ($C_{исх.}$, г/л) приготовить 6 растворов ПАВ заданных концентраций ($C_{приг.1}$, г/л). Объем растворов 20 мл. Расчет производить по формуле

$$C_{исх.} \cdot V_{исх.} = C_{приг.} \cdot V_{приг.}$$

2. В цилиндр налить 10 мл приготовленного раствора ПАВ с концентрацией $C_{приг.1}$, закрыть цилиндр пробкой и встряхивать в течение 20 с.

3. Поставить цилиндр на ровную поверхность и измерить высоту всей системы ($H_{сист.}$, мм) и высоту жидкости, не пошедшей на образование пены ($H_{ост.}$, мм). Опыт (по п. 2) повторить 3 раза и рассчитать средние значения этих величин.

4. Провести аналогичные эксперименты (т. е. п. 2 и п. 3) для растворов с концентрациями $C_{\text{приг.2}}$, $C_{\text{приг.3}}$, $C_{\text{приг.4}}$, $C_{\text{приг.5}}$ и $C_{\text{приг.6}}$.

Обработка экспериментальных данных

1. По полученным средним значениям рассчитать высоту образовавшейся пены по формуле

$$H_{\text{пены}} = H_{\text{сист.}} - H_{\text{ост.}}$$

2. Рассчитать кратность (β) полученных пен по формуле

$$\beta = H_{\text{пены}} / (10 - H_{\text{ост.}})$$

3. Полученные данные занести в таблицу 6; построить графики зависимостей $H_{\text{пены}} = f(C_{\text{ПАВ}})$ и $\beta = f(C_{\text{ПАВ}})$.

Таблица 6

Экспериментальные данные

№ опыта	$C_{\text{приг.}i}$, г/л	$H_{\text{сист.}}$, мм				$H_{\text{ост.}}$, мм				$H_{\text{пены}}$, мм	β
		1	2	3	сред.	1	2	3	сред.		
1											
2											
3											
4											
5											
6											

4. Установить, к какому классу по кратности относится каждая из полученных пен.

Лабораторная работа № 12. Получение эмульсии дисперсионным методом на перемешивающем устройстве

Цель работы

Получение эмульсии и изучение ее устойчивости.

Сущность работы

Эмульгаторами могут быть поверхностно-активные вещества, высокомолекулярные соединения, а также различные тонкодисперсные порошки и другие вещества.

Механизм эмульгирующего действия ПАВ определяется специфической адсорбцией молекул ПАВ на границе раздела фаз и последующим образованием адсорбционных оболочек на поверхности капелек эмульсии. На рисунке 11 показана частица эмульсии прямого типа масло/вода (м/в), образовавшаяся в результате энергичного перемешивания н-октана и воды в присутствии небольшого количества олеата натрия.

Молекулы олеата натрия, как показано на рисунке 12, своей полярной частью обращены в водную (полярную) фазу, а неполярной частью – в неполярную жидкость (н-октан).

Стабильность полученной в данном случае эмульсии определяется как снижением межфазного поверхностного натяжения, так и образованием адсорбционного слоя; кроме того, за счет ионной диссоциации полярной группы

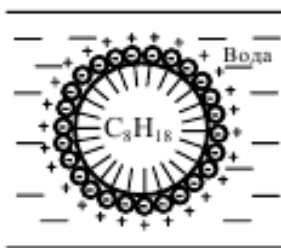


Рис. 11 Капля эмульсии типа м/в, стабилизированная олеатом натрия

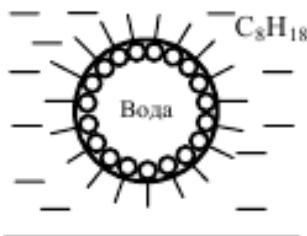


Рис. 12 Капля эмульсии типа в/м, стабилизированной олеатом натрия

Эмульгаторами природных нефтяных эмульсий являются кальциевые и магниевые соли нафтеновых кислот, нефтяные смолы, асфальтены, карбены, карбоиды, высокодисперсные частички парафина и церезина, порфирины и металлопорфириновые комплексы, а также частички глины и минералов. Максимальная эмульгирующая способность зависит от свойств полярной гидрофильной части молекулы ПАВ и для мыла (стеаратов, олеатов и др.). Адсорбционные слои ПАВ на границе раздела жидких фаз являются одним из факторов устойчивости эмульсий. Между углеводородными определенно ориентированными радикалами молекул ПАВ в адсорбционном слое возникают гидрофобные взаимодействия. Эти взаимодействия способствуют устойчивости эмульсий. Кроме того, адсорбционные слои ПАВ могут изменять межфазовое поверхностное натяжение, образо-

вывать структуры и формировать структурно-механический барьер. Все эти факторы в совокупности могут препятствовать сближению капель и способствовать сохранению агрегативной устойчивости эмульсий.

Оборудование и реактивы

Установка для получения эмульсий, водяная баня, термометр, стеклянные стаканы объемом 150 мл, стеариновая кислота, пальмитиновая кислота, 10%-й водный раствор КОН.

Выполнение работы

1. В одном стакане приготовить масляную фазу (согласно варианту, представленному в таблице 7), расплавить на водяной бане и нагреть до температуры 70-75°C.

Таблица 7

Исходные данные для приготовления эмульсии

Номер варианта	Содержание компонентов масляной фазы, г.		Содержание компонентов водной фазы, мл.	
	Стеариновая кислота	Пальмитиновая кислота	10%-й раствор КОН	вода
1	10	10	10	70
2	5	10	8	77
3	10	5	7	82
4	5	5	6	84
5	10	-	6	84
6	-	10	5	85

2. В другом стакане приготовить водную фазу (согласно варианту) и нагреть на электрической плитке до температуры 70-75°C.

3. Приготовить эмульсию на перемешивающем устройстве согласно методике, описанной в разд. 2.4.

4. Отобрать в пробирку небольшое количество охлажденной эмульсии и наблюдать за ее устойчивостью. Определить фактор стабилизации полученной эмульсии. Написать возможное строение структурной единицы дисперсной фазы.

5. Аналогичным образом приготовить эмульсии по остальным вариантам.

Лабораторная работа №13. Определение эффективности деэмульгаторов методом всплывания нефти

Цель работы

Определение эффективности деэмульгатора, основанное на его способности разрушать пленку, образующуюся на границе раздела нефть - вода.

Оборудование и реактивы

Нефть; 2 % растворы ПАВ: мыла, олеиновой кислоты, и др.; пробирка с диаметром 5 мм и высотой 20 мм; стакан емкостью 20 - 30 мм; стеклянная палочка; секундомер.

Сущность работы

При добыче и переработке нефть дважды смешивается с водой, образуя эмульсии: при выходе с большой скоростью из скважины вместе с сопутствующей ей пластовой водой и в процессе обессоливания, то есть промывки пресной водой для удаления хлористых солей. В результате эффективного разрушения образующихся нефтяных эмульсий улучшаются свойства нефти и нефтепродуктов и увеличивается срок службы нефтеперерабатывающих установок, так как образование эмульсий при добыче нефти - основная причина больших потерь ее, удорожания ее транспортировки и подготовки к переработке.

Способы разрушения нефтяных эмульсий весьма разнообразны. Простейшие из них основаны на подогреве эмульсионной нефти или ее фильтрации; более сложные - на применении центробежной силы или электричества. Существуют также такие способы борьбы с нефтяными эмульсиями, которые основаны на прибавлении к последним различных химических веществ, разрушающих эмульсии, - *деэмульгаторов*. Действие этих веществ сводится к нарушению устойчивости тех пленок, которые разъединяют капельки воды от окружающей их нефти. По своей природе эти вещества могут быть подразделены на несколько основных групп:

- *электролиты* - различные кислоты (серная, соляная, уксусная), щелочи (едкий натр, известь) и их соли (поваренная соль, хлористый кальций, железный купорос, глауберова соль, хлорное железо, азотнокислое железо). В своем простейшем виде

применение электролитов для борьбы с эмульсиями заключается в том, что эмульсию заставляют проходить сквозь слой подогреваемой соленой воды;

- *неэлектролиты*. К этой группе веществ относится целый ряд органических соединений различного состава и строения: газолин, бензол, сероуглерод, четыреххлористый углерод, спирт, фенол, ацетон и многие другие. Эффективность их действия поразительна. Так, например, добавкой 0,1 - 0,3 % фенола удавалось разбить нефтяную эмульсию, которая сохранялась при нагревании даже под давлением; при 100 °С та же эмульсия разбивалась уже прибавлением всего лишь 0,01 % фенола;

- *коллоидные вещества*. К этой группе относят разнообразнейшие коллоиды: мелко раздробленные кремнезем и глины; натровые соли высокомолекулярных кислот, жирных и сульфокислот; крахмал, клей и альбумин; некоторые сложные составы, являющиеся отходами нефтепереработки. Физико - химические способы разрушения нефтяных эмульсий с помощью этих веществ характеризуются простотой и дешевизной применяемой аппаратуры, которое состоит из системы резервуаров, подающего насоса и отопительного устройства. Деэмульгирующее вещество смешивается с нефтяной эмульсией при требуемой температуре, после чего смесь оставляется в покое для разделения воды и нефти.

Выполнение работы

Стеклянную пробирку заполняют нефтью до края, устанавливают на подставку, которую помещают на дно стакана. Пробирки, в которых проводится определение, должны быть совершенно чистыми и обезжиренными, иначе часть нефти будет прилипать к их стенкам. В стакан осторожно (по стеклянной палочке) наливают 2 % раствор исследуемого ПАВ до метки на стакане. Метка должна быть на 3 - 5 мм выше уровня нефти в пробирке. Затем включают секундомер и определяют время, в течение которого вся нефть из пробирки всплывает на поверхность водного раствора.

Лабораторная работа №14. Определение непредельных углеводов в светлых нефтепродуктах

Цель работы

Определение содержания непредельных углеводов в нефтепродуктах методом иодного числа.

Сущность работы

Непредельные соединения в сырой нефти отсутствуют, они образуются в процессах переработки нефти. Непредельные углеводороды являются важнейшим сырьем для нефтехимического и основного органического синтеза.

Химический состав нефтепродуктов оказывает большое влияние на их эксплуатационно-технические свойства. Поэтому в технических условиях на бензины, моторные топлива нормируются показатели, характеризующие химический состав этих продуктов, а именно, непредельных углеводов.

Все методы определения количественного содержания непредельных углеводов в жидких углеводородных смесях основаны на реакциях присоединения различных веществ к этим углеводородам по месту двойной связи. В качестве реагентов применяются: серная кислота, окислы азота, водород, галогены или их производные и другие вещества. Наибольшее распространение нашли методы, основанные на реакциях присоединения иода или брома, в которых о «непредельности» вещества судят по иодным или бромным числам.

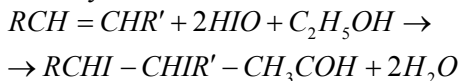
Иодным числом называют количество иода в граммах, присоединившееся к 100 г анализируемого продукта. В общем виде определение иодного числа заключается в проведении реакции иодирования с определенным количеством реагента и титрованием избытка иода тиосульфатом натрия. Одновременно в контрольном опыте оттитровывают такое же количество иода, какое взято для проведения основного опыта. По разности между количеством тиосульфата натрия, пошедшим на титрование в контрольном и целевом опытах, определяют количество вошедшего в реакцию иода.

Метод иодного числа основан на проведении реакции между спиртовым раствором иода и спиртовым раствором анализируемого

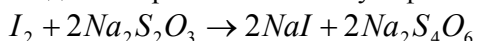
продукта в присутствии большого избытка воды. Иод реагирует с водой с образованием иодноватистой кислоты:



Образовавшаяся иодноватистая кислота вступает во взаимодействие с ненасыщенными соединениями быстрее, чем иод, присоединяясь по месту двойных связей:



Избыток иода оттитровывается тиосульфатом натрия:



Оборудование и реактивы

Бензин; этиловый спирт; 20 % спиртовой раствор йода; ацетон; 20 % раствор иодида калия; 0,1 н раствор тиосульфата натрия; 0,5 % раствор крахмала.

Выполнение работы

Навеску бензина в количестве 0,2 - 0,4 г отбирают в бюкс с притертой крышкой. Основные операции анализа проводят в конической колбе или склянке объемом 500 мл. Эти сосуды должны быть снабжены притертыми пробками.

В колбу наливают 15 мл спирта в качестве растворителя и вносят туда содержимое бюкса. Бюкс обмывают осторожными движениями спиртом, имеющимся в колбе.

К спиртовому раствору в колбе приливают 25 мл 20 % спиртового раствора иода и плотно закрывают колбу пробкой, предварительно смоченной раствором 20 % водным раствором иодистого калия, во избежание больших потерь иода. Колбу осторожно встряхивают. Затем добавляют 150 мл дистиллированной воды, снова закрывают пробкой, взбалтывают ее содержимое в течение 5 мин и выдерживают в покое еще 5 мин. После этого добавляют 1 - 2 мл крахмала и оттитровывают избыток иода тиосульфатом натрия до обесцвечивания раствора. Записывают полученные значения объема тиосульфата натрия V_j , пошедшее на титрование раствора.

Для проведения контрольного опыта в пустую колбу наливают 25 мл 20 % спиртового раствора иода, добавляют 150 мл

дистиллированной воды, 1 - 2 мл крахмала и титруют тиосульфатом натрия как в предыдущем целевом опыте. Записывают полученное значения объема тиосульфата натрия V , пошедшее на титрование раствора.

Обработка экспериментальных данных

1. Вычисляют иодное число по формуле:

$$x = \frac{(V - V_1)T \cdot 100}{G}$$

где V - объем тиосульфата натрия, ушедший на титрование в контрольном опыте, мл; V_1 - то же в целевом опыте, мл; T - титр раствора тиосульфата натрия, г иода; G - навеска бензина, г.

2. Находят содержание в % (по массе) непредельных углеводородов по формуле:

$$H = \frac{x \cdot M}{254}$$

где x - иодное число; M - молекулярная масса бензина (для бензина может быть принята 175); 254 - молекулярная масса иода.

Делают вывод о содержании непредельных соединений в бензине.

Лабораторная работа №15. Определение плотности нефти или нефтепродукта

Цель работы

определение плотности нефти пикнометрическим методом, приобретение навыков использования физикохимических экспериментальных методов измерения.

Оборудование

Весы аналитические; пикнометр; ареометр; пипетка; фильтр; нефть; бензин; керосин; ацетон.

Сущность работы

Плотность (удельный вес) - величина, определяемая как отношение массы вещества к занимаемому им объему. Единица плотности в Международной системе единиц (СИ) - килограмм на кубический метр ($кг \cdot м^{-3}$). Плотность является простейшей характеристикой, дающей возможность в совокупности с другими

константами ориентировочно судить о фракционном и химическом составе данной нефти. *Относительная плотность* - отношение плотности рассматриваемого вещества к плотности стандартного вещества (чаще всего воды при ~ 4 °С). Нефть и вода имеют различные коэффициенты расширения, поэтому при определении относительной плотности необходимо указывать температуры воды и нефти, при которых проводилось измерение.

В среднем относительная плотность нефти колеблется от 0,73 до 0,92, однако существуют нефти с плотностью, близкой к единице. Причина различия плотности у различных нефтей состоит в их составе и, прежде всего, в различии химической природы их углеводородной части. Так как углеводороды разных рядов при одинаковой сложности их состава заметно различаются между собой удельным весом, то преобладание в нефти того или иного углеводородного ряда отражается на плотности нефти в целом: нефть с содержанием углеводородов парафинового ряда будет легче нефти нафтенового типа; последние же - легче нефти, богатой ароматическими углеводородами.

В России плотность нефти и нефтепродуктов определяют при 20 °С и относят к плотности воды при 4 °С. Относительная плотность в этом случае обозначается p_4 . Определение плотности можно проводить при любой температуре, а затем вычислить значение p_4^{20} по формуле:

$$\rho_4^{20} = \rho_4^t + \gamma(t - 20),$$

где ρ_4^t - плотность нефти при температуре измерения; γ - коэффициент объемного расширения (его значения приводятся в справочнике); t - температура, при которой определялась плотность, °С.

В зависимости от требуемой степени точности плотность нефтей определяют ареометром (нефтеденсиметром) или пикнометром.

Пикнометрический метод основан на сравнении массы определенного объема испытуемого вещества с массой такого же объема воды при одинаковой температуре. При помощи пикнометра можно довольно точно определить объем и массу анализируемого вещества. Метод незаменим в тех случаях, когда имеется небольшое

количество исследуемого вещества. Анализ осуществим для любых нефтей и нефтепродуктов, включая твердые битумы.

Применение ареометров основано на законе Архимеда, согласно которому на тело, погруженное в жидкость, действует выталкивающая сила, направленная вертикально вверх и равная весу вытесненной жидкости в объеме погруженной части тела.

Выполнение работы

Промытый пикнометр объемом 10 см³ ополаскивают ацетоном и после высушивания взвешивают на аналитических весах (m_0 , г). При помощи пипетки наливают в пикнометр дистиллированную воду до метки и устанавливают его в водяную баню или термостат при 20 °С. Через 10 - 15 мин., когда уровень воды в пикнометре перестанет изменяться, избыток воды удаляют кусочком фильтровальной бумаги. Наполненный водой пикнометр тщательно вытирают, а затем взвешивают с точностью до 0,0002 г (m_x , г).

Затем в той же последовательности, начиная с промывки и сушки пикнометра, определяют в нем массу нефти или нефтепродукта (по указанию преподавателя) - m_2 , г.

Обработка экспериментальных данных

1. «Видимую плотность» ρ_{20}^{20} испытуемой нефти или нефтепродукта вычисляют по формуле:

$$\rho_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

2. Действительную плотность с учетом плотности воды и воздуха при 20 °С рассчитывают по формуле:

$$\rho_4^{20} = (0.99823 - 0.0012) \cdot \rho_{20}^{20} + 0.0012 = 0.99703 \cdot \rho_{20}^{20} + 0.0012,$$

где 0,99823 - плотность воды при 20 °С, г • мл⁻¹; 0,0012 - плотность воздуха при 20 °С и 0,1Мпа (760 ммрт.ст.).

3. Делают вывод исходя из значения плотности нефти о преимущественном содержании фракций в составе данной нефти.

Определение плотности ареометром

В стеклянный цилиндр, диаметр которого в два и более раз

больше диаметра поплавка ареометра, осторожно по стенке или по стеклянной палочке наливают испытуемый продукт, причем в таком количестве, чтобы при погружении в него ареометра, уровень жидкости не поднялся выше края цилиндра. Чистый и сухой ареометр берут за верхний конец и осторожно помещают в жидкость. После того, как ареометр установится и прекратятся его колебания, производят отчет по верхнему краю мениска. Глаз наблюдателя при этом должен находиться на уровне мениска. Одновременно с этим отмечают температуру нефтепродукта.

Примечание

1. Если плотность испытуемой нефти или нефтепродукта определяют не при 20 °С, то полученную так называемую видимую плотность пересчитывают по формуле (1.1). При этом значение температурной поправки u берется из прил.1.

2. Делают вывод исходя из значения плотности нефти о классе нефти (легкая, средняя, тяжелая и т.д.).

Библиографический список

1. Александров А.А., Мирошниченко Л.Г. Химия нефти и газа: методические указания к лабораторным работам по направлению подготовки «Химическая технология» / А.А.Александров, Л.Г.Мирошниченко, Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И.Платова. – Новочеркасск: ЮРГПУ(НПИ), 2017. – 27 с.
2. ГОСТ 32327-2013 «Нефтепродукты. Определение кислотного числа потенциометрическим титрованием»
3. ГОСТ 6356–75. Нефтепродукты. Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле. М. : «Изд-во стандартов», 2006.
4. ГОСТ 4333-87. Нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле. М. : «Изд-во стандартов», 1989
5. ГОСТ 2477-2014 «Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды»
6. ГОСТ 3900-85. Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности. М. : «Изд-во стандартов», 2000.
7. ГОСТ 33-2000. Нефтепродукты. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости. М. : «Изд-во стандартов», 2005.
8. ГОСТ 2177-99. Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава. М. : «Изд-во стандартов», 2001.
9. Дытнерский Ю.И. Процессы и аппараты химической технологии. М.: Химия, 2002. Т.2. -367 с. - ISBN 5-7245-1232.
10. Засовская М. А. Коллоидная химия: учеб. пособие для нефтегазовых вузов / М. А. Засовская, Р. П. Цивилёв. – Ухта : УГТУ, 2017. – 92 с. -ISBN 978-5-906991-46-1.
11. Калинин А. Г. Бурение нефтяных и газовых скважин: учебник для вузов / А. Г. Калинин. - М. : ЦентрЛитНефтеГаз, 2008. - 848 с. - ISBN 978-5- 902665-33-5.
12. Кирсанов, Ю. Г. Анализ нефти и нефтепродуктов : учеб.-метод. пособие / Ю. Г. Кирсанов, М. Г. Шишов, А. П. Коляева ; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал. федер.

ун-т. – Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2016. – 88 с. -ISBN 978-5-7996-1675-5.

13. Нефтяные дисперсные системы / З. И. Сюняев, Р. З. Сафиева, Р. З. Сюняев. М. : Химия, 1990.

14. Рыбак Б.М. Анализ нефти и нефтепродуктов. М.: Гостоптехиздат, 1962. – 888 с.

15. Рыбальченко Ю.М. Физико-химические методы исследования материалов, реагентов и углеводородных систем : методические указания к лабораторным работам / Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова. – Новочеркасск: ЮРГПУ(НПИ), 2015.- 22 с.

16. Рябов В. Д. Химия нефти и газа / В. Д. Рябов. М. : Техника, 2004. -288 с. -ISBN: 5-93969-023-8.

17. Хуснутдинов И.Ш. Определение содержания смолисто-асфальтовых веществ: Метод. указания / Казан. гос. технол. ун-т; Сост.: И.Ш. Хуснутдинов, С.В. Бухаров, И.Н. Гончарова. – Казань, 2006. – 44 с.

18. Эмелло Г.Г. Поверхностные явления и дисперсные системы: Метод. указания к лабораторным занятиям для студентов химико-технологических специальностей; Сост.: Г.Г.Эмелло, Л.Я.Крисько, Е.О.Богдан. - Минск, 2013. – 29 с.

Содержание

Введение	3
Лабораторная работа № 1. Определение кислотности нефтепродуктов методом потенциометрического титрования	6
Лабораторная работа № 2. Определение кинематической вязкости нефтепродуктов	10
Лабораторная работа № 3. Определение содержания солей хлоридов в нефти индикаторным титрованием	12
Лабораторная работа № 4. Определение содержания воды в нефти методом дина-старка	15
Лабораторная работа № 5. Определение асп в нефти по серноокислотному способу	18
Лабораторная работа № 6. Определение карбонильного числа	20
Лабораторная работа №7. Определение температуры вспышки и воспламенения нефтепродуктов	23
Лабораторная работа №8. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путём прямой перегонки и ректификации	25
Лабораторная работа № 9. Фракционирование нефтепродуктов на ректификационной колонке под атмосферным давлением	28
Лабораторная работа №10. Исследование пенообразования	32
Лабораторная работа 11. Получение пен методом встряхивания и определение их кратности	35
Лабораторная работа № 12. Получение эмульсии диспергационным методом на перемешивающем устройстве	36
Лабораторная работа №13. Определение эффективности деэмульгаторов методом всплывания нефти	39
Лабораторная работа №14. Определение непредельных углеводородов в светлых нефтепродуктах	41
Лабораторная работа №15.определение плотности нефти или нефтепродукта	43
Библиографический список	47

ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 21.03.01*

Сост.: *В.В. Сергеев, И.С. Фиалковский, И.Т. Жадовский.*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой
физической химии

Ответственный за выпуск *В.В. Сергеев*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 03.11.2020. Формат 60×84/16.
Усл. печ. л. 2,8. Усл.кр.-отт. 2,8. Уч.-изд.л. 2,5. Тираж 75 экз. Заказ 822.

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