

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
**«Владимирский государственный университет
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»
(ВлГУ)**

Институт прикладной математики, информатики, био- и нанотехнологий

Кафедра химических технологий

Пикалов Евгений Сергеевич

ОСНОВЫ НЕФТЕХИМИИ

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ
по дисциплине « Основы нефтехимии » для студентов ВлГУ,
обучающихся по направлению 18.03.02 – Энерго- и ресурсосберегающие процессы в
химической технологии нефтехимии и биотехнологии

Владимир – 2015 г.

Данные методические указания включают рекомендации по подготовке к выполнению и защите лабораторных работ по дисциплине «Основы нефтехимии», для студентов направления 18.03.02. «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии» ВлГУ.

Методические указания составлены на основе требований ФГОС ВО и ОПОП направления 18.03.02. «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии», рабочей программы дисциплины «Основы нефтехимии».

Рассмотрены и одобрены на
заседании УМК направления
18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы
в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии»
Протокол №9 от 01.04.2015 г.
Рукописный фонд кафедры ХТ ВлГУ

ОГЛАВЛЕНИЕ

Лабораторная работа 1. Определение плотности, кинематической вязкости и показателя преломления нефтепродуктов.....	4
Лабораторная работа 2. Определение содержания воды в нефтях и нефтепродуктах....	8
Лабораторная работа 3. Определение анилиновой точки.....	11
Лабораторная работа 4. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путем перегонки.....	14
Лабораторная работа 5. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путем ректификации.....	19

Лабораторная работа 1. Определение плотности, кинематической вязкости и показателя преломления нефтепродуктов

Цель выполнения лабораторной работы

1. Определить плотность, кинематическую вязкость и показатель преломления нефтепродукта;
2. Оценить качество нефтепродукта по определенным свойствам.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 2 – 3 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студентам не разрешается находиться в лаборатории. Работа начинается с изучения методических рекомендаций, устройства приборов и методики проведения экспериментов на них. Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Перед началом определения плотности при помощи термометра определяют температуру в аудитории. Затем берут пикнометр и промывают его последовательно хромовой смесью, дистиллированной водой, этиловым спиртом и сушат. Чистый и сухой пикнометр взвешивают. Затем с помощью пипетки наполняют пикнометр дистиллированной свежеекипяченной и охлажденной до комнатной температуры водой по верхнему краю мениска. Пикнометр с установленным уровнем воды тщательно вытирают снаружи и взвешивают.

Вычисляют водное число пикнометра:

$$m = m_2 - m_1,$$

где m_1 – масса пустого пикнометра, г; m_2 – масса пикнометра с водой, г.

Затем пикнометр вновь высушивают и при помощи пипетки наполняют заданным нефтепродуктом по верхнему краю мениска, тщательно вытирают и взвешивают.

Определяют «видимую» плотность нефтепродукта:

$$\rho' = \frac{m_3 - m}{m_1},$$

где m_3 – масса пикнометра с нефтепродуктом, г.

Пересчитывают «видимую» плотность на относительную:

$$\rho_4^{20} = 0.99703 \cdot \rho' + 0,0012 - \alpha,$$

где α – температурная поправка, определяемая по данным следующей таблицы:

ρ'	Поправка	ρ'	Поправка
0.6900—0.6999	0.0009	0.8500—0.8599	0.0013
0.7000—0.7099	0.0009	0.8600—0.8699	0.0014
0.7100—0.7199	0.0009	0.8700—0.8799	0.0014
0.7200—0.7299	0.0010	0.8800—0.8899	0.0014
0.7300—0.7399	0.0010	0.8900—0.8999	0.0015
0.7400—0.7499	0.0010	0.9000—0.9099	0.0015
0.7500—0.7599	0.0010	0.9100—0.9199	0.0015
0.7600—0.7699	0.0011	0.9200—0.9299	0.0015
0.7700—0.7799	0.0011	0.9300—0.9399	0.0016
0.7800—0.7899	0.0011	0.9400—0.9499	0.0016
0.7900—0.7999	0.0012	0.9500—0.9599	0.0016
0.8000—0.8099	0.0012	0.9600—0.9699	0.0017
0.8100—0.8199	0.0012	0.9700—0.9799	0.0017
0.8200—0.8299	0.0013	0.9800—0.9899	0.0017
0.8300—0.8399	0.0013	0.9900—1.0000	0.0018
0.8400—0.8499	0.0013		

Определение показателя преломления проводят по следующей методике:

Включают рефрактометр (см. рис. 1) в сеть и проверяют его рабочее состояние. В случае неисправности о ней сообщают преподавателю, и неисправность устраняется.

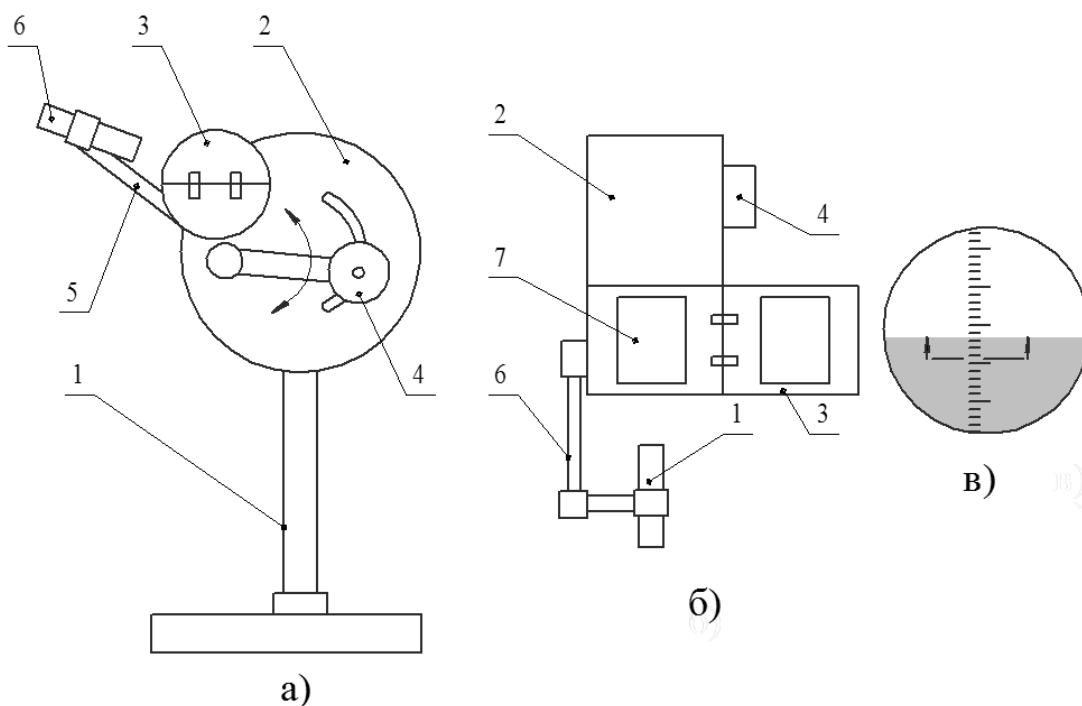


Рис. 1. Схема рефрактометра: а – общий вид; б – вид сверху; в – схема определения; 1 – основание; 2 – корпус; 3 – камера осветителя; 4 – окуляр; 5 – шарнирный держатель осветителя; 6 – осветитель; 7 – предметное стекло

Если рефрактометр исправен, то отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель анализируемого нефтепродукта, помещают их на предварительно протертое предметное стекло рефрактометра и направляют свет от осветлителя через специальное стекло камеры, называемое ширмой. После этого через окуляр наблюдают за распределением осветленного и затемненного пространств (см. рис. 2, в). Перемещая окуляр вверх или вниз (показано стрелками на рис. 2, а) совмещают две черты в окуляре с границей осветленного и затемненного пространств (показано стрелками на рис. 2, в). Записывают показания, соответствующие расположению черт окуляра на градуировочной шкале рефрактометра. После определения протирают предметное стекло ветошью, смоченной в спирте.

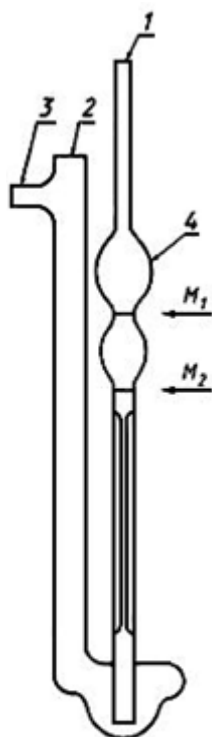


Рис. 2. Вискозиметр:
1, 2 - трубки;
3, 4 - расширения

Для определения кинематической вязкости используют вискозиметр (см. рис. 2). Чистый сухой вискозиметр заполняют нефтью (нефтепродуктом). Для этого в вискозиметр через воронку заливают точное количество нефтепродукта (отмеченное на вискозиметре). Снимают с внешней стороны конца колена 1 избыток нефти (нефтепродукта) и надевают на конец колена 2 резиновую трубку. Вискозиметр устанавливают в термостат (баню) так, чтобы расширение 3 было ниже уровня нефти (нефтепродукта). После выдержки в термостате не менее 15 мин засасывают нефть (нефтепродукт) в колено 2, примерно до 1/3 высоты расширения 3. Соединяют колено 2 с атмосферой и определяют время перемещения мениска нефти (нефтепродукта) от метки M_1 до M_2 (с погрешностью не более 0,2 с).

Если результаты трех последовательных измерений не отличаются более чем на 0,2 с, то вычисляют кинематическую как среднее арифметическое по формуле:

$$v = C \cdot \tau,$$

где C - постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}$; τ - среднее время истечения нефтепродукта в вискозиметре, с.

Затем вычисляют динамическую вязкость:

$$\mu = v \cdot \rho_4^{20}$$

Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Анализируемый нефтепродукт	Вариант	Анализируемый нефтепродукт
1	Бензин	4	Ацетилен
2	Керосин	5	Бензол
3	Этилен	6	Анилин

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. Какие нефтепродукты Вы знаете? Дайте каждому краткую характеристику.
2. Где применяют различные нефтепродукты?
3. Какой может быть плотность нефти и нефтепродуктов? От чего она зависит?
4. Что называют показателем преломления?
5. Каким бывает показатель преломления нефти и нефтепродуктов? От чего он зависит?
6. Какой бывает вязкость нефти? и нефтепродуктов? От чего это зависит?
7. На что влияют плотность, показатель преломления и вязкость нефти и нефтепродуктов?
8. Какими способами определяют плотность, показатель преломления и вязкость нефти и нефтепродуктов?

Список литературы

1. Дияров И.Н., Хамидуллин Р.Ф., Солодова Н.Л. Химия нефти: руководство к практическим и лабораторным занятиям - изд. 2-е, исп. и доп. - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 464 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214306.html>);
2. Медведева Ч.Б., Качалова Т.Н., Тагашева Р.Г. Прикладная химия: химия и технология подготовки нефти: учебное пособие – Казань: Издательство КНИТУ, 2012. – 81 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788212739.html>);

3. Ахмедьянова Р.А., Рахматуллина А.П., Романова Н.В. Технология нефтехимического синтеза: учебное пособие - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 100 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214948.html>);

4. Баженова О.К. и др. Геология и геохимия нефти и газа: учебник - 3-е изд., перераб. и доп. - М.: Издательство Московского университета, 2012. - 432 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785211053267.html>).

Лабораторная работа 2. Определение содержания воды в нефтях и нефтепродуктах

Цель выполнения лабораторной работы

1. Определить содержание воды в заданных нефти или нефтепродукте;
2. Оценить качество заданных нефти или нефтепродукта по соедржанию воды.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 2 – 3 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студентам не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней.

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Данная работа проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 3.

Перед началом работы проверяется устойчивость штатива и надежность крепления шлангов к холодильнику 2. Затем пробу нефти или нефтепродукта тщательно перемешивают встряхиванием в склянке в течении 5 мин. После этого отбирают из склянки при помощи пипетки и груши 30 мл и помещают в чистую и сухую круглодонную колбу 1. Затем при помощи той же пипетки и груши помещают в колбу бензин-растворитель (петролейный эфир) и перемешивают содержимое колбы встряхиванием. Для равномерного кипения перед началом нагревания в колбу бросают несколько кипелок.

Колбу при помощи шлифа присоединяют к отводной трубке 3 (насадке Дина –Старка), а к верхней части приемника-ловушки на шлифе присоединяют холодильник 2. Под отводной

трубкой 3 ставят пробоотборник. Пробоотборник и холодильник должны быть чистыми и сухими. Во избежание конденсации паров воды из воздуха верхний конец холодильника закрывают ватой.

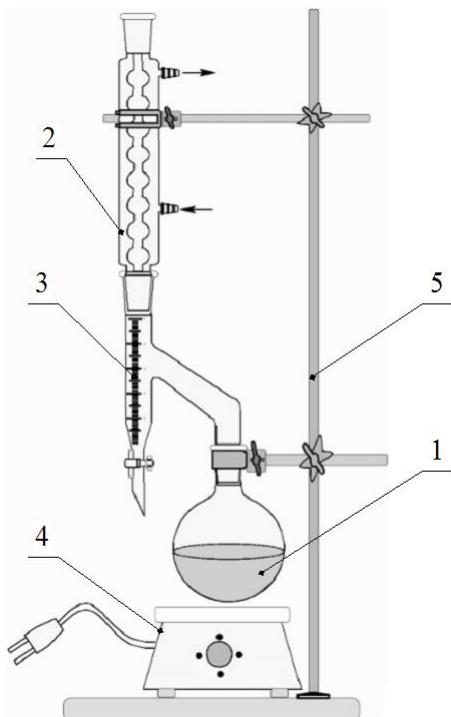


Рис. 3. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Определение содержания воды в нефтях и нефтепродуктах»:

- 1 – круглодонная колба;
- 2 – водяной холодильник;
- 3 – отводная трубка (насадка Дина – Старка);
- 4 – колбонагреватель;
- 5 – опорный штатив

После этого включают колбонагреватель и после начала конденсации паров выравнивают интенсивность нагрева таким образом, чтобы из трубки холодильника в пробоотборник падали 2—4 капли в секунду. Нагрев прекращают после того, как объем воды в пробоотборнике перестанет увеличиваться и верхний слой растворителя станет совершенно прозрачным. Продолжительность перегонки должна быть не менее 30 и не более 60 мин. Если на стенках трубки холодильника имеются капельки воды, то их сталкивают в пробоотборник стеклянной палочкой. После охлаждения испытуемого продукта до комнатной температуры прибор разбирают. Если количество воды в пробоотборнике не более 0,3 мл и растворитель мутный, то приемник помещают на 20-30 мин в горячую воду для осветления и снова охлаждают до комнатной температуры. После охлаждения определяют объем воды в пробоотборнике с точностью до одного верхнего деления.

Наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю. Объемную долю воды определяют по формуле:

$$X = \frac{V}{V_1} \cdot 100\% ,$$

где V - объем воды, собравшейся в пробоотборнике, мл; V_1 - объем нефти или нефтепродукта, взятый для испытания, мл.

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

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Анализируемый нефтепродукт	Вариант	Анализируемый нефтепродукт
1	Бензин	4	Ацетилен
2	Керосин	5	Бензол
3	Этилен	6	Анилин

Примечание: Преподаватель и лаборант перед началом занятия заранее добавляют в пробы с нефтепродуктами определенное количество воды, не называемое студентам

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. По каким причинам в нефти и нефтепродуктах может содержаться вода?
2. Каким может быть содержание воды в нефтях и нефтепродуктах? На что это влияет?
3. В каких формах может содержаться вода в нефтях и нефтепродуктах? От чего это зависит?
4. Какие виды водонефтяных эмульсий Вы знаете? Дайте им краткую характеристику.
5. Какие качественные методы определения воды в нефтях и нефтепродуктах Вы знаете? На чем они основаны?
6. Какие количественные методы определения воды в нефтях и нефтепродуктах Вы знаете? На чем они основаны?
7. В чем преимущества применения метода Дина – Старка для определения содержания воды в нефтях и нефтепродуктах?

8. Какими способами снижают содержание воды в нефтях и нефтепродуктах?

Список литературы

1. Дияров И.Н., Хамидуллин Р.Ф., Солодова Н.Л. Химия нефти: руководство к практическим и лабораторным занятиям - изд. 2-е, исп. и доп. - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 464 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214306.html>);
2. Медведева Ч.Б., Качалова Т.Н., Тагашева Р.Г. Прикладная химия: химия и технология подготовки нефти: учебное пособие – Казань: Издательство КНИТУ, 2012. – 81 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788212739.html>);
3. Ахмедьянова Р.А., Рахматуллина А.П., Романова Н.В. Технология нефтехимического синтеза: учебное пособие - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 100 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214948.html>);
4. Баженова О.К. и др. Геология и геохимия нефти и газа: учебник - 3-е изд., перераб. и доп. - М.: Издательство Московского университета, 2012. - 432 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785211053267.html>).

Лабораторная работа 3. Определение анилиновой точки

Цель выполнения лабораторной работы

1. Определить анилиновую точки исследуемых нефти или нефтепродукта;
2. Оценить состав исследуемых нефти или нефтепродукта по значению анилиновой точки.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 3 – 4 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студенты не разрешается находится в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней.

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Данная работа проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 4.

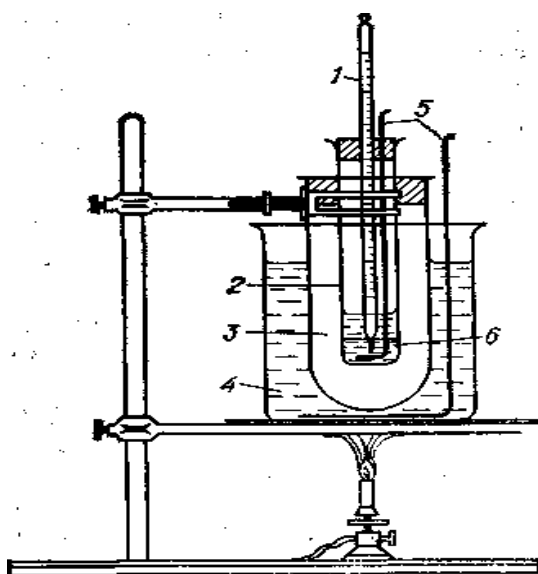


Рис. 4. Прибор для определения анилиновой точки:

- 1 - термометр,
- 2 - пробирка,
- 3 - муфта,
- 4 - водяная баня,
- 5 - мешалка,
- 6 - смесь анилина с исследуемой фракцией

Определение проводят двумя методами:

По методу равных объемов в чистую и сухую пробирку 2 помещают по 2 мл анилина и анализируемого нефтепродукта, плотно закрывают пробкой со вставленным в нее термометром 1 и мешалкой 5 и укрепляют в муфте 3, погруженной в водяную баню 4. Нефтепродукт и анилин берут с помощью пипеток вместимостью 2 мл. Термометр помещают так, чтобы середина ртутного шарика находилась на уровне линии раздела слоев анилина и продукта. Температуру водяной бани медленно повышают, при этом непрерывно перемешивают мешалкой продукт с анилином. Отмечают температуру полного смешения жидкостей (при этом раствор становится прозрачным), прекращают нагревание и дают воде медленно остыть. Когда в пробирке 2 появляется муть, что свидетельствует о начале разделения фаз, снова начинают перемешивать раствор мешалкой. Вначале при перемешивании муть исчезает, но затем наступает момент неисчезающего помутнения. За анилиновую точку принимают наивысшую температуру, при которой муть при перемешивании не исчезает. Температуры полного смешения и помутнения не должны расходиться более чем на $0,1^{\circ}\text{C}$. Определение анилиновой точки повторяют с новым образцом исследуемой фракции. Расхождение анилиновых точек в параллельных опытах не должно превышать $0,2^{\circ}\text{C}$.

По методу максимальной анилиновой точки (истинной критической температуры растворения в анилине). В пробирку 2 помещают 2 мл исследуемой фракции, 1,6 мл анилина и определяют температуру полного растворения, как описано выше. После этого к смеси добавляют еще 0,2 мл анилина и снова определяют температуру растворения. Обычно она бывает выше, чем при первом определении. Анилин прибавляют по 0,2 мл до тех пор, пока после

некоторого максимума температуры растворения не наметится ее снижение. Максимальную анилиновую точку фиксируют; она соответствует истинной критической температуре растворения исследуемого продукта в анилине. При наличии достаточного количества вещества для каждого определения следует брать новые порции нефтепродукта и анилина.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Анализируемый нефтепродукт	Вариант	Анализируемый нефтепродукт
1	Бензин	4	Ацетилен
2	Керосин	5	Бензол
3	Этилен	6	Анилин

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. Из каких соединений состоят нефти и нефтепродукты? На что это влияет?
2. Какими методами определяют групповой состав нефтей?
3. Содержание каких углеводородов нефтей и нефтепродуктов определяют анилиновым методом?
4. Что называют анилиновой точкой?
5. Какими методами определяют анилиновые точки нефтей и нефтепродуктов?
6. Что называют максимальной критической температурой растворения в анилине?
7. Какие значения анилиновых точек характерны для основных углеводородов нефтей и нефтепродуктов?
8. От каких свойств углеводородов зависит величина анилиновой точки?

Список литературы

1. Дияров И.Н., Хамидуллин Р.Ф., Солодова Н.Л. Химия нефти: руководство к практическим и лабораторным занятиям - изд. 2-е, исп. и доп. - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 464 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214306.html>);
2. Медведева Ч.Б., Качалова Т.Н., Тагашева Р.Г. Прикладная химия: химия и технология подготовки нефти: учебное пособие – Казань: Издательство КНИТУ, 2012. – 81 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788212739.html>);
3. Ахмедьянова Р.А., Рахматуллина А.П., Романова Н.В. Технология нефтехимического синтеза: учебное пособие - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 100 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214948.html>);
4. Баженова О.К. и др. Геология и геохимия нефти и газа: учебник - 3-е изд., перераб. и доп. - М.: Издательство Московского университета, 2012. - 432 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785211053267.html>).

Лабораторная работа 4. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путем перегонки

Цель выполнения лабораторной работы

1. Изучить содержание заданной фракции в нефти или нефтепродукте при помощи дробной перегонки;
2. Определить концентрацию легколетучего компонента во фракциях, полученных в разных температурных интервалах и в кубовом остатке.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 3 – 4 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студенты не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя следующую таблицу:

Время от начала эксперимента, с	Температура в кубе, °С	Пробоотборники		Масса дистиллята, г		Показатель преломления	Доля легколетучего компонента	
		№	масса пустого, г	масса с дистиллятом, г	в пробоотборнике		суммарная	В пробоотборнике
		1						
		...						

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Данная работа проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 5.

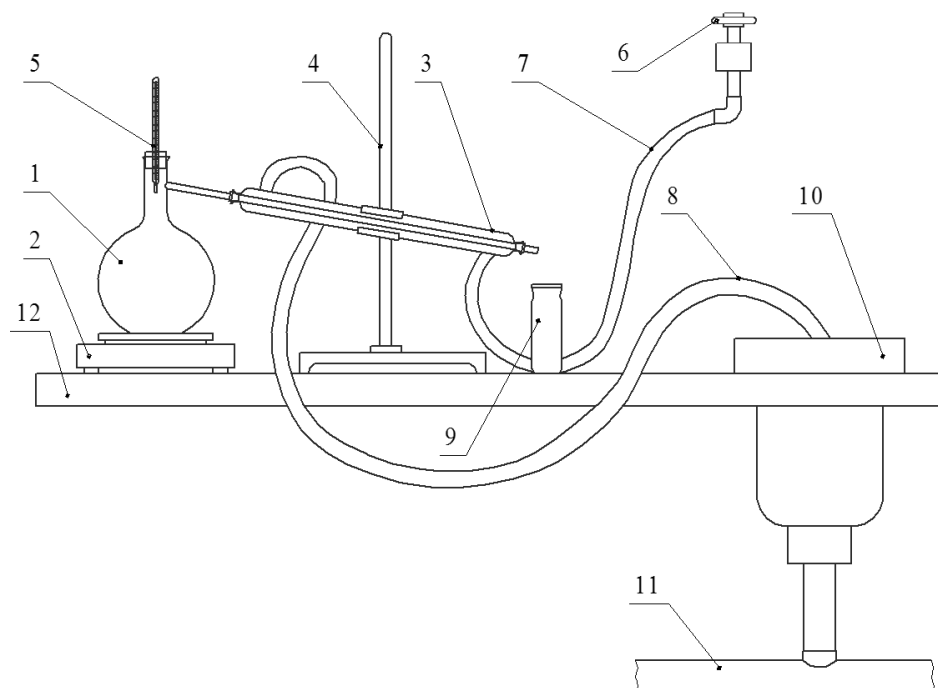


Рис. 5. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путем перегонки»: 1 – перегонный куб; 2 – колбонагреватель; 3 – водяной холодильник; 4 – штатив; 5 – термометр; 6 – вентиль; 7 – подводный шланг; 8 – сливной шланг; 9 – пробоотборник; 10 – слив; 11 – канализация; 12 – лабораторный стол

В начале работы студентам выдается емкость с пробой нефти или нефтепродукта – по заданию преподавателя. Пробу заливают в перегонный куб 1. Включают рефрактометр (см. рис. 1) в сеть и проверяют его рабочее состояние. В случае неисправности о ней сообщают преподавателю, и неисправность устраняется.

Если рефрактометр исправен, то отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель из куба и помещают их на предметное стекло рефрактометра (см. рис. 1, б).

Перед началом эксперимента проверяют чистоту пробоотборников 9 и в случае, если они грязные заменяют их. Чистые пробоотборники 9 взвешивают и записывают результат. Также проверяют, чтобы конец сливного шланга 8 находился в сливе, проверяют надежность крепления шлангов. Под выходной конец трубки перегонного куба 1 ставят первый пробоотборник 9.

После этого перегонный куб 1 помещается на колбонагреватель 2 и включается нагрев. В это же время при помощи вентиля 6 начинают подачу воды в холодильник 3. подача воды контролируется преподавателем. В случае обнаружения течи о ней сообщается преподавателю, и течь устраняется.

После этого ждут начала закипания смеси и отмечают эту температуру. Затем нагревают смесь до заданной температуры и ждут появления дистиллята в выходной трубке перегонного куба 1.

Когда дистиллят начинает капать в первый пробоотборник 9 запускают секундомер и записывают показания термометра 5. Затем термометр 5 извлекают и отбирают из куба несколько капель при помощи пипетки и груши, помещают отобранные капли на стекло рефрактометра (см. рис. 1, б) и определяют показатель преломления по указанной выше методике. После отбора пробы кубового остатка термометр 5 вновь помещают в перегонный куб 1.

После заполнения пробоотборника дистиллятом до заданного преподавателем объема он заменяется на следующий пробоотборник и т.д.

Когда температура в кубе достигнет заданного значения записывают время от начала эксперимента, температуру в кубе и вновь отбирают пробу из куба 1 для определения показателя преломления. При этом заменяют пробоотборник вне зависимости от степени заполнения.

После заполнения пяти пробоотборников дистиллятом с температурой испарения равной или выше заданной под выходную трубку перегонного куба 1 ставят пробоотборник для сбора остатков дистиллята, колбонагреватель выключают и ожидают завершения испарения в перегонном кубе 1. После этого ждут еще 10 – 15 минут, пока все пары не сконденсируются и выключают подачу воды в холодильник 3, перекрывая вентиль 6.

Затем взвешивают пробоотборники с дистиллятом, поочередно отбирают из каждого при помощи пипетки и груши несколько капель и помещают их на предметное стекло рефрактометра. Определяют показатель преломления для каждой пробы дистиллята.

Сливают дистиллят и его остатки в отдельную емкость и отдают ее преподавателю, наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Затем приступают к обработке результатов эксперимента по следующей методике:

1. Рассчитывают суммарное количество дистиллята ΣD путем сложения масс дистиллята в пробоотборниках. Таким образом для первого пробоотборника суммарная масса будет равна массе дистиллята в нем; для второго пробоотборника суммируют массу дистиллята в первом и втором пробоотборниках и т.д. Отдельно считают дистиллят, полученный до и после достижения заданной температуры.

2. Рассчитывают концентрацию легколетучего компонента в пробах дистиллята x_D и кубового остатка x_W по измеренным показателям преломления n_D^{20} и данным таблицы:

x, масс %	n_D^{20}	x, масс %	n_D^{20}	x, масс %	n_D^{20}
0	1,33297	40	1,35800	85	1,36471
5	1,33616	50	1,36117	90	1,36419
10	1,33962	60	1,36328	95	1,36310
15	1,34326	70	1,36455	100	1,36130
20	1,34695	75	1,36482		
30	1,35349	80	1,36589		

Для этого применяют формулу линейного интерполирования:

$$x = x_1 + \frac{x_2 - x_1}{n_D^{20} - n_D^{20_1}} (n_D^{20} - n_D^{20_1}),$$

где $n_D^{20_1}$ – значение показателя преломления, ближайшее меньшее к измеренному; $n_D^{20_2}$ – значение показателя преломления, ближайшее большее к измеренному; n_D^{20} – измеренное значение показателя преломления; x_1, x_2 – значения концентрации легколетучего компонента при показателях преломления $n_D^{20_1}, n_D^{20_2}$.

3. Строят графики следующих зависимостей: $x_D = f(\Sigma D)$, $x_W = f(\Sigma D)$, $t = f(\Sigma D)$. На графиках отмечают точку, соответствующую достижению заданной температуры.

4. Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Температура отгона, °С	Степень заполнения пробоотборников	Вариант	Температура отгона, °С	Степень заполнения пробоотборников
1	140	наполовину	4	140	целиком
2	180	целиком	5	180	наполовину
3	220	наполовину	6	220	целиком

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. На чем основано разделение нефтей и нефтепродуктов перегонкой?
2. Какие светлые фракции входят в состав нефтей и нефтепродуктов? В каких температурных интервалах они отгоняются?
3. Для чего применяют светлые фракции нефтей и нефтепродуктов?
4. Какие темные фракции входят в состав нефтей и нефтепродуктов? В каких температурных интервалах они отгоняются?
5. Для чего применяют темные фракции нефтей и нефтепродуктов?
6. Как формулируются законы Рауля и Дальтона?
7. Как влияет давление на процесс фракционирования перегонкой?
8. Как строят фазовые диаграммы и диаграммы равновесия? Для чего они нужны?

Список литературы

1. Дияров И.Н., Хамидуллин Р.Ф., Солодова Н.Л. Химия нефти: руководство к практическим и лабораторным занятиям - изд. 2-е, исп. и доп. - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 464 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214306.html>);

2. Медведева Ч.Б., Качалова Т.Н., Тагашева Р.Г. Прикладная химия: химия и технология подготовки нефти: учебное пособие – Казань: Издательство КНИТУ, 2012. – 81 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788212739.html>);

3. Ахмедьянова Р.А., Рахматуллина А.П., Романова Н.В. Технология нефтехимического синтеза: учебное пособие - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 100 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214948.html>);

4. Зарифьянова М.З., Пучкова Т.Л., Шарифуллин А.В. Химия и технология вторичных процессов переработки нефти: учебное пособие – Казань: Издательство КНИТУ, 2015. – 156 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788217550.html>).

Лабораторная работа 5. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов путем ректификации

Цель выполнения лабораторной работы

1. Изучить содержание заданной фракции в нефти или нефтепродукте при помощи ректификации;
2. Определить концентрацию легколетучего компонента во фракциях, полученных в разных температурных интервалах и в кубовом остатке.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа выполняется группой из 3 – 4 студентов. Перед началом работы студенты должны усвоить технику безопасности, изложенную в инструкциях, находящихся в лаборатории, и соблюдать требования этих инструкций во время нахождения в лаборатории. В ином случае студенты не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций, конструкции лабораторной установки и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя следующую таблицу:

Время от начала эксперимента, с	№ пробы	Температура, °С		Расход, кап		R	n _D ²⁰		Доля легколетучего компонента	
		В кубе	В верхней части колонны	D	L		В кубе	В дистилляте	В кубе	В дистилляте

Примечание: пояснения к обозначениям даны в методике обработки результатов эксперимента

Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущем занятия. В случае готовности к выполнению студенты получают задание от преподавателя в соответствии с вариантами, указанными в данных методических рекомендациях. В ином случае студенты не допускаются к выполнению работы.

Данная работы проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 6.

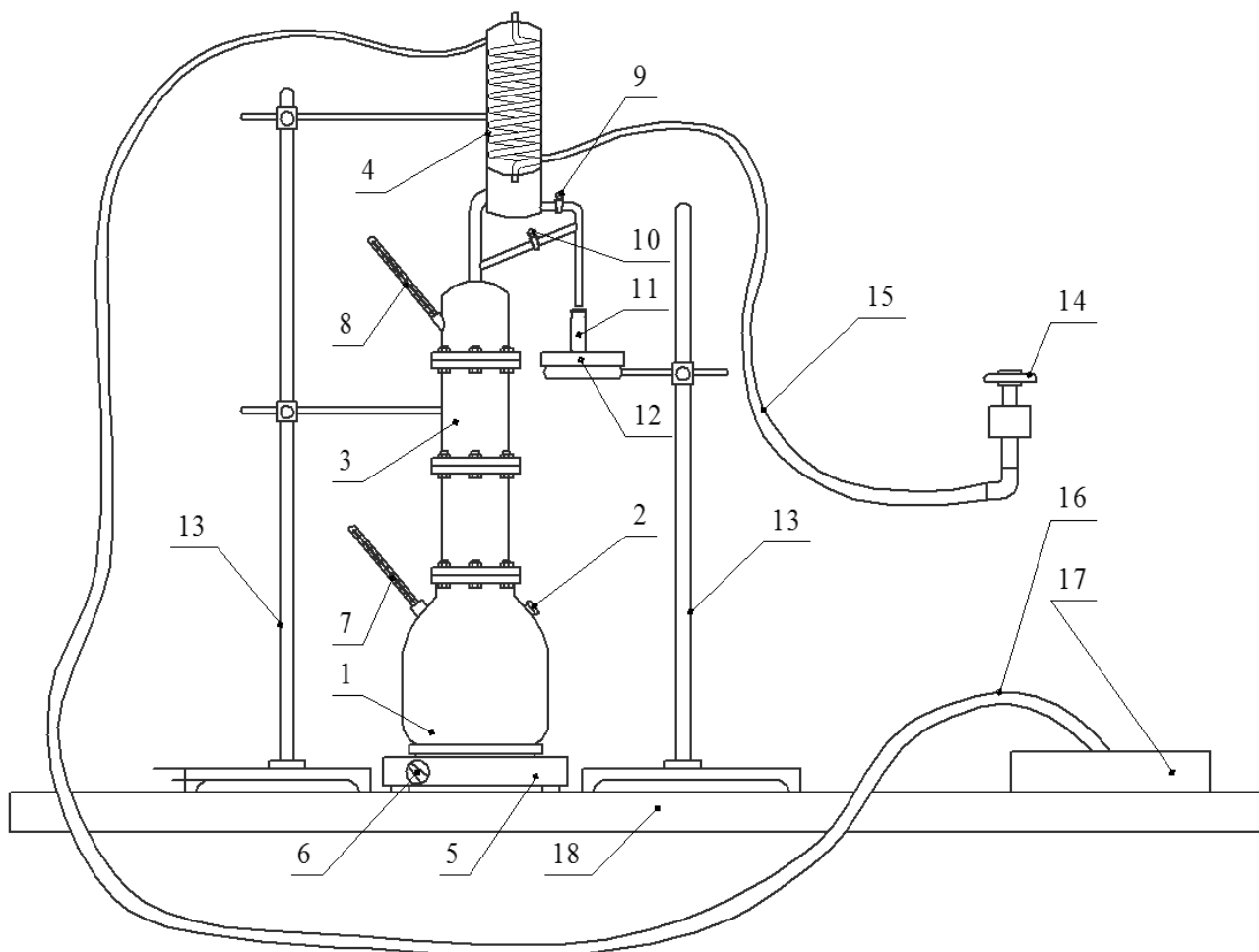


Рис. 6. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Исследование ректификации бинарных смесей»: 1 – перегонный куб; 2 – патрубок; 3 – тарельчатая часть колонны; 4 – холодильник-дефлегматор; 5 – электроплитка; 6 – регулятор нагрева; 7,8 – термометры; 9,10, 14 – вентили; 11 – пробоотборник; 12 – платформа; 13 – штативы; 15 – подводящий шланг; 16 – сливной шланг; 17 – слив; 18 – лабораторный стол

В начале работы студентам выдается емкость с пробой нефти или нефтепродукта – по заданию преподавателя. Проба заливается в перегонный куб 1 через патрубок 2. Включают

рефрактометр (см. рис. 1) в сеть и проверяют его рабочее состояние. В случае неисправности о ней сообщают преподавателю, и неисправность устраняется.

Если рефрактометр исправен, то отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель из перегонного куба, помещают их на предметное стекло рефрактометра (см. рис. 1, б) и определяют показатель преломления по методике, изложенной в методических рекомендациях к первой работе.

Перед началом ректификации проверяют чистоту пробоотборников 11 и в случае, если они грязные заменяют их. Затем один из пробоотборников 11 ставят на платформу 11 таким образом, чтобы он располагался точно под сливной трубкой холодильника-дефлегматора 4.

Также проверяют, чтобы конец сливного шланга 16 находился в сливе 17, проверяют надежность крепления шлангов, устойчивость и надежность крепления штативов 13.

После этого включают электроплитку 5 в сеть и регулятором 6 выставляют интенсивность нагрева на максимум. Для более быстрого и эффективного нагрева накрывают куб 1 асбестовой тканью. В это же время при помощи вентиля 14 начинают подачу воды в холодильник-дефлегматор 4. Подача воды контролируется преподавателем. В случае обнаружения течи о ней сообщается преподавателю, и течь устраняется.

После этого ждут появления первых капель дистиллята на дне холодильника-нагревателя и переводят вентили 9 и 10 в положение «открыто».

Когда дистиллят начинает капать в первый пробоотборник 11 запускают секундомер и записывают температуру в кубе по термометру 7 и в верхней части колонны по термометру 8. Затем термометр 7 извлекают и отбирают из куба несколько капель при помощи пипетки и груши, помещают отобранные капли на стекло рефрактометра (см. рис. 1, б) и определяют показатель преломления по указанной выше методике. После отбора пробы кубового остатка термометр 7 вновь помещают в куб 1. После этого выбирают студента, который будет считать капли, попадающие из холодильника-дефлегматора 4 обратно в колонну (L), студента, который будет считать капли, попадающие из холодильника-дефлегматора 4 в пробоотборник 11, а третий студент засекает 30 с, в течении которых двое первых студентов считают капли.

После заполнения пробоотборника 11 дистиллятом до заданного преподавателем объема он заменяется на следующий пробоотборник. Последующие пробоотборники заполняются без измерений до достижения в кубе заданной температуры отгона. По достижении заданной температуры записывают время от начала эксперимента, показания термометров 7 и 8 и снижают интенсивность нагрева при помощи регулятора 6 до средних значений, а также заменяют пробоотборник вне зависимости от степени заполнения. Поставленный пробоотборник считают за дистиллят начала процесса отгонки заданной фракции.

Затем вновь отбирается проба из куба 1 для определения показателя преломления и считается количество капель L и D. Два следующих пробоотборника заполняются без проведения измерений.

После постановки на платформу 12 четвертого от начала отгона пробоотборника записывается время от начала эксперимента, показания термометров 7 и 8, а затем вновь отбирается проба из куба 1 для определения показателя преломления и считается количество капель L и D. Выполненные измерения относят к середине процесса.

Аналогично заполняют два пробоотборника без измерения и проводят измерения при заполнении седьмого пробоотборника и относят измерения к концу процесса.

После заполнения семи пробоотборников дистиллятом под выходную трубку холодильника дефлегматора ставят пробоотборник для сбора остатков дистиллята, электроплитку выключают и ожидают завершения подачи дистиллята. При необходимости заменяют заполнившийся пробоотборник следующим. После этого ждут еще 10 – 15 минут, пока все пары не сконденсируются и выключают подачу воды в холодильник-дефлегматор 4, перекрывая вентиль 14.

Затем из контрольных пробоотборников (№ 1, 4, 7) отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель и помещают их на предметное стекло рефрактометра. Определяют показатель преломления для каждой пробы дистиллята.

Сливают дистиллят и его остатки из всех пробоотборников в отдельную емкость и отдают ее преподавателю, наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Затем приступают к обработке результатов эксперимента по следующей методике:

1. Рассчитывают содержание легколетучего компонента до начала отгона, а также для начала, середины и конца процесса в пробах дистиллята x_D и кубового остатка x_W по измеренным показателям преломления n_D^{20} и данным таблицы:

x, масс %	n_D^{20}	x, масс %	n_D^{20}	x, масс %	n_D^{20}
0	1,33297	40	1,35800	85	1,36471
5	1,33616	50	1,36117	90	1,36419
10	1,33962	60	1,36328	95	1,36310
15	1,34326	70	1,36455	100	1,36130
20	1,34695	75	1,36482		
30	1,35349	80	1,36589		

Для этого применяют формулу линейного интерполирования:

$$x_a = x_1 + \frac{x_2 - x_1}{n_D^{20} - n_D^{20} } (n_D^{20} - n_D^{20}),$$

где $n_D^{20_1}$ – значение показателя преломления, ближайшее меньшее к измеренному; $n_D^{20_2}$ – значение показателя преломления, ближайшее большее к измеренному; n_D^{20} – измеренное значение показателя преломления; x_1, x_2 – значения концентрации легколетучего компонента при показателях преломления $n_D^{20_1}, n_D^{20_2}$.

2. Пересчитывают массовые проценты легколетучего компонента в мольные до начала отгона, для начала, середины и конца процесса:

$$x_M = \frac{\frac{x_a}{M_a}}{\frac{x_a}{M_a} + \frac{100 - x_a}{M_b}},$$

где M_a – мольная масса легколетучего компонента, равная 46 г/моль; M_b – мольная масса высококипящего компонента, равная 18 г/моль.

3. Рассчитывают флегмовое число до начала отгона, для начала, середины и конца процесса:

$$R = \frac{L}{D},$$

где L – количество капель флегмы, которые при подсчете попали обратно в колонну, кап; D – количество капель флегмы, которые при подсчете попали в пробоотборник, кап;

4. Выводят уравнение рабочей линии для верхней части колонны до начала отгона, для начала, середины и конца процесса на основании следующего уравнения:

$$y = \frac{R}{R+1} \cdot x + \frac{x_D}{R+1} = A \cdot x + B$$

5. Строят на отдельных листах четыре диаграммы равновесия исследуемой системы на основании данных таблицы:

x_M , мол. %	y_M , мол. %	t , °C	x_M , мол. %	y_M , мол. %	t , °C
0,00	0,00	100,0	20,6	53,0	83,4
1.18	11,3	96,9	25,5	55,2	82,3
2.22	18,6	94,8	32,1	58,6	81,4
3.02	23,1	93,5	34,5	59,1	81,2
3.31	24,8	92,9	40,5	61,4	80,9
5.19	31,8	90,5	44,9	63,3	80,2
5.30	31,4	90,5	50,6	66,1	80,0
6.25	33,9	89,4	54,5	67,3	79,5
7.15	36,2	88,6	66,3	73,3	78,8
8.71	40,6	87,2	73,5	77,6	78,5

x_M , мол. %	y_M , мол. %	t , °C	x_M , мол. %	y_M , мол. %	t , °C
12.6	46,8	85,4	80,4	81,5	78,4
14.3	48,4	84,5	91,7	90,6	78,3
17.2	50,5	84,0	100,0	100,0	78,3

6. На первой диаграмме строят линию рабочих концентраций для периода до начала отгона по следующей методике (см. рис. 7):

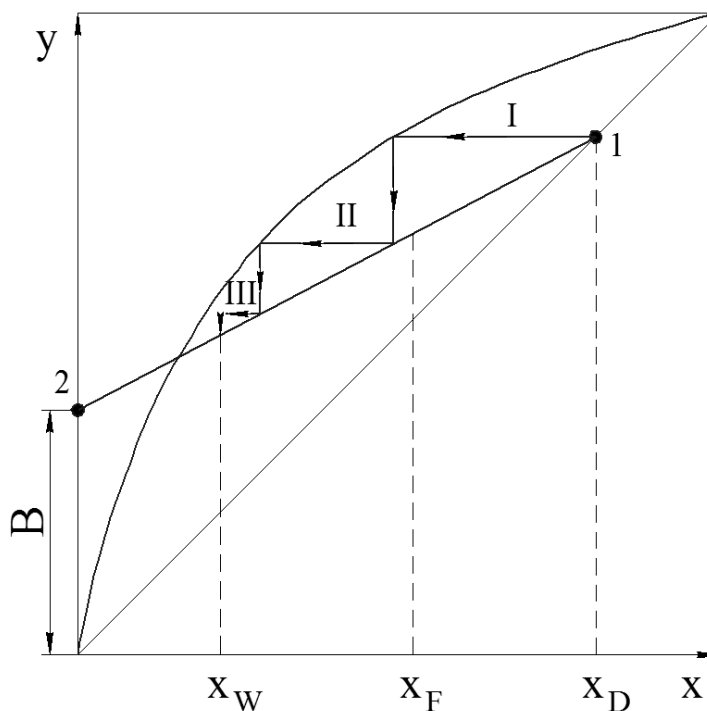


Рис. 7. Построения на диаграмме равновесия

Отмечают на горизонтальной оси содержание легколетучего компонента в исходной смеси, в дистилляте и в кубовом остатке. Затем из точки, соответствующей x_D , проводят линию до пересечения с диагональю и получают точку 1. На вертикальной оси отмечают отрезок, соответствующий значению величины B из уравнения рабочей линии и получают точку 2. Через точки 1 и 2 проводят линию – это и будет линия рабочих концентраций.

7. Определяют число теоретических ступеней изменения концентраций по фазовой диаграмме для начала процесса (см. рис. 7). Для этого из точки один проводят линию до пересечения с линией равновесия, от точки пересечения ведут линию вниз до пересечения с линией рабочих концентраций, затем вновь ведут линию до линии равновесия. Так ведут линию, пока она не пересечет перпендикуляр, проведенный из точки, соответствующей x_W . Эти построения показаны на рис. 7 стрелками. Затем считают количество получившихся ступенек (равно 3 для

рис. 7) – при этом ступеньки до перпендикуляра, соответствующего x_F , относят к верхней части колонны, а после – к нижней части.

8. Аналогичным образом проводят построения и определяют число теоретических ступеней изменения концентрации для начала, середины и конца процесса.

9. Делают выводы по проделанной работе, оформляют отчет и готовятся к защите на следующем занятии.

Варианты индивидуальных или групповых заданий

Для выполнения данной работы преподаватель может задать следующие варианты исходных значений:

Вариант	Температура отгона, °С	Степень заполнения пробоотборников	Вариант	Температура отгона, °С	Степень заполнения пробоотборников
1	140	наполовину	4	140	целиком
2	180	целиком	5	180	наполовину
3	220	наполовину	6	220	целиком

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет должен включать в себя следующие элементы:

1. Титульный лист;
2. Цель работы;
3. Краткая теория;
4. Описание лабораторной установки с рисунком;
5. Описание методики проведения эксперимента;
6. Экспериментальные данные и их обработка;
7. Выводы по проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. На чем основано разделение жидких смесей ректификацией? Как она проводится?
2. Какие виды ректификации применяют при фракционировании нефти и нефтепродуктов? В каких случаях эти виды применяются?
3. В чем отличие простой перегонки от ректификации?
4. Что называют дефлегмацией, как и для каких целей она проводится?
5. Что называют флегмовым числом, как оно определяется?
6. Что называют уравнениями рабочих линий, что они характеризуют?

7. Как определяют число теоретических ступеней изменения концентраций?
8. Какие факторы определяют параметры ректификации и равновесие при проведении этого процесса?

Список литературы

1. Дияров И.Н., Хамидуллин Р.Ф., Солодова Н.Л. Химия нефти: руководство к практическим и лабораторным занятиям - изд. 2-е, исп. и доп. - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 464 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214306.html>);
2. Медведева Ч.Б., Качалова Т.Н., Тагашева Р.Г. Прикладная химия: химия и технология подготовки нефти: учебное пособие – Казань: Издательство КНИТУ, 2012. – 81 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788212739.html>);
3. Ахмедьянова Р.А., Рахматуллина А.П., Романова Н.В. Технология нефтехимического синтеза: учебное пособие - Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. - 100 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788214948.html>);
4. Зарифьянова М.З., Пучкова Т.Л., Шарифуллин А.В. Химия и технология вторичных процессов переработки нефти: учебное пособие – Казань: Издательство КНИТУ, 2015. – 156 с (доступ по интернет-ссылке <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785788217550.html>).