

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 НЕФТЕДОБЫЧИ И НЕФТЕПЕРЕРАБОТКИ

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ
по дисциплине «Основы нефтедобычи и нефтепереработки» 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 нефтедобычи и нефтепереработки», 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 нефтедобычи и нефтепереработки».

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. Разделение нефтей и нефтепродуктов простой перегонкой.....	4
Лабораторная работа 2. Разделение нефтей и нефтепродуктов ректификацией.....	9
Лабораторная работа 3. Разделение нефтей и нефтепродуктов методом адсорбции.....	16
Лабораторная работа 4. Разделение нефтей и нефтепродуктов методом жидкостно-адсорбционной хроматографии.....	19
Лабораторная работа 5. Дезэмульсация водонефтяных эмульсий.....	22

Лабораторная работа 1. Разделение нефтей и нефтепродуктов простой перегонкой

Цель выполнения лабораторной работы

1. Провести простую перегонку заданных нефти или нефтепродукта;
2. Определить фракционный состав заданных нефти или нефтепродукта.

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 студентам 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	Сборник фракции				Показатель преломления	Доля легколетучего компонента	
		№	масса пустаго, г	масса с дистиллятом, г	масса дистиллята, г		мас-совая доля	В пробирке
		1						
		2						
		...						

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 студентам не допускаются к выполнению работы.

Данная работа проводится на лабораторной установке, схема которой представлена на рис. 1.

Перед началом работы проба с заданными нефтью или нефтепродуктом заливается в перегонный куб 1. Затем включают рефрактометр (см. рис. 2) 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 исходного раствора и помещают их на предметное стекло рефрактометра (см. рис. 2, б).

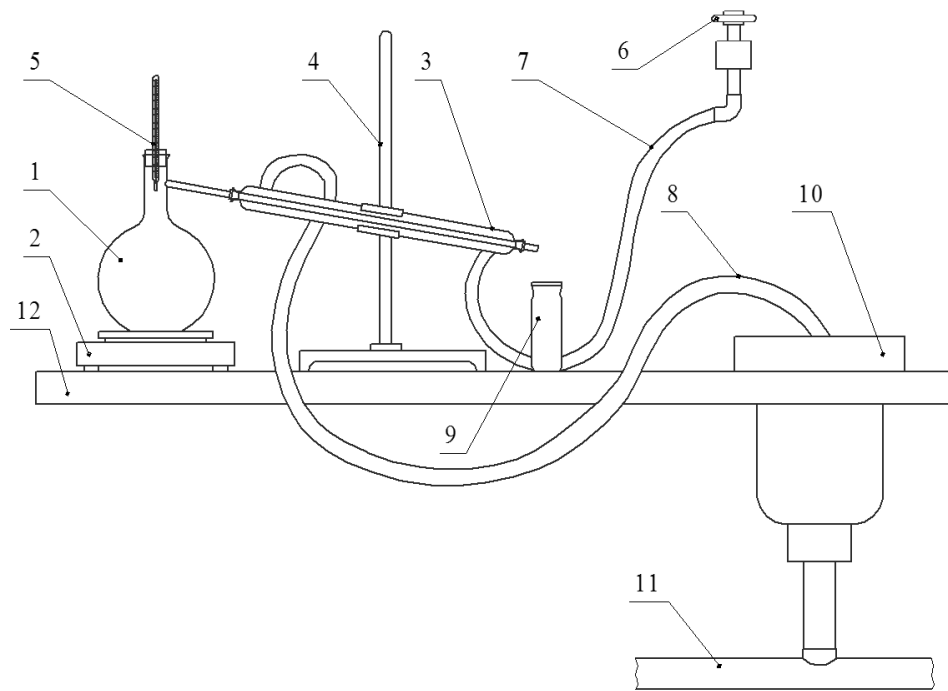


Рис. 1. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Разделение нефтей и нефтепродуктов простой перегонкой»: 1 – перегонный куб; 2 – колбонагреватель; 3 – водяной холодильник; 4 – штатив; 5 – термометр; 6 – вентиль; 7 – подводящий шланг; 8 – сливной шланг; 9 – пробоотборник; 10 – слив; 11 – канализация; 12 – лабораторный стол

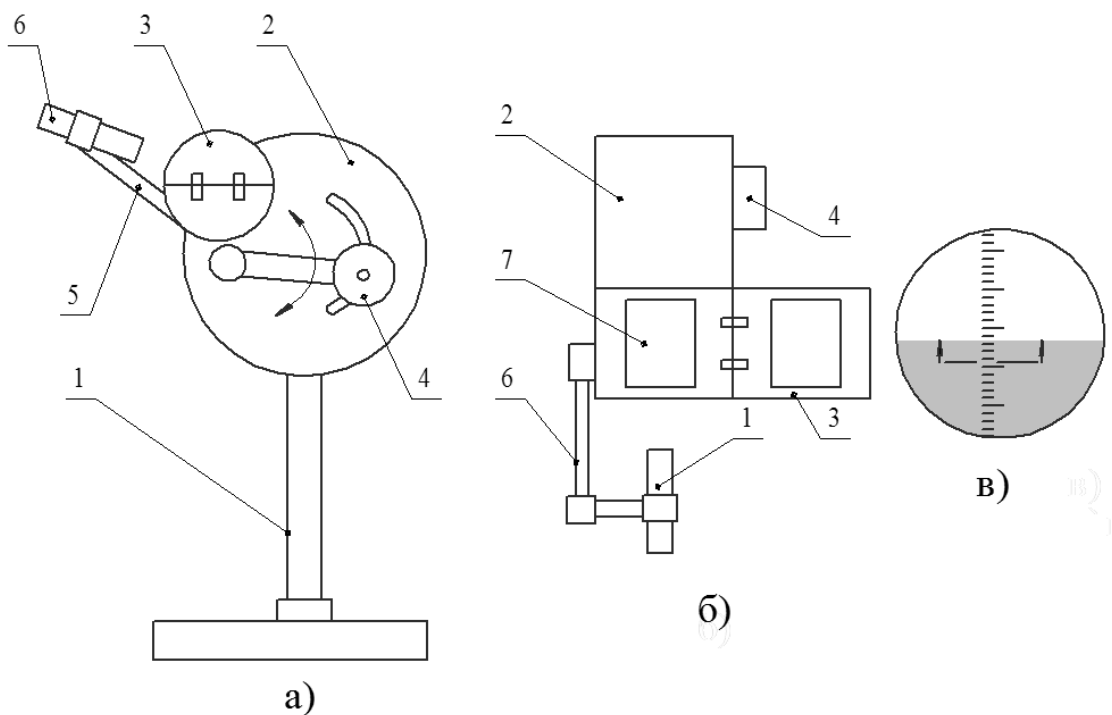


Рис. 2. Схема рефрактометра: а – общий вид; б – вид сверху; в – схема определения; 1 – основание; 2 – корпус; 3 – камера осветителя; 4 – окуляр; 5 – шарнирный держатель осветителя; 6 – осветитель; 7 – предметное стекло

Определение показателя преломления проводят по следующей методике:

После помещения каплю пробы на предварительно протертое предметное стекло закрывают камеру осветлителя 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. Таким же образом определяют показатели преломления в пробах дистиллята и кубового остатка, после каждого определения протирают предметное стекло фильтровальной бумагой.

Перед началом эксперимента проверяют чистоту пробоотборников 9 и сборников для фракций и в случае, если они грязные заменяют их. Чистые сборники фракций 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 появления дистиллята в выходной трубке перегонного куба 1. Фиксируют температуру начала кипения и в этот момент запускают секундомер.

Когда дистиллят начинает капать в первый пробоотборник 9 записывают показания термометра 5 и время от начала эксперимента. Затем термометр 5 извлекают и отбирают из куба несколько капель при помощи пипетки и груши, помещают отобранные капли на стекло рефрактометра (см. рис. 2, б) и определяют показатель преломления по указанной выше методике. После отбора пробы кубового остатка термометр 5 вновь помещают в куб 1.

После заполнения пробоотборника дистиллятом до заданного преподавателем объема он заменяется на следующий пробоотборник. Записывается время от начала эксперимента, температура в кубе и вновь отбирается проба из куба 1 для определения показателя преломления. Дистиллят из первого пробоотборника сливается в колбу для сбора первой фракции.

Когда температура в перегонном кубе достигнет 180 °С заменяют пробоотборник при любой степени заполнения и с этого момента дистиллят сливают в колбу для сбора второй фракции, проводя для каждого пробоотборника записи времени от начала эксперимента, температуры в кубе и показателя преломления для кубовой жидкости.

Когда температура в перегонном кубе достигнет 270 °С заменяют пробоотборник при любой степени заполнения и с этого момента дистиллят сливают в колбу для сбора третьей фракции, проводя для каждого пробоотборника записи времени от начала эксперимента, температуры в кубе и показателя преломления для кубовой жидкости.

Когда температура в перегонном кубе достигнет 320 °С 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 сборники 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.

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} – 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: $x_D = f(\Sigma D), x_W = f(\Sigma D), t = f(\Sigma D)$.

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	Перегоняемое вещество	Степень заполнения пробочников	Вариант	Перегоняемое вещество	Степень заполнения пробочников
1	Нефть	наполовину	4	Нефть	целиком
2	Бензин	целиком	5	Бензин	наполовину
3	Керосин	наполовину	6	Керосин	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 2. Разделение нефтей и нефтепродуктов ректификацией

Цель выполнения лабораторной работы

1. Провести ректификацию заданных нефти или нефтепродукта;
2. Определить фракционный состав заданных нефти или нефтепродукта.

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 студентам 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	Масса дистиллята, г	n _D ²⁰		Доля легколетучего компонента	
		В кубе	В верхней части колонны	D	L			В кубе	В дистилляте	В кубе	В дистилляте
	1										
	...										

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. 3.

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. 2) 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 пробоотборники 11 взвешивают и один из них ставят на платформу 12 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.

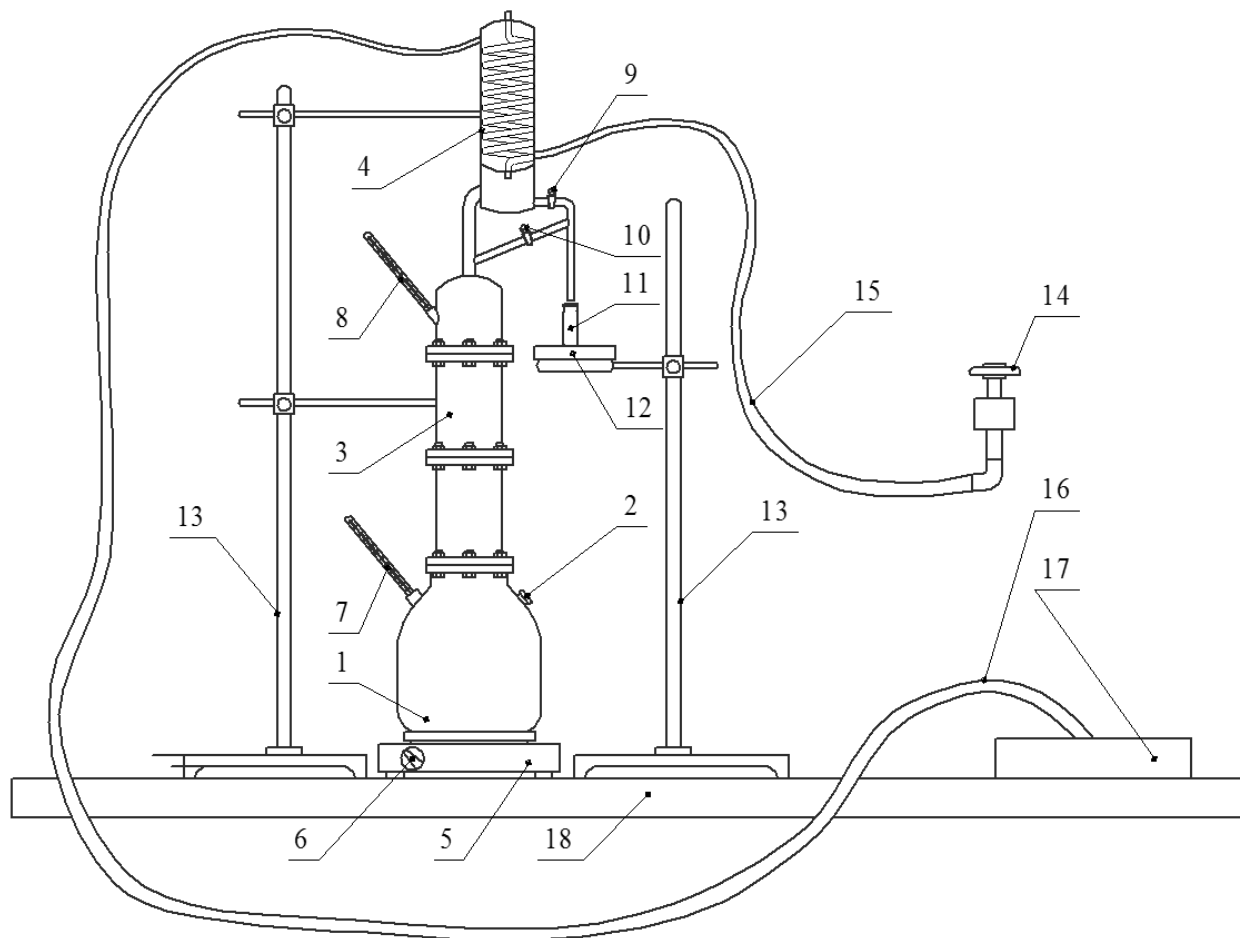


Рис. 6. Схема установки по выполнению лабораторной работы «Разделение нефтей и нефтепродуктов ректификацией»: 1 – перегонный куб; 2 – патрубок; 3 – тарельчатая часть колонны; 4 – холодильник-дефлегматор; 5 – электроплитка; 6 – регулятор нагрева; 7,8 – термометры; 9,10, 14 – вентили; 11 – пробоотборник;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

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, принимая ее за температуру начала кипения, 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 тех пор, пока температура в кубе не станет равной 180 °С. По достижении этой температуры записывают время от начала эксперимента, показания термометров 7 и 8 и заменяют пробоотборник вне зависимости от степени заполнения. Поставленный пробоотборник считают за дистиллят второй фракции.

Затем вновь отбирается проба из куба 1 для определения показателя преломления и считается количество капель L и D. Последующие пробоотборники заполняются без измерений до тех пор, пока температура в кубе не станет равной 270 °С. По достижении этой температуры записывают время от начала эксперимента, показания термометров 7 и 8 и заменяют пробоотборник вне зависимости от степени заполнения. Поставленный пробоотборник считают за дистиллят третьей фракции.

Затем вновь отбирается проба из куба 1 для определения показателя преломления и считается количество капель L и D. Последующие пробоотборники заполняются без измерений до тех пор, пока температура в кубе не станет равной 320 °С. Этот момент считается временем окончания отбора дистиллята третьей фракции и 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 берут по одному пробоотборнику от каждой фракции и отбирают при помощи пипетки и груши несколько капель, помещают их на предметное стекло рефрактометра и определяют показатель преломления.

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 для времени отбора каждой фракции 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:

$$x_a = x_1 + \frac{x_2 - x_1}{n_D^{20_2} - n_D^{20_1}} (n_D^{20} - n_D^{20_1}),$$

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 $n_D^{20_1}, n_D^{20_2}$.

2. Пересчитывают массовые проценты легколетучего компонента в мольные для времени отбора каждой фракции:

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

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 для времени отбора каждой фракции:

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

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 для времени отбора каждой фракции 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
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 отбора первой фракции по следующей методике (см. рис. 7):

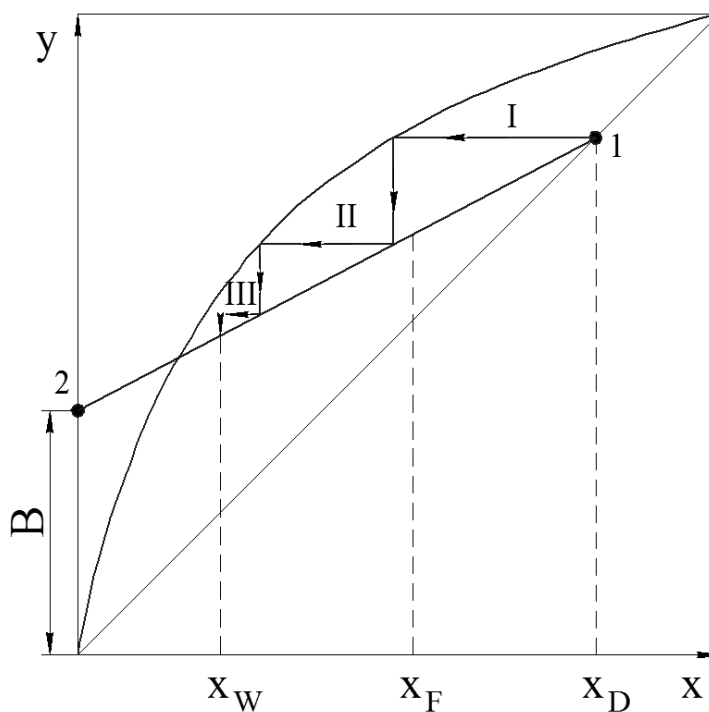


Рис. 7. Построения на диаграмме равновесия

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 отбора каждой фракции.

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>).

Лабораторная работа 3. Разделение нефтей и нефтепродуктов методом адсорбции

Цель выполнения лабораторной работы

1. Провести разделение заданных нефти или нефтепродукта при помощи адсорбции;
2. Определить групповой состав заданных нефти или нефтепродукта.

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 и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя следующую таблицу:

Количество фракции, см ³	Масса, г				Выход, %		Показатель преломления
	пустой пробирки	пробирки с фракцией	отдельной фракции	суммарная	отдельной фракции	суммарный	

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 работы разбавляют разделяемые нефть или нефтепродукт петролейным эфиром в соотношении 1:3. Затем готовят смесь бензола и петролейного эфира в заданном соотношении.

В сухую бюретку, закрепленную в штативе строго вертикально насыпают 100 г силикагеля, наливают 100 см³ петролейного эфира. Как только петролейный эфир полностью смочит силикагель, в колонку заливают исследуемые нефть или нефтепродукт, разбавленный петролейным эфиром. Затем сверху заливают 100 см³ смеси бензола и петролейного эфира.

Из нижней части бюретки начинают отбор продукта, заполняя пробоотборники до заданного уровня. Для каждого пробоотборника определяют показатель преломления и принадлежность к одной из групп углеводородов:

1) К парафинафтеновым углеводородам относятся фракции с показателем преломления не более 1,49;

2) Смесь ароматических углеводородов и сераорганических соединений разбивают на группы: к I группе относят фракции, полученные после отбора парафинафтеновых углеводородов с показателем преломления от 1,49 до 1,53; к II группе — от 1,53 до 1,55; к III группе — от 1,55 до 1,59; к IV группе — свыше 1,59.

Для отдельных дистиллятов после отбора фракций с показателем преломления свыше 1,59 наблюдается понижение значения последнего за счет увеличения содержания сернистых соединений. Такие фракции относят к IV группе ароматических углеводородов.

3) К смолистым веществам относят фракции, у которых из-за темного цвета не представляется возможным определить показатель преломления.

Затем остаток из бюретки помещают в стеклянную емкость и заливают примерно 10-кратным количеством петролейного эфира. Раствор оставляют на 3 ч для выделения асфальтенов. Затем готовят воронку из фильтровальной бумаги, помещают эту воронку внутрь пластиковой воронки, которую вставляют в горло конической колбы. В эту колбу отфильтровывают раствор с остатком адсорбционного разделения. Полученный фильтрат помещают в перегонный куб установки, применяемой для простой перегонки (см. рис. 1) и отгоняют петролейный эфир при температуре его кипения. Остаток в кубе взвешивают и получают массу асфальтенов. Остаток на фильтре также взвешивают.

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	Состав растворителя, масс. %		Степень заполнения пробоотборников
		Бензол	Петролейный эфир	
1	Нефть	5	95	наполовину
2	Бензин	10	90	целиком
3	Керосин	15	85	наполовину
4	Нефть	15	85	целиком
5	Бензин	10	90	наполовину
6	Керосин	5	95	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. Из каких групп углеводородов состоит нефть? Назовите количественное соотношение групп.
2. Что называют смолистой частью нефти? Где она используется?
3. Что называют асфальтеновой частью нефти? Где она используется?
4. На какие свойства нефти влияет соотношение между углеводородной, смолистой и асфальтеновой частями нефти?
5. Какие гетероатомные и неорганические вещества входят в состав нефтей и нефтепродуктов?
6. Что называют адсорбцией? На чем она основана?
7. На чем основано разделение нефтей и нефтепродуктов адсорбцией?
8. Для каких целей применяют разделение нефтей и нефтепродуктов адсорбцией?

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. Соболева Е.В., Гусева А.Н. Химия горючих ископаемых: учебник - М.: Издательство Московского университета, 2010. - 312 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785211055599.html>).

Лабораторная работа 4. Разделение нефтей и нефтепродуктов методом жидкостно-адсорбционной хроматографии

Цель выполнения лабораторной работы

1. Определить количество нафтенов и парафинов в исследуемой пробе;

2. Оценить качество и области применения исследуемой пробы.

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 студентам не разрешается находиться в лаборатории.

Работа начинается с изучения методических рекомендаций и методики проведения экспериментов на ней. Готовность к выполнению работы оценивается по результатам беседы с преподавателем, ведущим 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.

В сухую бюретку, закрепленную в штативе строго вертикально, помещают небольшой слой ваты, на который насыпают 15 г предварительно просушенного силикагеля, который утрамбовывают равномерным постукиванием по колонке. Через воронку сверху колонки наливают 10 мл исследуемой пробы.

После того как проба почти полностью поглотится силикагелем, в колонку наливают вытесняющую жидкость: вначале 3-5 мл этилового спирта, а затем дистиллированную воду. Воды должно быть столько, чтобы она покрывала слой адсорбента, поэтому ее периодически подливают в бюретку до окончания опыта. Как только спирт входит в силикагель, между спиртом и углеводородным слоем обычно появляется резкая граница, часто в виде желтого кольца, опускающегося вниз по мере вытеснения продукта спиртом или водой. При неудачном опыте кольцо принимает неправильное очертание и в нем появляются разрывы. В таком случае опыт следует повторить.

Вытекающая из колонки жидкость поступает в градуированный цилиндр, причем первыми вытекают парафиновые и нефтяные углеводороды. Отбирают 1 мл продукта, делают формалитовую реакцию по следующей методике:

В маленькую фарфоровую чашечку наливают 4 капли чистой концентрированной серной кислоты, затем прибавляют 2 капли формалина и 2-3 капли испытуемого продукта. При отсутствии ароматических углеводородов смесь остается бесцветной или слегка желтеет. Яркое окрашивание, а часто выделение осадков указывает на наличие ароматических углеводородов. Если реакция получилась неясной, в конце нужно добавить еще 2-3 капли серной кислоты.

Если формалитовая реакция отрицательна, в другую пробирку отбирают ещё 1 мл и так далее. Пробу, для которой формалитовая реакция положительна, относят к ароматическим углеводородам, и дальнейшее хроматографирование прекращают. Определяют общий объем фракций, в которых нет ароматических углеводородов, и рассчитывают объемный выход смеси нафтенов и парафинов:

$$P_{n+p} = \frac{V_{n+p}}{10} \cdot 100\% ,$$

где V_{n+p} – суммарный объем продукта до появления положительной формалитовой реакции, мл.

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. Опишите физическую сущность хроматографии. Для чего она применяется?
2. Какие методы хроматографии применяются при нефтепереработке?
3. На чем основана жидкостно-адсорбционная хроматография?

4. Каким образом определяют наличие ароматических углеводородов в продукте при жидкостно-адсорбционной хроматографии?
5. Какие растворители применяют при жидкостно-адсорбционной хроматографии?
6. Что из себя представляет силикагель? Для чего он применяется?
7. Что из себя представляют нафтены и парафины?
8. Для чего нужно контролировать содержание нафтенов и парафинов в составе 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. Соболева Е.В., Гусева А.Н. Химия горючих ископаемых: учебник - М.: Издательство Московского университета, 2010. - 312 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785211055599.html>).

Лабораторная работа 5. Дезэмульсация водонефтяных эмульсий

Цель выполнения лабораторной работы

1. Определить устойчивость водонефтяной эмульсии;
2. Оценить эффективность применяемого дезэмульгатора и определить его оптимальное количество.

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 и методики проведения экспериментов на ней. Затем студенты готовят черновик для записи экспериментальных данных, который включает в себя следующую таблицу:

№ пробирки	Количество де-эмульгатора, мл	Количество выделившейся воды, мл		Эффективность деэмульгатора Кд, %
		через 30 мин	через 60 мин	
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.

В начале работы готовится модельная водонефтяная эмульсия путем смешивания в нефти и воды в заданном соотношении. Общий объем эмульсии должен быть равен 500 мл.

Затем готовится водно-спиртовой раствор деэмульгатора Нефтенол Д с концентрацией 10 ppm.

Затем проверяются четкость градуировки и нумерация, а также чистота и сухость пробирок с коническим дном. В случае необходимости пробирки заменяются, высушиваются или обновляются градуировка и нумерация.

В каждую из пробирок помещают по 100 мл приготовленной эмульсии. Первая пробирка остается контрольной, а в остальные вводится заданное количество раствора деэмульгатора. После добавки деэмульгатора пробирки перемешивают вручную путем примерно 200 встряхиваний и помещают в термостат при температуре 50 °С.

Через 30 и 60 мин фиксируют количество воды в нижних частях пробирок. По контрольной пробирке визуально оценивают стойкость водонефтяной эмульсии. Затем выключают термостат, сливают содержимое всех пробирок в специальную емкость для слива, тщательно моют и вытирают насухо посуду. Наводят порядок на рабочем месте и сдают его преподавателю.

Рассчитывают показатель эффективности деэмульгатора для каждой пробирки, кроме контрольной:

$$K_d = \frac{V_1}{V_2} \cdot 100\% ,$$

где V_1 – количество воды, выделившейся под действием деэмульгатора, мл; V_2 – общее количество воды в водонефтяной эмульсии, мл.

Затем строят зависимость показателя эффективности деэмульгатора Кд от концентрации деэмульгатора и определяют его оптимальное количество, соответствующее максимальному отделению воды из эмульсии.

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	Состав эмульсии, %		Количество деэмульгатора для пробирок, мл			
	Нефть	Вода	2	3	4	5
1	85	15	1,0	2,0	3,0	4,0
2	80	20	1,5	2,0	2,5	3,5
3	75	25	1,0	1,5	2,0	3,5
4	70	30	1,0	2,0	3,0	4,0
5	75	25	1,5	2,0	2,5	3,5
6	80	20	1,0	1,5	2,0	3,5

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. Какого типа эмульсии образуются в нефтехнологических процессах?
2. Поясните механизм действия деэмульгаторов.
3. Какие вещества называют поверхностно-активными?
4. По каким причинам в нефти и нефтепродуктах может содержаться вода?
5. Каким может быть содержание воды в нефтях и нефтепродуктах? На что это влияет?

6. Какие качественные методы определения воды в нефтях и нефтепродуктах Вы знаете? На чем они основаны?

7. Какие количественные методы определения воды в нефтях и нефтепродуктах Вы знаете? На чем они основаны?

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. Капустин В.М. Технология переработки нефти. В 4-х частях. Часть первая. Первичная переработка нефти. Под ред. О. Ф. Глаголевой - М.: КолосС, 2013. - 453 с. (доступ по интернет-ссылке: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785953208253.html>).