

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

*Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования*

***«МИРЭА – Российский технологический университет»***

# РТУ МИРЭА

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

**"Химия нефти и природных газов"**

**НАПРАВЛЕНИЕ ПОДГОТОВКИ 18.03.01 «Химическая технология»**

**ПРОФИЛЬ**

**"Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов"**

**КВАЛИФИКАЦИЯ ВЫПУСКНИКА**

**БАКАЛАВР**

**Москва 2021**

# СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ ................................................................................................................ 5

ГЛАВА I. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ К

ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ............................. 6

1.1. Удаление воды ................................................................................................... 6 1.2. Удаление механических примесей .................................................................. 7

ГЛАВА II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ

ХАРАКТЕРИСТИК НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ .......................................... 8

2.1. Фракционный состав нефти и нефтепродуктов ............................................. 8

2.1.1. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов

перегонкой при атмосферном давлении ............................................................. 9

2.1.2. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов

перегонкой под вакуумом .................................................................................. 14

2.2. Плотность нефти и нефтепродуктов ............................................................. 17

2.2.1. Определение плотности пикнометром. .................................................. 17

2.2.2. Определение плотности ареометром ...................................................... 19

2.3. Коэффициент рефракции нефти и нефтепродуктов .................................... 21 2.4. Вязкость нефти и нефтепродуктов ................................................................ 25

ГЛАВА III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

ТОВАРНЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ ........................................................................29

3.1. Температура вспышки нефтепродуктов ....................................................... 29

3.1.1. Определение температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом

тигле .....................................................................................................................29

3.1.2. Определение температуры вспышки нефтепродуктов в открытом

тигле .....................................................................................................................32

3.2. Температура застывания нефтепродуктов.................................................... 34

3.3. Октановое число бензина ............................................................................... 37

3.4. Кислотность или кислотное число нефтепродукта ..................................... 39

3.5. Йодное число и непредельные углеводороды нефтепродуктов ................. 42

3.6. Фактические смолы в нефтепродуктах ......................................................... 45 Глава IV. НЕФТЯНЫЕ БИТУМЫ ........................................................................49

4.1. Эксплуатационные характеристики битумов .............................................. 49

4.1.1. Вязкость .....................................................................................................49

4.1.2. Температура размягчения ........................................................................ 50

4.1.3. Индекс пенетрации ................................................................................... 51

4.1.4. Растяжимость ............................................................................................51

4.1.5. Температура хрупкости ............................................................................52

4.1.6. Сцепление с поверхностью минеральных материалов (адгезия) ......... 53

4.1.7. Содержание водорастворимых соединений ........................................... 53

4.1.8. Старение ....................................................................................................54

4.1.9. Пожаробезопасность битумов ................................................................. 54

4.2. Методы определения характеристик битумов ............................................. 54

4.2.1. Определение глубины проникновения иглы (пенетрация) .................. 55

4.2.2. Определение температуры размягчения битумов по кольцу и шару .. 57

Сведения об авторах ................................................................................................. 60

# ВВЕДЕНИЕ

Технологическая классификация нефти, товарные требования на нефтепродукты, предполагают определение для них тех или иных физико-химических характеристик. В связи с тем, что продуктовый поток, выходящий из скважины, помимо углеводородов содержит воду и механические примеси, которые существенно затрудняют определение характеристик нефти, одна из глав посвящена подготовке образцов для анализа. Определение физико-химических характеристик важно не только для классификации, но и в исследовательской практике. Сопоставление различных характеристик позволяет судить об углеводородном составе нефти и её отдельных фракций. Это важно, если учитывать, что только в бензиновой фракции содержится более 100 индивидуальных соединений, и уловить произошедшие изменения бывает очень затруднительно.

Отдельная глава посвящена определению эксплуатационных характеристики нефтепродуктов, важных не только при их использовании, но и при хранении.

Заключительная глава посвящена нефтяным битумам, определяющим, как качество дорожного покрытия, так и гидроизоляционные характеристики материалов, применяемых при строительстве фундаментов зданий и их кровель.

Практикум ориентирован на студентов бакалавриата, обучающихся по направлению подготовки 18.03.01 «Химическая технология» и может быть им полезен при выполнении лабораторных работ по дисциплинам «Химия нефти и природных газов», «Технология первичной переработки нефти» «Теоретические основы процессов переработки природных энергоносителей», «Химическая технология переработки нефти» и изучении дисциплины «Технология производства товарных нефтепродуктов».

Также он может использоваться при выполнении студентами бакалавриата и магистратуры квалификационных работ.

# ГЛАВА I. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ К ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

В нефти, поступающей на нефтеперерабатывающие заводы, допускается содержание до 1,0 % масс. воды и до 0,05 % масс. механических примесей. Следует отметить, что даже этих, очень незначительных количеств достаточно, чтобы исказить её характеристики.

В процессе хранения нефти и продуктов её переработки, при транспортировке в них также могут попадать влага и механические примеси. Между тем методики действующих стандартов по определению физико-химических свойств нефти и нефтепродуктов перед определением фракционного состава, условной вязкости, температуры вспышки в открытом и закрытом тигле, температуры застывания и коэффициента рефракции, предполагают, что анализу подвергаются образцы, не содержащие влаги и механических примесей. Поэтому обезвоживание нефти и нефтепродуктов, и удаление из них механических примесей является важным этапом подготовки образцов к анализу.

## 1.1. Удаление воды

1. Удаление воды из сырой нефти. Обводненную нефть смешивают с деэмульгатором в герметично закрытом сосуде и нагревают в нем до 40÷60 °С. Выдерживают при этой температуре 1,5÷2,0 часа и охлаждают до 20 °С, не раскрывая сосуда, чтобы избежать потерь легких фракций. Далее отделяют водный слой от нефти.
2. Удаление растворенной или отстоявшейся воды из нефтепродуктов. Удаление воды из нефтепродуктов проводят в делительной воронке отстаиванием и последующим отделением водного слоя от нефтепродукта.
3. Удаление воды из нефтепродукта находящейся в эмульсионном виде.

Эмульсионная вода в нефтепродукте – микрокапли воды (до 30 мкм), находящиеся во взвешенном состоянии (рис. 1).

Образуется эмульсионная вода в результате конденсации выделяющейся растворенной в нефтепродукте воде (растворенная вода в нефтяных топливах при 20°С содержится в количестве не более 0,005% масс.) при снижении температуры, а также в результате механического дробления отстойной воды в насосах.

Рисунок 1. Вид эмульсий воды с реактивным топливом ТС-1 под микроскопом

Удаление эмульсионной воды из нефтепродуктов производится фильтрацией нефтепродукта через сухой складчатый фильтр. Следует отметить, что в случае большой обводненности нефтепродукта для удаления эмульсионной воды в него добавляют свежепрокаленный сульфат натрия или зернистый хлористый кальций и перевешивают смесь в течение 10÷15 минут с последующим фильтрованием.

## 1.2. Удаление механических примесей

Для удаления механических примесей из нефти и нефтепродуктов в лабораторных условиях используют следующие способы:

1. Центрифугирование. Применение данного способа предполагает наличие в образце нефти или нефтепродукте воды. Благодаря центробежной силе, возникающей в результате вращения, происходит разделение нефти или нефтепродукта на верхний – углеводородный и нижний – водный, содержащий механические примеси, слои. Далее образовавшиеся слои разделяют.
2. Фильтрация. Фильтрующий элемент должен обладать малым гидравлическим сопротивлением, размерами пор, позволяющими улавливать механические примеси и механической прочностью.

**ГЛАВА II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК**

# НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

## 2.1. Фракционный состав нефти и нефтепродуктов

Фракционный состав является одной из важнейших характеристик нефти и нефтепродуктов.

В соответствии с нормативно-технической документацией (ГОСТ 38.119780) тип нефтиопределяли по выходу светлых фракций.

Для моторных топлив фракционный состав характеризует возможность топлива обеспечить бесперебойную работу двигателя. Так температура выкипания 10 % объёма бензина характеризует возможность образования рабочей смеси необходимого состава при запуске двигателя. Температура выкипания 50 % об. бензина характеризует приемистость двигателя, т.е. переход от разогрева двигателя к его работе с большим числом оборотов. Пусковые свойства дизельного топлива характеризует температура выкипания 50 % об. топлива. Температурой, при которой выкипает 90 % об. топлива, характеризуется состав рабочей смеси, образующейся в цилиндре к концу такта сжатия.

Оценивают фракционный состав по температуре начала кипения, температурам выкипания определенного объема образца и температуре конца кипения. Существует несколько способов определения фракционного состава: «разгонка по Энглеру», «разгонка с чёткой ректификацией» и «метод однократного испарения».

При определении фракционного состава нефтепродукта «по Энглеру» тестируемый образец (100 мл) загружается в колбу Энглера, отводной конец которой соединён с холодильником. Термометр устанавливается на уровне припая отводной трубки. После этого колбу с нефтепродуктом начинают нагревать. Температуру, показываемую термометром, при которой в приёмник (мерный цилиндр) упала первая капля, фиксируют как температуру начала кипения. Далее фиксируются температуры, при которых в приёмнике собирается 10, 20, … и 90 % объёма образца. Температура, при которой собирается 96 % объёма, фиксируется как температура конца кипения.

Отличие метода разгонки «с чёткой ректификацией» от «разгонки по Энглеру» заключается в том, что часть испарившегося нефтепродукта, до поступления в отводную трубку, конденсируется и, в виде флегмы, возвращается в сырьевую ёмкость. Температуры начала кипения, отгона 10, 20 и т.д. % нефтепродукта и конца кипения, определённые этим методом, отличаются от значений, определённых при разгонке по Энглеру, а полученные фракции более «узкие».

При разгонке нефтепродукта «с однократным испарением» фракции отбираются только при достижении заданной температуры.

***2.1.1.* *Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов перегонкой при атмосферном давлении***

### Устройство прибора АРНП-1

Определение фракционного состава нефтепродуктов осуществляется с использованием аппарата АРНП-1 в соответствии с действующим стандартом – ГОСТ 2177-99. Принцип определения фракционного состава с использованием этого аппарата основан на методе «разгонки по Энглеру». Внешний вид аппарата АРНП-1 приведён на рис.2.

Аппарат АРНП-1 смонтирован на единой конструкционно основе, на которой размещаются термоблок, охлаждающая баня и электронный блок управления. На внутренних стенках металлического корпуса термоблока установлен электрообогреватель и механизм для его подъёма. В нижней части лицевой стороны термоблока находится регулятор вертикального перемещения электрообогревателя. Баня охлаждающая – изолированная емкость, внутри которой расположены трубка холодильника, нижний и верхний патрубки подачи и слива проточной воды, электронагреватель и датчик температуры. Электронный блок состоит из блоков регулятора мощности и температур.



Рисунок 2. Внешний вид аппарата АРНП-1

1 – конструкционная основа; 2 – термоблок; 3 – охлаждающая баня;

4 – электронный блок управления; 5 – термопара

Расположение органов управления и индикации на передней панели электронного блока показано на рис. 3.



Рисунок 3. Передняя панель электронного блока

1 – индикатор температуры, оС; 2 – индикатор мощности нагрева, %; 3 – ручка реостата; 4 – кнопка «стоп нагрев»; 5 – кнопка «нагрев»; 6 – кнопка

«сеть»; 7 – кнопка «режим охлаждения 1»; 8 – кнопка «режим охлаждения 2»

Включение напряжения, питающего прибор, осуществляется нажатием кнопки «сеть» (6). Для начала нагрева необходимо нажать кнопку «нагрев» (5), и, вращая ручку реостата (3), установить необходимую мощность нагрева. Индикация мощности нагрева фиксируется индикатором (2). Кнопка «стоп нагрев» (4) предназначена для прекращения нагрева.

Температуру паров нефтепродукта и воды в охлаждающей бане фиксируют по индикатору (1). Для индикации температуры воды в охлаждающей бане необходимо нажать кнопку «охл.», а для определения температуры паров нефтепродукта – отжать её.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к работе.* Перед началом работы колбу Энглера, мерный цилиндр, трубку охлаждающей бани промывают бензином, ацетоном и просушивают воздухом. Жидкость, оставшуюся внутри трубки охлаждающей бани, удаляют с помощью проволоки и прикрепленной к ней мягкой ткани.

Образец нефтепродукта в количестве 100 см3 отбирают в чистый мерный цилиндр. Объем светлых нефтепродуктов (бензин, дизельное топливо для быстроходных дизелей) в мерном цилиндре отсчитывают по нижнему краю мениска, а темных нефтепродуктов (топливо для тихоходных дизелей, нефть) – по верхнему краю мениска. Далее, образец переносят в колбу Энглера (нефтепродукт при наливе в колбу должен иметь температуру 20±3°С). Жидкость при наливе в колбу не должна попадать в отводную трубку колбы. Затем колбу Энглера устанавливают на стол электроколбонагревателя, вводят пароотводную трубку колбы в верхний конец трубки холодильника и фиксируют его с помощью уплотнителя, чувствительный элемент датчика температуры (поз. (5), рис. 2) устанавливают таким образом, чтобы его верхний край находился на уровне нижнего края отводной трубки в месте ее припая. Несоосность пароотводной трубки колбы и верхнего конца трубки холодильника устраняют регулировкой положения электроколбонагревателя, вращением регулирующей ручки.

Мерный цилиндр устанавливают на предметный стол. Рычаг фиксации подъемного стола должен занимать при этом вертикальное положение. При необходимости использования для мерного цилиндра охлаждающей бани (в случае перегонки бензина) стеклянный цилиндр ( 2 л) заполняют водой в таком объеме, чтобы при погружении в него мерного цилиндра отметка 100 мл последнего была покрыта водой. Затем устанавливают цилиндр с водой на подъемный стол и поворачивают рычаг фиксации по часовой стрелке (от себя) в горизонтальное положение до упора. Стол при этом опустится на 40±5мм. Мерный цилиндр устанавливают в цилиндр с водой, подведя его под нижний конец трубки холодильника. Поднимают стол, переведя рычаг фиксации в вертикальное положение. Корректируют положение мерного цилиндра.

Нажимают кнопку «СЕТЬ» (рис 3. поз. 6) и в течение 5 минут прогревают прибор. При включении в сеть загорается светодиод «СТОП» (рис.3 поз. 4), а также светодиод «1» режима охлаждения «1» (рис. 3 поз. 7) и транспарант подсветки мерного цилиндра и индикатор «температура t оС».

При определении фракционного состава нефтепродуктов, за исключением нефти и летнего дизельного топлива, холодильник должен быть заполнен водой. При этом, на протяжении всего времени анализа, осуществляется проточное движение воды. Эти условия соответствуют режиму охлаждения «1».

При определении фракционного состава нефти холодильник заполняется водой (режим охлаждения «1»). Однако проточное движение воды не осуществляется, а температура в холодильнике, на начальном этапе анализа, должна быть 0÷5 оС. При перегонке парафиновых нефтей, по достижении температуры перегонки 250 оС в холодильник добавляют горячую воду, доводя температуру в нем до 50 оС.

Перегонку летнего дизельного топлива ведут с заполненным водой холодильником без подачи в него проточной воды. Это соответствует режиму охлаждения «2». Температура воды в холодильнике в начале анализа 50±2 оС и 60÷70 оС в конце. ВНИМАНИЕ! ВКЛЮЧАТЬ РЕЖИМ ОХЛАЖДЕНИЯ «2» БЕЗ ТЕПЛОНОСИТЕЛЯ НЕДОПУСТИМО!!!

Далее фиксируют барометрическое давление и включают колбонагреватель. Для этого поворачивают ручку регулятора «НАГРЕВ» (рис.3 поз.3) против часовой стрелки до упора и нажимают кнопку «нагрев» (рис.3 поз.5). При этом гаснет светодиод «СТОП» (рис. 3 поз. 4) и загорается первый светодиод индикатора «мощность нагрева, %» (рис. 3 поз. 2), что соответствует 10 % мощности электроколбонагревателя.

*Проведение испытаний.* Вращением ручки регулятора (рис. 3 поз. 3) по часовой стрелке устанавливают необходимую мощность нагрева, контролируя ее значение в процентах от максимальной мощности по индикатору (рис. 3 поз. 2).

При выборе мощности нагрева необходимо учитывать, что до падения первой капли в измерительный цилиндр должно пройти – при перегонке нефти и бензина 5÷10 мин., а при перегонке лигроина, керосина, дизельного топлива, топлива для реактивных двигателей – 10÷15 мин. В момент падения первой капли фиксируют показания термометра и записывают установленную температуру как температуру начала кипения – tнк.

В дальнейшем перегонку ведут со скоростью 4÷5 мл/мин. Для проверки скорости перегонки цилиндр устанавливают в положение свободного каплепадения и считают количество капель (20÷25 капель за 10 с).

При перегонке топлива для тихоходных дизелей скорость отгона первых 8÷10 мл составляет 2÷3 мл/мин, а затем 4÷5 мл/мин.

В начале перегонки нефти скорость должна быть равна 2÷5 мл/мин., а затем 2÷2,5 мл/мин.

В процессе проведения испытаний фиксируют следующие показатели:

1. Для нефти отмечают температуру начала кипения и объемы дистиллатов, отобранных при 100, 120, 150, 160 оС. Далее объёмы дистиллатов фиксируют через каждые 20 оС. Процесс прекращают при достижении температуры 300 оС;
2. Для нефтепродуктов фиксируют температуру начала кипения и температуры, соответствующие отгону 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 98 % об. (процент отгона определяется по уроню дистиллата в мерном цилиндре).

После достижения конечной температуры или процентов отгона нагрев колбы прекращают. В течение 5 минут дают стечь дистилляту, а остаток из колбы Энглера переливают в мерный цилиндр вместимостью 10 мл. Цилиндр охлаждают до 20±3 оC и записывают объем остатка с точностью до 0,1 мл. ВНИ-

МАНИЕ! ПЕРЕЛИВАНИЕ ОСТАТКА ИЗ КОЛБЫ В МЕРНЫЙ ЦИЛИНДР НЕОБХОДИМО ПРОВОДИТЬ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРМОЗАЩИТНЫХ (БРЕЗЕНТОВЫХ) РУКАВИЦ, ДЛЯ ЗАЩИТЫ РУК ОТ ВЫСОКОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ!!!

### Обработка результатов

После проведения испытания проводят корректировку результатов определения фракционной разгонки нефти или нефтепродукта. При барометрическом давлении выше 770 или ниже 750 мм. рт. ст., полученные результаты разгонки пересчитывают с учетом поправочного коэффициента (К), который определяют по формуле:

 К=0,00012(760-Р)(273+Т) (1)

где Р – фактическое барометрическое давление, мм. рт. ст.; Т – темпера-

тура, показанная термометром, °С.

При барометрическом давлении ниже 750 мм. рт. ст. поправку прибавляют к зафиксированной температуре, и вычитают её, если давление выше 770 мм. рт. ст. При давлении в пределах 750÷770 мм. рт. ст. поправку не вносят.

### Задание к лабораторной работе

Определить фракционный состав образца нефти или нефтепродукта, используя аппарат АРНП-1.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

Теоретическая часть должна содержать информацию о различных способах перегонки нефтепродуктов: перегонки по Энглеру, перегонки с однократным испарением, перегонки с чёткой ректификацией и их сопоставление.

В экспериментальной части работы необходимо привести методику проведения работы, барометрическое давление, при котором проводились исследования, и полученные результаты.

Результаты фракционной разгонки нефти или нефтепродукта представляются в виде таблицы:

Таблица 1. Фракционный состав нефти

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Температура, °С  | Объем отгона, % об.  | Примечания  |
| (температура начала кипения)  | 0  |   |
| 100  |   |   |
|  | Продолжение табл. 1: |   |  |  |
| …  |   |   |
| 160  |   |   |
| …  |   |   |
| 300  |   |   |
| -  | (объем остатка в колбе)  |   |
| -  | (объем потерь)  |   |

Таблица 2. Фракционный состав нефтепродукта

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Объем отгона, % об.  | Температура, ОС  | Примечания  |
| 0  | (температура начала кипения)  |   |
| 10  |   |   |
| …  |   |   |
| 98  |   |   |
| (объем остатка в колбе)  | -  |   |
| (объем потерь)  | -  |   |

***2.1.2. Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов перегонкой под вакуумом***

### Устройство прибора



Рисунок 4. Схема установки для определения фракционного состава нефти и нефтепродуктов под вакуумом

1 – колба Кляйзена, 2 – колбонагреватель, 3 – капилляр, 4 – термометр, 5 – холодильник, 6 – аллонж, 7 – приемная колба, 8 – промежуточная емкость, 9 – U-образный манометр, 10 – кран

Определение фракционного состава нефти и нефтепродуктов под вакуумом применяют для высокомолекулярных углеводородов, разлагающихся на воздухе при температурах выше 350 оС.

Принципиальная схема лабораторной установки приведена на рис. 4.

Установка состоит из колбы Кляйзена (1), соединенной посредством отводной трубки с холодильником (5). На выходном патрубке холодильника установлен аллонж (6), выходные патрубки которого соединены с приемными колбами (7). В состав установки водит вакуумный насос (на схеме не указан) и Uобразный манометр (9).

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к работе.* Перед началом определения фракционного состава все стеклянные элементы установки промываются бензином, ацетоном и продуваются потоком воздуха до полного высыхания. Собирается установка в соответствии с приведенной схемой и проверяется целостность всех ее составных частей. При наличии на стеклянных элементах установки сколов или трещин производится их замена.

Далее, в колбу Кляйзена загружают сырье. В зависимости от объема колбы масса загрузки может варьироваться. Сырье загружают через основную трубку колбы таким образом, чтобы оно не загрязняло ее стенки. После загрузки сырья в колбу помещаются «кипелки». Затем, в колбу Кляйзена устанавливают капилляр и термометр. Капилляр устанавливается таким образом, чтобы он не доставал 1÷2 мм до дна колбы, а термометр – чтобы верхний край ртутного шарика термометра находился на уровне нижнего края отводной трубки в месте ее припая. Установка соединяется с манометром и вакуумным насосом.

*Проведение испытаний.* Включают колбонагреватель и устанавливают на нем минимальную мощность нагрева. Проводят нагрев образца в течение 10÷15 минут для его перехода в текучее состояние. Далее, включают вакуумный насос и вакуумируют установку. При достижении заданного остаточного давления (от 1 до 3 мм. рт. ст.) начинают увеличивать мощность нагрева колбонагревателя.

В ходе перегонки фиксируют температуру начала кипения образца, а также температуры дистилляции отбираемых фракций. Температурные диапазоны отбираемых фракций задаются индивидуально. Остаток образца остается в колбе Кляйзена.

Перевод температуры, фиксируемой с помощью термометра в ходе эксперимента при остаточном давлении, к соответствующей температуре при атмосферном давлении, осуществляется при помощи номограммы, приведенной на рис.5.



Рисунок 5. Номограмма для определения температур кипения

После завершения отбора фракций образца прекращается нагрев колбы Кляйзена. Выключается вакуумный насос, при этом остаточное давление в установке должно сохраниться. При достижении температуры паров при остаточном давлении  100 оС в установке повышают давление, доводя его до атмосферного.

### Обработка результатов

После завершения анализа, установку разбирают и определяют массу остатка в колбе Кляйзена и приемных колбах. Определяется масса углеводородов, оставшихся в холодильнике, аллонже. Масса углеводородов, оставшаяся на внутренних стенках холодильника и аллонжа, рассматривается как потери.

### Задание к лабораторной работе

Определить фракционный состав образца нефти или нефтепродукта, используя установку для определения данного показателя под вакуумом.

### Оформление лабораторной работы

Результаты фракционной разгонки нефти или нефтепродукта представляются в виде таблицы:

Таблица 3. Материальный баланс вакуумной дистилляции нефтепродукта

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Подано  |  | Получено  |  |
| Показатель  | Значение  | Показатель  | Значение  |
| Масса образца, г  |   | Масса 1 фракции, г  |   |
|   |   | …  |   |
|   |   | Масса остатка к колбе, г  |   |
|   |   | Потери, г  |   |
| Всего, г  |   | Всего, г  |   |

Используя данные материального баланса вакуумной дистилляции нефтепродукта рассчитывается выход фракций.

## 2.2. Плотность нефти и нефтепродуктов

Плотность является показателем, характеризующим такое свойство горюче-смазочных материалов как прокачиваемость. Для ряда нефтепродуктов, таких как дизельное топливо, мазуты этот показатель используется также для оценки испаряемости. Следует также отметить, что для индивидуальных соединений плотность является постоянной величиной, которая зависит от температуры, при которой её определяли.

***2.2.1. Определение плотности пикнометром.***

### Устройство прибора

Пикнометр – сосуд цилиндрической или шаровидной формы с узким горлышком и пришлифованной пробкой и объемом 1÷10 см3. На узкой части пикнометра имеется метка для точного установления уровня жидкости в пикнометре.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к работе.* Перед определением плотности пикнометр промывают хромовой смесью, затем дистиллированной водой, спиртом ректификатом и сушат.

*Проведение испытаний.* Вначале определяют водное число пикнометра. Для этого, пикнометр, взвешивают на аналитических весах и с помощью пипетки заполняют дистиллированной водой чуть выше метки. Устанавливают в термостат и термостатируют при 20 оС в течение 15 мин. Доводят с помощью полоски фильтровальной бумаги или пипетки уровень воды в пикнометре до метки. Уровень воды определяют по верхнему краю мениска. Вынимают его из термостата, обтирают снаружи чистой салфеткой и взвешивают. Водное число при 20 оС рассчитывают по следующей формуле:

 m=m2-m1 (2)

где m – водное число, г; m2 – масса пикнометра с водой, г; m1 – масса пу-

стого пикнометра, г.

*В случае если вязкость нефти или нефтепродукта при 50°С не более 75**мм2/с определение плотности образца осуществляется следующим образом:*

Сухой и чистый пикнометр (с известным водным числом) заполняют образцом нефти или нефтепродукта. Уровень заполнения с помощью чистой пипетки доводят выше отметки на пикнометре, и затем закрывают пикнометр крышкой.

Пикнометр помещают в термостат и выдерживают при температуре 20 °С до тех пор, пока уровень жидкости в пикнометре не перестанет изменяться. После чего, удаляют избыток жидкости в пикнометре с помощью фильтровальной бумагой или пипетки. Уровень образца нефти или нефтепродукта определяют по верхнему краю мениска. Затем пикнометр вытирают и взвешивают на аналитических весах.

### Обработка результатов

Плотность образца рассчитывают по формуле:

m -m3 1 (3) ρ= m

где m3 – масса пикнометра с образцом нефти или нефтепродукта,

m1 - масса пустого пикнометра, m – водное число пикнометра г.

*В случае если вязкость нефти или нефтепродукта при 50°С более 75**мм2/с определение плотности образца осуществляется следующим образом:*

Сухой и чистый пикнометр с известным водным числом, на половину объема заполняют образцом нефтепродукта. При определении плотности высоковязкого продукта его перед помещением в пикнометр нагревают до температуры 50÷60 °С. После помещения образца в пикнометр повышают температуру образца до 80÷100 °С в течении 20÷30 минут с последующим охлаждением до температуры 20 °С. Пикнометр вытирают и взвешивают. Далее, пикнометр заполняют дистиллированной водой и термостатируют при температуре 20 °С до тех пор, пока уровень воды в пикнометре не перестанет изменяться. Избыток воды удаляют при помощи фильтровальной бумаги или пипетки. Уровень образца нефти или нефтепродукта определяют по верхнему краю мениска. Пикнометр вытирают и взвешивают на весах.

*Обработка результатов.*

Плотности рассчитывают по следующей формуле:

m -m3 1 (4) ρ= m-(m4 m )3

где m4 – масса пикнометра с образцом нефти или нефтепродукта и водой,

m3 – масса пикнометра с нефтью, m1 – масса пустого пикнометра, m – водное число пикнометра г.

#### 2.2.2. Определение плотности ареометром

Ареометром определяют плотность нефтепродуктов, имеющих вязкость при 50 °С не более 120 мм**2**/с, а также более вязких нефтепродуктов, не выделяющих осадка при разбавлении. Определение плотности сильно летучих нефтепродуктов (например, петролейного эфира, газового бензина и др.) с помощью ареометра не допускается.

### Устройство прибора

Ареометр представляет собой стеклянную трубку, нижняя часть которой заполнена дробью или ртутью для удержания ареометра в вертикальном положении во время измерений (рис.6). В верхней, узкой части находится шкала, которая проградуирована в значениях относительной плотности. Иногда ареометр снабжен термометром, для измерения температуры нефтепродукта. На каждом ареометре имеется обозначение, при какой температуре необходимо проводить измерения.

  

Рисунок 6. Устройство ареометра

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к работе.* Ареометр и цилиндр для образца нефтепродукта промывают бензином и ацетоном, а затем сушат в токе воздуха.

В случае если вязкость нефтепродукта при 50°С не более 200 мм2/с. подготовка образца не проводится.

В случае если вязкость нефтепродукта при 50°С более 200 мм2/с. **–** нефтепродукт разбавляют равным объемом тракторного или осветительного керосина известной плотности.

*Проведение испытаний.* В мерный цилиндр наливают нефтепродукт. Количество образца выбирается таким образом, чтобы при погружении ареометра жидкость не переливалась через край цилиндра. Измеряют температуру нефтепродукта. Для этого в цилиндр с нефтепродуктом устанавливают термометр. Фиксирование его показания проводят после 15-минутной выдержки. В случае если ареометр имеет встроенный термометр, температура определяется с его помощью. Далее, ареометр погружают в жидкость, поддерживая его до тех пор, пока он не будет свободно плавать в ней, не касаясь дна и стенок сосуда. Отсчет ведут по шкале ареометра по нижнему краю мениска.

### Обработка результатов

Расчет плотности образца при нормальной температуре осуществляется по формуле:

   204 4 - (20-t) (5)

где 204 – плотность образца при нормальной температуре; 4 – плотность

образца при температуре определения; t – температура образца, °С;  – поправочный коэффициент.

### Задание к лабораторной работе

Задание №1: Используя пикнометры определить плотность образцов нефти и нефтепродуктов.

Задание№2: Используя ареометры определить плотность образцов нефтепродуктов при нормальной температуре.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части приводится определение плотности и способы ее выражения. Необходимо рассмотреть влияние внешних факторов на плотность.

Экспериментальная часть должна содержать методику проведения лабораторной работы, и полученные результаты, которые представляются в виде таблицы.

Таблица 4. Плотность образца, определенная с помощью пикнометра

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № образца  |  | Масса, г  |  | Водное число пикнометра  | Плотность  |
| Пикнометр пустой  | Пикнометр с водой  | Пикнометр с образцом  |
|   |   |   |   |   |   |
|   |   |   |   |   |   |

Таблица 5. Плотность образца, определенная с помощью ареометра

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № образца  | Температура окружающей среды, °С  | Плотность экспериментальная  | Плотность, приведенная к нормальным условиям  | Примечания  |
|   |   |   |   |   |
|   |   |   |   |   |

## 2.3. Коэффициент рефракции нефти и нефтепродуктов

При переходе световых лучей из одной среды в другую их скорость и направление меняются. Эти явления известны в физике под названием лучепреломления или рефракции. На рис. 7 изображен ход луча из среды n1 в среду n2.



Рисунок 7. Преломление светового луча при прохождении через границу раздела двух сред. r – угол падения; i – углол преломления

Если луч попадает из оптически менее плотной среды в оптически более плотную, то он приближается к перпендикуляру, восстановленному в точке перехода, в обратном случае он удаляется от этого перпендикуляра. С изменением угла падения меняется также угол преломления, но отношение этих углов для одной и той же среды остается постоянным   n  const , вследствие чего, это отношение называется коэффициентом преломления.

Наибольшее значение коэффициент преломления имеет для лучей, обладающих наименьшей длиной волны, а наименьшее значение – для лучей с наибольшей длиной волны. Это различие в преломлении лучей носит название дисперсии (рассеяния) света. Дисперсия, характерная для данного вещества, определяется разностью показателей преломления двух лучей с определенной длиной волны nλ1-nλ2. Обычно вместо указания длины волн указывают наименования наиболее ярких фраунгоферовых линий. В табл. 6 приведены наиболее часто применяемые линии и их характеристики.

Таблица 6. Наиболее часто применяемые линии и их характеристики

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Обозначение  | Часть спектра  | Элемент  | Длина волны λ*,* нм  |
| С  | Красная  | Водород  | 659,3  |
| D | Желтая  | Натрий  | 589,8  |
| Е | Зеленая  | Железо  | 527,0  |
| F | Голубая  | Водород  | 486,1  |
| G | Фиолетовая  | Водород  | 434,1  |

Разница nx-ny для данных двух линий Х и Уназывается частичной дисперсией. Частичная дисперсия в наиболее яркой части спектра, между линиями F и С называется средней дисперсией. Величина nF nC 103 называется относительной дисперсией. nD 1

Величина, обратная относительной дисперсии, носит название числа Аббе (ν). Это число достаточно полно характеризует дисперсионную способность веществ. Чем оно больше, тем ниже дисперсионная способность.

Величина nG  nC 104 называется удельной дисперсией, где  **–** плотность 

вещества, определённая при той же температуре, что nG и nC.

Наравне с показателем преломления, для характеристики нефти и нефтепродуктов, используется его производная характеристика, называемая удельной рефракцией. Для её определения используются следующие формулы:

 R1  n 1  const Формула Гладстона и Деля

  (6)

 R2  nn2D2D 1 12    constФормула Л. и Г. Лорентцов(7)



где  – плотность вещества, определённая при той же температуре, что и nD.

В связи с тем, что плотность вещества и показатель преломления зависят от температуры (с ростом температуры показатель преломления уменьшается), удельная рефракция, рассчитанная по формуле Лорентцов, не всегда величина постоянная.

Для смесей жидких углеводородов удельная рефракция, в ряде случаев, является аддитивной величиной и может использоваться для анализа бинарных смесей.

Произведение удельной рефракции и молекулярной массы называется молекулярной рефракцией

 R1  n 1  (n 1) и R2n 2n 122  n 2n 122  (8 и 9)

   

где μ и υ – молекулярная масса и молекулярный объём, соответственно.

Для индивидуальных веществ молекулярная рефракция равна сумме атомных рефракций, а для смесей индивидуальных углеводородов это величина аддитивная.

Как самостоятельная величина, молекулярная рефракция не используется для анализа нефти и нефтепродуктов, т.к. связь между строением органических веществ и их способностью преломлять луч света очень сложная.

Тем не менее установлено, что в гомологических рядах коэффициент преломления и молекулярная рефракция возрастают по мере увеличения длины цепи углеводорода и возрастания его плотности.

При увеличении содержания доли углерода в молекуле (переходе от алкана к нафтену и арену), коэффициент рефракции и молекулярная рефракция возрастают.

Для нефтяных фракций установлена следующая закономерность – по мере повышения температуры её кипения возрастают её плотность и коэффициент рефракции.

### Устройство прибора

Для измерения показателя преломления широкое распространение получил рефрактометр типа Аббе, конструкция которого позволяет измерить показатель преломления вещества для линии D (λ=589,8нм) спектра натрия при использовании как дневного света, так и света электрической лампы. Прибор состоит из зрительной трубы с выдвигаемым окуляром; двух стеклянных призм, вделанных в металлическую оправу с двойной стенкой; подставки, оканчивающейся в верхней части дугой с делениями, зажимным винтом, лупой и зеркалом.

Область измерения показателя преломления рефрактометрами подобного типа находится в пределах от 1,3000 до 1,7000, что позволяет использовать их для анализа как жидких, так и твёрдых (прозрачных) нефтепродуктов.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к испытанию.* Перед началом измерения измерительный блок термостатируют при 20 оС. Далее проверяют правильность установки шкалы показателя преломления. Для этого открывают блок призм и осторожно протирают призмы ватным тампоном, смоченным спиртом-ректификатом, эфиром или ацетоном.

После высыхания, измерительную призму устанавливают горизонтально и из чистой пипетки, не касаясь поверхности, наносят на нее две-три капли дистиллированной воды. Блок закрывают и, наблюдая в окуляр, находят границу светотени. Совмещают визирную линию измерительного блока с меткой 1,3330 на шкале показателей преломления. Она соответствует показателю преломления дистиллированной воды при 20 0С.

Граница светотени должна проходить через точку пересечения нитей на линзе зрительной трубы. Если граница не совпадает с точкой пересечения нитей, то рефрактометр юстируют согласно инструкции. Если граница окрашена, вращением маховика призмы дисперсионного компенсатора устраняют окрашивание. Далее открывают блок призм и осторожно протирают призмы ватным тампоном, смоченным спиртом-ректификатом, эфиром или ацетоном. Призмы готовы к измерению после испарения жидкости.

*Проведение испытания.* Образец нефти или нефтепродукта наносят на измерительные призмы. Для этого измерительную призму устанавливают горизонтально и из чистой пипетки, не касаясь поверхности, наносят на нее две-три капли образца. Блок закрывают. Находят границу светотени и устраняют ее цветовую окраску. Совмещают границу светотени с точкой пересечения нитей и фиксируют по шкале показателей коэффициент преломления.

Целые, десятые, сотые и тысячные доли отсчитывают по шкале прибора, а десятитысячные определяют на глаз.

Для проверки правильности проведенного измерения, границу светотени два-три раза сдвигают и снова совмещают с пересечением нитей зрительной трубы и каждый раз снимают показания. При правильных измерениях разница между найдены и значениями не должна превышать двух единиц в десятичном знаке.

После окончания измерения поверхность призмы протирают не менее трех раз чистой ватой, смоченной спиртом-ректификатом. Выпускают воду из полости призм, вывинчивают термометр из оправы и тщательно протирают поверхность рефрактометра чистой сухой салфеткой.

### Обработка результатов

Показатель преломления рассчитывают по формуле:

 nDt0  nDt  (t t )0 (10)

где α – поправочный коэффициент (0,0004 на 1 оС); nDt0 – показатель преломления при условной температуре t0 (как правило, 20 оС); nDt – значения показателя преломления, определённые экспериментально; t – температура, при которой проводились измерения.

### Задание к лабораторной работе

Задание №1: Используя рефрактометр Аббе определить коэффициент рефракции образцов нефти или нефтепродуктов.

Задание №2: Для каждого образца нефти (нефтепродукта) рассчитать коэффициент рефракции при температурах: 15, 20, 25, 30 и 50 °С, используя значения показателя преломления, определённые экспериментально.

Задание№3:Используя полученные значения показателя преломления рассчитать удельную рефракцию каждого образца нефти (нефтепродукта) по формулам Гладсона и Деля и Лоренцов.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части рассматриваются: основы лучепреломления или рефракции, приборы получившие наибольшее распространение для определения коэффициента преломления.

Экспериментальная часть должна содержать методику проведения лабораторной работы и полученные результаты.

## 2.4. Вязкость нефти и нефтепродуктов

Вязкостью (внутренним трением) называют сопротивляемость жидкости взаимному перемещению её частей, вызываемому приложенной к жидкости силой.

Для «ньютоновских» жидкостей вязкость является постоянной величиной (при заданных температуре и давлении) не зависит от условий определения и скорости течения, если не созданы условия для турбулентного движения.

Для коллоидальных растворов условия течения существенно влияют на значения вязкости.

Нефть и нефтепродукты являются сложными, ассоциированными жидкостями, но признаки коллоидной структуры они обнаруживают только при температурах, близких к температурам потери текучести. Поэтому при положительных температурах их рассматривают как «ньютоновские» жидкости.

Вязкость очень важна для горюче-смазочных материалов. Она характеризует их поведение при перекачке по трубопроводу и топливной системе, а также при фильтрации. Таким образом, именно от вязкости горюче-смазочных материалов зависит их бесперебойная подача в места использования (топлива – в двигатель, масла – в узлы трения).

Существует несколько характеристик вязкости: вязкость динамическая, вязкость кинематическая, вязкость условная.

Единицей измерения динамической вязкости (μ) в системе СИ является Па·с – это сопротивление, которое оказывает жидкость при перемещении со скоростью 1 м/с двух её слоёв площадью 1 м2, находящихся на расстоянии 1 м друг от друга, под действием внешней силы 1 Н.

В системе СГС единицей измерения динамической вязкости является дин·с/м2, называемая паузом (П). 1 П = 0,1 Па·с

Кинематическая вязкость (ν) – отношение динамической вязкости жидкости к её плотности, определённой при той же температуре. В системе СИ она измеряется в м2/с, а в системе СГС – в стоксах (Ст) или см2/с. 1 Ст = 10-4 м2/с.

При характеристике нефти и нефтепродуктов часто используют условную вязкость (ВУ) – это отношение времени истечения через калиброванное отверстие вискозиметра 200 мл нефтепродукта ко времени истечения 200 мл дистиллированной воды при температуре 20 оС. Условная вязкость при температуре t обозначается знаком ВУt. Условная вязкость измеряется в градусах ВУ.

### Определение условной вязкости нефтепродуктов Устройство прибора

Определение условной вязкости нефтепродуктов осуществляют вискозиметром марки ВУ, схема которого приведена на рис.8.



Рисунок 8. Вискозиметр марки ВУ

1 – резервуар; 2 – термостатирующая ванна; 3 – термометр; 4 – стержень;

5 – мешалка; 6 – треножник; 7 – мерная колба

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к испытаниям.* Мерную колбу промывают легким бензином, ацетоном, дистиллированной водой и просушивают воздухом. Резервуар вискозиметра промывают последовательно петролейным или этиловым эфиром, этиловым спиртом и дистиллированной водой и высушивают воздухом. В термостатирующую ванну наливают дистиллированную воду в количестве 2/3 объема ванны.

Определяют постоянную (водное число) вискозиметра марки ВУ. Для этого в верхнее отверстие сточной трубочки устанавливают чистый сухой стержень, не употребляемый для испытания нефтепродуктов. В резервуар вискозиметра до метки (200 см3) наливают профильтрованную дистиллированную воду и нагревают её до 20 оС. Мерную колбу устанавливают под сточную трубочку внутреннего резервуара, и поднимают стержень. При этом время истечения воды не фиксируется. После истечения воды устанавливают стержень в сточную трубочку, а воду из колбы вновь наливают в резервуар. После того как температура воды в резервуаре и термостатирующей ванне будет равна 20±0,2 оС, осторожно приподнимают стержень и включают секундомер. Секундомер выключают при достижении нижнего края мениска метки 200 см3 в измерительной колбе. Измерения проводят четыре раза.

За водное число вискозиметра (H O202 ) принимают среднеарифметическое значение четырех измерений при расхождении между ними не более 0,5 с.

После определения водного числа вискозиметра его резервуар и сточную трубку промывают лёгким бензином и высушивают воздухом. Вытирание резервуара не допустимо.

*Проведение испытаний.* Для определения времени истечения образца сточное отверстие вискозиметра закрывается стержнем, не используемым для определения водного числа и внутренний резервуар заполняют тестируемым образцом нефтепродукта.

В термостатирующей ванне устанавливают температуру, необходимую для проведения испытаний. После 5 минут выдержки продукта при заданной температуре, вынимают стержень и включают секундомер. После заполнения мерной колбы продуктом до метки 200 см3, секундомер выключают и фиксируют его значение.

*Обработка результатов.*

Условную вязкость рассчитывают по формуле

 2t (11)

ВУt  H O

20

где ВУt – условная вязкость исследуемого нефтепродукта при температуре определения (t); t – время истечения 200 см3 нефтепродукта при температуре определения (t); H O202 – время истечения 200 см3 воды при температуре 20 оС (водное число вискозиметра).

### Задание к лабораторной работе

Задание 1: Определить условную вязкость тестируемого образца нефтепродукта.

Задание 2: Рассчитайте кинематическую вязкость () образца используя формулу

 ВУt (12)

 

0,135

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

Теоретическая часть должна содержать определение вязкости, единицы её измерения, влияние условий (температуры, давления) и строения углеводорода (класс углеводорода, строение его скелета) на вязкость нефтепродукта.

В экспериментальной части работы приводится методика её проведения, результаты измерений и расчётов.

**ГЛАВА III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ**

# ХАРАКТЕРИСТИК ТОВАРНЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ

## 3.1. Температура вспышки нефтепродуктов

Температура вспышки – один из показателей пожарной безопасности нефтепродукта, определяющих правила безопасного хранения и транспортировки топлив.

Температурой вспышки называется температура, при которой нефтепродукт, нагреваемый в строго определенных условиях, выделяет такое количество паров, которое образует с воздухом смесь, горящую не более 5 секунд при поднесении к ней внешнего источника пламени.

Температура вспышки связана с температурой кипения нефтепродукта выражением Tвсп=0,736·Ткип, но для смеси нефтепродуктов она не является аддитивной величиной.

Определяется температура вспышки в приборах закрытого и открытого типа по стандартным методикам. Величина температуры вспышки, определенная в приборе закрытого типа, всегда несколько меньше, чем температура вспышки в приборе открытого типа.

***3.1.1. Определение температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле***

### Устройство прибора

Наиболее часто для определения температуры вспышки в закрытом тигле используется прибор марки ТВЗ, схема которого представлена на рис. 9.

Аппарат состоит из двух блоков, смонтированных на общем основании (1). Слева расположен блок управления (2). Над его кожухом находится рукоятка (3), в которой установлен двигатель с приводом мешалки. Справа расположен термоблок (16), в корпусе которого установлена воздушная баня (13), в которую помещают тигель с крышкой (11) и термометром (7). На крышке тигля расположена ручка (9), которой открывают и закрывают заслонку, а также управляют работой мешалки (12) через поводок (10) и магнитоуправляемый контакт (геркон) (17).



Рисунок 9. Схема прибора ТВЗ

1 – основание; 2 – блок управления; 3 – рукоятка; 4 – крючок; 5 – прижим; 6–устройство зажигания; 7 – термометр; 8 – мешалка; 9 – ручка; 10 – поводок; 11 – крышка; 12 – мешалка; 13 – баня воздушная; 14 – отражатель верхний; 15 – отражатель нижний; 16 – термоблок; 17 – колодка с герконом; 18 – тумблер; 19 – регулятор нагрева

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к испытанию*. Ручки прибора «ГАЗ», «ЗАПАЛЬНИК», «ФИТИЛЬ» устанавливают в положение «ЗАКРЫТО». Для этого аккуратно поворачивают их по часовой стрелке. Если ручки не перемещаются – они уже находятся в закрытом положении.

Компрессор прибора должен быть выключен.

Тигель и крышку прибора промывают растворителем и высушивают. Для этого отжимают фиксатор рукоятки (3) и поворачивают ее против часовой стрелки. Отсоединяют зажим запального устройства и снимают крышку с тигля.

Вынимают тигель из воздушной бани.

В тигель наливают испытуемый образец до метки и устанавливают его в воздушную баню. Наливая образец нефтепродукта в тигель, нельзя допускать смачивания его поверхности выше метки.

Проводят проверку – установлен ли на крышке тигля термометр и в случае его отсутствия устанавливают его. Прижим со смонтированным на нем запальным и воспламеняющим устройством должен быть прикреплен к крышке. После этого закрывают крышкой тигель. Поводок (10) геркона должен свободно касаться ручки (9). При этом он находится слева (взгляд с верху) от ручки.

Соединяют привод мешалки с мешалкой. Для этого отжимают фиксатор рукоятки (3) и, поворачивают ее по часовой стрелке, приводя привод мешалки в сцепление с мешалкой.

Фиксируют барометрическое давление.

Зажигают запальник и воспламеняющее устройство. Для этого поворачивают ручку «ГАЗ» против часовой стрелки на ~ 5 оборотов. Подносят открытое пламя к запальнику и медленно поворачивают регулятор «ЗАПАЛЬНИК» против часовой стрелки. Газ, выходящий из сопла, загорается. Длина пламени не должна превышать 5 мм.

Поворачивая регулятор «ФИТИЛЬ» против часовой стрелки, необходимо добиться появления пламени у воспламеняющего устройства. Пламя у воспламеняющего устройства должно иметь форму близкую к шару диаметром 3÷4 мм.

Включают прибор в электросеть, при этом автоматически начинает работать двигатель мешалки.

Нагрев образец нефтепродукта начинают, переводя тумблер «НАГРЕВ» в положение «ВКЛ». Нагрев осуществляют со скоростью 1 оС за 40÷60 с для топлива с температурой вспышки до 500 оС и 5÷6 оС за 60 с для продуктов с температурой вспышки выше 50 оС. При этом образец непрерывно перемешивают мешалкой с частотой вращения вала 90÷120 об/мин.

*Проведение испытания.* Определение начинают проводить для продуктов с температурой вспышки: до 50 оС – не более чем за 10 оС; свыше 50 оС – не более чем за 17 оС до предполагаемой температуры.

Определение проводят при повышении температуры на каждый 1 оС.

В момент испытания перемешивание продукта прекращают. Далее приводят в действие механизм на крышки тигля, который открывает заслонку и опускает пламя.

За температуру вспышки каждого определения принимают показания термометра в момент четкого появления первого синего пламя над поверхностью продукта внутри прибора.

Охлаждение прибора производят переводом тумблера нагрев в положение «ВЫКЛ». Регуляторы «ФИТИЛЬ», «ЗАПАЛЬНИК», а затем «ГАЗ» вращением по часовой стрелке, устанавливают в положение закрыто (пламя должно погаснуть). Включают компрессор. После охлаждения прибора компрессор выключают и удаляют образец нефтепродукта из тигля (порядок выемки тигля из воздушной бани см. в пункте 1).

### Обработка результатов

При барометрическом давлении ниже 747 мм. рт. ст. и выше 774 мм. рт. ст.

в экспериментально установленную температуру вспышки вводят поправку (∆t) которая рассчитывается по формуле:

 t=0,0362(760-Р) (13)

где Р – давление, при котором определена температура вспышки, мм. рт. ст.

Температуру вспышки вычисляют сложением найденной температуры и поправки.

***3.1.2. Определение температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле***

### Устройство прибора

Для определения температуры вспышки нефтепродукта в открытом тигле используется прибор марки ТВО, схема которого приведена на рис.10.

*.*

Рисунок 10. Схема прибора ТВО

1 – основание; 2 – блок управления; 3 – регулятор нагрева; 4 – ручка;

5 – газовое устройство; 6 – штуцер воздушный; 7 – термометр; 8 – зажим;

9 – стойка; 10 – шаблон; 11 – тигель; 12 – асбестовая прокладка; 13 – нагревательная пластина; 14 – нагревательный элемент; 15 – отражатель; 16 – термоблок.

Аппарат смонтирован из двух блоков на общем основании (1). Блок управления (2) расположен в левой части аппарата. На кожухе блока управления находится рукоятка (4) поворота газового устройства (5). Справа расположен термоблок (16), в корпусе которого находится нагревательный элемент (14), на который устанавливаются нагревательная пластина (13), асбестовая прокладка (12) и тигель (11). К стойке (9) через зажим (8) крепится термометр (7).

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к испытанию.* Ручки прибора «ГАЗ», «ЗАПАЛЬНИК», «ФИТИЛЬ» должны быть установлены в положение «ЗАКРЫТО». Для этого их аккуратно поворачивают по часовой стрелке. Если ручки не будут перемещаться, то они находятся в закрытом положении.

Компрессор прибора должен быть выключен.

Тигель прибора и термометр промывают растворителем и высушивают.

На нагревательный элемент (14) помещают пластину (13), а на нее асбестовую прокладку (12). На нагревательную пластину устанавливают тигель.

Правильность установки газового устройства и термометра определяют следующим образом. В тигель (11) вкладывают шаблон (10), устанавливают стойку (9) (если она не установлена) и поднимают зажим (8) на половину длинны стойки, после чего закрепляют зажим винтом и вставляют в него термометр. Правильность установки газового устройства и термометра проверяют, сверив положение газового устройства и термометра по рис. 10. Далее, аккуратно вынимают термометр и поворотом рукоятки (4) отводят зажигательное устройство от тигля и удаляют шаблон.

Нефтепродукт наливают в тигель так, чтобы уровень жидкости отстоял от края тигля на 12 мм для нефтепродуктов со вспышкой до 210 °С включительно, и на 18 мм для нефтепродуктов со вспышкой выше 210 °С. При наливании не допускается разбрызгивание нефтепродукта и смачивание стенок тигля выше уровня жидкости.

Тигель устанавливают на нагревательный элемент, а термометр в зажим. При установке термометра следят, чтобы ртутный шарик находился приблизительно на одинаковом расстоянии от дна тигля и уровня нефтепродукта.

*Проведение испытания.* Ручку «ГАЗ» поворачивают против часовой стрелки на ~ 5 оборотов, подносят открытое пламя к запальникам и медленно поворачивают регулятор «ЗАПАЛЬНИК» против часовой стрелки. Газ, выходящий из сопла, загорается. Длина пламени не должна превышать 6÷8 мм. Ручкой поворота (4) зажигательного устройства подводят к запальникам. Поворачивая регулятор «ФИТИЛЬ» против часовой стрелки добиваются появления пламени у воспламеняющего устройства. Пламя у воспламеняющего устройства должно иметь форму близкую к шару диаметром 3÷4 мм.

Далее включают прибор в электросеть и нагревают образец нефтепро-

дукта. Для этого переводят тумблер «нагрев» в положение «ВКЛ». Нагрев осуществляют таким образом, чтобы температура образца изменялась на 10 оС за 1 минуту. За 40 оС до ожидаемой температуры вспышки скорость нагрева ограничивают на 4 оС в 1 минуту.

За 10 оС до ожидаемой температуры вспышки проводят над тиглем зажигательное устройство. Время продвижения пламени от одного края тигля к другому – 2÷3 с.

Такое испытание повторяют через каждые 2 оС подъема температуры.

Не следует смешивать вспышку с отблеском от пламени зажигательного устройства. В случае появления неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей через 2 оС.

Для охлаждения прибора переводят тумблер «НАГРЕВ» в положение «ВЫКЛ». Регуляторы «ФИТИЛЬ», «ЗАПАЛЬНИК», а затем «ГАЗ» вращением по часовой стрелке устанавливают в положение «ЗАКРЫТО» (пламя должно погаснуть). Включают компрессор. После охлаждения прибора компрессор выключают и удаляют образец нефтепродукта из тигля.

### Обработка результата

За температуру вспышки принимают температуру, показываемую термометром при появлении первого синего пламени над частью или всей поверхностью испытуемого образца.

### Задание к лабораторной работе

Определите с помощью прибора ТВЗ и ТВО температуру вспышки образцов нефтепродукта.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части приводится определение температуры вспышки и рассматривается влияние на данный показатель фракционного состава и давления. Также необходимо рассмотреть способы определения температуры вспышки и воспламенения.

Экспериментальная часть должна содержать методику проведения лабораторной работы, результаты каждого анализа, расчет поправочного коэффициента и скорректированную температуру вспышки.

## 3.2. Температура застывания нефтепродуктов

Температура застывания – температура, при которой нефтепродукт теряет

свою подвижность. Это одна из температур, определяющих возможность использования и транспортировки нефтепродуктов при низких температурах.

Необходимо отметить, что основные нарушения в системах подачи топлива в условиях низких температурах связаны с температурами помутнения и застывания. Это обусловлено тем, что в состав нефтепродуктов входят углеводороды с высокой температурой плавления. К их числу можно отнести алканы нормального строения. При понижении температуры самые высокоплавкие углеводороды кристаллизуются, что приводит к помутнению нефтепродукта (температура помутнения). При дальнейшем понижении температуры кристаллы углеводородов начинают сращиваться, образуя пространственную решетку. При определенной температуре образующаяся структура настолько упрочняется, что нефтепродукт теряет текучесть. На практике это приводит к остановке агрегата.

### Характеристика прибора марки ЛЗН-75

Основными составляющими данного прибора являются: подставка, пять установленных на ней бань, предназначенных для определения температуры застывания в определенном диапазоне температур, пробирки и термометры.

Пробирки имеют внутренний диаметр 30,0÷33,3 мм и высоту 115÷125 мм.

На наружной поверхности пробирок нанесены три метки, средняя соответствует 45 см3 образца, верхняя и нижняя указывает допустимые отклонения объема образца ± 3см3.

Баня представляет емкость с вмонтированной металлической муфтой и отверстием для термометра и загрузки хладагента.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к испытанию*. Пробирки промывают легким бензином, ацетоном, дистиллированной водой и высушивают.

На внешнюю сторону пробирки надевают резиновое кольцо.

На дно муфты помещают войлочную или изготовленную из корковой пробки прокладку, толщиной ~ 5мм. В соответствующее гнездо бани устанавливают термометр (емкость бани должна быть пустой).

Нефтепродукт наливают в пробирку до средней метки уровня, после чего закрывают пробкой с термометром. Нефтепродукт не должен растекаться по стенкам пробирки.

Пробирку с образцом нагревают в водяной бане. Если предполагаемая температура застывания нефтепродукта выше +33 оС, пробирку с образцом нагревают до температуры на 9 оС выше температуры застывания. Нефтепродукт с температурой застывания от +33 оС до -33 оС, нагревают до температуры 45 оС, после чего охлаждают на воздухе до 36 оС. Нефтепродукт с температурой застывания ниже -33 оС нагревают до 45 оС и охлаждают на воздухе до 15 оС. Нефтяные остатки, цилиндровые масла, котельные топлива предварительно нагревают до 100 оС при перемешивании.

Перед охлаждением пробирку необходимо вытереть. Затем охлажденную пробирку помещают в муфту бани прибора ЛЗН-75.

В емкость бани загружают хладагент и устанавливают температуру на 5 °С ниже намеченной для определения температуры застывания. После этого пробирку с образцом нефтепродукта помещают в муфту бани.

*Проведение испытания.* Определение температуры застывания производят следующим образом:

Начиная с температуры, которая на 9 °С выше предполагаемой температуры застывания для нефтепродуктов, имеющих температуру застывания выше 33 °С (или на 12°С выше температуры застывания для остальных нефтепродуктов) через каждые 4 °С осторожно вынимают пробирку и проверяют подвижность нефтепродукта при наклоне на 45°. На извлечение и обратную установку пробирки в муфту должно затрачиваться не более 3 с. В противном случае определение температуры застывания необходимо начинать с начала. Если образец нефтепродукта не потерял свою подвижность, то температуру уменьшают.

Бани прибора ЛЗН-75 рассчитаны на определенный диапазон температур. Если температура застывания нефтепродукта не была определена в выбранной бане, ее необходимо заменить.

Если мениск не сместился, то пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до 45°С и проводят новое определение застывания при температуре на 4°С выше предыдущей и т.д. до тех пор, пока при некоторой температуре мениск не будет смещаться.

После нахождения границы застывания повторяют определение, понижая или повышая температуру испытания на 2 °С до тех пор, пока не будет установлена такая температура, при которой мениск образца нефтепродукта останется неподвижным, а при повторном испытании при температуре на 2 °С выше он сдвинется. Эта температура (при неподвижном мениске) считается температурой застывания.

### Задание к лабораторной работе

Используя прибор ЛЗН-75 определить температуру застывания образцов нефтепродукта.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части приводится определение температуры застывания, помутнения и кристаллизации. Рассматриваются способы определения температуры застывания и влияние химического состава нефтепродуктов на их температуру застывания.

Экспериментальная часть должна содержать методику проведения лабораторной работы, полученные результаты, которые представляются в виде таблицы.

Таблица 7. Результаты испытания образца нефтепродукта

№

испытания

Температура, °С

Н

аличие/отсутствие

подвижности

поверхности образца

Примечания

1

…

## 3.3. Октановое число бензина

Октановое число (ОЧ) – условный показатель, характеризующий способность топлива обеспечивать бездетонационную работу двигателя с принудительным воспламенением.

 Численно октановое число равно содержанию изооктана

(2,2,4-триметилпентана), выраженному в объемных процентах, в эталонной смеси с н-гептаном, детонационная устойчивость которой равна детонационной устойчивости исследуемого нефтепродукта

Определяется ОЧ на специальной установке, представляющей стандартный одноцилиндровый карбюраторный двигатель. Определяют ОЧ моторным и исследовательским методами. Получают, соответственно, моторное и исследовательское октановые числа (ОЧМ и ОЧИ).

Моторный метод характеризует тяжелые условия работы двигателя, поэтому октановые числа, определенные по этому методу, несколько ниже значений, полученных по исследовательскому методу.

Условия проведения испытаний: частота вращения коленчатого вала 900 мин-1; температура всасываемой смеси 149 °С; переменный угол опережения зажигания.

Исследовательский метод характеризует работу двигателя в сравнительно легких условиях (например, при движении легкового автомобиля по городским магистралям).

Условия проведения испытания: частота вращения коленчатого вала 600 мин-1; температура всасываемого воздуха – 52 °С; угол опережения зажигания 13°.

Помимо стандартных одноцилиндровых двигателей, для определения октанового числа топлива используются различные экспресс-методы, в том числе и с использованием прибора марки «Шатокс».

### Определение октанового числа бензина прибором марки «Шатокс» Устройство прибора марки «Шатокс»

Прибор предназначен для определения октанового числа (моторного и исследовательского) бензина по его диэлектрической проницаемости.

Прибор состоит из металлического стакана с проводом и электронного блока.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к испытанию.* Стакан моют ацетоном и высушивают в токе воздуха. При последовательном определении октанового числа нескольких образцов бензина допускается споласкивание стакана тестируемым образцом перед его исследованием без использования ацетона.

Стакан и электронный блок соединяют с помощью провода.

*Проведение испытания.* Испытуемый бензин наливают в стакан прибора до контрольной метки.

Нажатием кнопки «ON» на электронном блоке производят его включение. Кнопкой «SET» выбирают режим «октановое число». Ожидают результатов анализа.

По окончании анализа, нажатием кнопки «OFF» выключают электронный блок.

### Задание к лабораторной работе

Используя прибор марки «Шатокс» для образцов № 1, 2 …. i определите численное значение ОЧМ и ОЧИ.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части рассматриваются основные понятия, необходимые

для проведения лабораторной работы (детонация, детонационная стойкость, октановое число).

В экспериментальной части приводятся методика проведения лабораторной работы и значения ОЧ образцов, полученных в результате определения прибором марки «Шатокс».

## 3.4. Кислотность или кислотное число нефтепродукта

Наиболее распространенными кислотами нефтей являются нафтеновые кислоты общей формулой СnН2n-1COOH.

Это жидкие (в некоторых случаях твердые, кристаллические), малорастворимые в воде вещества со специфическим резким запахом, который ослабевает при переходе от низкомолекулярных кислот к высокомолекулярным.

Нафтеновые кислоты одноосновны и в большинстве своем имеют пятичленное кольцо. По химическим свойствам – это типичные карбоновые кислоты. При нейтрализации они легко образуют разнообразные соли. Под действием высоких температур (выше 360°С) нафтеновые кислоты разлагаются с образованием углекислоты, углеводородов и других соединений.

Содержание нафтеновых кислот в нефтях невелико и редко превышает 1,5÷2,0 % масс.

Наибольшее количество нафтеновых кислот содержится в тяжелых фракциях. Чем легче фракция, тем меньше в ней нафтеновых кислот.

Показателями, определяющими содержание в нефтях и нефтепродуктах кислот, являются кислотность и кислотное число.

Кислотность (топлив, растворов и т.п.) выражают в мг едкого кали, пошедшего на нейтрализацию 100 см3 нефтепродукта.

Кислотное число (масел, смазок и т.п.) выражают в мг едкого кали, пошедшего на нейтрализацию 1г нефтепродукта.

Эти показатели характеризуют противоизносные свойства ГСМ. С увеличением содержания нефтяных кислот противоизносные свойства топлива ухудшаются. Поэтому для повышения срока эксплуатации техники кислотность и кислотное число нормируются ГОСТами, разработанными для соответствующих ГСМ.

Принципиально способы определения кислотности могут быть разбиты на две группы:

1. основанные на прямом титровании испытуемых нефтепродуктов в смеси с соответствующими растворителями;
2. заключающиеся в экстракции кислых соединений с последующим титрованием отделенной от продукта экстракционной жидкости.

В пособии рассмотрена методика, основанная на прямом титровании.

### Определение кислотности топлив прямым титрованием Устройство прибора

Колбы конические по ГОСТ 10394 вместимостью 250 мл; холодильники обратные или трубки стеклянные длиной 700÷750 мм и

внутренним диаметром 10÷12 мм; цилиндры мерные с носиком, вместимостью 25, 50 и 100 см3, микробюретки вместимостью 5 см3; часы песочные на 5 мин или часы сигнальные.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к работе.* Вся аппаратура, выполненная из стекла, промывается легким бензином, ацетоном и дистиллированной водой, после чего сушится в токе воздуха.

При определении кислотного числа предварительную подготовку проводят только для консистентных смазок. Для этого с поверхности образца смазки снимают верхний слой и в нескольких местах (не менее трех), но не вблизи стенок сосуда отбирают пробы равного количества. Далее пробы перемешивают в фарфоровой чашке.

*Порядок проведения лабораторной работы.* В коническую колбу объемом 50 см3 наливают 85 % раствор этилового спирта и закрывают ее пробкой со вставленным в нее обратным холодильником. Содержимое колбы кипятят в течение 5 мин.

В прокипяченный спирт добавляют 4÷5 капель индикатора (нитрозинового желтого (дельта)) и нейтрализуют в горячем состоянии (при непрерывном взбалтывании) 0,05 н раствором едкого кали до первого изменения окраски от желтой до зеленой.

Для масел и консистентных смазок масса используемого образца составляет 8÷10 г масла и 5÷8 г консистентной смазки. Взвешивание проводится с точностью до 0,01 г.

Для светлых нефтепродуктов мерным цилиндром отмеривается 50 см3 образца.

При смешивании необходимо соблюдать следующее правило: для светлых нефтепродуктов в колбу с нейтрализованным горячим спиртом приливают 50 см3 испытуемого нефтепродукта, а для масел и смазок нейтрализованный горячий спирт переливают в колбу с навеской испытуемого продукта.

Колбу со средой и нефтепродуктом закрывают пробкой с обратным холодильником и подвергают кипячению. Светлые нефтепродукты и масла кипятят в течение 5 мин. при непрерывном перемешивании; смазки – до полного растворения смазки и после этого еще 5 мин.

После кипячения в смесь добавляют 4÷5 капель индикатора (нитрозинового желтого (дельта)) и в горячем состоянии титруют 0,05 н спиртовым раствором едкого кали при непрерывном интенсивном взбалтывании до первого изменения окраски нижнего слоя или смеси от желтой (или желтой с оттенками) до зеленой (или зеленой с оттенками).

При наличии синей или сине-зеленой окраски титрование щелочью не производят и записывают, что органические кислоты в испытуемом нефтепродукте отсутствуют.

### Расчёт значений кислотности и кислотного числа

Кислотность (К) испытуемого нефтепродукта (мг КОН на 100см3 нефтепродукта) вычисляют по формуле:

 V T 100 

 K  50 (14)

где V – объем 0,05 н раствора едкого кали, пошедший на титрование, см3; Т – титр 0,05 н раствора едкого кали, выраженный в см3; 100 – коэффициент для приведения кислотности к 100 см3 нефтепродукта; 50 – объем нефтепродукта,

взятый для испытания, см3

Кислотное число (К1) испытуемого нефтепродукта (мг КОН на 1 г нефтепродукта) вычисляется по формуле:

 V k 5,611 

 K1  G (15)

где G – навеска испытуемого нефтепродукта, г.

### Задание к лабораторной работе

В соответствии с заданием преподавателя определить кислотность (кислотное число) образца нефтепродукта

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части приводятся теоретические основы титриметрического анализа (сущность анализа, стандартизация растворов, основные приемы титрования, основные метода титриметрического анализа), определение кислотности и кислотного числа с указанием нефтепродуктов, для которых применимы эти характеристики.

Экспериментальная часть должна содержать методику проведения лабораторной работы, полученные результаты.

## 3.5. Йодное число и непредельные углеводороды нефтепродуктов

Йодное число является одним из показателей, характеризующим стабильность топлива. Различают физическую и химическую стабильность топлива. Под физической стабильностью понимают потерю массы топлива от испарения и изменение коллоидно-химического состояния, проявляющегося в нарушении гомогенности топлива и появления отдельных фаз. Под химической стабильностью подразумевают способность топлива противостоять окислительному действию кислорода воздуха и сохранять свой углеводородный состав. Это способность топлива очень важна, так как в результате окисления углеводородов меняется (утяжеляется) углеводородный состав топлива, образуются смолы. Все это приводит к ухудшению физико-химических характеристик топлив и, в конечном итоге, к невозможности их применения.

Углеводороды различных классов имеют разную склонность к окислению. Из углеводородов топлив (парафины, олефины, нафтены, ароматические соединения) наиболее склонны к окислению непредельные, затем насыщенные и, наконец, ароматические углеводороды. И именно эту (химическую) стабильность топлива характеризует йодное число.

Определение йодного числа осуществляется в соответствии с ГОСТ 2070. Стандарт распространяется на авиационные бензины, топлива типа Т-1 и другие легкие топлива.

### Устройство прибора

Стаканчики для взвешивания (бюксы) с притертой пробкой. Наружный диаметр стаканчика ~ 10 мм*,* высота ~ 15 мм*.*

Вместо стаканчиков могут применяться стеклянные ампулы емкостью 0,5÷1,0 мл*,* с оттянутыми в капилляр концами, а также капельницы с притертой пробкой или микропипетки с подразделениями на неполное опорожнение по ГОСТ 1770, вместимостью 1÷2 мл.

Колбы конические с притертой пробкой, номинальной емкостью 500 мл.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770.

Цилиндры измерительные вместимостью 25 и 250 мл и бюретки вместимостью 25 или 50 мл.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к работе.* Вся аппаратура, выполненная из стекла, промывается легким бензином, ацетоном и дистиллированной водой, после чего сушится в токе воздуха.

Нефтепродукт фильтруют через вату (для удаления влаги).

*Порядок проведения лабораторной работы.* Взвешивание осуществляется в стаканчике с притертой пробкой. Масса навески нефтепродукта должна быть 0,2÷0,4 г. Все взвешивания производят с точностью до 0,0004 г.

Для отбора навески ампулой, ее взвешивают и нагревают над пламенем горелки или спиртовки. Кончик капилляра нагретой ампулы быстро погружают в испытуемый нефтепродукт (в стаканчике), а шарик ампулы, в случае необходимости, охлаждают льдом или снегом. После заполнения осторожно запаивают кончик капилляра ампулы и взвешивают ее.

Навеску топлив Т-1 и ТС-1 можно брать при помощи капельницы. В этом случае испытуемый нефтепродукт наливают в капельницу и взвешивают. В коническую колбу наливают 15 мл этилового спирта, из капельницы приливают 13÷15 капель нефтепродукта, вновь взвешивают капельницу и по разности весов определяют навеску.

При отсутствии стаканчика, ампулы или капельницы необходимое количество испытуемого нефтепродукта приливают к 15 мл этилового спирта при помощи микропипетки. При этом предварительно определяют плотность нефтепродукта при температуре испытания и вычисляют навеску по объему нефтепродукта и его плотности.

В коническую колбу с притертой пробкой (или склянку с притертой пробкой) наливают 15 мл этилового спирта и опускают туда стаканчик с навеской испытуемого нефтепродукта, слегка приоткрывая крышку стаканчика.

Если навеска испытуемого нефтепродукта взята в ампулу, то в коническую колбу наливают 5 мл этилового спирта, разбивают в нем стеклянной палочкой ампулу, следя за тем, чтобы капилляр при этом был измельчен, и обмывают палочку и стенки колбы 10 мл этилового спирта.

Затем в колбу (склянку) приливают из бюретки 25 мл спиртового раствора йода, плотно закрывают колбу пробкой, предварительно смоченной раствором йодистого калия, и осторожно встряхивают колбу. Приливают к содержимому в колбе 150 мл дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, взбалтывают в течение 5 мин и оставляют в покое на 5 мин*,* после чего пробку и стенки колбы обмывают небольшим количеством дистиллированной воды.

Содержимое колбы титруют 0,1 *н* раствором тиосульфата натрия. Когда жидкость в колбе примет светло-желтый цвет, приливают в колбу 1÷2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

При анализе топлива Т-1 перед самым началом титрования в колбу с испытуемым раствором приливают 25 мл раствора йодистого калия.

Для вычисления йодного числа проводят контрольный опыт. Для этого повторяют все описанные выше действия, но без нефтепродукта.

### Расчет йодного числа нефтепродукта

Йодное число (ЙЧ) в граммах йода, присоединяющегося к 100 г нефтепродукта, вычисляют по формуле:

 (V GV )T1 (16)

ЙЧ 

где V – объем 0,1 *н* раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование

в контрольном опыте, в мл; V1 – объем 0,1 *н* раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование в опыте с нефтепродуктом, в мл; Т– титр 0,1 *н* раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах йода; G – навеска испытуемого нефтепродукта, в г.

Титр тиосульфата натрия, выраженный в граммах йода, устанавливают следующим образом. Берут точную навеску чистого возогнанного йода и титруют ее 0,1 *н* раствором тиосульфата натрия (в присутствии крахмала) до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания. Частное от деления навески йода в граммах на число миллилитров раствора тиосульфата натрия, пошедших на титрование, есть титр, выраженный в граммах йода!

Йодное число испытуемого нефтепродукта определяют в двух параллельных навесках. Из результатов двух параллельных определений берут среднее арифметическое.

Содержание в испытуемом нефтепродукте непредельных углеводородов в массовых процентах (Нв) вычисляют по формуле:

 HВ  ЙЧ М (17)

254

где М – средняя молекулярная масса непредельных углеводородов испы-

туемого нефтепродукта; для авиационного бензина средний молекулярная масса принимается равным 100, а для топлива Т-1, ТС-1 и Т-2 – равным 175; 254 – молекулярная масса йода.

### Задание к лабораторной работе

Определить йодное число и содержание непредельных углеводородов образца нефтепродукта в соответствии с ГОСТ 2070

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части приводятся теоретические основы титриметрического анализа (сущность анализа, стандартизация растворов, основные приемы титрования, основные метода титриметрического анализа), определение йодного числа, углеводородный состав нефти.

Экспериментальная часть должна содержать методику проведения лабораторной работы, полученные результаты.

## 3.6. Фактические смолы в нефтепродуктах

Природные нефти, дистиллаты и остатки от перегонки содержат группу соединений, объединенных под общим названием смолистые вещества.

Смолистые вещества разделяют на нейтральные смолы; асфальтены; карбены и карбоиды; асфальтогеновые кислоты и их ангидриды.

Нейтральные смолы это полужидкие, иногда почти твердые, текучие, вещества, темнокоричневого или черного цвета с удельным весом несколько выше 1. Они хорошо растворимы во всех нефтепродуктах и органических растворителях, за исключением этилового и метилового спиртов.

Асфальтены – темнобурые аморфные порошки. При нагревании выше 300 °С они без плавления разлагаются с образованием газов и кокса. Если нейтральные смолы образуют в растворителях обычные физические растворы, то асфальтены образуют коллоидальные растворы. Их растворимость связана с предварительным набуханием в растворителе. Подобным образом они растворяются в бензоле, хлороформе, четыреххлористом углероде, сероуглероде. В легком бензине, винном спирте, этиловом эфире и т. д., асфальтены не набухают и не растворяются.

Карбены и карбоиды внешне напоминают асфальтены, но отличаются более темной окраской и содержат большее количество кислорода. По химическим свойствам они аналогичны смолам и асфальтенам. Карбены растворимы только в сероуглероде. Карбоиды не растворимы ни в каких растворителях.

Асфальтогеновые кислоты и их ангидриды – смолоподобные вещества с удельным весом выше 1. Растворимы в спирте и в хлороформе, но почти не растворимы в бензине.

Нейтральные смолы и асфальтены являются основными представителями смолистых веществ. Карбены и карбоиды, асфальтогеновые кислоты и их ангидриды в сравнительно небольших количествах встречаются в гудронах, в остатках крекинга, в кислотных отбросах, а также в естественных и искусственных нефтяных асфальтах.

В топливах при хранении и эксплуатации могут образовываться смолоподобные вещества в виде отложений на поверхности хранилищ, топливоподающей системы и т.д. Склонность топлив к образованию отложений связана с происходящими в них процессами окисления, конденсации и полимеризации гетероатомных соединений. Эти процессы протекают как при высоких, так и при низких температурах, только с меньшей скоростью.

Образующиеся в небольших количествах в резервуарах складов, эти вещества являются, преимущественно, обводненными продуктами коррозии. Такие отложения сравнительно легко удаляются при плановых чистках резервуаров, и при надлежащем фильтровании горючего при заправке они не попадают в топливные системы транспорта.

Образование отложений в самих топливах и на деталях топливных систем, как правило, обусловлено нагревом топлива в процессе эксплуатации. При чрезмерном количестве эти отложения могут отрицательно воздействовать на работу топливных систем, вызывая забивку фильтров, нарушая работу топливорегулирующей аппаратуры и снижая эффективность охлаждения нагретых тел в теплообменных аппаратах.

Поэтому, для обеспечения безопасности эксплуатации транспортных средств нормируется склонность образования смол в топливе. Склонность топлив (бензина, керосина, дизельного топлива) к образованию низкотемпературных отложений оценивается содержанию фактических смол.

### Определение содержания фактических смол Устройство прибора

Определение содержания фактических смол осуществляется на аппарате ПОС-А. Работа устройства основана на выпаривании нефтепродукта струей пара с последующим определением веса осадка. Исходные данные о режиме работы устройства заносятся через клавиатуру в память прибора. Дальнейшая работа устройства осуществляется автоматически по программе, зашитой в памяти.

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к работе.* Подлежащее испытанию топливо профильтровывают через бумажный фильтр. При наличии явных следов воды топливо взбалтывают в течение 10÷15 мин. со свежепрокаленным сернокислым натрием и фильтруют.

Подготовка устройства ПОС-А к работе заключается в тщательном промывании (снаружи и изнутри) трубок крышек, подающих пар в стакан с топливом, растворителем (бензол, ацетон, технических хлороформ или спирто-бензольная смесь в соотношении 1:4).

Стаканы, служащие для определения фактических смол, перед испытанием также промываются одним из указанных выше растворителей и сушатся в токе воздуха. Стаканы после промывки и сушки ставятся в карманы бани, нагретой до температуры испытания. После этого карманы прибора плотно закрываются крышками.

*Порядок проведения лабораторной работы.* Введите в прибор ПОС-А условия проведения анализа. Для этого необходимо:

* последовательно нажать клавиши «РЕЖИМ» и «ПУСК». При этом в верхнем ряду жидкокристаллического дисплея отобразится надпись «НАБОР РЕЖИМА», в нижнем ряду – надпись «Темп. = 000 град.»
* ввести клавишами цифрового поля значение температуры, до которой необходимо нагреть термостат прибора ПОС-А. При испытании топлив с температурой конца кипения до 210 °С (бензины), нагрев осуществляют до температуры 160 °С. Для топлив с температурой конца кипения до 300 °С (керосины), нагрев осуществляют до 180°С. При испытании топлив с температурой конца кипения выше 300 °С (дизельное топливо) – температура нагрева до 225°С.
* нажать клавишу «ПУСК». В верхнем ряду дисплея отобразится надпись «ТЕРМОСТАТ», в нижнем ряду – надписи «Темп.= \*\*\*град.», где \*\*\* – текущая температура термостата и «P = \*\*%», где \*\* – мощность, подаваемая на нагреватель, в процентах. Светодиод «НАГРЕВ» начинает мигать с частотой, которая зависит от подаваемой на нагреватель мощности и может меняться в процессе опыта.
* При достижении заданной температуры в верхнем ряду дисплея отобразится надпись: «ГОТОВ К РАБОТЕ» и заработает звуковая сигнализация, отключить которую можно, нажав клавишу «ЗВУК».

Далее, стаканы, промытые и высушенные в токе воздуха, устанавливают в карманы прибора и плотно закрывают крышками. Выдерживают при заданной температуре в карманах бани 20 мин, после чего снимают крышки и через 2 мин. стаканы вынимают щипцами из карманов, охлаждают 30÷40 мин. в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Отмеряют мерным цилиндром или пипеткой по 25 мл испытуемого бензина или по 20 мл авиационного турбо-реактивного топлива (например Т-1) или по 10 мл тракторного керосина или дизельного топлива в каждый из подготовленных стаканов, которые затем ставят в карманы бани, нагретой до установленной температуры. Карманы со стаканами с топливом осторожно и плотно закрывают крышками.

Отмеряют мерным цилиндром или пипеткой дистиллированную воду и наливают ее в стаканы для воды в следующих количествах: при испытании при испытании бензинов – 25 мл; при испытании керосинов – 35 мл; при испытании дизельных топлив – 60 мл

Устанавливают стаканы в карманы прибора после чего карманы закрывают крышками.

После установки стаканов в карманы запускают таймер устройства, нажав одну из клавиш «2 мин.», «20 мин.», «40 мин.», «60 мин.», соответствующую необходимой продолжительности испытаний. При этом в верхнем ряду дисплея отобразится надпись «Taймep = текущее время до конца испытаний», а в нижнем ряду – надпись «Темп. = температура режима ±2 град.» «P = \*\* % или 0 %».

По истечении времени испытаний (срабатывает звуковой сигнал, отключить которую можно, нажав клавишу «ЗВУК») открывают крышки карманов и через 2 мин. щипцами вынимают из карманов стаканы. Стаканы охлаждают в эксикаторе 30÷40 мин и взвешивают с точностью до 0,0002 г.

### Расчет содержания фактических смол

Результат определения фактических смол (мг/100 мл топлива) для каждого стакана вычисляют по формуле:

 Х  (G2V G )1 100 (18)

где: G1– вес чистого, сухого стакана в мг; G2 – вес стакана со смолами в

мг; V – объем топлива, налитого в стакан для испытания, в мл.

Содержание фактических смол в испытуемом топливе вычисляют как среднее арифметическое двух параллельных определений. Результаты испытания округляют до целых единиц.

*Задание к лабораторной работе*

Определить содержание фактических смол в образце нефтепродукта.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части необходимо представить информацию об углеводородном составе нефти, склонности углеводородов различного класса к окислению воздухом/водяным паром.

Экспериментальная часть должна содержать методику, условия проведения лабораторной работы, полученные результаты.

# Глава IV. НЕФТЯНЫЕ БИТУМЫ

Нефтяные битумы получают переработкой тяжёлых остатков вакуумной перегонки нефти (гудронов) и побочных продуктов масляного производства – асфальтов деасфальтизации. Битумы являются одним из важнейших продуктов нефтепереработки. Они широко используются в качестве строительных и гидроизолирующих материалов при строительстве фундаментов зданий и кровель (изоляционные и кровельные битумы), связующего вещества при прокладке дорог (дорожные битумы) и т.д.

## 4.1. Эксплуатационные характеристики битумов

Для успешного применения битумов по тому или иному направлению они должны обладать определенным набором свойств.

### **4.1.1. Вязкость**

При высоких температурах битумы приближаются по своим свойствам к жидкости, а при низких приобретают свойства твердого тела. Для дорожных битумов вязкость, как показатель эксплуатационных свойств, важна в следующих случаях:

1. В период смешения битумов с минеральными материалами они должны иметь достаточно низкую вязкость, чтобы обеспечить легкость и эффективность смешения и укладки смеси в покрытие.
2. В процессе работы дорожного покрытия битум должен обладать очень высокой вязкостью при повышенных температурах, обеспечивающей ему необходимую прочность.

Поэтому вязкость является одной из основных характеристик структурномеханических свойств битумов.

Вязкость битумов изменяется в широких пределах в зависимости от химического состава и температуры. Значительное влияние на вязкость битума оказывает соотношение содержащихся в нём асфальтенов и масел. С увеличением количества асфальтенов вязкость повышается.

Для повышения долговечности дорожного покрытия важно, чтобы вязкость битума в меньшей степени изменялась в интервале температур, при которых эксплуатируется покрытие.

Маркировочным признаком вязких дорожных битумов, косвенно определяющим их вязкость, служит показатель глубины проникания иглы (пенетрации) в битум при температурах 25 и 0 °С.

Чем выше содержание асфальтенов в битуме, тем меньше глубина проникновения иглы. Глубина проникания иглы косвенно характеризует такие эксплуатационные качества битума, как твердость, прочность и теплостойкость.

Маркировочным признаком жидких дорожных битумов является условная вязкость – время истечения (секунд) при 60 °С 50 мл битума через отверстие 5 мм, определяемое стандартным вискозиметром.

### **4.1.2. Температура размягчения**

Температуру, при которой битумы из относительно твердого состояния переходят в жидкое, условно называют температурой размягчения.

Температура размягчения является также условным показателем вязкости битумов при более высоких температурах. Более вязкие битумы имеют более высокую температуру размягчения. При одинаковой глубине проникания иглы битумы с более высокой температурой размягчения являются и более теплостойкими. Битумы с низкой температурой размягчения обладают низкой прочностью при повышенной температуре.

Температура размягчения зависит от состава битума. Она тем выше, чем больше отношение содержания асфальтенов к содержанию жидких компонентов битума – смол и масел.

Для качества битума большое значение имеет соотношение между показателем глубины проникания иглы и температурой размягчения. Более ценные битумы те, у которых при данной температуре размягчения более высокий показатель глубины проникания иглы. Это означает относительно меньшую восприимчивость битумов к изменению температуры.

Таким образом, вязкость битумов существенно влияет на свойства асфальтобетонной смеси в процессе перемешивания, укладки и уплотнения, а также на строительно-технические свойства асфальтобетона. Большая вязкость битумов увеличивает прочность, водостойкость и теплостойкость асфальтобетона, но битумы с повышенной вязкостью хуже обволакивают поверхность минеральных материалов. Поэтому битумы следует применять с определенной вязкостью и при определенных температурах нагрева с учетом климатических условий района строительства, вида, марки и типа асфальтобетона, категории автомобильной дороги.

### **4.1.3. Индекс пенетрации**

Этот показатель служит для эксплуатационной оценки битумов и связывает показатели температуры размягчения и глубины проникания иглы. Индекс пенетрации (ИП) –эмпирический показатель, определяемый по формулам:

30

 ИП  150А 10(19)

2,9031 lgП

 А  (20)

Т  25

где: П – глубина проникания иглы при 25°С, 0,1 мм; Т – температура раз-

мягчения, °С.

Индекс пенетрации характеризует коллоидные свойства битумов, их пластические свойства и зависимость их от температуры.

По индексу пенетрации битумы разделяют на три группы:

1. Битумы, у которых ИП ниже -2 (золь). Это битумы, не имеющие дисперсной фазы или содержащие сильно пентизированные асфальтены (битумы из крекинг-остатков или пеки из каменноугольной смолы). Эластичность таких битумов (дуктильность при 25°С) близка к нулю;
2. Битумы, у которых и ИП находится в диапазоне от -2 до +2 (золь-гель). У таких битумов имеются элементы для образования пространственного коагуляциононого каркаса с прослойками дисперсной среды, препятствующей старению битума (битумы для дорожного строительства);
3. Битумы с ИП выше 2 относятся к гелями и склонны к старению.

### **4.1.4. Растяжимость**

Растяжимость битумов оценивается по их способности растягиваться в нить определенной длины под влиянием нагрузки.

Растяжимость битумов зависит от их температуры, группового состава и структуры.

Битумы с большим содержанием смол при оптимальном содержании масел и асфальтенов имеют большую пластичность.

С повышением температуры растяжимость битумов увеличивается. Битумы, имеющие большую глубину проникания иглы, имеют и большую растяжимость. С увеличением содержания в битумах твердых парафинов растяжимость битумов уменьшается.

Растяжимость битумов косвенно характеризует сцепление их с минеральными материалами. С повышением растяжимости сцепление битумов с минеральными материалами повышается, что объясняется значительным содержанием в битумах ароматических соединений и смол.

Растяжимость битумов при 25 °С характеризует степень структурированности битума и тип его дисперсной структуры.

С растяжимостью битума при низких температурах тесно связано одно из важнейших свойств асфальтобетона – его деформативная способность при низких температурах эксплуатации. Недостаточная деформативная способность приводит к быстрому разрушению асфальтобетона в покрытиях появляются трещины.

### **4.1.5. Температура хрупкости**

Низшая температура, при которой битум в данных условиях испытания теряет вязкопластические свойства и становится хрупким, называется температурой хрупкости.

Температура хрупкости – один из важнейших показателей качества дорожных, кровельных и ряда других битумов, характеризующий работу битумосодержащих материалов при низких температурах. Предпочтительна более низкая температура хрупкости битума, так как такой битум имеет лучшие пластические свойства, а дорожное или кровельное покрытия лучше работают в условиях сурового климата и холодной погоды. Покрытия из битума с высокой температурой хрупкости при низких температурах выкрашиваются, дают трещины и быстро разрушаются.

Наличие парафино-нафтеновых и моноциклических ароматических соединений обуславливает низкую температуру хрупкости, битумов.

Температурный интервал между температурой размягчения и температурой хрупкости называют интервалом пластичности.

Битумы с широким интервалом пластичности (более 70°С) обладают повышенной деформационной способностью, стойкостью к образованию трещин при низких температурах и стойкостью против сдвига при повышенных летних температурах.

Чем больше величина температурного интервала, в котором битум находится в упруго-вязком состоянии, тем выше его эксплуатационные свойства. Такой битум обычно проявляет также хорошее сцепление с поверхностью минерального материала.

### **4.1.6. Сцепление с поверхностью минеральных материалов (адгезия)**

Способность битумов к прочному сцеплению с поверхностью минеральных частиц предотвращает выкрашивание минерального материала из монолита дорожного покрытия и обеспечивает его морозо- и водостойкость.

Сцепление битумов с минеральным материалом зависит от свойств битумов и минеральных материалов, а также от внешних условий, в которых проводится смешение и работает дорожное покрытие.

Сцепление битумов определяется полярностью молекул компонентов смеси. В битуме значительной полярностью обладают молекулы асфальтенов и асфальтеновых кислот и их ангидридов.

Битумы хорошо сцепляются с поверхностью минеральных материалов карбонатных и основных горных пород и плохо – с поверхностью минеральных материалов кислых (содержание SiO2 более 65%) горных пород (гранит).

Сцепление битума повышается с увеличением температуры, а наличие влаги на поверхности минерального материала резко снижает сцепление битума.

### **4.1.7. Содержание водорастворимых соединений**

К водорастворимым соединениям относятся соединения, извлекаемые водой в виде раствора или выделяющиеся из битума в виде эмульсий. Как правило, это низкомолекулярные соединения (кислоты или щелочи) и некоторые соли органических кислот.

Наличие в битуме водорастворимых соединений приводит к тому, что при контакте битума с водой происходит экстракция этих веществ. Процесс вымывания отдельных компонентов из состава битумного вяжущего, способствует образованию микротрещин (пустот) в дорожном покрытии, что в свою очередь в зимнее время приводит к его разрушению за счет расклинивающего эффекта замерзающей воды. Минеральный материал при этом может обнажаться, а затем выкрашиваться из дорожного покрытия.

Содержание водорастворимых соединений определяется как отношение количества битумных компонентов, попавших в водную вытяжку после кипячения, к первоначальной навеске испытуемою битума.

### **4.1.8. Старение**

Старением называется совокупность необратимых изменений химического состава, структуры и свойств битумов, происходящих при воздействии на них температуры, света, воздуха, воды, минеральных материалов и механических нагрузок.

В результате старения битумы повышают вязкость и хрупкость.

Вязкость возрастает в результате изменения группового состава битумов – превращения смол в асфальтены, асфальтенов – в карбены и карбоиды, снижения содержания ароматических соединений.

При длительном хранении битума на открытом воздухе на его поверхности в результате окисления появляются трещины, шелушение, ухудшается адгезия к минеральным материалам. Такие изменения физических свойств и химического состава битумов связаны с происходящими в битумах процессами окисления и полимеризации и в меньшей степени зависят от испарения легких фракций.

Характеристикой устойчивости битумов к старению (стабильностью) в условиях продолжительного хранения при повышенных температурах является повышение температуры размягчения после прогрева.

Битумы с большей начальной вязкостью подвержены меньшим изменениям от действия атмосферных факторов, чем битумы с меньшей начальной вязкостью. Интенсивность старения возрастает у битумов при их нагреве в присутствии минеральных материалов, выполняющих роль катализаторов.

На интенсивность старения битума в асфальтобетонном покрытии существенное влияние оказывает объем и структура пор асфальтобетона. Большой объем открытых (сообщающихся) пор, способствующих усиленной циркуляции воздуха и воды, интенсифицирует старение битума. В плотных асфальтобетонах, характеризующихся замкнутыми порами, старение битума менее интенсивно.

Интенсивность старения битумов тем больше, чем тоньше слой асфальтобетона.

### **4.1.9. Пожаробезопасность битумов**

При нагреве из битумов выделяются газообразные продукты, которые в присутствии открытого пламени могут вспыхнуть. Для предохранения битумов от возгорания при их изготовлении и применении необходимо учитывать температуры вспышки и самовоспламенения.

По значению температур вспышки и самовоспламенения судят о пожароопасности и ожидаемых потерях от испарения битумов.

## 4.2. Методы определения характеристик битумов

***4.2.1. Определение глубины проникновения иглы (пенетрация)***

### Устройство прибора

Прибором, необходимым для определения глубины проникновения иглы является пенетрометр. Пенетрометр должен быть снабжен иглами, грузом (шайбой), чашкой металлической цилиндрической с плоским дном, внутренним диаметром 55±1 мм и высотой: 35±2 мм (для битумов с глубиной проникания иглы до 250) или высотой 60±1 мм (для битумов с глубиной проникания иглы более 250).

### Проведение лабораторной работы

*Подготовка к испытанию.* Испытуемый образец битума нагревают до подвижного состояния. При наличии влаги битум обезвоживают, нагревая его до температуры на 90 °С выше температуры размягчения, но не выше 180°С (для дорожных битумов не выше 160 °С) при осторожном перемешивании, избегая местных перегревов. Время нагревания битума при указанных условиях не должно превышать 30 мин.

Обезвоженный и расплавленный (до подвижного состояния) битум процеживают через металлическое сито и наливают в две пенетрационные чашки так, чтобы поверхность битума была ниже верхнего края чашки не более чем на 5 мм, и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Чашки с битумом охлаждают на воздухе при 18÷30°С, предохраняя образцы от попадания пыли. Время охлаждения 30÷60 мин. (для битумов с глубиной проникания иглы до 250) или 90÷120 мин. (для битумов с глубиной проникания иглы более 250).

Затем чашки с битумом помещают в баню для термостатирования при заданной температуре испытания. Время термостатирования чашек с высотой 35 мм – 60÷90 мин., а чашек высотой 60 мм – 90÷120 мин.

Пенетрометр устанавливают горизонтально, после этого проверяют точность показаний прибора. Для этого вынимают иглу и произвольно опускают плунжер прибора. Затем между плунжером и нижним концом рейки кремальеры вставляют тарировочный стержень высотой 50±0,05 мм, устанавливают стрелку на нуль, вынимают тарировочный стержень и опускают рейку кремальеры до касания с верхним концом плунжера. Показание пенетрометра должно соответствовать высоте тарировочного стержня.

*Порядок проведения лабораторной работы.* После термостатирования чашку с образцом битума вынимают из бани и помещают в плоскодонный сосуд вместимостью не менее 0,5 дм3, наполненный водой так, чтобы высота жидкости над поверхностью битума была не менее 10 мм. Температура воды в сосуде должна соответствовать температуре испытания.

Сосуд устанавливают на столик прибора и подводят острие иглы к поверхности битума так, чтобы игла слегка касалась ее. Правильность подведения иглы к поверхности битума проверяют с помощью зеркальца при освещении поверхности образца источником направленного холодного света. Доводят кремальеру до верхней площадки плунжера, несущего иглу, и устанавливают стрелку на нуль или отмечают ее положение, после чего одновременно включают секундомер и нажимают кнопку прибора, давая игле свободно входить в испытуемый образец в течение 5 с (или, в зависимости от температуры определения, 60 с), по истечении которых отпускают кнопку. После этого доводят кремальеру вновь до верхней площадки плунжера с иглой и отмечают показание прибора.

Если прибор полуавтоматический, то устанавливают шкалу или стрелку на 0 и приводят в действие механизм, который по истечении заданного времени выключается сам.

Определение повторяют не менее трех раз в различных точках на поверхности образца битума, отстоящих от краев чашки и друг от друга не менее чем на 10 мм.

После каждого погружения иглу вынимают из гнезда, отмывают толуолом, бензином или другим растворителем и насухо вытирают в направлении острия.

Если имеется разброс результатов, перед проведением испытания иглы погружают на 5 мин в 1% раствор олеиновой кислоты в толуоле, затем насухо вытирают.

Если глубина проникания иглы образца выше 200 единиц, применяют не менее трех игл, оставляя каждую в образце до завершения трех определений.

### Обработка результатов

За результат испытания при 25°С принимают среднее арифметическое значение результатов не менее трех определений.

### Задание к лабораторной работе

Определить значение глубины проникновения иглы для образцов нефтепродукта.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части необходимо представить информацию об битумах

и их свойствах.

Экспериментальная часть должна содержать методику, условия проведения лабораторной работы, полученные результаты.

#### 4.2.2. Определение температуры размягчения битумов по кольцу и шару

Метод используется для нефтепродуктов, имеющих температуру размягчения в интервале от 20 до 200°С.

### Устройство прибора

Прибор состоит из стеклянного стакана, латунного гладкого кольца, двух пластин, шарика, крышки и термометра. *Проведение лабораторной работы*

*Подготовка к испытанию.* Перед испытанием, при наличии влаги, образец битума обезвоживают. Для этого его осторожно (без перегрева) нагревают до температуры на 80÷100 °С выше ожидаемой температуры размягчения (но не ниже 120°С и не выше 180 °С).

Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито, а затем тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха. Масса пробы битума  50 г.

Битум наливают (с некоторым избытком) в два гладких или ступенчатых кольца, помещенных на пластинку, покрытую смесью декстрина с глицерином (соотношение 1:3) или талька с глицерином (соотношение то же). Следует избегать образования пузырьков воздуха.

Для битумов с температурой размягчения свыше 80°С используют ступенчатые кольца, которые первоначально подогревают до предполагаемой температуры размягчения битума.

После охлаждения колец с битумом на воздухе в течение 30 мин. при температуре 25±10 °С избыток битума гладко срезают нагретым ножом вровень с краями колец.

Для битума с температурой размягчения свыше 110°С избыток срезают после охлаждения на воздухе в течение 5 мин., а затем выдерживают еще 15 мин.

Для битумов с температурой размягчения ниже 30°С кольца с битумом помещают на 30 мин. в стакан с водой, температура которой 5±1°С, а затем срезают избыток битума.

*Порядок проведения лабораторной работы.* Кольца с битумом (темпера-

тура размягчения ниже 80°С) помещают в отверстия верхней пластинки аппарата.

В среднее отверстие верхней пластинки вставляют термометр так, чтобы нижняя точка ртутного резервуара находилась на одном уровне с нижней поверхностью битума в кольцах.

Штатив с испытуемым битумом в кольцах и направляющими накладками помещают в стеклянный стакан (баню), заполненный дистиллированной водой, температура которой 5±1°С. Уровень воды над поверхностью колец не менее 50 мм.

По истечении 15 мин. штатив вынимают из бани, на каждое кольцо в центре поверхности битума пинцетом кладут стальной шарик, охлажденный в бане до 5±1 °С, и опускают подвеску обратно в баню, избегая появления пузырьков воздуха на поверхности битума.

Устанавливают баню на нагревательный прибор так, чтобы плоскость колец была строго горизонтальна, и включают обогрев. Температура воды в бане после первых 3 мин. подогрева должна подниматься со скоростью 5±0,5°С в минуту. Для обеспечения равномерности нагрева по высоте бани применяют мешалку.

Для битумов с температурой размягчения свыше 80°С определение проводят по изложенной выше схеме, со следующими изменениями:

 для битумов с температурой размягчения от 80 до 110 °С в баню наливают смесь воды с глицерином (соотношение 1:2); для битумов с температурой размягчения свыше 110°С в баню наливают глицерин;  температура выдержки образцов битума в течение 15 мин в бане, наполненной глицерином с водой или глицерином - 34±1°С;  шарик должен быть нагрет в бане до 34±1°С.

Для каждого кольца и шарика отмечают температуру, при которой выдавливаемый шариком битум коснется нижней пластинки.

### Обработка результатов

За температуру размягчения битума принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, округленное до целого числа.

### Задание к лабораторной работе

Определить значение глубины проникновения иглы для образцов нефтепродукта.

### Оформление лабораторной работы

Оформленная лабораторная работа должна содержать теоретическую и экспериментальную части.

В теоретической части необходимо представить информацию об битумах и их свойствах.

Экспериментальная часть должна содержать методику, условия проведения лабораторной работы, полученные результаты.

# Сведения об авторах

Николаев Александр Игоревич, доктор технических наук, профессор кафедры технологии нефтехимического синтеза и искусственного жидкого топлива имени А.Н. Башкирова Института тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет».

Терентьева Вера Борисовна, аспирант кафедры технологии нефтехимического синтеза и искусственного жидкого топлива имени А.Н. Башкирова Института тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет».

Пешнев Борис Владимирович, доктор технических наук, профессор кафедры технологии нефтехимического синтеза и искусственного жидкого топлива имени А.Н. Башкирова Института тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет».