

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования

Воронежский государственный технический университет

Кафедра теплогазоснабжения и нефтегазового дела

**ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА**

*МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
к выполнению лабораторных работ  
для студентов направления 21.03.01 «Нефтегазовое дело»  
всех форм обучения*

Воронеж 2022

УДК 665.6(07)  
ББК 35.514я7

**Составители:**

*М. А. Долбилова, Е. С. Аралов*

**Химия нефти и газа:** методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов направления 21.03.01 «Нефтегазовое дело» всех форм обучения / ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»; сост.: М. А. Долбилова, Е. С. Аралов. – Воронеж: Изд-во ВГТУ, 2022. – 33 с.

Методические указания содержат описание лабораторных работ по определению физико-химических свойств нефти и нефтепродуктов. Перед описанием методики проведения лабораторной работы дается краткое теоретическое введение.

Предназначены для студентов направления 21.03.01 «Нефтегазовое дело» всех форм обучения при изучении дисциплины «Химия нефти и газа».

Методические указания подготовлены в электронном виде и содержатся в файле МУ\_ЛР\_ХНиГ.pdf.

Ил. 13. Табл. 2. Библиогр.: 9 назв.

**УДК 665.6(07)**  
**ББК 35.514я7**

***Рецензент** – М. Н. Жерлыкина, кан. техн. наук, доц.  
кафедры жилищно-коммунального хозяйства, ВГТУ*

*Издается по решению редакционно-издательского совета  
Воронежского государственного технического университета*

## ВВЕДЕНИЕ

Лабораторные работы по курсу «Химия нефти и газа» предназначены для получения обучающимися четких представлений о том, какие показатели характеризуют нефть, нефтяную фракцию или нефтепродукт, каковы их относительная ценность и значение, а также изучение и получение практических навыков определения важнейших физико-химических характеристик.

Методические указания раскрывают основные методы анализа физико-химических свойств нефти, нефтяных фракций и нефтепродуктов, такие как: определение плотности и вязкости, общего содержания серы, молекулярной массы, температуры вспышки нефти и нефтепродуктов.

Чтобы наиболее рационально и полно использовать все возможности лабораторных для подготовки к ним необходимо: следует разобрать лекцию по соответствующей теме, ознакомиться с соответствующим разделом учебника, проработать дополнительную литературу и источники, решить задачи и выполнить другие письменные задания.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

Нефть – горючая, маслянистая жидкость со специфическим запахом от светло-коричневого (почти бесцветного) до темно-бурого (почти черного) цвета. В настоящее время в России действует государственный стандарт Р 51858-2002, в котором прописаны основные характеристики нефти, добываемой на территории Российской Федерации.

В соответствии с этим стандартом приняты два определения нефти: *Сырая нефть* – жидкая природная ископаемая смесь углеводородов широкого физико-химического состава, которая содержит растворенный газ, воду, минеральные соли, механические примеси и служит основным сырьем для производства жидких энергоносителей (бензина, керосина, дизельного топлива, мазута), смазочных масел, битума и кокса.

*Товарная нефть* – нефть, подготовленная к поставке потребителю в соответствии с требованиями действующих нормативных и технических документов, принятых в установленном порядке.

С химической точки зрения нефть представляет собой сложную смесь органических соединений, основу которой составляют углеводороды различного строения. Состав и строение нефти различных месторождений нередко сильно отличаются друг от друга.

К основным характеристикам нефти и нефтепродуктов относятся:

- плотность;
- вязкость;
- молекулярная масса (вес);
- содержание серы;
- температуры вспышки, воспламенения и самовоспламенения;
- температуры застывания, помутнения и начала кристаллизации.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

#### *1.1. Цель работы:*

Определить плотности нефти, нефтепродуктов ареометрическим, пикнометрическим и расчетным методами.

#### *1.2 Краткие теоретические сведения*

**Плотность** нефти является важным показателем, оказывающим существенное влияние на рентабельность проектов разработки месторождений и ее рыночную стоимость, и зависит от химической природы составляющих веществ, молекулярной массы компонентов, фракционного состава, присутствия растворенных газов, содержания смолистых веществ и т. д. По мере увеличения геологического возраста и глубины залегания плотность нефти в основном уменьшается. Более высокая плотность указывает на высокое содержание ароматических углеводородов и смолисто-асфальтеновых веществ, а низкая – на преобладание парафиновых углеводородов в нефти. Чем меньше плотность нефти, тем легче процесс ее переработки и выше качество получаемых из нее нефтепродуктов.

Следует иметь в виду, что результаты определения плотности искажаются при наличии в исходной пробе нефти (нефтепродукта) воды и механических примесей.

Плотностью называется масса единицы объема вещества (нефти, нефтепродукта). Единицей плотности является  $\text{г/см}^3$  или  $\text{кг/м}^3$ .

Плотность различной по составу нефти находится в пределах от 0,78 до 1,00  $\text{г/см}^3$ , но в большинстве случаев укладывается в более узкие пределы 0,83...0,96  $\text{г/см}^3$ .

Плотность – один из важнейших и широко употребляемых параметров характеристики нефти и нефтепродуктов, а также индивидуальных углеводородов. Определение плотности нефти и нефтепродуктов облегчает расчеты, связанные с вычислением их массового количества. Учет количества нефти и нефтепродуктов в объемных величинах вызывает неудобства, т. к. объем жидкости зависит от температуры. Зная объем и плотность при приеме, отпуске и

учете нефти и нефтепродуктов, можно выражать их количество в массовых единицах. Это очень важно как для конструктивно-расчетных исследований, так и для практической работы на местах производства, транспортировки и потребления нефти и нефтепродуктов.

Плотность используется в исследовательской практике при расчете структурно-группового состава по методу n-d-M, при анализе углеводородных фракций рефрактометрическими методами. Плотность также является нормируемым показателем для некоторых нефтепродуктов (топливо для реактивных двигателей, бензин-растворитель, некоторые марки мазутов, авиационные масла, вазелиновое медицинское масло, бензол, толуол, ксилол).

При измерении плотности нефти и нефтепродуктов обычно определяют относительную плотность, равную отношению массы образца при температуре 20°C к массе того же объема воды при температуре 4°C. Так как масса 1 см<sup>3</sup> при 4°C равна 1 г, то плотность, выраженная в г/см<sup>3</sup>, численно равна относительной плотности ( $\rho_4^{20}$ ).

Согласно российскому ГОСТ Р 51858–2020 [1] товарную нефть (сырая нефть, подготовленная к поставке потребителю) подразделяют по плотности на пять типов, представленных в табл. 1.1.

Таблица 1.1

Типы товарной нефти

Тип нефти	Плотность, кг/м <sup>3</sup> , при температуре		Наименование
	+20 °С	+15 °С	
0	не более 830,0	не более 833,7	Особо легкая
1	830,1–850,0	833,8–853,6	Легкая
2	850,1–870,0	853,7–873,5	Средняя
3	870,1–895,0	873,6–898,4	Тяжелая
4	более 895,0	более 898,4	Битуминозная

### 1.3 Определение плотности ареометрическим методом

ГОСТ 3900-85 [2] устанавливает метод лабораторного определения плотности сырой нефти, жидких нефтепродуктов и смесей нефтяных продуктов при помощи стеклянных ареометров при температурах +20 и +15 °С. Данный метод можно использовать для определения плотности подвижных прозрачных жидкостей, а также непрозрачных жидкостей путем считывания шкалы ареометра при совпадении верхнего мениска со стержнем ареометра и введением соответствующей поправки.

Данный способ основан на законе Архимеда, согласно которому тело, погруженное в жидкость, теряет в весе столько, сколько весит вытесненный им объем жидкости.

*Приборы и материалы.* Ареометры для нефти по ГОСТ 18481–81; стеклянные цилиндры для ареометров; термометры ртутные стеклянные типа ТЛ-4 или термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов типа ТИН 5 по

ГОСТ 400 при использовании ареометров типа АН. Термометр должен быть калиброван на полное погружение; термостат или водяная баня для поддержания температуры с погрешностью не более 0,2 °С.

По устройству ареометры могут быть двух типов – с постоянным весом и постоянным объемом. Наибольшее распространение в нефтяных лабораториях получили ареометры первого типа.

Ареометр (с постоянным весом) представляет собой стеклянный цилиндрический сосуд, снабженный снизу балластом в виде мелких металлических шариков. (рис.1). Градуировку ареометром производят через 0,0005 в известном интервале и относят к плотности воды при 4 °С. Таким образом, по показаниям ареометра непосредственно определяют относительную плотность ( $\rho_4^{20}$ ). Большинство ареометров снабжают термометром.



Рис. 1.1 Ареометр

### *Проведение испытания.*

В зависимости от свойств испытуемого продукта пробу доводят до температуры испытания, указанной в табл.1.

Таблица 1.2

Вид испытуемого продукта	Характеристика продукта	Температура испытания
Легколетучий	Давление насыщенных паров ниже 180 кПа	Охлаждают в закрытом сосуде до 2 °С и ниже
Средней летучести	Температура начала кипения не выше 120 °С	Охлаждают в закрытом сосуде до 20 °С и ниже
Средней летучести и вязкий	Температура начала кипения не выше 120 °С, очень вязкий при 20 °С	Нагревают до минимальной температуры для приобретения достаточной текучести
Нелетучий	Температура начала кипения выше 120 °С	Испытывают при любой температуре не выше 90 °С

### *Проведение испытания*

Цилиндр для ареометров устанавливают на ровной поверхности. Пробу испытуемого продукта наливают в цилиндр, имеющий ту же температуру, что и

проба, избегая образования пузырьков и потерь от испарения. Пузырьки воздуха, которые образуются на поверхности, снимают фильтровальной бумагой.

Температуру испытуемой пробы измеряют до и после измерения плотности по термометру ареометра (при испытании темных нефтепродуктов термометр ареометра приподнимают над уровнем жидкости настолько, чтобы был виден верхний конец столбика термометрической жидкости и можно было отсчитать температуру) или дополнительным термометром. Температуру поддерживают постоянной с погрешностью не более 0,2 °С.

Чистый и сухой ареометр медленно и осторожно опускают в цилиндр с испытуемым продуктом, поддерживая ареометр за верхний конец, не допуская смачивания части стержня, расположенной выше уровня погружения ареометра.

Когда ареометр установится и прекратятся его колебания, отсчитывают показания по верхнему краю мениска, при этом глаз находится на уровне мениска (рис.2). Отсчет по шкале ареометра соответствует плотности нефтепродукта при температуре испытания (масса продукта, содержащейся в единице его объема, г/см<sup>3</sup>).

Одновременно замеряют температуру испытуемого продукта (не касаясь термометром стенок и дна цилиндра). Если последняя отличается от 20 °С, то относительную плотность  $\rho_4^{20}$  рассчитывают с применением следующей формулы:

$$\rho_4^t = \rho_4^{20} - \alpha(t - 20) \quad (1.1)$$

где:  $\alpha$  – средняя температурная поправка плотности (определяется по специальной таблице).

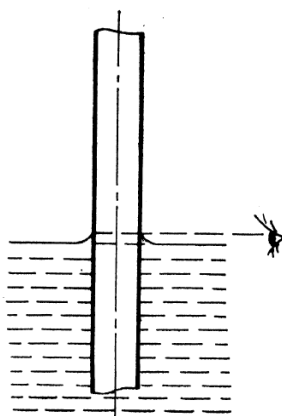


Рис. 1.2 Снятие показаний с ареометра

### *Обработка результатов*

Измеренную температуру испытания округляют до ближайшего значения температуры, указанной в таблице приложения 1 [2].

По округленному значению температуры и плотности, определенной по шкале ареометра, находят плотность испытуемого продукта при 20 °С по таблице приложения 1 [2].

**Пример** пересчета плотности, измеренной при температуре испытания, на плотность при температуре 20 °С:

Плотность нефтепродукта при температуре 27,5 °С равна 0,6448 г/см<sup>3</sup>.

Для пересчета плотности продукта, измеренной при 27,5 °С, на плотность при 20 °С необходимо:

- округлить измеренную плотность до второй значащей цифры, например, до 0,640 или до 0,650 г/см<sup>3</sup>;

- по таблице в горизонтальной графе «Плотность по шкале ареометра, г/см<sup>3</sup>» найти округленную величину плотности, например 0,640;

- в графе «Температура испытания, °С» найти значение температуры испытания — 27,5 °С;

- по таблице найти плотность продукта при 20 °С — 0,647 г/см<sup>3</sup>. Так как при округлении измеренной плотности значение плотности фактически уменьшили на 0,6448—0,640 = 0,0048 или 0,005 г/см<sup>3</sup>, необходимо прибавить это значение к найденному по таблице значению плотности при 20 °С, то есть (0,647+0,005) г/см<sup>3</sup> = 0,652 г/см<sup>3</sup>.

Таким образом, плотность продукта при 20 °С равна 0,650 г/см<sup>3</sup>.

Если измеренную плотность округлили до 0,650 г/см<sup>3</sup>, фактическое увеличение значения плотности составляет 0,650—0,6448=0,0052 или 0,005 г/см<sup>3</sup>. Поэтому из значения плотности при 20 °С, найденного по таблице (0,6569 или 0,657 г/см<sup>3</sup>), необходимо вычесть 0,005 г/см<sup>3</sup>, то есть 0,657—0,005=0,652 г/см<sup>3</sup>.

Плотность продукта при 20 °С равна 0,652 г/см<sup>3</sup>.

#### *1.4 Определение плотности пикнометрическим методом*

Метод основан на определении относительной плотности - отношения массы испытуемого продукта к массе воды, взятой в том же объеме и при той же температуре. Так как за единицу массы принимают массу 1 см воды при температуре 4 °С, то плотность, выраженная в г/см<sup>3</sup>, будет численно равна плотности по отношению к воде при температуре 4 °С.

Метод применяют для определения плотности нефти, жидких и твердых нефтепродуктов, а также гудронов, асфальтов, битумов, креозота и смеси этих продуктов с нефтепродуктами, кроме сжиженных и сухих газов, получаемых при переработке нефти и легколетучих жидкостей, давление насыщенных паров которых, определенное по ГОСТ 1756, превышает 50 кПа, или начало кипения которых ниже 40 °С.

#### *Приборы и материалы.*

Пикнометры типов ПЖ-1, ПЖ-2, ПЖ-3, ПТ по ГОСТ 22524; термометры ртутные стеклянные типа ТЛ-4; термостат или водяная баня для поддержания температуры 20 °С с погрешностью не более 0,1 °С; весы аналитические с по-



грешностью взвешивания не более 0,0002 г; пипетка с оттянутым капилляром; хромовая смесь; спирт этиловый технический; ацетон Нефрас-С 50/170; вода дистиллированная, ткань мягкая безворсовая.

Пикнометр - это стеклянный сосуд специальной формы, предназначенный для измерения плотности жидких, твердых и газообразных веществ. Он изготавливается из медицинского и химико-лабораторного стекла.

*Порядок проведения работы. Подготовка к испытанию.* Пикнометры предварительно тщательно моют хромовой смесью, затем водой, ополаскивают дистиллированной водой, потом спиртом или ацетоном, высушивают. Такую подготовку пикнометров ведут перед калибровкой или при неравномерном смачивании пикнометра жидкостью.

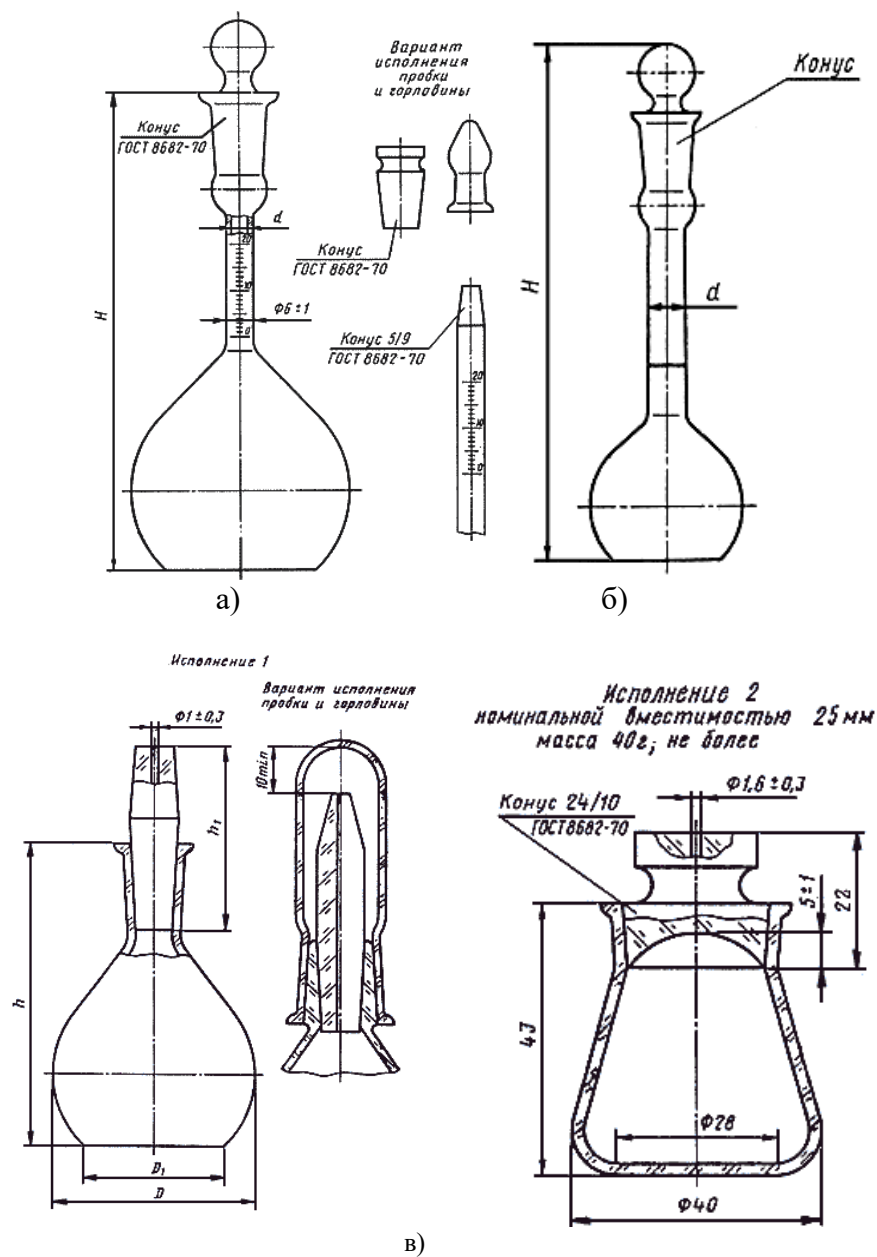


Рис. 1.3 Схемы пикнометров: а – ПЖ-1; б – ПЖ-2, ПТ; в – ПЖ-3

Перед повторным испытанием пикнометр промывают бензином или другим легкокипящим растворителем, затем высушивают. Для предотвращения появления статического заряда поверхность пикнометра протирают слегка увлажненным куском ткани.

Измерение состоит в следующем: вначале определяют водное число пикнометра – взвешивают пустой пикнометр, затем наливают в него дистиллированную воду до метки, выдерживают пикнометр с водой в термостате при  $T = +20\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 25...30 мин, затем взвешивают наполненный водой пикнометр и по разности массы пустого пикнометра и с водой находят «водное число» пикнометра. Затем воду выливают из пикнометра, сушат его в сушильном шкафу, заполняют нефтью или нефтепродуктом, выдерживают также в термостате при  $T = +20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , взвешивают с нефтью (нефтепродуктом) и находят массу нефтяного образца.

*Порядок расчета:*

1) Определяют "водное число" пикнометра ( $m$ ) вычисляют по формуле

$$m = m_c - m_0 \quad (1.2)$$

где  $m_c$  - масса пикнометра с водой, г;  $m_0$  - масса пустого пикнометра, г.

2) Если температура определения одинакова с температурой определения водного числа ( $t_t = t_c$ ), плотность для жидких нефтепродуктов вычисляют по формуле 1.3, для твердых и вязких нефтепродуктов - 1.4, если температура определения отличается от температуры определения водного числа ( $t_t \neq t_c$ ) плотность вычисляют по формуле 1.5 и 1.6 соответственно.

$$\rho_t = \frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{m_c - m_0} + C, \quad (1.3)$$

$$\rho_t = \left[ \frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0)} + C \right] \left[ \frac{1}{1 - \alpha(t_c - t_t)} \right], \quad (1.4)$$

$$\rho_t = \frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0 - m_2 - m_1)} + C, \quad (1.5)$$

$$\rho_t = \left[ \frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0 - m_2 + m_1)} + C \right] \left[ \frac{1}{1 - \alpha(t_c - t_t)} \right], \quad (1.6)$$

где  $\rho_t$  - плотность образца при температуре определения, кг/м<sup>3</sup>;

$\rho_c$  - плотность воды при температуре определения водного числа (см. приложение 1), кг/м<sup>3</sup>;

$t_c$  - температура, при которой определяется водное число, °С;

$t_t$  - температура, при которой проводится испытание, °С;

$m_0$  - масса пустого пикнометра на воздухе, г;  $m_c$  - масса пикнометра с водой на воздухе при температуре определения водного числа, г;

$m_t$  - масса пикнометра с образцом на воздухе при температуре испытания, г;

$m_1$  - масса пикнометра в воздухе, частично наполненного твердым или вязким образцом, г;

$m_2$  - масса пикнометра с образцом в воздухе, наполненного водой при температуре, г;  $C$  - поправка на давление воздуха (см. приложение 1), кг/м<sup>2</sup>;

$\alpha$  - коэффициент объемного расширения стекла, из которого изготовлен пикнометр.

### 3) Расчет относительной плотности

Относительная плотность - отношение плотности вещества при заданной температуре к плотности воды при такой же температуре. В соответствии с определением относительную плотность получают в результате деления соответствующей плотности образца на плотность воды в аналогичных единицах и при такой же требуемой температуре определения. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух определений.

При расчете плотности и относительной плотности по измерениям, проведенным при температуре  $t_t$ , отличающейся от температуры  $t_c$ , при которой калиброван пикнометр, учитывают поправку на объемное расширение стекла, из которого изготовлен пикнометр.

Коэффициенты объемного расширения боросиликатного стекла известны, зависят от его изготовления и относятся к трем основным категориям, имеющим коэффициент объемного расширения  $10 \cdot 10^{-6}$ ,  $14 \cdot 10^{-6}$  и  $19 \cdot 10^{-6}$  °С<sup>-1</sup>. Коэффициент расширения для пикнометров из натриевого стекла  $25 \cdot 10^{-6}$  °С<sup>-1</sup>.

#### 1.5 Определение плотности пикнометрическим методом

На основании линейной зависимости между плотностью и показателем преломления ( $n_D^{20}$ ) выведено уравнение регрессии для вычисления плотности нефти или любой ее фракции:

$$\rho_4^{20} = 2,0137 n_D^{20} - 2,112 \text{ (для нефти);}$$

$$\rho_4^{20} = 1,9851 n_D^{20} - 2,066 \text{ (для дистиллятных фракций нефти);}$$

$$\rho_4^{20} = 1,1885 n_D^{20} - 0,8775 \text{ (для ароматических фракций).}$$

Метод является экспрессным и является незаменимым при работе и исследовании малых количеств вещества, однако по точности уступает определению плотности экспериментальным путем. Наименьшие погрешности в расчетах наблюдаются при анализе парафино-нафтеновых фракций и ароматических углеводородов невысокой степени цикличности ( $n_D^{20} \leq 1,50$ ,  $\rho_4^{20} \leq 0,88$ ).

Все вычисления следует производить до пятого десятичного знака.

Отклонение от экспериментального определения не превышает 4...5 %.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ И ДИНАМИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ НЕФТИ, НЕФТЯНЫХ ФРАКЦИЙ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

#### 2.1. Цель работы:

определить кинематическую вязкость, произвести расчет динамической вязкости и индекса вязкости нефти, нефтяных фракций, нефтепродуктов.

#### 2.2 Краткие теоретические сведения

В любой жидкости под влиянием внешней силы происходит перемещение молекул относительно друг друга. Возникающее при этом трение между молекулами, т. е. внутреннее сопротивление этому перемещению, называется внутренним трением, или вязкостью. Вязкость – свойство частиц жидкости оказывать сопротивление взаимному перемещению под действием внешней силы. Значения вязкости входят во все гидродинамические расчеты, характеризующие реологические свойства нефти. Без ее точного знания невозможно рассчитать скорости фильтрации флюидов в пористой системе коллектора, а также мощностей насосов при добыче, сборе и подготовке нефти для внешнего транспорта.

Важным эксплуатационным показателем топлив и масел является прокачиваемость. Прокачиваемость моторных топлив и топлив для газотурбинных и котельных установок существенно зависит от их вязкости. Например, количество бензина вязкостью 0,65 мм<sup>2</sup>/с, поступающего в двигатель за 1 мин., составляет 100 г, а бензина вязкостью 1,0 мм<sup>2</sup>/с – 95 г. В технических требованиях на товарные топлива и смазочные масла предусмотрены соответствующие ограничения значения вязкости. Так, топлива для быстроходных дизелей должны иметь кинематическую вязкость при +20 °С в пределах 1,5...6,0 мм<sup>2</sup>/с.

Различают *динамическую, кинематическую и условную вязкость*. *Динамическая вязкость*  $\eta_t$  – это отношение действующего касательного напряжения к градиенту скорости при заданной температуре. Таким образом, динамическая вязкость является мерой сопротивления истечению или деформации жидкости.

В системе СИ единица измерения динамической вязкости 1 паскаль-секунда – Па·с, на практике используют обычно мПа. Величина, обратная динамической вязкости, называется *текучестью*.

Под *кинематической вязкостью* ( $\nu_t$ ) понимается свойство жидкости оказывать сопротивление перемещению одной части жидкости относительно другой с учетом сил тяжести. Она представляет собой отношение абсолютной, или динамической, вязкости  $\eta_t$  данной жидкости к ее плотности  $\rho^20$  при одной и той же температуре  $t$  (обычно используют стандартные условия при +20 °С).

Размерность кинематической вязкости: в системе СИ  $\nu_t = 1 \text{ м}^2/\text{с}$ , в международном стандарте ИСО 3104 и ГОСТ России  $\nu_t = 1 \text{ мм}^2/\text{с}$ .

В системе СГС  $\nu_t = 1 \text{ см}^2/\text{с} = 1 \text{ стокс (ст)}$ ,  $1 \text{ ст} = 10 \text{ сст (сантистокс)} = 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$ .

*Условная вязкость* (ВУ) – величина, которая определяется сравнением (отношением) времени вытекания под влиянием силы тяжести из стандартного прибора 200 см<sup>3</sup> нефтепродукта при заданной температуре и такого же количества дистиллированной воды при +20 °С. Измеряется величина в градусах (°ВУ) или в секундах Сейсболта, Редвуда (на одноименных вискозиметрах). Как правило, для этих целей используют трубку с диаметром отверстия 5 мм. Перевод значений кинематической вязкости в условную находится в справочной литературе.

Вязкость зависит от температуры и давления, состава нефти и количества растворенного в ней газа. Поскольку величина вязкости в сильной степени зависит от температуры, то необходимо указывать, при какой температуре ( $T^\circ$ ) она определена. В технических требованиях величина вязкости нормируется обычно при +20, +50 и +100 °С. Для нормальных жидкостей (индивидуальные вещества, растворы) вязкость при данной температуре ( $T^\circ$ ) и давлении ( $P$ ) является постоянным физическим свойством, не зависящим от условий определения и скорости перемещения частиц (течения). С повышением температуры вязкость уменьшается, т. е. увеличивается среднее расстояние между молекулами за счет ослабления взаимного притяжения и, как следствие, уменьшается сила трения. С повышением давления ( $P$ ) вязкость возрастает.

### *2.3 Определение кинематической вязкости, расчет динамической вязкости*

Согласно ГОСТ 33-2016 кинематическую вязкость  $\nu_t$  образца определяют измерением времени истечения определенного объема жидкости под действием силы тяжести через калиброванный стеклянный капиллярный вискозиметр при постоянной температуре. Сущность метода заключается в измерении калиброванным стеклянным вискозиметром времени истечения в секундах определенного объема испытуемой жидкости под влиянием силы тяжести при известной и постоянно контролируемой температуре. Кинематическая вязкость является произведением измеренного времени истечения на постоянную вискозиметра.

Значение динамической вязкости может быть получено умножением измеренной кинематической вязкости на плотность жидкости.

*Приборы, реактивы, материалы.* Вискозиметр типа Пинкевича (ВПЖТ-4, ВПЖ-4) и ВНЖ, ВНЖТ; штатив для закрепления вискозиметра; термостат; термометр ртутный стеклянный с ценой наименьшего деления шкалы 0,05 °С; секундомер; шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до температуры +60...+200 °С. Бензин-растворитель; ацетон, эфир петролейный; спирт этиловый высшей степени очистки; смесь хромовая; вода дистиллированная; сульфат натрия безводный. Испытуемый образец нефти, нефтепродукта или нефтяной фракции, предварительно очищенный от механических примесей и воды.

*Порядок проведения работы.* Подготовка к испытанию. Для проведения анализа подбирают вискозиметр с таким диаметром капилляра, чтобы время истечения жидкости составляло не менее 200 секунд. Перед проведением ис-

пытания вискозиметр тщательно промывают соответствующим растворителем, затем горячей водой и заливают не менее чем на 6 часов хромовой смесью. После этого вискозиметр промывают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при температуре +100...+200 °С.

**Проведение испытания.** Для прозрачных нефтепродуктов применяют вискозиметр типа Пинкевича (ВПЖ-4, ВПЖТ-4и ВПЖ-2, ВПЖТ-2) рис. 2.1.

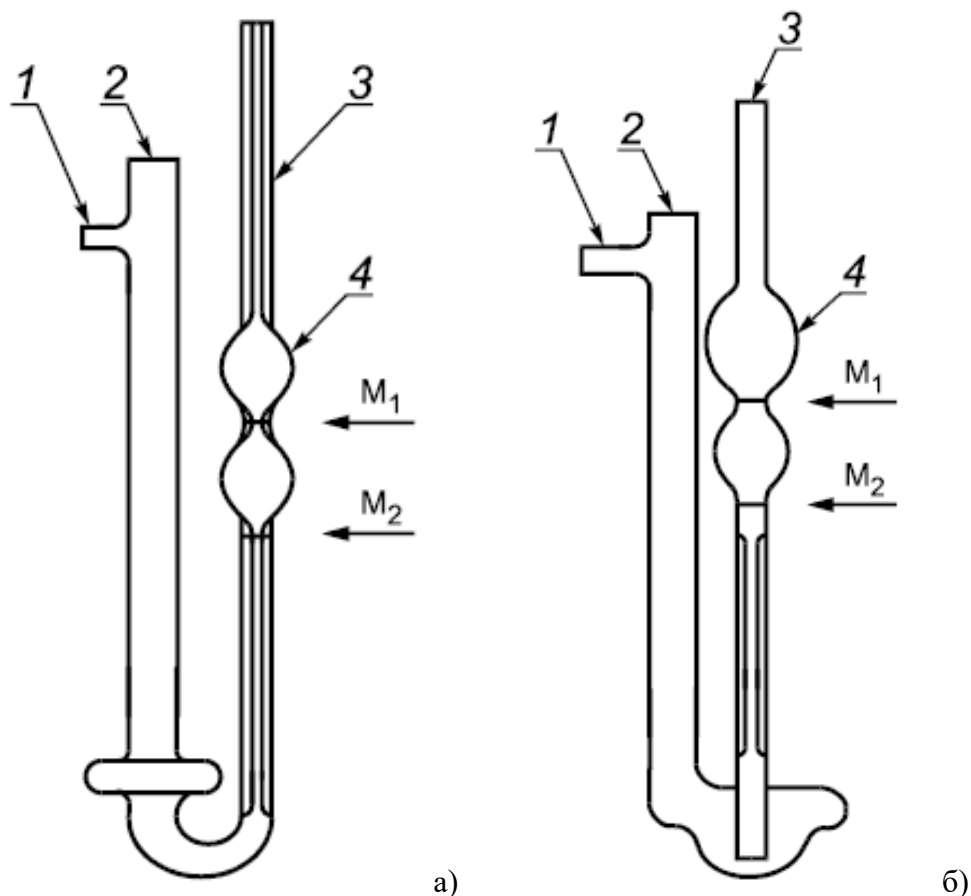


Рис. 2.1 Вискозиметры типа Пинкевича ВПЖ-4, ВПЖТ-4 (а) ВПЖ-2, ВПЖТ-2 (б):

1 - трубка вискозиметра, на которую надевают резиновую трубку; 2 - колено, которое зажимается; 3 - колено, опускаемое в испытуемый нефтепродукт; 4 - расширение (должно быть ниже уровня жидкости в термостате)

На отводную трубку 1 надевают резиновую трубку. Далее, зажав пальцем колено 2 и перевернув вискозиметр, опускают колено 3 в сосуд с нефтепродуктом и засасывают его (с помощью резиновой груши, водоструйного насоса или иным способом) до метки  $M_2$ , следя за тем, чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха. В момент, когда уровень жидкости достигает метки  $M_2$ , вискозиметр вынимают из сосуда и быстро перевертывают в нормальное положение. Снимают с внешней стороны конца колена 3 избыток жидкости и надевают на него резиновую трубку. Вискозиметр устанавливают в термостат

так, чтобы расширение 4 было ниже уровня жидкости. После выдержки в термостате не менее 15 мин засасывают жидкость в колено 3 примерно до 1/3 высоты расширения 4. Соединяют колено 3 с атмосферой и определяют время перемещения мениска жидкости от метки  $M_1$  до  $M_2$ .

Для непрозрачных нефтепродуктов применяют вискозиметр ВНЖ, ВПЖТ, рис. 2.2.

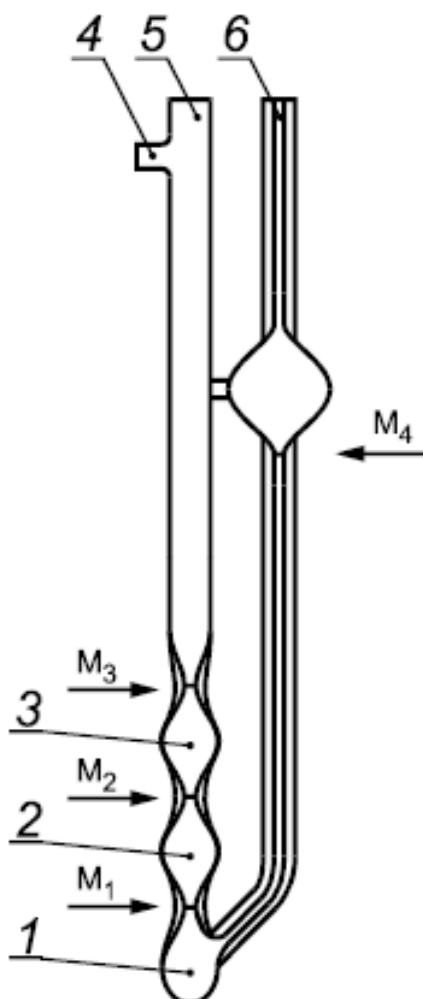


Рис. 2.2 - Вискозиметр типов ВНЖ, ВПЖТ:

1 - резервуар; 2 - резервуар, по времени заполнения которого вычисляют вязкость;  
3 - резервуар для контроля; 4 - трубка вискозиметра, на которую надевают резиновую трубку; 5 - колено, которое зажимается; 6 - колено, опускаемое в испытуемый нефтепродукт

На отводную трубку 4 надевают резиновую трубку. Зажав пальцем колено 5 и перевернув вискозиметр, опускают колено 6 в сосуд с нефтепродуктом и засасывают его (с помощью резиновой груши, водоструйного насоса или иным способом) до метки  $M_4$ , следя за тем, чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха. В тот момент, когда уровень жидкости достигает метки  $M_4$ , вискозиметр вынимают из сосуда и быстро перевертывают в нормальное положение. Снимают с внешней стороны конца колена 6 избыток нефтепродук-

та и надевают кусочек резиновой трубки длиной 8-15 см с присоединенным закрытым краном или зажимом. Затем открывают кран для заполнения жидкостью резервуара 1 и вновь его закрывают, когда жидкость заполнит приблизительно половину резервуара 1. Вискозиметр устанавливают в термостат и после необходимой выдержки в нем (20 мин) открывают колесо 6 и, пользуясь двумя секундомерами, измеряют время течения жидкости от метки  $M_1$  до  $M_2$  и от метки  $M_2$  до  $M_3$ .

По измеренному времени заполнения резервуара 2 вычисляют вязкость. Измеренное время заполнения резервуара 3 служит для контроля. Значения вязкости, вычисленные по времени заполнения резервуаров 2 и 3, могут отличаться до 2%, а при температуре ниже 15°C - до 3%.

*Кинематическую вязкость*  $\nu_t$  (мм<sup>2</sup>/с) исследуемого образца нефтепродукта (нефти) вычисляют по формуле

$$\nu_t = K \cdot \tau; \quad (2.1)$$

где  $K$  – постоянная вискозиметра мм<sup>2</sup>/с<sup>2</sup> (указана в паспорте к вискозиметру);

$\tau$  – среднее арифметическое значение времени истечения жидкости в вискозиметре, измеренное в параллельных опытах, с.

*Динамическую вязкость*  $\eta_t$  (мПа·с) нефтепродукта (нефти) рассчитывают на основании значений кинематической вязкости и плотности по формулам

$$\eta_t = \nu_t \cdot \rho_4^t \quad (2.2)$$

где  $\rho_4^t$  - плотность при той же температуре, при которой была определена кинематическая вязкость, г/см<sup>3</sup>;

$\nu_t$  – кинематическая вязкость, мм<sup>2</sup>/с.

После проведения испытания нефтепродукт из вискозиметра сливают, последний моют растворителем и сушат.

Расхождение результатов определений, выполненных одним человеком, работающим на одном и том же вискозиметре, в идентичных условиях и на одном образце не должно превышать 0,35 % от среднего арифметического значения. Результаты определения кинематической и динамической вязкости округляют до 0,01 % измеренной или расчетной величины соответственно.

#### *2.4 Определение кинематической вязкости на вискозиметре Штабингера*

Данный метод испытания устанавливает процедуру одновременного измерения динамической вязкости  $\eta_t$  и плотности  $\rho_4^t$  прозрачных и непрозрачных жидких нефти и нефтепродуктов. Кинематическая вязкость  $\nu_t$  может быть по-



лучена путем деления динамической вязкости  $\eta_t$  на плотность  $\rho_4^t$ , измеряемую при той же температуре испытания.

Сущность метода заключается в следующем: испытуемый образец вводят в измерительные ячейки, которые поддерживаются при точно контролируемой и известной температуре. Измерительные ячейки состоят из пары вращающихся концентрических цилиндров и осциллирующей U-образной трубки. Динамическую вязкость определяют, исходя из равновесной скорости вращения внутреннего цилиндра под действием напряжения сдвига испытуемого образца и индукционного тормоза с использованием корректирующих данных. Плотность определяют по резонансной частоте колебаний U-образной трубки с использованием корректирующих данных. Кинематическую вязкость рассчитывают делением значения динамической вязкости на значение плотности.

В вискозиметре Штабингера (рисунок 2.3) используют измерительную систему на основе вращающегося коаксиального цилиндра. Наружный цилиндр (трубка) приводится во вращение электродвигателем с постоянной и известной частотой вращения. Внутренний цилиндр (ротор) удерживается на оси вращения центробежными силами образца с высокой плотностью, а в продольном положении - магнитом и кольцом из мягкой стали. Поэтому в отличие от ротационных вискозиметров система работает без трения в подшипнике. Постоянный магнит во внутреннем цилиндре индуцирует вихревые токи в медном корпусе. Частота вращения внутреннего цилиндра устанавливается в результате равновесия между моментом вращения сил внутреннего трения и тормозным моментом вихревого тока. Эта частота вращения измеряется электронной системой (датчик на основе эффекта Холла) путем определения частоты вращающегося магнитного поля.



Рис. 2.3 Внешний вид вискозиметра Штабингера

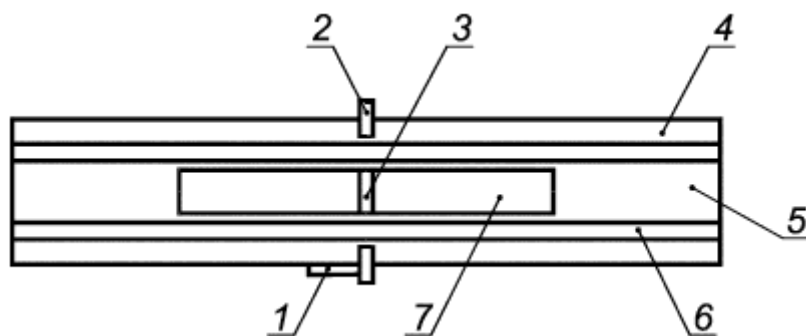


Рис. 2.4. Вискозиметрическая ячейка:  
 1 - датчик на основе эффекта Холла, 2 - кольцо из мягкого железа, 3 - магнит,  
 4 - медный корпус, 5 - образец, 6 - трубка, 7 – ротор

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ

#### 3.1. Цель работы:

определить молекулярную массу нефтяных фракций, нефтепродуктов криоскопическим и расчетным методами.

#### 3.2 Краткие теоретические сведения

Молекулярная масса является важнейшей физико-химической характеристикой вещества. Молекулярная масса нефтяных фракций и нефтепродуктов как смеси дает понятие об относительной молекулярной массе «средней» молекулы из числа молекул, входящих в их состав. Молекулярная масса, как и плотность, является опорной характеристикой, используемой для расчета других показателей, таких, например, как молекулярная рефракция. Знание молекулярной массы необходимо при определении структурно-группового состава нефтяных фракций и нефтепродуктов. В случае смесей химических соединений, каковыми являются фракции нефти и нефтепродукты, молекулярная масса складывается из молекулярных масс отдельных компонентов. Молекулярная масса широко используется для расчетов аппаратуры нефтеперерабатывающих заводов. Молекулярная масса сырой нефти находится в довольно широких пределах, но чаще всего значение ее соответствует интервалу 220...300. Молекулярная масса нефтяных фракций увеличивается с повышением температуры кипения фракции.

#### 3.3 Определение молекулярной массы нефтепродуктов на приборе «Криометр»

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

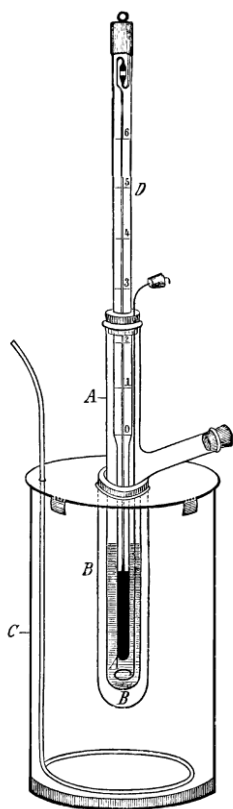


Рис. 3.1. Прибор Бекмана для определения молекулярной масс

*Приборы, реактивы, материалы.* Прибор Бекмана (рис. 3.1), электроплитка, фарфоровая чашка, фильтровальная бумага, коническая воронка. Бензол чистый для криоскопии (нафталин химически чистый, перекристаллизованный), образец нефтепродукта или нефтяной фракции, предварительно очищенный от механических примесей и воды.

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

*Порядок проведения работы.* В качестве растворителя можно использовать бензол или нафталин.

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

В пробирку прибора берут точную навеску нафталина 20 г. В пробирку на пробке вставляют термометр Бекмана, мешалку и помещают ее в водяную баню, вода которой нагрета до  $T = +80...+81^{\circ}\text{C}$ . Когда нафталин расплавится и ртуть в термометре Бекмана поднимется до верха шкалы (следить, чтобы ртуть не ушла в резервуар), пробирку с нафталином быстро вытирают тряпочкой и укрепляют в воздушной муфте, которая находится в термостате, где поддерживают температуру воды точно  $+78^{\circ}\text{C}$ . Через некоторое время ртуть в термометре Бекмана понизится, затем опять повысится. Достигнув определенного преде-

ла, температура некоторое время остается постоянной, а затем начинает уменьшаться. Верхний предел температуры будет температурой замерзания нафталина ( $t_1$ ).

Если нафталин чистый, то расхождения результатов параллельных опытов (2–3) невелики и составляют около  $\pm 0,004$  °С.

После определения температуры замерзания нафталина в эту же пробирку вносят точную навеску нефтепродукта, концентрация которого в нафталине должна быть 1,5...3,0 % мас. Пробирку со смесью нагревают в бане до  $T = +80...+81$  °С, затем переносят в баню с температурой плюс 78 °С и определяют температуру замерзания смеси ( $t_2$ ), как описано выше. Относительную молекулярную массу рассчитывают по формуле

$$M = \frac{K \cdot 1000 \cdot m}{B \cdot \Delta t}; \quad (3.1)$$

где  $K$  – криоскопическая постоянная растворителя нафталина – 6,93);

$m$  – масса исследуемого нефтепродукта (фракции), г;

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

$\Delta t$  – разность ( $t_1 - t_2$ ) между температурами замерзания чистого растворителя и раствора нефтепродукта (депрессия);

$t_1$  – температура замерзания чистого растворителя, °С;

$t_2$  – температура замерзания раствора нефтепродукта в растворителе, °С.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 3 %.

### 3.4 Расчетные методы определения молекулярной массы

Для определения молекулярной массы нефти и нефтепродуктов используют ряд эмпирических формул. В практических расчетах среднюю молекулярную массу ( $M_{cp}$ ) определяют как функцию температуры кипения по уравнению Воинова:

$$M_{cp} = a + b \cdot t_{cp} + c \cdot t_{cp}^2; \quad (3.2)$$

где  $t_{cp}$  – средняя температура кипения фракции, нефтепродукта;

$a$ ,  $b$ ,  $c$  – коэффициенты, которые имеют определенные значения для конкретных фракций, нефтепродуктов (приведены в справочниках).

Уравнение Воинова для нефтяных фракций парафинового основания (алканов), циклоалканов, моторных топлив (бензинов, керосинов и т. п.) имеет вид:

$$M_{cp} = (7K - 21,5) + (0,76 - 0,04K) \cdot t_{cp} + (0,0003K - 0,00245) \cdot t_{cp}^2; \quad (3.3)$$

где  $K$  – фактор, учитывающий влияние химической природы нефти и нефтепродуктов на их физико-химические свойства.

Величина  $K$  находится в пределах:

- для парафиновых нефтепродуктов – 12,5...13,0;
- нафтеновых и ароматических нефтепродуктов – 10,0...11,0;
- крекинг-бензинов – 11,5...11,8.

В тех случаях, когда не требуется очень точных измерений молекулярной массы, можно использовать формулу Херша–Фенске, в которой молекулярная масса связана с температурой кипения и показателем преломления уравнением:

$$\lg M = 1,939436 + 0,0019764 \cdot t_{cp} + \lg(2,15 - n_D^{20}); \quad (3.4)$$

где  $t_{cp}$  - средняя температура кипения фракции;

$n_D^{20}$  - показатель преломления фракции.

Этим методом можно определять молекулярную массу не только сырых фракций, но также парафино-нафтеновых и ароматических угле- водородов, выделенных из фракции адсорбцией на силикагеле, т. к. до- пускается, что пре- делы кипения этих групп соединений одни и те же.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ

#### 4.1. Цель работы:

изучение метода содержание серы в дизельном топливе.

#### 4.2 Краткие теоретические сведения

Товарные нефтепродукты строго контролируются на содержание серосодержащих соединений. Сера, преимущественно в виде сернистых соединений, присутствует во всех типах нефти, однако содержание ее колеблется в широких пределах. Малосернистый тип нефти характеризуется содержанием серы от сотых долей процента до 0,5 %; среднесернистый – от 0,5 до 1 %; сернистый – от 1 до 3 %. Нефти с содержанием серы свыше 3 % принято считать высокосернистыми. Установлено, что сера в нефти находится в виде свободной серы, сероводорода и органических серосодержащих соединений двухвалентной серы: меркаптанов, сульфидов и полисульфидов, тиофанов, тиофенов и т. д

Современные физико-химические методы исследования позволяют идентифицировать и определять структурно-групповой состав сераорганических соединений нефтяных фракций, выкипающих до 500 °С. В нефти к настоящему времени идентифицировано более 250 соединений. Сернистые соединения являются очень вредной примесью для нефтепродуктов. Они токсичны, при-

дают нефтепродуктам неприятный запах, оказывают отрицательное влияние на процессы подготовки и переработки нефти. Попадая в нефтепродукты, ухудшают их эксплуатационные свойства (негативно отражаются на антидетонационных свойствах бензинов, способствуют смолообразованию в крекинг продуктах, увеличивают коррозию и износ оборудования) и делают невозможным их дальнейшее использование в нефтехимическом синтезе.

#### *4.3 Определение содержания серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектроскопии*

Пользуясь этим методом можно анализировать серу в таких продуктах как: дизельное топливо, нефть, керосин, нефтяные остатки, основы смазочных масел, гидравлических масел, реактивные топлива, сырая нефть, топливо М-85 и М-100.

Метод обеспечивает быстрое и точное измерение общей серы в нефти и нефтепродуктах с минимальной подготовкой образца. Время анализа образца обычно 2-4 мин.

Сущность метода состоит в том, что испытуемый образец помещают в пучок лучей, испускаемых источником рентгеновского излучения. Измеряют характеристики энергии возбуждения от рентгеновского излучения и сравнивают полученный сигнал счетчика импульсов с сигналами счетчика, полученными при испытании заранее подготовленных калибровочных образцов.

Для определения серы от 0,0150% до 5,00% требуются две группы калибровочных образцов.

Образцы с массовой долей серы более 4,6 % могут быть разбавлены таким образом, чтобы массовая доля серы в разбавленном продукте находилась в диапазоне от 0,0150% до 5,00%.

Принцип действия анализатора (рис. 4.1) основан на измерении интенсивности рентгено-флуоресцентного излучения серы в измеряемом образце и интенсивности рассеянного излучения углеводородной матрицы, являющейся основой образца.

Измеренное значение интегральной интенсивности серы (или отношения интенсивности серы к рассеянному излучению матрицы) пропорционально её концентрации.

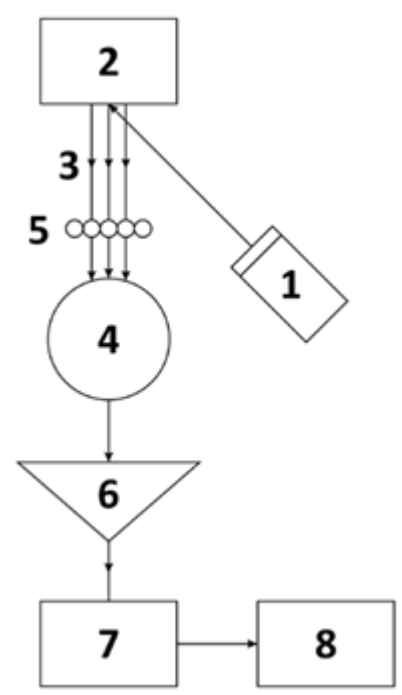


Рис. 4.1. Принцип действия анализатора:

1 – рентгеновская трубка; 2 – образец; 3 – вторичное излучение; 4 – детектор;  
5 – селективный фильтр; 6 – усилитель импульсов; 7 – многоканальный амплитудный  
анализатор; 8 – микропроцессорное устройство

Излучение рентгеновской трубки (1) падает на образец (2), возбуждает в нём характеристическое рентгеновское излучение серы и рассеянное излучение (3), которые регистрируются рентгеновским газовым пропорциональным детектором (4).

Непосредственно перед окном детектора установлен селективный фильтр (5), пропускающий характеристическое излучение серы и ослабляющий характеристическое излучение аргона воздуха и хлора, иногда присутствующего в нефти и некоторых нефтепродуктах.

В детекторе возникают электрические импульсы пропорционально энергии рентгеновских лучей. Эти электрические импульсы усиливаются и формируются усилителем (6) и диспергируются по энергии многоканальным амплитудным анализатором (7). Последовательность импульсов различной амплитуды образует спектр излучения образца. Спектр обрабатывается микропроцессорным устройством (8), и в нём определяется количество зафиксированных импульсов определённой амплитуды энергии), пропорциональное концентрации измеряемого элемента (серы). Далее с помощью предварительно построенных градуировочных уравнений производится количественный расчёт результата измерения.

#### **Устройство анализатора**

Структурная схема анализатора приведена на рисунке ниже (рис. 4.2).

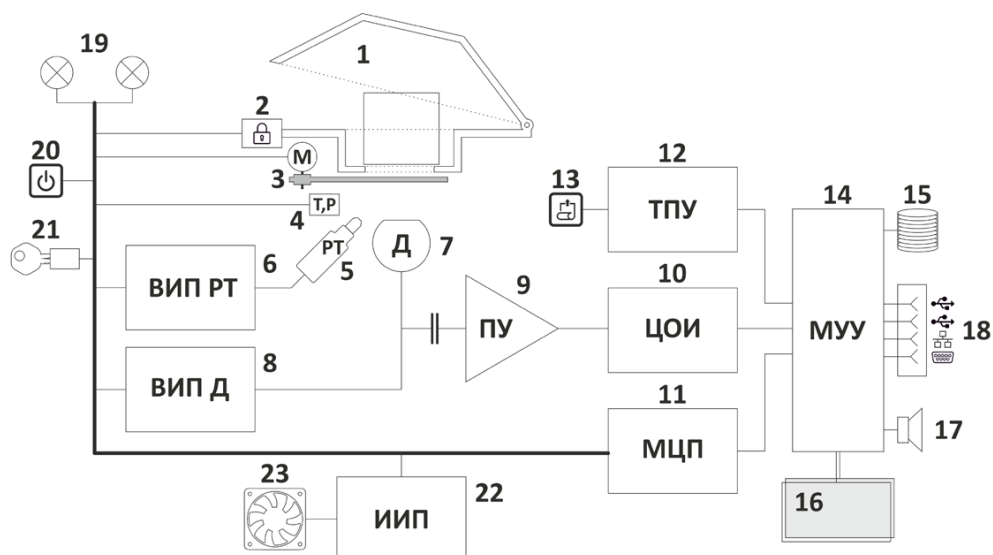


Рис. 4.2. Структурная схема анализатора

Кювета с измеряемым образцом помещается в кюветное отделение (1). На время измерения кюветное отделение закрывается крышкой с электромагнитным механизмом блокировки (2), при этом открывается титановая заслонка с электромеханическим приводом (3), обеспечивая прохождение рентгеновского излучения между измеряемым образцом и рентгенооптической схемой.

Температура и атмосферное давление измеряются соответствующими датчиками (4), расположенными в непосредственной близости от рентгенооптического узла, состоящего из рентгеновской трубки (5) и детектора (пропорционального счётчика) (7).

Необходимые режимы работы рентгеновской трубки обеспечиваются программируемым высоковольтным источником питания ВИП РТ (6), также имеющим функции мониторинга текущих параметров (напряжения, тока эмиссии и тока накала).

Питание детектора осуществляется управляемым высоковольтным источником питания ВИП Д (8).

Сигнал от детектора усиливается предварительным усилителем ПУ (9) и поступает на цифровой обработчик импульсов ЦОИ (10), выполняющий функции формирующего усилителя, режектора наложений, спектрометрического АЦП и многоканального амплитудного анализатора.

Полученный спектр образца передаётся в микропроцессорное устройство управления МУУ (14) для дальнейшей обработки. Устройство управления представляет собой одноплатный микрокомпьютер на базе микропроцессора архитектуры x86, работающий под управлением операционной системы Microsoft® Windows® Embedded Standard. Все функции управления работой составных частей анализатора, выполнение аналитических и вспомогательных процедур, математические вычисления, обработка, хранение и обмен данными и интерфейс пользователя реализованы во встроенном программном обеспечении.



Программное обеспечение и данные хранятся в энергонезависимой флэш-памяти Disk on Module (DOM) (15), установленной в устройстве управления.

Для взаимодействия с пользователем устройство снабжено цветным сенсорным экраном (16) и звуковым каналом (17). Протоколирование градуировок и результатов измерений осуществляется с помощью присоединённого к устройству управления термического печатающего устройства ТПУ (12) с кнопкой протяжки бумаги (13).

Разъёмы внешних интерфейсов (18) служат для подключения внешних устройств и линий передачи данных.

Через подключённый модуль цифровых преобразователей МЦП (11) МУУ осуществляет управление работой кюветного отделения (пп. 9.2, 9.3), программирование режимов высоковольтных источников питания и получение данных мониторинга их параметров (п. 9.4), управление и проверку состояния сигнальных ламп радиационной опасности (19), опрос положения кнопки включения (20), замка-выключателя питания источника рентгеновского излучения (21), а также управление общим импульсным источником питания ИИП (22) с системным вентилятором охлаждения (23).

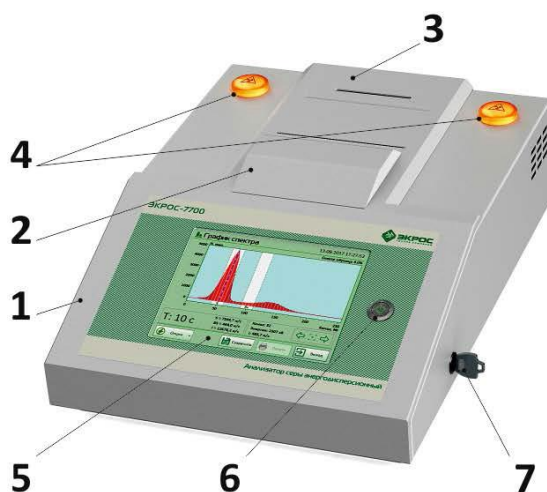


Рис. 4.3. Конструкция анализатора

Анализатор (рис. 4.3) представляет собой стационарный настольный лабораторный прибор, состоящий из электронных и электромеханических узлов, установленных в едином корпусе (1). На площадке в верхней части корпуса расположено кюветного отделения (2), крышка печатающего устройства (3) и два световых индикатора радиационной опасности (4). На наклонной передней панели анализатора находится цветной сенсорный экран (5), обеспечивающий функции ввода и вывода необходимой информации и кнопка включения (6) со встроенной световой индикацией. В передней части правой боковой стенки корпуса установлен электромеханический замок-выключатель питания источника рентгеновского излучения (7).

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕЙ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

#### 2.1. Цель работы:

определить температуру вспышки нефтепродуктов в открытом и закрытом тигле.

#### 2.2 Краткие теоретические сведения

Температурой вспышки называется температура, при которой пары нефтепродукта, нагреваемого в определенных условиях, образуют с окружающим воздухом смесь, вспыхивающую при поднесении к ней пламени. По температуре вспышки нефтепродукты делятся на легковоспламеняющиеся и горючие. К легковоспламеняющимся относятся нефтепродукты, имеющие температуру вспышки паров не более 61 °С в закрытом тигле (не более 66 °С в открытом тигле).

Легковоспламеняющимися нефтепродуктами являются моторные топлива. Так, автомобильный бензин имеет температуру вспышки в закрытом тигле – 50 °С, авиационный – 30 °С. Топлива для реактивных двигателей, в зависимости от сортности, должны иметь температуру вспышки не ниже 28...60 °С, а топлива для быстроходных дизелей – 35...61 °С. Температура воспламенения дизельных топлив находится в пределах 57...119 °С и всегда выше температуры вспышки.

Температура самовоспламенения нефтепродукта с увеличением его молекулярной массы уменьшается: если бензины самовоспламеняются при температурах выше 500 °С, то дизельные топлива при 300...330 °С.

По температурам вспышки, воспламенения и самовоспламенения оценивают пожаро- и взрывоопасность нефти и нефтепродукт.

*Приборы, реактивы, материалы.* Аппараты для определения вспышки в открытом (ТВО) и закрытом (ТВЗ) тигле, термометр типа ТН-2 по ГОСТ 400, секундомер, пипетка, щетка металлическая, бензин-растворитель.

#### **Определения температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле**

Метод определения температур вспышки и воспламенения нефтепродуктов в открытом тигле по методу Кливленда (ГОСТ 4333-2021) применим для нефтепродуктов, температура вспышки которых в открытом тигле от 79°С до 400°С, за исключением жидких топлив, температуру вспышки которых обычно определяют в закрытом тигле по ГОСТ ISO 2719 или ГОСТ 6356. Устройство аппарата показано на рис. 5.1.

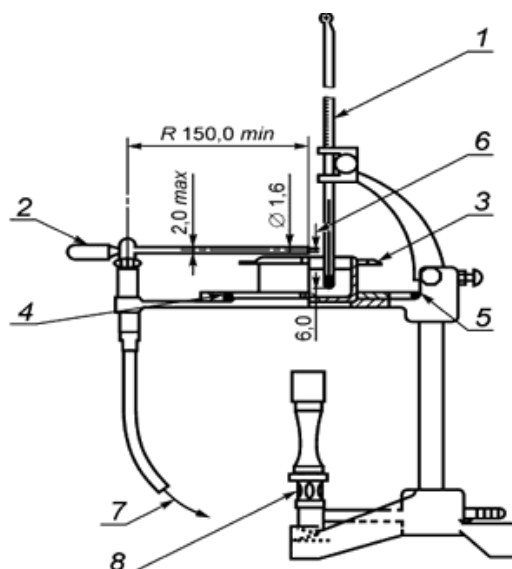


Рис.5.1 Аппарат с открытым тиглем Кливленда:

1 - термометр; 2 - зажигательное устройство; 3 - тигель; 4 - металлический шарик диаметром от 3,2 до 4,8 мм; 5 - нагревательная пластина; 6 - отверстие диаметром 0,8 мм; 7 - к источнику газа; 8 - нагревательный прибор пламенного типа или резистивный электронагреватель; 9 - отметка заполнения; 10 - металлическая пластина; 11 - теплостойкая пластина

*Порядок выполнения работы.* Для определения температур вспышки и воспламенения берут обезвоженный нефтепродукт. Тигель промывают бензином, затем при наличии углеродистых отложений очищают металлической щеткой, промывают дистиллированной водой и высушивают. Прибор для определения температуры вспышки и воспламенения устанавливают в таком месте, где нет заметного движения воздуха и попадания дневного света на поверхность тигля, и защищают от движения воздуха щитом или экраном. Анализируемый нефтепродукт наливают в тигель до уровня, отмеченного чертой. Излишки нефтепродукта удаляют пипеткой.

Включаем газ, начинаем нагревать тигель со скоростью 14 град/мин. Зажигаем 2 запальника. За 40 °С до ожидаемой температуры вспышки (~170 °С для масел) скорость нагрева ограничивают до 4 °С/мин. За 28 °С до ожидаемой температуры вспышки проводят медленно над поверхностью тигля фитилем. Длина пламени должна быть 3...4 мм, время продвижения пламени от одной стороны тигля до другой – 2...3 с. Определение повторяют через 2 °С подъема температуры.

За температуру вспышки принимают температуру, которую показывает термометр при появлении первого синего пламени над частью или над всей поверхностью анализируемого нефтепродукта

#### **Определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле**

Сущность метода заключается в том, что испытуемую порцию помещают в прибор Пенски-Мартенса, нагревают таким образом, чтобы при непрерывном перемешивании происходило постоянное повышение температуры. Зажигательное

устройство подносят через отверстие в крышке испытательного тигля через равномерные промежутки времени, при этом перемешивание прекращают.

Наименьшая температура, при которой применение зажигательного устройства вызывает вспыхивание паров испытуемой порции и распространение пламени по поверхности жидкости, регистрируется как температура вспышки при абсолютном атмосферном давлении. Данная температура корректируется на стандартное атмосферное давление по определенной формуле.

Прибор состоит из тигля, сборной крышки и нагревательной камеры, описанных ниже. Типовая конструкция прибора с газовым нагревом приведена на рис. 5.2.

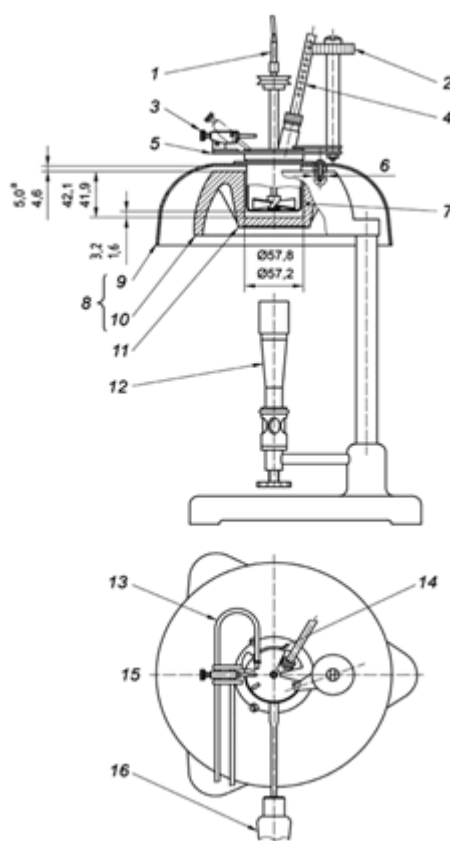


Рис. 5.2. Прибор Пенски-Мартенса с закрытым тиглем:

- 1 - гибкий вал; 2 - рулетка, приводящая в действие заслонку; 3 - пламенное зажигательное устройство; 4 - термометр; 5 - крышка; 6 - втулка диаметром не более 9,5 мм; 7 - испытательный тигель; 8 - нагревательная камера; 9 - кожух; 10 - воздушная баня; 11 - металлический кожух, окружающий тигель толщиной не менее 6,5 мм; 12 - нагреватель: газовая горелка или электроэлемент (на рисунке горелка); 13 - запальник; 14 - заслонка; 15 - передняя часть; 16 - ручка (при наличии); а - воздушный зазор

*Порядок выполнения работы.* Нефтепродукт в собранном приборе нагревают следующим образом: при анализе нефтепродуктов с температурой вспышки до 50 °С температуру повышают со скоростью 1 °С в мин, при непрерывном помешивании с начала и до конца определения. При анализе нефтепро-

дуктов с температурой вспышки от 50 до 150 °С начальный нагрев ведут со скоростью 5...8 °С, а при анализе нефтепродуктов с температурой вспышки выше 150 °С – со скоростью 10...12 °С в мин при периодическом помешивании. При температуре на 10 °С ниже ожидаемой температуры вспышки начинают проводить испытание на вспышку через 1 °С для нефтепродуктов с температурой вспышки до 50 °С. При этом нефтепродукт непрерывно помешивают вращением мешалки. Только в момент испытания на вспышку перемешивание прекращают. Поворотом пружинного рычага открывают окна крышки тигля, при этом зажигательная лампочка наклоняется через окно в паровое пространство тигля. Окна крышки открывают на 1 сек. Если вспышка не произошла, то продукт вновь перемешивают, повторяя операцию зажигания через 1...2 °С.

За температуру вспышки принимают температуру, показываемую термометром при появлении первого синего пламени над поверхностью нефтепродукта. Расхождение между параллельными определениями температуры вспышки в закрытом тигле не должны превышать следующих величин: при температуре вспышки до 50 °С –  $\pm 1$  °С, при температуре свыше 50 °С –  $\pm 2$  °С.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. ГОСТ Р 51858-2020. Нефть. Общие технические условия.
2. ГОСТ 3900-85. Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности
3. ГОСТ 33-2016. Нефть и нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической и динамической вязкости
4. ГОСТ Р 51947-2002. Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии.
5. Рябов, В. Д. Химия нефти и газа: учебное пособие. – Москва: Инфра-М, 2022. – 311 с.
6. Кривцова, Н.И. Химия нефти и газа. Лабораторный практикум: учебно-методическое пособие / Н.И. Кривцова, Н.Л. Мейран, Е.М. Юрьев, Томский политехнический университет. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2018. – 127 с.
7. Эрих, В. Н. Химия и технология нефти и газа / В. Н. Эрих, М. Г. Расина, М. Г. Рудин, Л: Издательство "Химия", Ленинградское отделение, 1977. - 424 с.
8. ГОСТ ISO 2719-2017. Нефтепродукты и другие жидкости. Определение температуры вспышки. Методы с применением прибора Пенски-Мартенса с закрытым тиглем
9. ГОСТ 4333-2021. Нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле.

# ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## Справочные данные

### Таблица П1.1

Плотность воды, из которой удален воздух, при температуре определения, кг/м

°C	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	$\frac{\Delta\rho}{\Delta t_n}$ $\frac{\text{кг/м}^3}{0,1\text{ }^\circ\text{C}}$	$\Delta\rho$
10	999,698	999,690	999,681	999,672	999,662	999,653	999,643	999,634	999,624	999,614	-0,0095	- 0,0033
11	999,604	999,594	999,583	999,573	999,562	999,552	999,541	999,540	999,519	999,507	-0,0108	- 0,0031
12	999,496	999,485	999,473	999,461	999,449	999,437	999,425	999,413	999,401	999,388	-0,0121	- 0,0029
13	999,376	999,363	999,350	999,337	999,324	999,311	999,297	999,284	999,270	999,257	-0,0133	- 0,0026
14	999,243	999,229	999,215	999,200	999,186	999,172	999,157	999,142	999,128	999,113	-0,0145	- 0,0023
15	999,098	999,083	999,067	999,052	999,036	999,021	999,005	998,989	998,973	998,957	-0,0157	- 0,0020
16	998,941	998,925	998,908	998,892	998,875	998,858	998,841	998,824	998,807	998,790	-0,0168	- 0,0017
17	998,773	998,755	998,738	998,720	998,702	998,685	998,667	998,648	998,630	998,612	-0,0179	- 0,0014
18	998,593	998,575	998,556	998,537	998,519	998,500	998,480	998,461	998,442	998,423	-0,0190	- 0,0011
19	998,403	998,383	998,364	998,344	998,324	998,304	998,284	998,263	998,243	998,222	-0,0201	- 0,0009
20	998,202	998,181	998,160	998,140	998,119	998,097	998,076	998,055	998,033	998,012	-0,0212	- 0,0006
21	997,990	997,969	997,947	997,925	997,903	997,881	997,858	997,836	997,814	997,791	-0,0222	- 0,0004
22	997,768	997,746	997,723	997,700	997,677	997,654	997,630	997,607	997,584	997,560	-0,0232	- 0,0002
23	997,536	997,513	997,489	997,465	997,441	997,417	997,392	997,368	997,344	997,319	-0,0242	- 0,0001
24	997,294	997,270	997,245	997,220	997,195	997,170	997,145	997,119	997,094	997,069	-0,0252	0,0000
25	997,043	997,017	996,991	996,966	996,940	996,914	996,887	996,861	996,835	996,808	-0,0261	0,0000
26	996,782	996,755	996,728	996,702	996,675	996,648	996,621	996,593	996,566	996,539	-0,0270	0,0000
27	996,511	996,484	996,456	996,428	996,401	996,373	996,345	996,317	996,288	996,260	-0,0280	0,0000
28	996,232	996,203	996,175	996,146	996,117	996,088	996,060	996,031	996,001	995,972	-0,0289	0,0000
29	995,943	995,914	995,884	995,855	995,825	995,795	995,766	995,736	995,706	995,676	-0,0298	0,0000
30	995,645	995,615	995,585	995,554	995,524	995,493	995,463	995,432	995,401	995,370	-0,0306	0,0000

$\Delta\rho$  - изменение плотности воды, насыщенной воздухом, по отношению к плотности воды, из которой удален воздух

### Поправки на взвешивание в воздухе

Поправки рассчитаны на основании стандартной плотности воздуха 1,222 кг/м<sup>3</sup> на 15,56 °С и давлении 101,3 кПа

$\frac{m_t - m_0}{m_c - m_0}$	Поправка C, кг/м <sup>3</sup>
0,60	0,48
0,61	0,47
0,62	0,46
0,63	0,44
0,64	0,43
0,65	0,42
0,66	0,41
0,67	0,40
0,68	0,38
0,69	0,37
0,70	0,36
0,71	0,35
0,72	0,34
0,73	0,32
0,74	0,31
0,75	0,30
0,76	0,29
0,77	0,28
0,78	0,26
0,79	0,25
0,80	0,24
0,81	0,23
0,82	0,22
0,83	0,20
0,84	0,19
0,85	0,18
0,86	0,17
0,87	0,16
0,88	0,14
0,89	0,13
0,90	0,12
0,91	0,11
0,92	0,10
0,93	0,08
0,94	0,07
0,95	0,06
0,96	0,05
0,97	0,04
0,98	0,02
0,99	0,01

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	3
Лабораторная работа № 1. Определение плотности нефти и нефтепродуктов.....	4
Лабораторная работа № 2. Определение кинематической и динамической вязкости нефти, нефтяных фракций и нефтепродуктов.....	12
Лабораторная работа № 3. Определение молекулярной массы.....	18
Лабораторная работа № 4. Определение содержания серы .....	21
Лабораторная работа № 5. Определение температуры вспышки нефтей и нефтепродуктов.....	26
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	29
Приложение 1. Справочные данные.....	30



## ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
к выполнению лабораторных работ  
для студентов направления 21.03.01 «Нефтегазовое дело»  
всех форм обучения

**Составители:**  
**Аралов Егор Сергеевич**  
**Долбилова Марина Александровна**

Издается в авторской редакции

Подписано к изданию 17.06.2022.  
Уч.-изд. л. 1,8.

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»  
394006 Воронеж, ул. 20-летия Октября, 84