



А.Ш.ДЕХТЕРМАН

**ЛАБОРАНТ  
НЕФТЕ-  
ПЕРЕРАБАТЫВАЮЩЕГО  
ЗАВОДА**

ТЕХНИЧЕСКАЯ БИБЛИОТЕКА

ОНПЗ

Ин. № \_\_\_\_\_



МОСКВА  
«ХИМИЯ»  
1989

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	5
<b>Глава 1. Техника лабораторных работ</b>	<b>6</b>
1.1. Мытье и сушка химической посуды	6
1.2. Приготовление растворов и работа с ними. Основные определения	7
1.3. Титрованные растворы, индикаторы, титрование	10
1.4. Сборка лабораторных установок	12
1.5. Взвешивание	13
1.6. Фильтрование	14
1.7. Нагревание и охлаждение	16
1.8. Экстрагирование	17
1.9. Измерение и регулирование температуры	18
1.10. Электрические и оптические приборы	20
<b>Глава 2. Состав нефтяного сырья и краткая терминология его переработки</b>	<b>22</b>
2.1. Углеводородный и химический состав нефти и газа	22
2.2. Классификация нефтей	23
2.3. Схема переработки нефти	24
2.3.1. Подготовка нефти к переработке	24
2.3.2. Первичная перегонка нефти	25
2.3.3. Термические процессы	25
<b>Глава 3. Методы определения общих свойств нефтепродуктов</b>	<b>29</b>
3.1. Определение плотности	30
3.2. Определение фракционного состава	31
3.3. Определение кислотности, кислотного и щелочного чисел	37
3.4. Определение содержания воды	38
3.5. Определение вязкости	40
3.6. Определение низкотемпературных свойств нефтепродуктов	42
3.7. Определение механических примесей	43
3.8. Определение зольности	44
3.9. Определение содержания серы	44
3.10. Определение температуры вспышки и воспламенения	48
<b>Глава 4. Ассортимент и анализ жидких нефтяных топлив</b>	<b>50</b>
4.1. Ассортимент нефтяных топлив	50
4.2. Специальные требования к жидким топливам. Анализ топлив	51
4.2.1. Определение давления насыщенных паров вещества	51
4.2.2. Определение эксплуатационных свойств топлив	52
4.2.3. Определение индукционного периода	52
4.2.4. Определение химического состава топлива	53
4.2.5. Определение температуры помутнения и начала кристаллизации	54
4.2.6. Определение содержания тетраэтилсвинца (ТЭС)	55

4.2.7. Определение коррозионной активности топлив	56
4.2.8. Определение фактических смол	56
<b>Глава 5. Ассортимент и качество смазочных материалов и твердых нефтепродуктов. Анализ нефтепродуктов</b>	<b>57</b>
5.1. Смазочные масла	57
5.2. Пластичные (консистентные) смазки	58
5.3. Парафины и церезины	58
5.4. Битумы	59
5.5. Специальные свойства масел и твердых нефтепродуктов.	59
<b>Анализ нефтепродуктов</b>	
5.5.1. Определение индекса вязкости смазочных масел	59
5.5.2. Определение стабильности нефтяных масел	60
5.5.3. Определение цвета нефтепродуктов	61
5.5.4. Определение коксуемости	63
5.5.5. Определение коррозионной активности масел	63
5.5.6. Определение температуры плавления	64
5.5.7. Определение температуры размягчения	64
5.5.8. Определение пенетрации	65
5.5.9. Определение растяжимости (дуктильности) битума	66
<b>Глава 6. Основные условия безопасной работы в лаборатории</b>	<b>66</b>
6.1. Общие положения	66
6.2. Вентиляция и отопление	67
6.3. Условия пожарной безопасности	68
6.4. Работа с ядовитыми веществами и селективными растворителями	69
6.5. Работа с газовыми баллонами	70
6.6. Работа с металлической ртутью	71
6.7. Работа с электронагревательными приборами	72
6.8. Оказание первой помощи пострадавшим	72
<b>Глава 7. Характеристика работ и обязанности лаборанта химического анализа</b>	<b>73</b>
<i>Рекомендуемая литература</i>	76
<b>Физико-химические величины и единицы международной системы (СИ)</b>	<b>77</b>

## ВВЕДЕНИЕ

Выпускаемая заводами продукция, поступающее сырье, реагенты, материалы и собственно технологический процесс проходят аналитический контроль. Любой нефтепродукт оценивается суммой различных показателей. Показатели и признаки качества нефтепродуктов устанавливаются государственными стандартами (ГОСТом), техническими условиями (ТУ). Задачей лабораторного контроля является определение характеристик заданных химических, физических свойств конечных и промежуточных продуктов производства в соответствии с ГОСТами, ТУ и стандартами предприятия (СТП).

При лабораторных исследованиях определяют направление и глубину переработки нефти, рациональное использование продуктов, выявляют источники потерь, дают рекомендации по их устранению. В связи с возрастанием мощности технологических установок повысилась и ответственность лаборанта за обеспечение контроля качества выпускаемой продукции. Неточность или несвоевременность проведения анализов приводит к браку, к уменьшению выхода целевых продуктов. Возрастают требования к качеству нефтепродуктов, вводятся новые методы оценки их свойств, и лаборант должен постоянно совершенствовать свои знания, осваивать новые приборы, методы испытания. Лаборант должен знать устройство и правила обращения с лабораторным оборудованием, следить за его исправностью, докладывать старшему по смене о всех замеченных отклонениях, аккуратно записывать в рабочие журналы данные по анализам. При приеме и сдаче смены особое внимание необходимо обращать на правильный учет и хранение драгоценных материалов, ядовитых веществ.

При проведении анализов должны использоваться контрольно-измерительные приборы, имеющие действующие свидетельства органов Госповерки.

Анализы в лаборатории должны выполняться в строгом соответствии с нормативно-технической документацией.

Несмотря на внедрение автоматических анализаторов качества, доля ручного труда лаборантов на нефтеперерабатывающих заводах достаточно высока. За счет постоянного совершенствования практических навыков работы, распространения передовых приемов труда на различных операциях, совмещения аналитических операций, развития социалистического соревнования и сокращения непроизводительных потерь времени имеется возможность постоянного повышения производительности труда лаборанта, повышения качества работы, экономии реагентов и материалов.

## ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

## 1.1. МЫТЬЕ И СУШКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

Стеклоянная посуда считается чистой, если при ополаскивании дистиллированной водой на стенках не остается капель.

Если посуда не загрязнена трудно растворимыми в воде веществами (жир, смола), ее достаточно промыть теплой водопроводной водой, а затем ополоснуть дистиллированной водой.

Для мытья посуды, загрязненной жировыми, асфальто-смолистыми веществами и другими тяжелыми нефтепродуктами используют мыло, соду, 10%-ный раствор тринатрийфосфата. Пользоваться органическими растворителями (диэтиловый эфир, ацетон, спирты, петролейный эфир, бензин и др.) не рекомендуется из-за их токсичности.

Эффективным моющим средством является хромовая смесь (раствор бихромата калия в серной кислоте). Посуду сначала ополаскивают водой, наливают хромовую смесь до  $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{4}$  объема сосуда и осторожно смачивают внутренние стенки. Сливают хромовую смесь в емкость, где она хранится, и через несколько минут промывают сосуд водопроводной и дистиллированной водой. В пипетки хромовую смесь набирают только при помощи груши. Хранят ее в фарфоровых стаканах с крышками или в колбах из химически стойкого стекла, помещенных в сосуд из кислотоупорного материала, например, винипласт. После многократного использования смесь теряет свои свойства, окрашивается в темно-зеленый цвет. Ее сливают в специальную тару.

Сильно загрязненную посуду (колбы после разгонки нефтепродуктов) можно отмыть царской водкой — смесью азотной и серной кислот (1 : 3 по объему).

Если для мытья посуды использовали раствор концентрированной щелочи, необходимо ополоснуть ее (осторожно) хлороводородной кислотой и после этого водой.

Мытье посуды из-под нефтепродуктов, реагентов, селективных растворителей и т. п. разрешается только в моечном помещении. Сдавать на мойку посуду из-под концентрированных кислот и других едких и ядовитых веществ можно после полного ее освобождения и нейтрализации.

Для мытья применяют щетки, ерши, пользоваться которыми следует осторожно, чтобы не выбить дно или не поцарапать стенки.

Посуду моют сразу по окончании работ, надевая фартук, перчатки, защитные очки (маску).

Сушат посуду на воздухе, используя расположенные над раковинами доски с решетками. Для ускорения сушки применяют сушильные шкафы, где поддерживается температура 100—120 °С, или продувку воздухом из линии через шланг.

Сухая чистая посуда должна храниться в шкафах и ящиках.

## 1.2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ И РАБОТА С НИМИ. ОСНОВНЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Концентрацией раствора называют количество вещества, содержащегося в определенном количестве раствора или растворителя.

Концентрацию раствора выражают по-разному: в массовых %, в объемных %, молярностью, нормальностью и т.д. Концентрация в процентах — это число единиц (массы или объема) растворенного вещества, содержащегося в 100 единицах (массы или объема) раствора. Если концентрация раствора NaOH равна 20 %, это значит, что в 100 г раствора содержится 20 г гидроксида натрия.

Иногда концентрацию раствора выражают через его плотность, так как определенной плотности раствора при данной температуре соответствует определенное содержание вещества в нем. Например, раствор серной кислоты плотностью 1,835 г/см<sup>3</sup> при 20 °С содержит 95,72 % серной кислоты. Содержание вещества в растворе в зависимости от плотности при различных температурах приведено в специальных таблицах.

При анализе нефтепродуктов используют растворы, концентрация которых выражена молярностью или нормальностью.

Молярная концентрация (молярность  $M$ ) выражает число молей растворенного вещества, содержащегося в 1 дм<sup>3</sup> раствора (моль/дм<sup>3</sup>). Растворы при этом называют молярными.

Моль — количество вещества, содержащее столько молекул, атомов, электронов или других структурных единиц, сколько содержится атомов в 12 г изотопа углерода <sup>12</sup>C. Массу вещества, содержащегося в 1 моль данного вещества, называют мольной массой; единица измерения — г/моль или кг/моль. Мольная масса (г) имеет те же численные значения, что и молекулярная масса.

Эквивалентная концентрация (нормальность  $n$ ) выражает число моль эквивалентов растворенного вещества, содержащееся в 1 дм<sup>3</sup> раствора. Единица измерения — моль/дм<sup>3</sup>. Растворы при этом называют нормальными. Моль эквивалентов — количество вещества, соединяющееся с 1 моль атомов водорода, или замещающее то же число атомов водорода в химических реакциях. Массу 1 моль эквивалента вещества называют эквивалентной массой ( $\mathcal{E}$ ).

Молярность и нормальность имеют одинаковые единицы измерения, численные значения их для данного раствора не всегда совпадают.

$$\text{Так } \mathcal{E} \text{ H}_2\text{SO}_4 = \frac{m_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{2} = \frac{98,08}{2} = 49,04 \text{ г, т. е. грамм-эквивалент}$$

серной кислоты равен половине грамм-молекулы.

Различают растворы одномолярные (1M), двухмолярные (2M), полумолярные (0,5M), децимолярные (0,1M), сантимольные (0,01M) и т.д., однонормальные (1 н.), двунормальные (2 н.), полунормальные (0,5 н.), децинормальные (0,1 н.), сантинормальные (0,01 н.) и т.д.

Растворы готовят, используя реактивы требуемой чистоты и необходимый растворитель (чаще всего — дистиллированная вода, спирты).

В зависимости от чистоты реактивы делятся на технические (техн), чистые (ч), чистые для анализа (чда), химически чистые (хч), спектрально чистые (слч), особой чистоты (осч), высшей чистоты (вч). Чтобы реактивы не загрязнялись, пробки следует класть на стол нижним концом вверх; нельзя закрывать склянку пробкой от другой склянки. Неиспользованный реактив не следует помещать обратно в склянку.

Твердые вещества измельчают в ступке. Если порошок плавает по поверхности, его растирают в ступке с небольшим количеством воды или спирта.

Если растворение происходит медленно, применяют механические мешалки, или встряхиватели.

При растворении сильных кислот, особенно серной, азотной, кислоту приливают в воду, а не наоборот.

Концентрированные растворы едких щелочей не рекомендуется хранить, их готовят перед применением.

Растворы хранят в плотно закрытых сосудах с этикетками, на которых указывается название, формула вещества, концентрация, дата приготовления и фамилия лаборанта, приготовившего раствор.

При приготовлении раствора необходимые массы растворяемого вещества  $x$  и воды  $a$  определяют по формулам:

$$x = ac/100; \quad a = a - x,$$

где  $a$  — заданная масса раствора, г;  $c$  — его концентрация, % (масс.).

**Пример 1.** Приготовить 2 дм<sup>3</sup> 10%-ного раствора хлороводородной кислоты из имеющейся концентрированной кислоты плотностью 1,189 г/см<sup>3</sup>.

1. По таблице плотностей водных растворов кислот определяем, что плотность 10%-ного раствора HCl равна 1,047 г/см<sup>3</sup>. Значит 2 дм<sup>3</sup> раствора имеют массу  $a = 2000 \times 1,047 = 2094$  г.

2. Рассчитываем количество безводной HCl в 2094 г раствора  
 в 100 г раствора содержится 10 г HCl  
 в 2094 г " " " "  $x$  г HCl

$$x = \frac{2094 \cdot 10}{100} = 209,4$$

3. По таблице узнаем, что концентрация исходного раствора плотности 1,189 г/см<sup>3</sup> равна 38%, тогда требуемое количество исходного раствора найдем по пропорции:

в 100 г исходного раствора содержится 38 г HCl  
 в  $x$  г " " " " 209,4 г HCl

$$x = \frac{100 \cdot 209,4}{38} = 551.$$

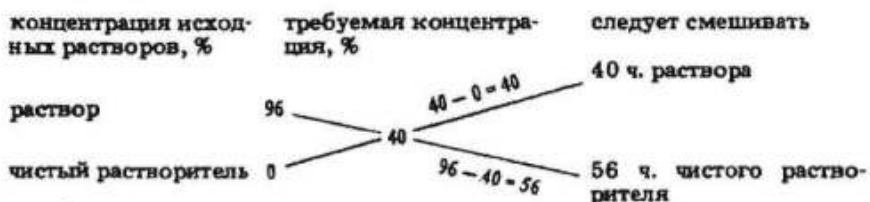
4. Определим требуемое количество растворителя — воды:

$$a = 2094 - 551 \text{ г} = 1543.$$

Требуется взять 51 г исходного раствора хлороводородной кислоты и 1543 г воды.

Если необходимо разбавить раствор чистым растворителем или, наоборот, получить более концентрированный раствор, а также приготовить раствор заданной концентрации из двух растворов вещества разной концентрации, пользуются „правилом креста”.

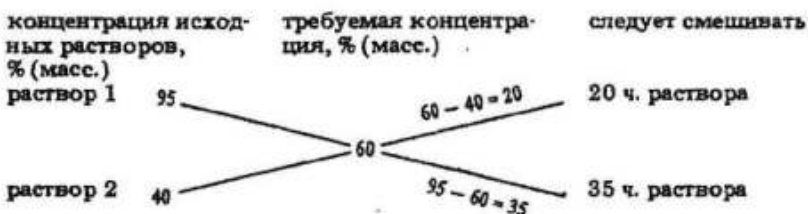
Пример 2. а) Разбавление чистым растворителем:



б) Добавление твердого вещества:



в) Смешивание растворов



Пример 3. Приготовить 1 дм<sup>3</sup> 1 М водного раствора Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

Определим молекулярную массу соды:

массы атомов Na – 23, С – 12, О – 16; молекулярная масса соды  $23 \cdot 2 + 12 + 16 \cdot 3 = 106$ . Следовательно в 1 дм<sup>3</sup> раствора должно содержаться 106 г соды.

Иногда для быстрого приготовления растворов кислот, щелочей и солей определенной концентрации применяют фиксаналы. Они представляют собой запаянные ампулы, в которых находятся точно отвешенные количества реактива точной концентрации.

Для приготовления растворов разбивают при помощи бойка ампулу в утөнченных местах, при этом жидкость выливается или кристаллы высыпаются в мерную колбу.

### 1.3. ТИТРОВАННЫЕ РАСТВОРЫ, ИНДИКАТОРЫ, ТИТРОВАНИЕ

Растворы точно известной концентрации называют титрованными.

Титром раствора называют число граммов растворенного вещества в 1 мл раствора.

Приготовление растворов точной нормальности затруднительно, поэтому в лабораторной практике готовят растворы приблизительной нормальности, определяя его практический титр и поправочный коэффициент к нормальности.

Коэффициентом нормальности  $K$  или поправочным коэффициентом называют отношение титра практического к титру теоретическому. Например, если титр 0,1 н. раствора  $\text{HCl}$  по 0,1 н. раствору  $\text{KOH}$  оказался равным 0,00354 г  $\text{HCl}$ , то  $K = 0,00354 / 0,00364 = 0,972$ , где 0,00364 г титр теоретический 0,1 н. раствора  $\text{HCl}$ .

Приливание титрованного раствора к раствору определяемого вещества называют титрованием.

При постепенном смешении реагирующих веществ вблизи точки эквивалентности (окончания реакции) резко изменяется их концентрация. Поэтому резко изменяются физико-химические свойства раствора. Скачок в изменении свойств фиксируется либо с помощью физического прибора, либо с помощью химического реагента — индикатора (вещества, меняющего свою окраску). Изменение окраски индикатора зависит от изменения концентрации ионов водорода. Так, индикатор лакмус в воде имеет фиолетовый цвет, при подкислении раствора цвет становится красным, а в щелочной среде — синим.

Для каждого конкретного случая титрования подбирают индикатор, позволяющий фиксировать точку эквивалентности в различных областях водородного показателя среды  $\text{pH}$ . Концентрация ионов  $\text{H}^+$  и  $\text{OH}^-$  в водном растворе одинакова, а именно  $10^{-7}$  моль/дм<sup>3</sup>; логарифм этого числа с обратным знаком называют водородным показателем и обозначают  $\text{pH}$ . Если  $\text{pH} = 7$  — среда нейтральная,  $\text{pH} < 7$  — кислая,  $\text{pH} > 7$  — щелочная.

В табл. 1 приведены наиболее часто используемые при анализе нефтепродуктов индикаторы.

Титрование проводят на специальном столике при хорошем дневном освещении. Бюретку (рис. 1) наполняют титрованным раствором (титрантом) выше верхней черты  $a$ , открывают спускной кран и устанавливают

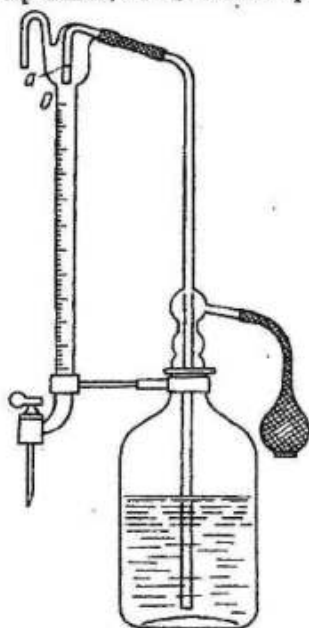


Рис. 1. Наполнение бюретки для титрования

Таблица 1. Индикаторы, используемые при анализе нефтепродуктов

Наименование индикаторов	Концентрация, применяемая при анализе	Титрант	Переход окраски	Определяемые вещества и характеристики
Фенолфталеин (ГОСТ 5850-72)	1 %-ный спиртовой раствор	0,5 н. NaOH	От бесцветной к розовой	Ароматические углеводороды (ГОСТ 6994-74); мыла нафтеновых кислот (ГОСТ 21103-75), водорастворимые щелочные соединения (ГОСТ 6307-75)
Нитроциновый желтый	0,5 %-ный водный раствор	0,5 н. KOH	От желтой к зеленой	Кислотность и кислотное число (ГОСТ 5985-79)
Метиловый оранжевый (ГОСТ 10816-64)	0,05 %-ный водный раствор 0,02 %-ный водный раствор	0,05 н. HCl	От желтой к розовой	Сера при сжигании в лампе (ГОСТ 18121-72) Водорастворимые кислоты (ГОСТ 6307-75)
Метиловый красный	0,2 %-ный спиртовой раствор	0,02 н. NaOH	От фиолетовой к ярко-зеленой	Сера (ускоренный метод, ГОСТ 1437-75)
Метиленовый синий	0,1 %-ный спиртовой раствор			
Кислородо-оранжевый в смеси с нитратом калия (1 : 100)	Насыщенный водный раствор	0,01 M ЭДТА	От сиреневой к желтой	Свинец (комплексометрическое титрование, ГОСТ 13210-72)
Крахмал	0,5 %-ный водный раствор свежеприготовленный	0,1 н. сульфата натрия	Исчезновение синевато-фиолетовой окраски	Иодное число (ГОСТ 2070-82)
Дифенилкарбазид (ГОСТ 5859-78)	1 %-ный спиртовой раствор	0,01 н. Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	От бесцветной к слабо-розовой	Хлориды (ГОСТ 21534-76)
Натрия родизонот	0,2 %-ный водный раствор	—	—	Свинец (качественный метод, ГОСТ 7978-74)

уровень на нулевой отметке по нижнему мениску. Исследуемый раствор отмеряют пипеткой и переносят в коническую колбу. Добавляют несколько капель раствора индикатора. Постепенно приливают титрант из бюретки до изменения окраски раствора в колбе. В конце титрования рабочий раствор добавляют по каплям. Для получения точного результата титрование повторяют несколько раз. Это прямое титрование.

Помимо прямого титрования существует обратное титрование. В этом случае к исследуемому раствору прибавляют в избытке новое вещество, вступающее в реакцию с анализируемым раствором. Избыток добавляемого вещества титруют рабочим раствором.

#### 1.4. СБОРКА ЛАБОРАТОРНЫХ УСТАНОВОК

Для сборки различных химических приборов применяют стандартные детали: конусы, переходы, насадки, изгибы, алонжи (рис. 2). В местах соединения аппаратов применяют шлифы. Промышленность выпускает нормальные конусные шлифы, которые имеют точно определенные стандартные размеры и обозначения номерами. Номер шлифа указывает на его наибольший диаметр.

При сборке керн должен легко вращаться в муфте, не покачиваясь. Новые шлифы часто необходимо притирать в стеклодувной мастерской. Во избежание заклинивания наносят тонкий слой смазки, или используют сферические шлифы.

При сборке аппаратуры применяют различные пробки.

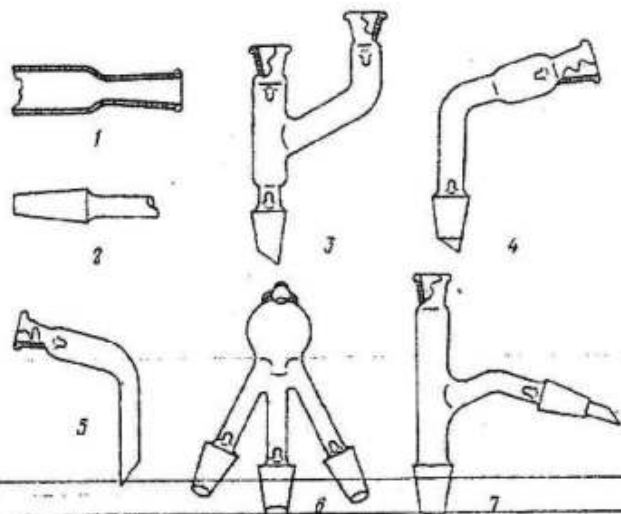


Рис. 2. Стандартные детали для лабораторных установок:

1 — конус; 2 — керн; 3 — переход; 4 — изгиб; 5 — алонж; 6 — алонж „паук“; 7 — насадка

Бензиновые пробки выпускают диаметром от 3,0 до 91,0 мм (номера с 5 по 100), корковые — от 6,0 до 70 мм. Корковая пробка должна быть несколько большего размера, чем горловина посуды. Подобранный пробку обжимают жомом. Недостатком корковых пробок является их малая стойкость к кислотам, щелочам и другим реактивам, поэтому их обрабатывают специальными растворами, например смесью глицерина и желатина, а потом расплавленной смесью парафина и вазелина.

Резиновые пробки прочнее корковых, однако они не применимы для веществ, взаимодействующих с резиной.

Полиэтиленовые пробки нельзя нагревать до температуры выше 70 °С, не допускается также их соприкосновение с концентрированными кислотами, пероксидом водорода, тетрахлоридом углерода, сероводородом.

Для обеспечения гибких соединений используют шланги.

Шланги из резины различных диаметров бывают простые и вакуумные (толстостенные). Их применяют для подачи воды, растворителей, газов, не взаимодействующих с резиной. Шланги с трещинами, потерявшие эластичность, выбрасывают. Новые шланги очищают изнутри от талка ватным тампоном, смоченным спиртом.

Конец стеклянной трубки, на которую надевают шланг или пробку, смачивают водой, глицерином, вазелином. Концы трубки должны быть оплавлены, держать ее необходимо близко к тому концу, на который надевают шланг или пробку, используя полотенце.

При сборке установок применяют штативы с лапками, муфтами, кольцами. Лапки и кольца должны иметь войлочные или резиновые прокладки. Не следует затягивать винты лапок во избежание поломок.

## 1.5. ВЗВЕШИВАНИЕ

Для взвешивания нефтепродуктов пользуются лабораторными аналитическими весами. На рис. 3 показаны лабораторные весы с равноплечным коромыслом (с двумя чашками). Применяют также и одноплечные весы (квадратные) с одной чашкой для груза и маятниковым противовесом — квадрантом. В центре коромысла с нижней стороны укреплена призма, служащая опорой коромысла. Чтобы призма не затупилась под тяжестью коромысла с чашками, в весах имеется особое приспособление, называемое арретиром. Арретир поддерживает коромысло и чашки, когда взвешивание не производят. Весы с арретиром в поднятом положении коромысла называют арретированными. Когда весами не пользуются, а также в момент разгрузки или загрузки чашек, весы должны быть арретированными. Аналитические весы, как правило, имеют воздушные или магнитные успокоители колебаний (демпферы).

Большая часть массы груза уравнивается гирями, а оставшаяся часть определяется по углу отклонения коромысла. Для накладки встроенных гирь (рейтеров) на планку коромысла имеется механическое

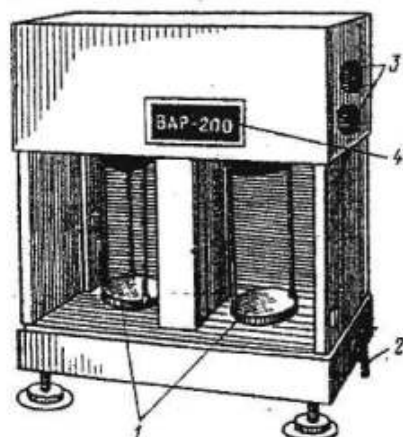


Рис. 3. Лабораторные равноплечные весы типа ВАР-200 г:

1 — чашки; 2 — арретир; 3 — ручки устройства накладки гирь; 4 — цифровой указатель и световая шкала массы

устройство с отсчетным лимбом. Для увеличения отсчета имеется оптическое устройство.

Для проверки правильности установки весов имеется отвес или жидкостный уровень.

Как правило, при взвешивании на аналитических весах поправки к разновесам не учитывают, но при определении навески по разности весов следует использовать одни и те же разновесы.

Весы должны содержаться в чистоте, внутри шкафа не должно быть никаких посторонних предметов.

При взвешивании нужно соблюдать следующие правила. Сначала на глаз оценивают массу предмета и помещают на правую чашку весов гирьку большой массы. Слегка повернув арретир, убеждаются, что гирька перевешивает. Ее заменяют следующей по порядку гирькой меньшей массы. Когда предмет будет уравновешен, арретир открывают полностью, и наблюдают за показаниями. Во время взвешивания можно открывать только боковые дверцы шкафа, нельзя поднимать его переднюю стенку. При наблюдении за шкалой дверцы должны быть закрыты.

Взвешиваемое вещество нельзя класть непосредственно на чашку весов, а также на бумагу. Твердые вещества надо взвешивать на часовом стекле или в стакане, летучие и гигроскопичные вещества, а также жидкости — в бюксах. Посуда для взвешивания должна быть чистой и сухой.

Взвешиваемые предметы должны иметь ту же температуру, что и температура в весовой комнате. Поэтому перед взвешиванием их надо выдерживать в весовой комнате в эксикаторе 15—20 мин.

Весы нельзя загружать выше предельной нагрузки (обычно 200 г), менять нагрузку весов можно только после их полного арретирования. Прибавлять или убавлять взвешиваемое вещество следует вне шкафа весов. Разновесы надо помещать на правую чашку, так, чтобы они находились в центре чашки, взвешиваемый предмет — на левую чашку. По окончании взвешивания весы необходимо арретировать и записать результаты взвешивания.

## 1.6. ФИЛЬТРОВАНИЕ

Фильтрация — распространенный способ механического разделения смеси на жидкую и твердые фазы. Иногда для осветления жидкости фильтрацию повторяют. Вещества, имеющие при обычной температуре

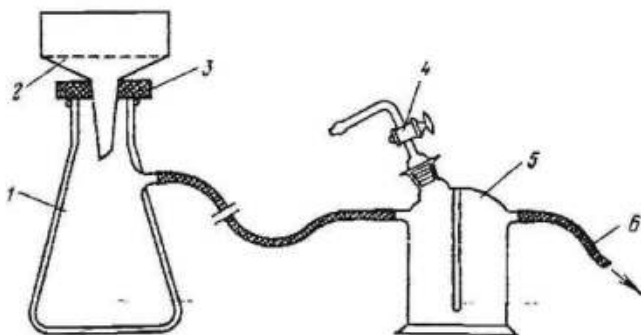


Рис. 4. Прибор для фильтрации под вакуумом:

1 — колба Бунзена; 2 — воронка Бюхнера; 3 — кольцо из вакуумной резины; 4 — край для впуска воздуха; 5 — предохранительная склянка Тищенко; 6 — к вакуумному насосу

высокую вязкость, фильтруют в горячем состоянии. Для увеличения скорости фильтрацию проводят под вакуумом или под давлением.

Для изготовления простого фильтра квадратный кусок фильтровальной бумаги определенного размера (в зависимости от объема осадка и размера воронки) складывают в четыре раза (по диагонали), затем ножницами обрезают по окружности.

Воронку вставляют в кольцо, укрепленное на штативе, в нее кладут фильтр и слегка смачивают его чистым растворителем. Фильтр следует укладывать в воронку так, чтобы край его не доходил до края воронки на 3–5 мм.

Жидкость осторожно сливают на фильтр при помощи стеклянной палочки. Осадок на фильтре промывают водой или растворителем. В полноте отмывки убеждаются проверкой на наличие ионов в последней порции промывной жидкости.

Прибор для фильтрации под вакуумом (рис. 4) состоит из фарфоровой или стеклянной воронки с перегородкой (воронка Бюхнера или Шотта) и колбы Бунзена. Между вакуумным насосом и колбой устанавливают предохранительный сосуд — склянку Вульфа или Тищенко, предохраняющий насос от попадания жидкости.

При фильтрации под вакуумом, смочив фильтровальную бумагу на воронке растворителем, включают насос и проверяют положение фильтра. Если фильтр положен правильно, слышится спокойный шумящий звук; если же фильтр положен неплотно и происходит подсос воздуха, слышится свистящий звук. Край неплотно положенного фильтра прижимают пальцем к сетчатой перегородке пока свистящий звук не прекратится.

Из фильтровальных материалов наибольшее распространение имеет фильтровальная бумага, обычная (ГОСТ 12026—76) и беззольная (ТУ 6091678—77). На каждой пачке указывается масса золы фильтра. Если после запятой стоят четыре нуля, такая фильтровальная бумага

считается беззолной. Приняты следующие обозначения фильтровальной бумаги: розовая (или красная) лента — быстروفилтрующие фильтры, синяя лента — „баритовые”, плотные фильтры — белая лента — средней проницаемости, желтая лента — обезжиренные фильтры.

### 1.7. НАГРЕВАНИЕ И ОХЛАЖДЕНИЕ

**Нагревание.** Для нагревания используют газовые горелки, электрические плиты, муфельные, тигельные, трубчатые электрические печи сопротивления, бани и термостаты, сушильные шкафы.

При работе с нефтепродуктами применяют электроплиты с закрытой спиралью, они обеспечивают нагревание до  $400^{\circ}\text{C}$ .

Для круглодонных колб применяют специальные колбонагреватели.

Для равномерного нагрева, поддержания постоянной температуры применяют следующие бани: водяную ( $98^{\circ}\text{C}$ ), масляную ( $180\text{--}200^{\circ}\text{C}$ ), трирезолфосфатную ( $250^{\circ}\text{C}$ ), парафиновую ( $200^{\circ}\text{C}$ ), свищовую, сплав Вуда ( $250\text{--}300^{\circ}\text{C}$ ), песочную ( $400^{\circ}\text{C}$ ).

Электрические сушильные шкафы снабжены терморегуляторами, позволяющими поддерживать заданную температуру в пределах  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ . В некоторых конструкциях сушильных шкафов предусматривается их вакуумирование, заполнение инертным газом, что бывает необходимо для проведения специальных работ.

Если требуется соблюдение очень точной температуры в течение длительного времени, применяют электрические термостаты, в которых нагревается и поддерживается при заданной температуре вода или другая жидкость. Термостат совмещается с мешалкой, обеспечивающей равно-



Рис. 5. Эксикатор

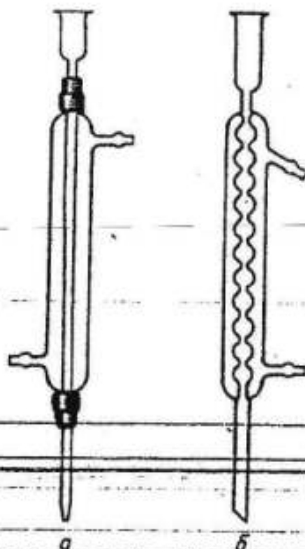


Рис. 6. Холодильники:

а — прямой; б — обратный шариковый

мерный нагрев всей массы жидкости, и с терморегулятором, поддерживающим заданную температуру с точностью до  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ .

Для прокаливания осадков, разложения некоторых веществ требуются высокие температуры, которые достигаются в тигельных, шахтных, трубчатых или муфельных печах.

В печах с нихромовым нагревателем достигается максимальная температура  $800\text{--}900^\circ\text{C}$ , с платиновым нагревателем —  $1000\text{--}1100^\circ\text{C}$ .

Для хранения прокаленных осадков, для высушивания влажных веществ служат эксикаторы (рис. 5). На дно эксикатора помещают вещества, поглощающие влагу (хлорид кальция и др.). Для высушивания под вакуумом применяют вакуум-эксикаторы, которые снабжены стеклянными трубками с краном, к которым присоединяют вакуум-насос. Крышки и края эксикатора смазывают вазелином для плотного прилегания.

**Охлаждение.** Чаще всего необходимо охлаждать и конденсировать пары жидкостей при перегонке, экстрагировании. Для этого служат водяные холодильники различной конструкции (рис. 6). Воду в холодильник направляют снизу.

Для получения температур ниже  $0^\circ\text{C}$  пользуются охлаждающими смесями, бытовыми холодильниками, криостатами.

Наиболее распространенными и легкодоступными являются следующие охлаждающие смеси.

1. Смесь из 3 частей снега или толченого льда и 1 части поваренной соли.

2. Жидкий азот, не содержащий примесей.

Жидкие газы, в том числе жидкий азот, хранят и перевозят в сосудах Дьюара. Они представляют собой или стеклянные двухстенные сосуды различной формы, пространство между стенками эвакуировано, а стенки сосудов посеребрены, или же металлические сосуды.

3. „Сухой лед“ — диоксид углерода, хранят в тканевых мешках или хорошо изолированном ящике.

„Снег“ из диоксида углерода получают при быстром выпуске газа из баллона в специально приспособленный мешок.

Обращаться с охлаждающими смесями необходимо осторожно.

### 1.3. ЭКСТРАГИРОВАНИЕ

Экстрагированием (извлечением) называют способ разделения или очистки веществ, основанный на различной растворимости в растворителе.

Экстрагирование широко применяют при анализе нефтепродуктов, например, при определении термоокислительной стабильности масел, при определении водорастворимых кислот и щелочей нефтепродуктов.

В простейшем случае измельченную смесь твердого вещества тщательно перемешивают с растворителем, а затем проводят фильтрование или декантацию (сливание жидкости с отстоявшегося осадка).

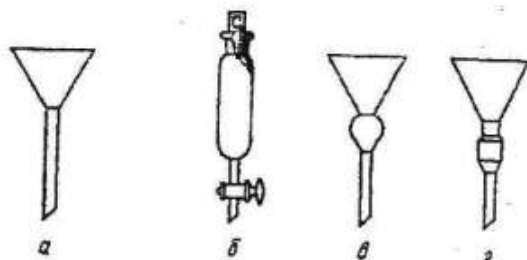


Рис. 7. Воронки:

а — лабораторная; б — делительная; в, г — для фильтрования

Экстрагирование из жидкостей проводят в конических делительных воронках (рис. 7). Исходный раствор и растворитель наливают примерно на  $\frac{2}{3}$  и, придерживая пробки и кран руками, осторожно несколько раз переворачивают воронку. При этом часто возникает необходимость выпустить образовавшийся газ. После полного расслоения пробку вынимают и нижний слой сливают через кран.

Для повышения растворимости извлекаемого вещества в растворитель вносят в зависимости от конкретных условий различные добавки: соли, спирты, щелочи, кислоты и т. д.

Для повышения эффективности разделения или очистки веществ при помощи экстрагирования, его проводят при повышенных температурах, обрабатывая смесь небольшими порциями горячего растворителя. Об окончании экстрагирования судят по отсутствию остатка при упаривании досуха на часовом стекле нескольких капель экстракта или используя индикаторы.

Экстрагирование можно проводить в аппарате Сокслета (рис. 8), дающем возможность использовать легкоиспаряющиеся растворители, пары которых благодаря обратному холодильнику конденсируются и стекают в резервуар 3 с экстрагируемым материалом; извлечение происходит непрерывно.

### 1.9. ИЗМЕРЕНИЕ И РЕГУЛИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ

В жидкостных термометрах, применяемых при анализах нефтепродуктов, используют тепловое расширение жидкости: ртути, спирта, полиэтиленсилоксана, керосина и др.

Рис. 8. Аппарат Сокслета:

1 — колба с растворителем; 2 — трубка для подъема паров растворителя; 3 — резервуар для экстрагируемого вещества; 4 — обратный холодильник; 5 — трубка для стока экстракта

Таблица 2. Основные данные ртутных термометров для нефтепродуктов (ГОСТ 400-80)

Термометр	Тип	Пределы измерения температуры, °С	Цена деления шкалы, °С	Поправки к показаниям (°С) в интервале			
				0-100	101-200	201-300	301-360
Для определения температуры вспышки в тигле:							
закрытом	ТН-1:						
	№ 1	0-170	1	± 1	± 2	± 3	—
	№ 2	130-300					
открытом	ТН-2	0-360	1	± 1	± 2	± 3	± 4
Для определения вязкости							
	ТН-3:						
	№ 1	0-60	0,5	± 1	± 1	± 1	± 1
	№ 2	50-110					
Температура каплепадения							
	ТН-4:						
	№ 1	0-150	1	± 1	± 2	—	—
	№ 2	100-250					
Температура застывания							
Для плавления парафинов	ТН-6	-30-60	1	± 1	± 1	± 1	± 1
Для разгонки нефтепродуктов	ТН-5	30-100	0,2	± 0,2	± 0,2	± 0,2	± 0,2
Для нефтепродуктов, низкоградусный (толуольный)	ТН-7	0-360	1	± 1	± 2	± 3	± 4
	ТН-8	-80-60	1	—	—	—	—

Ртутные термометры применяются до 800 °С. Пространство в капилляре над ртутью заполнено инертным газом для повышения давления. Лабораторные термометры изготовляют с большой длиной градусного интервала и малой ценой деления (до 0,01 °С). При температурах ниже -35 °С используют спиртовые, толуольные и другие термометрические жидкости, так как температура застывания ртути -38,97 °С. Рабочие зоны толуола от -80 до +100 °С, спирта этилового - от -110 до +70 °С, керосина - от -20 до +250 °С, петролейного эфира - от -120 до +25 °С.

Основные данные ртутных термометров для анализа нефтепродуктов приведены в табл. 2.

Если условия применения термометра не совпадают с условиями их градуировки на заводе-изготовителе (различная глубина погружения или температура окружающего воздуха отличается от +20 °С), вводят поправку на „выступающий столбик“.

Кроме жидкостных термометров применяют термометры сопротивления, терморезисторы, термисторы и термоэлектрические термометры. Принцип действия термометров сопротивления основан на изменении электрического сопротивления металлов в зависимости от температуры.

Полупроводниковые сопротивления (терморезисторы, термисторы) предназначены для измерения и регулировки температуры. В термоэлектрических термометрах (термопарах) используют термоэлектродвижущую силу, возникающую в спаяе двух разнородных проводников. Термопару присоединяют к регистрирующему или регулирующему потенциометру. В качестве измерительного прибора используют также милливольтметры. Применяют термопары платинородий – платина ТПП (0 – +1300), хромель – алюмель ТХА (–20 – +1000), хромель – копель ТХК (–200 – +600).

Для регулировки и сигнализации заданной температуры применяют термометры различных конструкций: электроконтактные, термоконтактные. В контактном термометре внутри капилляра находится проволока, которая передвигается вращением магнитной головки. Конец проволоки устанавливают на нужную температуру. По достижении заданной температуры ртутный столбик замыкает электрическую цепь между подвижным и неподвижным контактами – реле выключает нагревательный элемент.

#### 1.10. ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ

Для измерения силы и напряжения тока применяют амперметры и миллиамперметры, вольтметры и милливольтметры, а для измерения очень малых токов – гальванометры и мостовые схемы. Класс точности приборов определяется отношением абсолютной погрешности (разность между показанием прибора и действительным значением) к верхнему пределу измерения и выражается в процентах.

Если вольтметр имеет шкалу на 3 В и дает абсолютную ошибку 0,12 В, то класс точности  $(0,12 : 3) 100 = 4\%$ .

При оптических (колориметрических, фотометрических, фотоэлектрических) методах анализа используют приборы, в которых визуально или с помощью измерительного устройства (диафрагма, реостат и т. п.) устанавливают интенсивность поглощения света. Анализ основан на переводе определяемого элемента в окрашенное соединение и измерении оптической плотности полученного раствора. Затем по калибровочному графику определяют состав раствора.

В фотоэлектроколориметре ФЭК-М (рис. 9) луч света от лампы, пройдя линзы, светофильтры, кювету с анализируемым раствором и диафрагму, попадает на фотоэлемент. В фотоэлементе – пластинке со специально нанесенными веществами – под действием энергии излучения возникает э. д. с., измеряемая гальванометром. Светофильтры при помощи переключателя подбирают в зависимости от свойств анализируемого раствора.

Лабораторные рН-метры (ППУ-01, рН-121 и др.) предназначены для определения концентрации различных ионов, а также могут быть использованы в качестве высокоомного нуля-индикатора и милливольтметра (рН=121).

Электродная схема со стеклянным и вспомогательным (хлорсеребряным) электродом приведена на рис. 10. Стеклянный электрод 2 представляет собой трубку с напаянным полым шариком 1 из литиевого электродного стекла. При погружении электрода в раствор между поверхностью шарика и раствором происходит обмен ионами и возникает разность потенциалов. Для создания электрической цепи при измерении этой э. д. с. имеется внутренний электрод 3 и вспомогательный хлорсеребряный электрод 4. Вспомогательный электрод соединяется с исследуемым раствором трубкой 5, заполненной раствором KCl. Хлорсеребряный электрод состоит из полиэтиленового стакана, в который ввернут серебряный электрод. Полость заполнена кристаллическим хлоридом серебра. Раствор хлорида калия просачивается через пористую перегородку 6, предотвращая проникновение из контролируемого раствора посторонних ионов.

В контролируемый раствор вместе с электродами можно погружать термометр, по которому с помощью ручной температурной компенсации корректируются показания рН-метра. При значительном расхождении температуры раствора с комнатной температурой применяют автоматический термокомпенсатор.

Прибор имеет две шкалы: нижняя — рН от 2 до +14, верхняя (для работы в узком диапазоне — на 4 единицы рН).

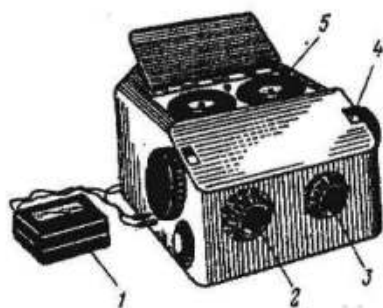


Рис. 9. Фотоэлектрический колориметр ФЭК-М:

1 — гальванометр; 2 — настройка;  
3 — установка светофильтра; 4 — отсчетный барабан; 5 — крышка

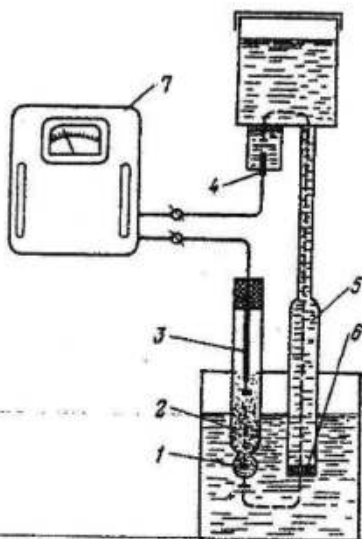


Рис. 10. Электродная схема рН-метра:

1 — полый шарик; 2 — стеклянный электрод; 3 — внутренний электрод;  
4 — вспомогательный электрод; 5 — электролитический контакт; 6 — перегородка; 7 — рН-метр

Для определения показателей преломления веществ и их дисперсности применяют рефрактометры УРЛ, ИРФ-22, ИРФ-23. Принцип действия прибора ИРФ-23 основан на явлении изменения направления и скорости световых лучей при переходе из одной среды в другую. Рефрактометр снабжен набором призм. Жидкость наливают в стакан, который приклеен к призме, установленной на приборе. Лучи от источника света проходят призму и стакан, попадают в зрительную трубу, при этом нижняя часть ее освещена, а верхняя остается темной. При повороте зрительной трубы наблюдаются цветные линии. Угол выхода  $\varphi$  предельного луча измеряют с помощью градусного лимба, вращающегося вместе со зрительной трубой, и микроскопа, на шкале видны значения рефракции. Прибор снабжен устройством для обогрева испытуемого вещества.

## Глава 2

### СОСТАВ НЕФТЯНОГО СЫРЬЯ И КРАТКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

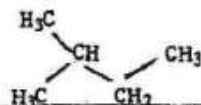
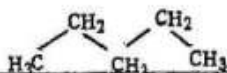
#### 2.1. УГЛЕВОДОРОДНЫЙ И ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ НЕФТИ И ГАЗА

Нефть представляет собой сложную смесь жидких углеводородов, в которой растворены газообразные [до 4% (масс.)] и твердые углеводороды [6,0% (масс.) и более].

В нефтях содержится [в % (масс.)]: углерода 82,6–87,1, водорода 11,1–15,0, кислорода до 0,9, серы до 3,5 и азота до 0,4. В небольших количествах нефть содержит примеси многих металлов (Fe, Ni, V и др.).

Углеводороды нефти относят к следующим группам: парафиновые (насыщенные, алканы), наftenовые (цикланы), ароматические (арены). Ненасыщенных углеводородных соединений, кроме цикланов и ароматических в нефтях мало, но они в больших количествах образуются при термических процессах переработки нефти.

Парафиновые углеводороды нефти представлены соединениями как с неразветвленной цепью (нормальные), так и с разветвленной цепью (изомерные), например:

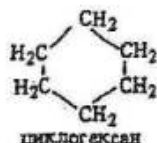
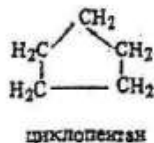
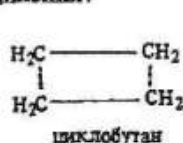


нормальный

изомерный

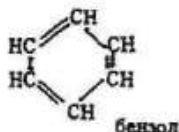
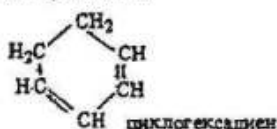
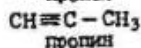
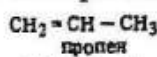
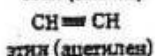
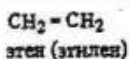
Нормальных алканов в нефтях значительно больше, чем изомерных, и целью некоторых процессов переработки нефти является получение последних.

Примером нафтеновых углеводородов могут служить следующие соединения:



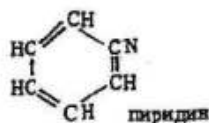
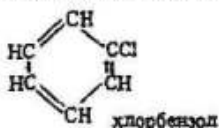
Особенно ценным является наличие в бензиновых фракциях нефти циклопентана, циклогексана и их производных. Из этих углеводородов получают ароматические углеводороды, например бензол, содержание которого в нефтях незначительно.

Ненасыщенные соединения нефти и продуктов ее переработки содержат одну или несколько двойных  $\text{C}=\text{C}$  или тройных  $\text{C}\equiv\text{C}$  связей, например:



Кислород, сера, азот и хлор входят в состав нефти в виде различных соединений. Например нафтеновые кислоты — это соединения, содержащие карбоксильную группу —  $\text{COOH}$ . Сера содержит следующие соединения нефти: сероводород, меркаптаны  $\text{RSH}$  ( $\text{R}$  — углеводородный радикал), сульфиды  $\text{RSR}$ , дисульфиды  $\text{RSSR}$  и некоторые другие.

Примерами соединений, содержащих хлор и азот, являются:



Природный газ добывают вместе с нефтью или отдельно, он состоит из метана, этана, пропана и более тяжелых углеводородов. Он содержит диоксид углерода, азот, гелий, сероводород.

## 2.2. КЛАССИФИКАЦИЯ НЕФТЕЙ

В нашей стране принята технологическая классификация нефтей (ГОСТ 912-66).

По содержанию серы [в % (масс.)] нефти делят на три класса: I — малосернистые (не выше 0,5), II — сернистые (0,51—2,0), III — высокосернистые (свыше 2,0).

По содержанию фракций (в %), выкипающих до  $350^\circ\text{C}$ , нефти делят на три типа:  $T_1$  — не менее 45;  $T_2$  — 30—44,9;  $T_3$  — менее 30.

По потенциальному содержанию (в %) базовых, дистиллятных и остаточных масел нефти делят на четыре группы:  $M_1$  — не менее 25 в расчете на нефть,  $M_2$  — 15—25 в расчете на нефть, но не менее 45 в расчете на мазут,  $M_3$  — 15—25 в расчете на нефть и 34—45 в расчете на мазут,  $M_4$  — не менее 15 в расчете на нефть.

По индексу вязкости масел нефти делят на две подгруппы:  $I_1$  — индекс вязкости выше 85,  $I_2$  — индекс вязкости 40—85.

По содержанию парафина (в %) нефти делят на три вида:  $P_1$  — малопарафинистые (не выше 1,5),  $P_2$  — парафинистые (1,51—6,0),  $P_3$  — высокопарафинистые (более 6,0).

Из нефти, отнесенной к виду  $P_1$ , можно получить реактивные топлива, дизельное зимнее топливо с температурой застывания не выше  $-45^\circ\text{C}$ , не прибегая к депарафинизации.

По приведенной классификации самоглотская нефть имеет шифр  $ПТ_1, M_2, I_2, P_2$ , а высокопарафинистая жетыбайская нефть полуострова Мангышлак —  $ПТ_2, M_3, I_1, P_3$ .

Нефть классифицируют по данным лабораторных исследований, что позволяет определить наилучшее направление переработки нефти данного месторождения.

## 2.3. СХЕМА ПЕРЕРАБОТКИ НЕФТИ

### 2.3.1. Подготовка нефти к переработке

Сырая нефть содержит до 80% воды с растворенными в ней хлоридами натрия, кальция, магния и механические примеси. Переработка такой нефти невозможна: вода, испаряясь, вызывает резкое возрастание давления в аппаратах, что может привести к аварии. При гидролизе солей в процессе переработки образуется хлороводородная кислота, вызывающая коррозию аппаратов и трубопроводов. Механические примеси (частицы песка, глины и других твердых веществ) способствуют истиранию стенок трубопроводов и загрязнению аппаратов.

Основное количество механических примесей, солей и воды можно удалить из нефти простым отстаиванием подогретой нефти. Для более полного удаления воды, которая образует с нефтью стойкую эмульсию, и солей применяют процесс электр-обезвоживания и обессоливания (ЭЛОУ). Основным аппаратом установки ЭЛОУ является электродегидратор, в котором под действием переменного электрического поля высокого напряжения и в присутствии дезэмульгатора происходит разрушение эмульсии, осаждение и удаление воды вместе с растворенными солями.

В процессе подготовки нефти к переработке осуществляют лабораторный контроль за качеством сырой нефти по содержанию воды и солей, за качеством обессоленной нефти по тем же показателям, а также за качеством дренажной воды по содержанию нефтепродуктов. При

нарушении технологического режима с водой может теряться значительное количество нефти, что недопустимо.

В процессе обессоливания и обезвоживания нефти содержание воды снижается с нескольких процентов до следов, содержание солей с нескольких сот и даже тысяч мг/л нефти до 1–3 мг/л.

### 2.3.2. Первичная перегонка нефти

Для производства нефтепродуктов нефть разделяют на отдельные части – фракции. Раньше фракции составляли товарную продукцию: бензин, керосин, дизельное топливо. В настоящее время в связи с ростом требований к нефтепродуктам полученные фракции направляют на вторичные процессы, для очистки или химической (деструктивной) переработки.

Первичная переработка нефти происходит на атмосферно-вакуумных трубчатках (установках АВТ). Здесь обессоленная нефть нагревается в теплообменниках и трубчатых печах и разделяется на фракции в ректификационных колоннах.

При атмосферном или несколько большем давлении в колонне выделяют светлые дистилляты: бензиновый, керосиновый, дизельный, остатком является мазут. Для выделения высококипящих фракций (масляных) мазут перегоняют (под вакуумом в вакуумной колонне).

Получаемые на установке продукты периодически отбирают для анализа. По данным лабораторных анализов оператор меняет параметры технологического режима, добываясь необходимого качества получаемых продуктов. Важнейшими показателями качества продукции установки АВТ является фракционный состав дистиллятов, температура вспышки, вязкость, цвет и некоторые другие.

С целью получения сырья для производства индивидуальных углеводородов (бензол, толуол) бензиновую фракцию необходимо разделить на более узкие фракции. Такое разделение проводят на специальных колоннах в составе АВТ, или на отдельных установках вторичной перегонки бензина.

### 2.3.3. Термические процессы

**Термический крекинг.** Процесс термического крекинга позволяет из остатков первичной перегонки (мазута, гудрона) получить дополнительное количество газа и бензина. Крекинг проводят в трубчатых печах при температуре до 540 °С и давлении до 6,3 МПа. В этих условиях тяжелые углеводороды сырья расщепляются, образуя более легкие углеводороды. Разделение продуктов крекинга на газ, бензин, газойль и крекинг-остаток осуществляется в ректификационных колоннах.

Для выбора оптимального режима процесса необходимо знать, в первую очередь, плотность сырья. В сырье не допускается наличие воды и свободной щелочи.

В продуктах термического крекинга много непредельных углеводородов, поэтому бензины отличаются низкой химической стабильностью: при хранении осмоляются вследствие полимеризации непредельных углеводородов. Химическая стабильность характеризуется индукционным периодом. Индукционный период определяется не только для крекинг-бензина, полученного на установке, но и для товарного бензина, особенно если при его приготовлении использовали крекинг-бензин или бензины других термических процессов, таких как пиролиз, коксование.

**Коксование.** При коксовании гудрона, крекинг-остатка, асфальта, целевым продуктом является кокс (до 45%), получают также газ и бензиногазойлевые фракции. Коксование осуществляется в кубах (установки периодического действия), печах, реакционных камерах (полунепрерывные установки) и в кипящем слое. В процессах коксования время пребывания сырья при высокой температуре больше, чем при термическом крекинге, поэтому глубина превращения сырья больше, выход газа, бензина, газойля доходит до 50%.

Важнейшим показателем качества кокса является содержание серы. Поэтому этот показатель строго должен контролироваться при подборе сырья.

**Пиролиз.** При пиролизе парафинового сырья (бензиновый дистиллят) получают олефиновые углеводороды (этилен, пропилен) — сырье нефтехимического синтеза. Процесс проводят при 750–900 °С, в присутствии водяного пара в трубчатых печах. Разделение продуктов пиролиза осуществляется в ректификационных колоннах.

Жидкие продукты пиролиза кроме непредельных углеводородов содержат большое количество бензола, толуола и других ароматических соединений.

К сырью пиролиза предъявляются жесткие требования не только по фракционному составу, но и по химическому составу. Например, иодное число бензина, характеризующее наличие непредельных углеводородов в сырье, не должно превышать 2,0, не допускается наличие щелочи. Превышение установленных для сырья показателей качества приводит к нарушению технологического режима и к выходу из строя оборудования.

**Каталитические процессы.** При помощи катализаторов — веществ, повышающих скорости химических реакций, перерабатывают углеводороды прямогонных нефтяных фракций с сильным изменением их химического состава. В отличие от термической переработки, каталитические процессы позволяют проводить определенные реакции, получать нефтепродукты определенного типа, содержащие изомерные или ароматические углеводороды.

Для увеличения срока службы катализаторов и удлинения цикла работы установок сырье не должно содержать никеля, ванадия, соединений серы, азота и других примесей, отравляющих катализатор. В процессе эксплуатации катализаторов необходимо определять в лаборатории их активность (характеристика выхода бензина), содержание основных компонентов и другие характеристики.

При каталитическом крекинге из тяжелого сырья (керосино-газойлевой фракции, выделяемой из нефти на установке АВТ 200—350 °С газойля вакуумной перегонки, термического крекинга, коксования) получают высокооктановые компоненты бензина (47,5%), газ (до 20%), легкий и тяжелый газойль. Иначе говоря, этот процесс позволяет значительно увеличить выход светлых нефтепродуктов при переработке нефти. В процессе применяют аморфные и кристаллические алюмосиликатные катализаторы. После контакта с сырьем в реакторе на катализаторе отлагаются частички кокса, и он направляется в регенератор, где его активность восстанавливается за счет выжига кокса. Процесс протекает при 470—535 °С и невысоком давлении 127,5—279,5 кПа.

Сырье не должно содержать фракций до 190 °С, которые являются балластом. Важнейшей характеристикой сырья является коксуемость, которая должна быть не выше 0,25 %, иначе снижается производительность установки из-за чрезмерного отложения кокса на катализаторе и перегрузки регенератора.

При каталитическом риформинге из бензиновых фракций прямой гонки получают катализат — компонент высокооктанового бензина, ароматические углеводороды. Процесс проводят в реакторах при 470—530 °С, давлении 0,6—2,4 МПа в среде водородсодержащего газа. В результате протекания реакций дегидрирования нафтеновых углеводородов до ароматических, дегидроциклизации и изомеризации образуется избыточный водород, направляемый на установки гидроочистки нефтепродуктов.

Используют катализатор, содержащий платину и рений, очень чувствительный к сере и другим примесям. По мере увеличения продолжительности работы установки активность катализатора падает, качество бензина ухудшается, и установку останавливают для регенерации катализатора.

Если на установку каталитического риформинга направить бензиновую фракцию 62—195 °С, то можно получить риформат, содержащий до 12 % бензола, до 15 % толуола, 3—5 % ксилолов. Такие установки имеют блок экстракции ароматических углеводородов из риформата и блок ректификации для выделения индивидуальных углеводородов.

Помимо контроля за качеством сырья и выпускаемой продукции осуществляют контроль за качеством экстрагента (диэтиленгликоль, триэтиленгликоль и др.).

Риформирование фракции 105—140 °С дает наибольший выход до 16 % ксилолов. После экстракции ароматических углеводородов из риформата получается рафинат, состоящий из парафиновых углеводородов. Содержание ароматических соединений не должно превышать 1,5 %. Из такого рафината получают растворители: гексан, гептан, БР-2 (фракция 80—110 °С). В растворителях регламентируется содержание непредельных углеводородов.

При гидроочистке бензина происходит разложение органических соединений, содержащих серу и другие нежелательные примеси

(азот, металлы). Помимо бензина — сырья риформинга — гидроочистке подвергают керосин, дизельное топливо, маслодистилляты и другие фракции. Содержание серы в гидроочищенном продукте снижается в 10 и более раз. Образующийся в процессе сероводород направляется на производство серы или серной кислоты. При гидроочистке (380—425 °С, 2,9—3,9 МПа) получают сухой газ, газ стабилизации, отгон (жидкие продукты разложения), сероводород, гидроочищенный продукт. Сероводород выделяется из циркулирующего водородсодержащего газа на блоке моноэтаноламиновой очистки (МЭА).

При длительной работе или в результате нарушения режима активность катализатора гидроочистки уменьшается, лабораторные анализы показывают, что в гидрогенизате увеличивается содержание серы, уменьшается выход сероводорода. Должна быть проведена регенерация катализатора или его замена на свежий.

Производство минеральных масел. Сырьем для производства минеральных масел являются дистилляты вакуумной перегонки мазута и гудрон. Масла получают в результате последовательной очистки сырья от нежелательных соединений: непредельных, асфальтено-смолистых, сернистых, парафиновых, кислых.

В процессе селективной очистки из масляной фракции удаляются нежелательные полициклические ароматические углеводороды. Селективные растворители типа фенола растворяют такие соединения. Процесс осуществляют в экстракционной колонне с противотоком сырья и растворителя. Сверху выводят рафинатный раствор, а снизу — экстрактивный раствор, содержащий нежелательные углеводороды. Растворы направляются в отпарные колонны, где происходит регенерация растворителя, который снова возвращается в процесс, экстракт и рафинат выводятся с установки.

Процесс селективной очистки сырья контролируют по показателю преломления рафината (коэффициенту рефракции). Повышение глубины очистки (коэффициент рефракции уменьшается) приводит к улучшению качества масла, но при этом в экстракт уходит много ценных углеводородов, и количество рафината снижается, снижается вязкость экстракта.

В процессе депарафинизации масляной фракции из рафината путем растворения его в смеси толуола с метилэтилкетонем и фильтрации при низкой температуре (−25 °С) выделяют парафиновые углеводороды (гач). Депарафинат имеет низкую температуру застывания, улучшенные смазочные свойства.

Основным аппаратом установки для депарафинизации является вакуумный фильтр, в котором фильтруется раствор масла в растворителе. В отпарных колоннах происходит отпарка растворителя от гача и депарафината. При нарушении режима отпарки в растворитель попадают масляные фракции (замасливание растворителя), что приводит к нарушению режима образования кристаллов парафина и фильтрации. В процессе депарафинизации масел необходимо контролировать состав

растворителя, температуру застывания масла и содержание масла в гаче.

Окончательно масляные фракции доочищаются в процессе гидроочистки. При этом достигается улучшение цвета, а также вязкостно-температурных свойств.

В процессе деасфальтизации из гудрона получают ценный остаточный компонент смазочного масла. Для этого из него в экстракционной колонне при помощи пропана удаляют асфальто-смолистые вещества. Асфальто-смолистые вещества направляются на производство битума, а целевой продукт — деасфальтизат — очищают по приведенной выше схеме. О полноте очистки деасфальтизата судят по показателю преломления, по коксовому числу.

Дистиллятные и остаточные компоненты после всех стадий очистки смешивают в определенных пропорциях, добавляют различные присадки и получают широкий ассортимент масел.

При очистке дистиллятов и компаундировании необходимо обеспечить ряд требований, предъявляемых к маслам. Основной характеристикой смазочных масел является их вязкость. От вязкости зависит способность масла предотвращать износ металла в узлах трения механизмов.

При лабораторном контроле процесса очистки масляного сырья определяют остаточное содержание в продукте того или иного селективного растворителя (фенола, фурфурола, метилэтилкетона и др.), которое строго ограничивается нормами.

**Производство битумов.** Битумы получают, в основном, путем окисления нагретого сырья (крекинг-остатка, гудрона, асфальта) в кубах или реакторах кислородом воздуха при 250 °С.

В процессе производства многочисленных марок битума путем лабораторного контроля определяют такие свойства, как растворимость, температуру размягчения, глубину проникания иглы при различных температурах, растяжимость (дуктильность) и др. В структуру нефтеперерабатывающего завода, в зависимости от потребностей народного хозяйства, могут включаться также депарафинизация дизельного топлива, алкилирование изобутана, полимеризация олефинов, изомеризация парафиновых углеводородов и др.

### Глава 3

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩИХ СВОЙСТВ НЕФТЕПРОДУКТОВ

На все методы испытания, на применяемые реактивы и материалы, из готовую продукцию установлены стандарты и технические условия (ТУ). В нашей стране — это государственные общесоюзные стандарты (ГОСТ),

республиканские стандарты (РСТ), отраслевые стандарты (ОСТ), стандарты предприятия (СТП).

Физико-химические свойства нефтепродуктов, предусмотренные стандартами, позволяют судить об их эксплуатационных свойствах, о пригодности для применения в определенных механизмах.

Все свойства нефтепродуктов делят на общие, характерные почти для всех видов продуктов, и специальные, характерные для группы нефтепродуктов (топлив, масел, смазок).

### 3.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ

Плотность любого вещества — это его масса в единице объема. В нефтепереработке применяют понятие относительной плотности — это безразмерная величина, показывающая отношение плотности нефтепродукта при температуре определения к плотности чистой воды при  $4^{\circ}\text{C}$ . Так как плотность воды равна единице, то численные значения относительной и абсолютной плотности совпадают. Чем выше температура нефтепродукта, тем меньше его плотность. Для газообразных нефтепродуктов относительную плотность определяют как отношение плотности нефтепродукта к плотности воздуха ( $1,29 \text{ кг/м}^3$ ).

Для определения плотности нефтепродукта применяют методы: ареометрический, пикнометрический, взвешивания на гидростатических весах.

Определение плотности ареометром (нефтеденсиметром) — быстрый и наименее трудоемкий способ. Его нельзя применять при испытании сильно летучих продуктов (газовый бензин, петролейный эфир).

Перед анализом нефтепродукт выдерживают при комнатной температуре. В цилиндр осторожно наливают нефтепродукт; чистый и сухой ареометр, держа за верхний конец, медленно опускают в нефтепродукт. Когда прекратятся колебания ареометра, берут отсчет по верхнему краю мениска. Глаз должен находиться на уровне мениска (рис. 11). Температуру нефтепродукта устанавливают или по термометру ареометра или измеряют дополнительным термометром.

Для приведения полученного результата к плотности при нормальной температуре ( $\rho_4^{20}$ ) используют специальную номограмму или формулу (ГОСТ 3900—85):

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

где  $\rho_4^t$  — плотность исследуемого нефтепродукта при температуре испытания;  $\gamma$  — средняя температурная поправка плотности (берут по прилагаемой к ГОСТу таблице);  $t$  — температура испытания,  $^{\circ}\text{C}$ .

При испытании вязких нефтепродуктов их разбавляют равным объемом керосина известной плотности и

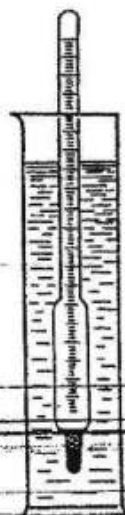


Рис. 11. Отсчет показаний ареометра

определяют плотность смеси как изложено выше. Плотность исследуемого нефтепродукта  $\rho$  вычисляют по формуле:

$$\rho = 2\rho_1 - \rho_2,$$

где  $\rho_1$  — плотность смеси;  $\rho_2$  — плотность керосина.

Пикнометрический способ определения плотности является наиболее точным. Для анализа требуется всего 1–20 мл нефтепродукта. Способ применяют для анализов всех нефтепродуктов. Твердые нефтепродукты предварительно измельчают.

Пикнометром определяют плотность при 20 °С. Перед определением устанавливают „водное число” пикнометра, т.е. массу воды в объеме пикнометра при 20 °С.

Пикнометр тщательно промывают хромовой смесью, этиловым спиртом, дистиллированной водой, сушат и взвешивают. Пикнометр наполняют при помощи пипетки дистиллированной свежeproкипяченной и охлажденной до 18–20 °С водой и помещают в термостат или баню с температурой 20 °С на 30 мин. Когда уровень воды в шейке пикнометра с меткой перестанет изменяться, избыток воды отбирают пипеткой или полоской фильтровальной бумаги и вытирают шейку пикнометра внутри, снаружи и взвешивают.

Водное число пикнометра  $m$  вычисляют по формуле:

$$m = m_2 - m_1,$$

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

После определения водного числа приступают к анализу нефтепродукта. Сухой и чистый пикнометр осторожно наполняют при помощи пипетки исследуемым нефтепродуктом, помещают в термостат или баню и выдерживают при 20 °С до тех пор, пока уровень нефтепродукта не перестанет изменяться (20 мин). Пикнометр с установленным уровнем тщательно вытирают снаружи и взвешивают. „Видимую” плотность испытуемого нефтепродукта вычисляют по формуле:

$$\rho = (m_3 - m_1) / m,$$

где  $m_3$  — масса пикнометра с нефтепродуктом, г.

Эту плотность перечисляют в плотность  $\rho_4^{20}$  по формуле или по таблице, прилагаемой к ГОСТу.

При определении плотности пикнометром необходимо: 1) строго поддерживать температуру в термостате; 2) при доведении уровня жидкости в пикнометре до метки при термостатировании не допускать изменения температуры продукта в горле; 3) при внесении масла в пикнометр использовать воронку с длинным концом, чтобы не испачкать горло.

### 3.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА

Нефтяные фракции, получаемые при перегонке нефти, являются смесью углеводородов и в отличие от индивидуального соединения не имеют определенной температуры кипения. Они характеризуются температурой

Начала перегонки и конца кипения, фракционным составом. Фракционный состав топлив должен обеспечивать его испаряемость в цилиндрах двигателя, особенно при низких температурах, полноту сгорания.

Фракционный состав нефтепродуктов устанавливают путем или простой перегонки, или перегонки с ректификацией. Для определения фракционного состава тяжелых нефтепродуктов проводят разгонку под вакуумом во избежание разложения.

Фракционный состав моторных топлив и их компонентов, керосинов, растворителей проводят при атмосферном давлении по соответствующему ГОСТ 2177-82 на аппарате (рис. 12), установленном обязательно на металлическом противне. Перед разгонкой нефтепродукты обезвоживают одним из методов: отстаиванием, фильтрацией после взбалтывания с хлоридом кальция, фильтрацией (после подогрева) через слой поваренной соли с применением дезмульгатора. В колбу 1 вводят 100 мл нефтепродукта при  $20 \pm 3^\circ\text{C}$ . Вставляют термометр так, чтобы верх шарика находился на уровне нижнего края отводной трубки. Отводная трубка должна входить в трубку холодильника на 25-40 мм. Корковую пробку заливают коллодием, колбу накрывают кожухом 3.

При перегонке бензина цилиндр 6 ставят в стакан с водой, на ножку цилиндра накладывают грузик, а в заполненный водой холодильник 5 помещают кусочки льда. Колбу нагревают постепенно и равномерно. С этой целью используют асбестовую прокладку под колбу с вырезом

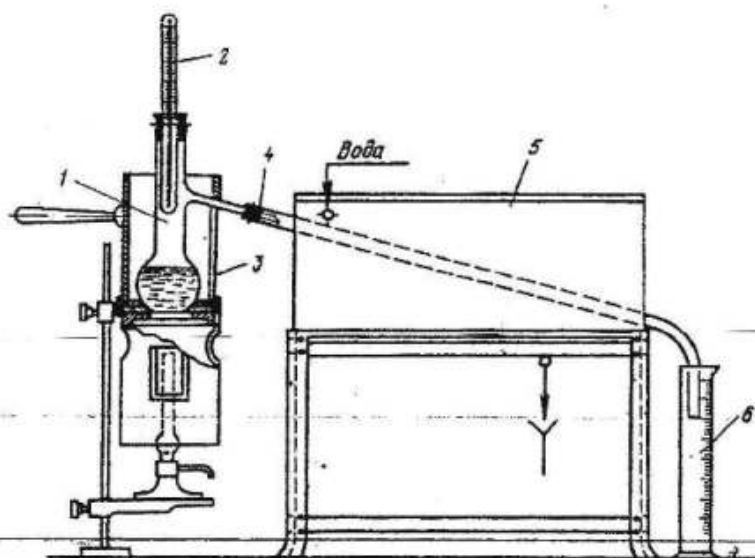


Рис. 12. Аппарат для разгонки нефтепродуктов:

1 — колба; 2 — термометр; 3 — кожух; 4, 5 — холодильник; 6 — мерный цилиндр

диаметром 30 мм для бензина, 50 мм для керосина и дизельного топлива. В момент падения первой капли записывают температуру начала перегонки. После этого цилиндр подвигают к концу трубки, чтобы дистиллят стекал по стенке.

Перегонку ведут со скоростью 4–5 мл в 1 мин. В процессе перегонки записывают температуры, соответствующие моментам, когда уровень жидкости в цилиндре доходит до меток, численно равных процентам, указанным в технических требованиях на анализируемый продукт. После достижения конечной температуры нагрев прекращают, дают стечь дистилляту и записывают объем жидкости в цилиндре. Остаток в колбе выливают в цилиндр вместимостью 10 мл, охлаждают до 20 °С и записывают объем. Разность между 100 мл и суммой объемов дистиллята и остатка записывают как потери.

Необходимо строго следить за температурой отходящей воды. Важно, чтобы температура стекающего дистиллята соответствовала температуре загрузки ( $20 \pm 3$  °С). Некачественный измерительный цилиндр может привести к большой ошибке в определении фракционного состава.

Перед началом разгонки записывают барометрическое давление, и в показания термометра обязательно вводят поправку на барометрическое давление, которую берут из таблицы, прикладываемой к ГОСТу.

**Определение потенциального содержания светлых нефтепродуктов в нефтях.** Потенциальным содержанием светлых нефтепродуктов в нефти называют отношение массы бензиновых, керосиновых и дизельных фракций, выделенных из нефти в стандартных условиях, к массе исходного сырья.

Определение проводят на аппарате для разгонки нефти АРН-2 по ГОСТ 11011–85 (рис. 13). На этом же аппарате определяют содержание фракций, выкипающих при температуре до 360 °С в мазутах, проводят отбор масляных фракций для определения их потенциального содержания.

Ректификационная колонка аппарата 14 заполнена насадкой. Вначале засыпают 150 см<sup>3</sup> крупной насадки, высотой отрезка спирали 12 мм, диаметром витка 5 мм. Затем насыпают мелкую насадку 1400 см<sup>3</sup>, высотой отрезка спирали 6 мм, с диаметром витка 3 мм. Во избежание уплотнения, к мелкой насадке добавляют 250 см<sup>3</sup> крупной насадки. Колонка имеет электрообогрев и покрыта изоляцией. Аппарат снабжен двумя кубиками для загрузки нефти (1,9 и 3,0 л). Кубик 3 нагревается электрической печью 2. Подъем, остановка и опускание печи осуществляется путем нажатия соответствующих кнопок. Узел конденсации паров состоит из обратного холодильника 10 и головки конденсатора 12. Приемник 7 представляет собой две соединенные краном стеклянные воронки. Буферная емкость 1 необходима для поддержания вакуума в системе. Ловушки устанавливают между головкой конденсатора и вакуумметром 18, между вакуумметром 17 и вакуумным насосом 23. Для отбора фракции, наладки режима служат краны: А – трехходовой, Б – полулунный, остальные – обычные.

Тремя термопарами 5, 6, 9 контролируются температуры верха, середины и низа колонки, термопарой 11 — температура головки конденсатора, термопарой 4 — температура в кубике. Все показания регистрируются потенциометром. Дифференциальный манометр 16 служит для замера перепада давления между кубиком и верхом колонки. Остаточное давление в парах измеряет ртутный вакуумметр 18, остаточное давление в приемнике — вакуумметр 17. Температура дна, стенки печи и колонки регулируется при помощи автотрансформаторов (типа ЛАТр 1).

Электрический блок аппарата АРН-2 представлен на рис. 14.

Перед началом перегонки нефть обезвоживают, отбирают газ в газомер, подключенный к аппарату АРН-2. Кубик соединяют с дифференциальным манометром, вставляют термопару. В холодильник пускают воду, в рубашки приемников помещают лед. Обогрев регулируют так, чтобы разгонка началась через 1,5–2 ч.

До установления равновесия в колонке (подъем паров останавливается) кран Д закрыт. После установления равновесия кран открывают

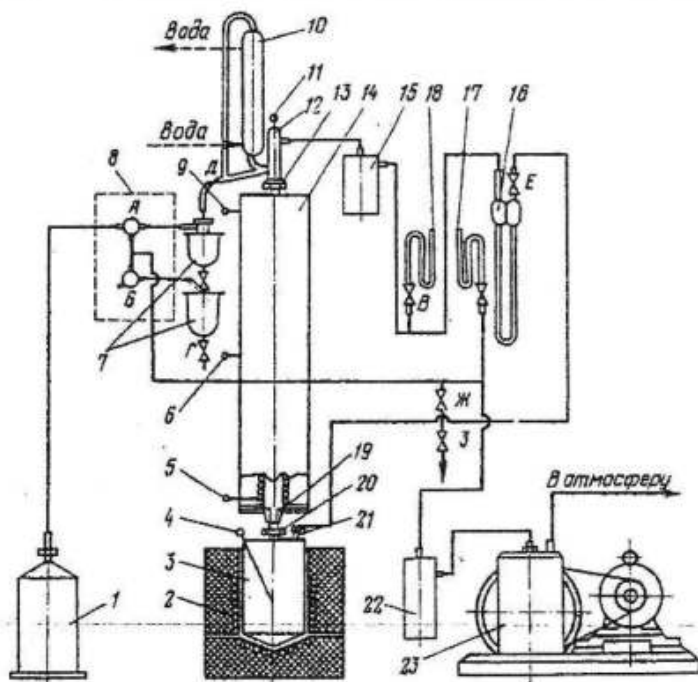


Рис. 13. Схема технологического блока аппарата АРН-2:

1 — буферная емкость; 2 — печь; 3 — кубик; 4 — термопара кубика; 5, 6, 9 — термопары колонки; 7 — приемник; 8 — манифольд; 10 — обратный холодильник; 11 — термопара головки конденсатора; 12 — головка конденсатора; 13, 20 — накидные гайки; 14 — ректификационная колонка; 15, 22 — ловушки; 16 — дифференциальный манометр; 17, 18 — вакуумметры; 19 — решетка; 21 — открытая трубка; 23 — вакуумный насос

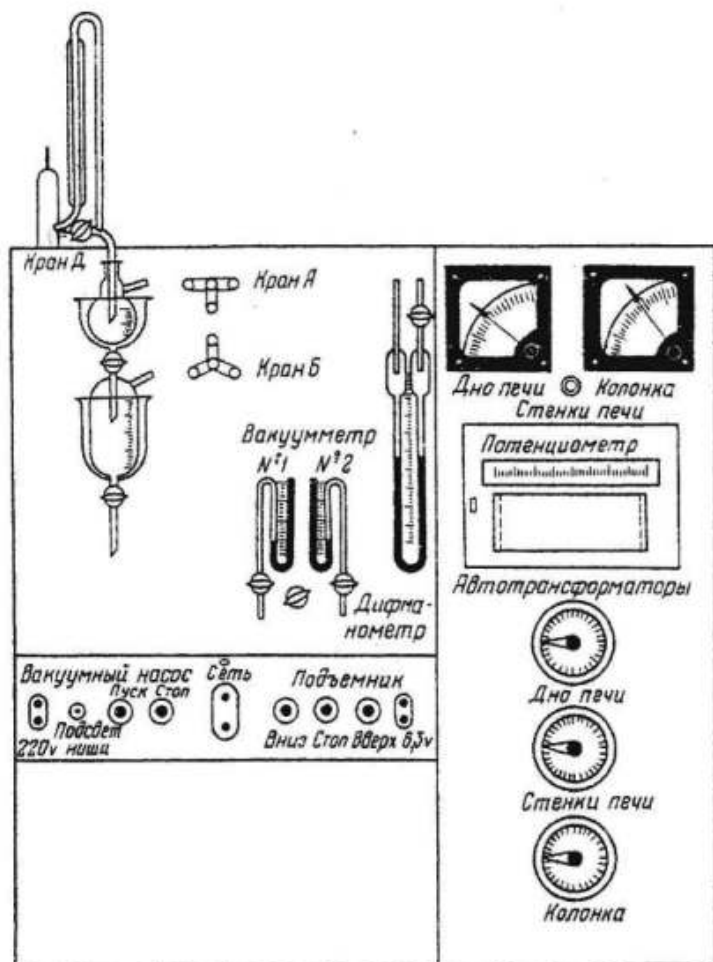


Рис. 14. Схема электрического блока аппарата АРН-2

и начинают отбор фракции при скорости 3—4 мл/мин (при загрузке 3 л) и 2—2,5 мл/мин (при загрузке 1,9 л). В зависимости от цели перегонки фракции отбирают в пределах заданных температур или по заданному объему или массе. При атмосферном давлении фракции отбирают до температуры 200 °С. Затем обогрев печи и колонки выключают, аппарат остывает. Фракции, выкипающие при температуре выше 200 °С, отбирают под вакуумом. Аппарат включают снова в сеть, поднимают электропечь, включают обогрев кубика и колонки. Включают вакуумный насос и постепенно, закрывая зажим 3, доводят давление до 1333,22 Па. При этом давлении отбирают фракции, выкипающие в пределах от 200 °С.

до 320 °С. Фракции, выкипающие при температуре выше 320 °С, отбирают при остаточном давлении 133,322–266,644 Па.

Для отбора фракций кран В закрывают, кран Б ставят в положение, при котором нижняя воронка приемника соединяется с атмосферой, открывают кран Г и фракцию переводят в тарированную колбу.

Разность температуры кипения в парах и в кубике, при отборе бензиновых фракций – не выше 100 °С, керосиновых фракций – 80–100 °С, дизельных фракций – 50–80 °С.

Показания дифференциального манометра, керосинового столба при отборе: бензиновых фракций – не выше 50 мм, керосиновых фракций – до 100 мм, дизельных фракций – до 100 мм.

После окончания вакуумной перегонки всю систему (кубик, колонку, два приемника) охлаждают под вакуумом и только после этого выключают насос. После каждой разгонки аппарат промывают бензином.

Пример записи режима и результатов разгонки нефти на АРН-2 приведен в таблице.

№ фракции	Температура						Остаточное давление	Выход, %	
	в парах	верха колонки	середины колонки	низа колонки	в кубе	начала и конца кипения фракции		отдельной фракции	суммарных фракции
1.									
2.									
3.									

Для пересчета температуры кипения в вакууме к температуре кипения при атмосферном давлении пользуются номограммой.

При разгонке получают узкие (обычно десятиградусные) фракции, из которых смешением получают бензин, керосин, дизельное топливо, соответствующие по фракционному составу и другим параметрам (вязкость, содержание серы, плотность и т.д.) требованиям стандарта.

Для ускорения определения потенциала светлых нефтепродуктов при разгонке отбирают основные фракции – 28–120 °С, 150–200 °С и 220–300 °С, а между ними узкие, выкипающие в пределах 2–3 °С, 5–10 °С после 300 °С фракции. Их смешивают с основными и получают продукты заданного качества.

Данные по потенциальному содержанию и качеству светлых нефтепродуктов сводят в таблицу.

Наименование продуктов	Пределы отбора	Отбор, %		Качество выделенных фракций									
		каждой фракции	суммарный	фракционный состав, °С					вязкость кинематическая, сСт	температура вспышки	содержание серы, %		
				НК	10	50	90	96			КК	общей	меркаптана
Бензин													
Керосин													
Дизельное топливо													

### 3.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ, КИСЛОТНОГО И ЩЕЛОЧНОГО ЧИСЕЛ

Кислотность нефтепродуктов обуславливается в основном наличием в них нафтеновых (карбоновых) кислот. Для топлив и растворителей определяют кислотность, которая выражается в мг гидроксида калия, израсходованного на нейтрализацию 100 мл продукта.

Для масел и смазок определяют кислотное число, которое выражают в мг гидроксида калия, израсходованного на нейтрализацию 1 г нефтепродукта.

Нефтепродукт, кислотность которого превышает норму, вызывает усиленную коррозию деталей двигателей. Для авиабензинов допускается кислотность не более 1, для автомобильных бензинов — не более 3 мг КОН на 100 мл.

Кислотное число масел (без присадок) нормируется в пределах 0,02—0,55 мг КОН на 1 г.

Кислотность и кислотное число определяют по соответствующему ГОСТу 5985—79. Если обозначить нафтеновые кислоты через RCOOH, то реакцию нейтрализации записывают так:



Чтобы избежать протекания реакции в обратном направлении с образованием исходных веществ, ее проводят в среде органических растворителей. Гидроксид калия растворяют в этиловом спирте, а нефтепродукт — в смеси спирта с бензолом (или диэтиловом эфире).

**Визуальный титриметрический метод.** При подготовке к анализу в конической колбе с обратным холодильником кипятят 85%-ный этиловый спирт, чтобы удалить из него  $\text{CO}_2$ , добавляют 8—10 капель индикатора нитроэтилового желтого (дельта) и нейтрализуют в горячем состоянии 0,05 н. раствором КОН до перехода желтой окраски в зеленую. В нейтрализованный горячий спирт добавляют 50 мл исследуемого продукта (при испытании масел и смазок такой спирт переливают в колбу

с навеской продукта) и кипятят 5 мин при перемешивании. Титруют в присутствии фенолфталеина 0,05 н. раствором КОН до появления розовой окраски.

Кислотность К (в мг КОН на 100 мл) вычисляют по формуле:

$$K = VT100/50.$$

Кислотное число  $K_1$  (в мг КОН на 1 г) вычисляют по формуле:

$$K_1 = VT/m.$$

где  $V$  — объем раствора КОН, израсходованного на титрование, мл;  
 $T$  — титр 0,05 н. раствора КОН, мг/мл;  $m$  — навеска нефтепродукта, г.

**Метод потенциометрического титрования.** Более точным способом определения кислотности, а также щелочных и кислотных чисел нефтепродуктов, присадок является потенциометрическое титрование. Метод заключается в титровании продукта при помощи лабораторного рН-метра или потенциометра и электродов: стеклянного ЭСЛ-411-04 и хлорсеребряного ЭВЛ-1м в неводном растворителе раствором КОН или HCl.

Сначала готовят растворитель — этиловый спирт и хлороформ, чаще толуол в соотношении, предусмотренном ГОСТом. Определяют значение э. д. с. стеклянного и хлорсеребряного электродов, для чего погружают их в буферный раствор, который готовят, добавляя в этиловый спирт хлороводородную кислоту.

Для определения кислотности в стакан для титрования наливают 100 мл растворителя и титруют его 0,05 н. раствором КОН (добавляя по 0,03 мл). Титрование ведут до значения э. д. с., установленного в щелочном буферном растворе. Затем в стакан наливают 100 мл исследуемого продукта и вновь титруют 0,05 н. раствором КОН до того же значения э. д. с. В зависимости от ожидаемых результатов ГОСТом устанавливается навеска продукта. Вблизи значения э. д. с. буферного раствора после каждого добавления очередной порции титранта ожидают, пока потенциал установится, т. е. изменение его будет составлять не более 5 мВ (около 0,1 рН) в 1 мин.

По ГОСТу предусмотрено несколько вариантов проведения анализа в зависимости от природы химических соединений в исследуемом продукте.

От этого зависят и расчетные формулы, по которым подсчитываются результаты анализа.

#### 3.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Техническими нормами наличие воды в большинстве нефтепродуктов не допускается. Присутствие воды в смазочных маслах, бензинах, керосинах и котельных топливах приводит к усилению коррозии аппаратуры, закупорке трубопроводов при низких температурах и другим нежелательным последствиям, вплоть до аварии. Вода может попасть в нефте-

продукт в процессе производства, но особенно при транспортировке и хранении.

Используются качественные и количественные методы определения воды в нефтепродуктах.

**Качественный метод** применяют для обнаружения воды в маслах. Сущность его заключается в нагревании масла до  $150^{\circ}\text{C}$  и наблюдении за состоянием масла при этой температуре. Наличие воды считают установленным, если при нагревании пробирки с испытуемым маслом в масляной бане до указанной температуры наблюдается вспенивание и потрескивание не менее двух раз.

**Количественные методы** определения воды применяют для исследования нефтепродуктов, в которых этот показатель строго нормируется.

1. Метод количественного определения воды по ГОСТ 2477-65 состоит в отгонке воды из исследуемого продукта в присутствии растворителя на стандартном аппарате.

Пробу нефтепродукта 5 мин встряхивают в колбе (вязкие продукты подогревают до  $45-50^{\circ}\text{C}$ , твердые нарезают в стружку) и растворяют в  $100\text{ см}^3$  бензина (растворителя). Навеску продукта берут в зависимости от ожидаемого содержания воды от 25 до 100 г.

При сборке аппарата (рис. 15) в колбу помещают кусочки фарфора, капилляры или 3-5 капель силиконового жидкости для предотвращения перебросов. Нагревают содержимое колбы до кипения и ведут перегонку со скоростью 2-4 капли в 1 с. Перегонку прекращают после того как объем воды в приемнике-ловушке перестанет увеличиваться, а верхний слой растворителя станет прозрачным. Аппарат разбирают, когда система охладится до комнатной температуры.

Содержание воды  $x$  [в % (масс.)] вычисляют по формуле:

$$x = V\rho 100/m,$$

где  $V$  — объем воды в ловушке,  $\text{см}^3$ ;  $\rho$  — плотность воды,  $\text{г}/\text{см}^3$ ;  $m$  — навеска нефтепродукта, г.

2. Гидридкальциевый метод определения содержания воды по ГОСТ 2477-65 применяют в тех случаях, когда из-за малого содержания воды не может быть применен предыдущий метод. Метод основан на взаимодействии гидрида кальция с водой, содер-

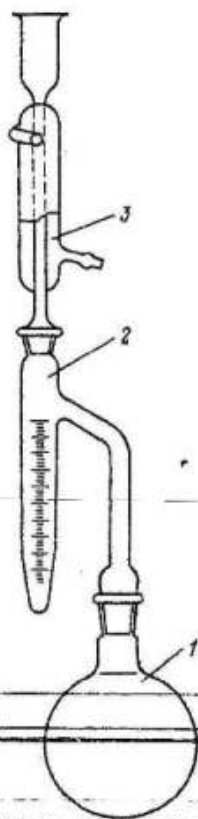


Рис. 15. Аппарат для количественного определения содержания воды:

1 — узкогорлая колба; 2 — приемник-ловушка; 3 — холодильник

жащейся в топливе, и измерении в газовой бюретке объема выделившегося при этом водорода. Содержание воды вычисляют по объему выделившегося водорода.

3. Экспресс-метод определения воды в реактивных топливах (ГОСТ 14870—77) основан на изменении цвета индикатора при взаимодействии с топливом. Индикатор, помещенный в стандартный прибор, представляет собой двухслойную ленту. Первый слой пропитан солью железа и предназначен для определения механических примесей, второй слой пропитан красной и желтой кровяными солями и предназначен для определения содержания воды. О наличии содержания воды судят по интенсивности и количеству отпечатков на индикаторе.

### 3.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ

Вязкость, или внутреннее трение — это свойство вещества сопротивляться перемещению его частиц под воздействием внешней силы. Вязкость характеризует прокачиваемость нефтепродуктов по трубопроводам, поведение масел в механизмах. В зависимости от вязкости устанавливают марки котельного топлива и масел.

Динамической вязкостью  $\eta$ , или коэффициентом динамической вязкости, называют силу сопротивления двух воображаемых слоев жидкости площадью  $1 \text{ см}^2$ , находящихся на расстоянии  $1 \text{ см}$  друг от друга и перемещающихся со скоростью  $1 \text{ см/с}$ . Единица динамической вязкости — Паскаль · секунда ( $\text{Па} \cdot \text{с}$ ).

Кинематической вязкостью называют отношение динамической вязкости к плотности  $\nu = \eta/\rho$  при той же температуре. Единица кинематической вязкости —  $\text{м}^2/\text{с}$ .

Для оценки высоковязких нефтепродуктов пользуются понятием условной вязкости (В. У.), под которой понимают отношение времени истечения из стандартного вискозиметра определенного объема исследуемого нефтепродукта ко времени истечения такого же количества дистиллированной воды при  $20^\circ\text{C}$ .

Определение кинематической вязкости (ГОСТ 33—82) проводят в капиллярных вискозиметрах, в которых исследуемый нефтепродукт протекает через капиллярную трубку определенного диаметра.

Вискозиметры изготовляют с капиллярами различного диаметра (от  $0,37$  до  $4,5$ — $5,1 \text{ мм}$ ). На каждом вискозиметре имеется обозначение: тип стекла, дата изготовления, номер, диаметр капилляра. Каждый вискозиметр должен иметь паспорт, в котором указана его постоянная (см. ниже). Вискозиметры подвергают проверочной калибровке 1 раз в 2 года.

При определении кинематической вязкости нефтепродуктов наиболее часто применяют вискозиметры типа ВПЖ-2, ВПЖ-4 и типа Пилиевича. Для измерения вязкости малых объемов жидкости (не более  $1 \text{ мл}$ ) прозрачных (просвечивающихся) жидкостей применяют микровискозиметр

ВПЖМ, который состоит из капиллярного вискозиметра и приемника, прикрепленного к нему на шлифе.

Перед испытанием заполненный нефтепродуктом вискозиметр выдерживают в термостате. В зависимости от температуры определения для термостатирования применяют различные жидкости: этиловый спирт или изооктан для температур от  $-60^{\circ}\text{C}$  до  $0^{\circ}\text{C}$ ; дистиллированную воду для температур от  $0^{\circ}\text{C}$  до  $90^{\circ}\text{C}$ ; глицерин, прозрачное нефтяное масло и 25%-ный водный раствор нитрата аммония — для температуры выше  $90^{\circ}\text{C}$ . Для охлаждения жидкостей в термостате применяют лед, твердую углекислоту (сухой лед). Для измерения температуры термостата применяют термометры (ртутные, спиртовые) с ценой деления шкалы от 0,05 до 0,1  $^{\circ}\text{C}$  в зависимости от температуры измерения. Термометр укрепляют таким образом, чтобы его резервуар оказался примерно на уровне середины капилляра вискозиметра. На выступающий над жидкостью бани столбик ртути или спирта вводят поправку. Вискозиметр выбирают с таким расчетом, чтобы время истечения нефтепродукта было не менее 200 с.

Вискозиметр промывают бензином, этиловым спиртом и сушат горячим воздухом или в сушильном шкафу. Если вискозиметр очень сильно загрязнен, то его предварительно промывают хромовой смесью, водой. Заполняют нефтепродуктом до метки, расположенной на капилляре до основания нижнего резервуарчика. При заполнении вискозиметра и определении времени истечения нефтепродукта необходимо следить, чтобы в последнем не образовывалось пузырьков воздуха.

В термостате вискозиметр устанавливают в строго вертикальном положении и выдерживают при температуре измерения в течение 20 мин (для ВПЖ-2, ВПЖ-4) и 30 мин (для ВПЖМ).

Время истечения нефтепродукта через капилляр измеряют секундомером с точностью до 0,02 с. В зависимости от времени истечения нефтепродукта проводят от 3-х до 5-ти измерений и определяют среднее арифметическое время.

Кинематическую вязкость вычисляют по формуле:

$$\nu = C\tau(g/980,7)K,$$

где  $C$  — постоянная вискозиметра, зависящая от геометрических размеров капилляра и объема протекающей жидкости;  $\tau$  — среднее арифметическое время истечения нефтепродукта;  $g$  — ускорение силы тяжести в месте измерения вязкости,  $\text{см}^2/\text{с}$ ; 980,7 — нормальное ускорение силы тяжести,  $\text{см}^2/\text{с}$ ;  $K$  — коэффициент, учитывающий изменение гидростатического напора жидкости в результате расширения ее при нагревании.

Вязкость каждого образца определяют на двух вискозиметрах параллельно, во избежание использования вискозиметра с ошибочно установленной постоянной.

Определение условной вязкости проводят по ГОСТ 6258—85 для тяжелых нефтепродуктов, вязкость которых не может быть определена предыдущим методом.

Вискозиметр состоит из латунного резервуара с трубкой в его дне для истечения жидкости, помещенной в жидкостную баню. Прибор оснащен мешалкой, устройством для перекрывания выходного отверстия, штифтами для указания уровня нефтепродукта и горизонтальности прибора. Применяют термометры с ценой деления  $1^{\circ}\text{C}$ , при градуировке учитывают поправку на выступающий столбик ртути. Внутренняя поверхность резервуара тщательно отшлифована, и при подготовке аппарата к анализу (промывка бензином, просушка воздухом) протирать ее запрещается.

При проведении испытания обезвоженный и профильтрованный через специальную сетку продукт наливают во внутренний резервуар, доводят его температуру до заданной. Сначала нефтепродукт перемешивают мешалкой, а в конце — термометром. При заданной температуре продукт выдерживают 5 мин и сливают точно 200 мл в измерительную колбу. Время истечения отсчитывают секундомером с точностью до 0,2 с.

Условную вязкость вычисляют по формуле:

$$В. У. = \tau_t / \tau_{H_2O}^{20}$$

где  $\tau_t$  — время истечения 200 мл исследуемого нефтепродукта при температуре испытания,  $^{\circ}\text{C}$ ;  $\tau_{H_2O}^{20}$  — водное число вискозиметра, с.

Водное число вискозиметра — это время истечения из него 200 мл воды при  $20^{\circ}\text{C}$ .

### 3.6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СВОЙСТВ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Для характеристики низкотемпературных свойств применяют показатели: для нефти, минеральных масел, дизельных и котельных топлив — температуру застывания; для карбюраторных и реактивных топлив — температуру начала кристаллизации; для карбюраторных, реактивных и дизельных топлив — температуру помутнения.

Температурой застывания называют такую температуру, при которой нефтепродукт в стандартных условиях испытания теряет подвижность. Потеря подвижности может быть вызвана либо повышением вязкости нефтепродукта, либо образованием кристаллов парафина и церезина и загустевания всей системы.

Температуры начала кристаллизации и помутнения характеризуют содержание в топливе парафина и воды. Чем ниже температура помутнения, тем меньше в продукте содержится растворенной воды и парафина. Температура начала кристаллизации — это температура, при которой невооруженным глазом наблюдают появление кристаллов.

Характерным показателем является также температура плавления — температура, при которой нефтепродукт переходит в жидкое состояние из твердого. Кроме температуры плавления переход из одного агрегатного состояния в другое может характеризоваться температурой размягчения (для битумов), каплеобразованием и каплепадением (для конденсатных смазок).

Температуру застывания определяют в соответствии с ГОСТ 20287—74. По этому стандарту установлено два метода А и Б. По методу

А (для экспортных нефтепродуктов) обезвоженный образец выдерживают 24 ч при комнатной температуре. Затем переносят в плоскодонную пробирку с термометром, нагревают в водяной бане до температуры приблизительно на  $9^{\circ}\text{C}$  выше предполагаемой температуры застывания и охлаждают до  $36^{\circ}\text{C}$ . После такой подготовки пробирку с образцом помещают в баню с охлаждающей смесью. По мере понижения температуры на  $3^{\circ}\text{C}$  пробирку вынимают и проверяют подвижность нефтепродукта при наклоне. Если при наклоне продукт остался неподвижным, пробирку помещают горизонтально. Температура застывания считается установленной, если образец остался неподвижным в течение 5 с (по секундомеру).

Метод Б применяют чаще. Пробирку с испытуемым продуктом и термометром нагревают в водяной бане до  $50^{\circ}\text{C}$ . Затем пробирку вытирают снаружи и укрепляют в другой пробирке-муфте, дают продукту остыть до  $35 \pm 5^{\circ}\text{C}$  и помещают в сосуд с охлаждающей смесью. Когда температура продукта достигнет ожидаемой, прибор наклоняют под углом  $45^{\circ}$  и выдерживают 1 мин. После этого прибор вынимают из охлаждающей смеси, быстро вытирают пробирку-муфту и наблюдают, не сместился ли мениск образца. Если мениск сместился, то продукт снова нагревают до  $50^{\circ}\text{C}$  и проводят определение при температуре на  $4^{\circ}\text{C}$  ниже предыдущей. Если мениск не сместился, то пробирку вынимают из муфты, нагревают до  $50^{\circ}\text{C}$  и проводят определение застывания при температуре на  $4^{\circ}\text{C}$  выше предыдущей. После нахождения границы застывания определение повторяют уже с интервалом  $2^{\circ}\text{C}$  до тех пор, пока не будет установлена такая температура, при которой мениск продукта остается неподвижным, а при температуре на  $2^{\circ}\text{C}$  выше он сдвигается.

### 3.7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ

Механические примеси попадают в нефтепродукты в процессе переработки нефти, а также при транспортировке и хранения. Их присутствие в моторных топливах и маслах недопустимо, так как они засоряют топливную систему и вызывают износ трущихся поверхностей.

В нефти, нефтепродуктах и присадках механические примеси определяют по ГОСТ 6370-83. Сущность метода заключается в растворении образца в растворителе (бензин Б-70, петролейный эфир, бензол) и фильтрации под давлением через фильтр „белая лента“ в специальном патроне стандартного прибора, просушке и взвешивании полученного осадка.

В присадках и маслах механические примеси определяют в соответствии с ГОСТ 6370-83. Горячий раствор навески фильтруют через доведенный до постоянной массы беззолевый фильтр, помещенный в стеклянную воронку. После фильтрации фильтр просушивают до постоянной массы и взвешивают.

В светлых нефтепродуктах механические примеси определяют качественно (визуально) или количественно по ГОСТ 10577-78. Отличитель-

ной особенностью этого метода является применение специального мембранного (нитроцеллюлозного) фильтра по ГОСТ 10577-78 и применение воронки специальной конструкции.

Расчетная формула во всех трех методах одинакова:

$$x = (m_1 - m_2)100/m_3,$$

где  $m_1$  — масса фильтра и механических примесей, г;  $m_2$  — масса фильтра, г;  $m_3$  — масса навески нефтепродукта, г.

### 3.8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЬНОСТИ

Зола получается при сгорании нефти и нефтепродуктов. Чем выше плотность нефтепродукта, тем больше в нем веществ, образующих при сгорании золу. Поэтому при испытании более тяжелого продукта или масла с присадками навеску берут меньше.

Зольность определяют по ГОСТ 1461-75. Сущность метода заключается в сжигании навески нефтепродукта и прокаливании твердого остатка до постоянной массы.

В тигель помещают обеззоленный фильтр так, чтобы он плотно прилегал ко дну и стенкам, взвешивают и помещают исследуемый нефтепродукт. Второй обеззоленный фильтр складывают вдвое и сворачивают в виде конуса. Верхнюю часть конуса отрезают и помещают в тигель. Свернутый в виде конуса фильтр (фитиль) опускают в тигель с нефтепродуктом основанием вниз так, чтобы он стоял устойчиво.

Высоковязкие нефтепродукты и консистентные смазки перед опусканием фильтра расплавляют.

После того, как фитиль пропитается испытуемым нефтепродуктом, его поджигают. Сжигание нефтепродукта проводят до получения сухого углистого остатка. Тигель с углистым остатком переносят в муфельную печь и выдерживают 1,5-2 ч до полного озоления остатка.

Зольность нефтепродукта выражается в процентах — это отношение массы золы к массе нефтепродукта, умноженное на 100.

### 3.9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ

В легких нефтепродуктах (бензин, керосин, дистилляты и масла с вязкостью не более  $22 \cdot 10^{-6}$  м<sup>2</sup>/с) содержание серы определяют методом сжигания в лампе (ГОСТ 19121-73). Метод основан на сжигании продукта и определения количества образовавшегося диоксида серы.

Продукт помещают в лампу, кроме того, для контрольного опыта в одну лампу наливают 4-5 мл спирта. Нефтепродукты, сгорающие с коптящим пламенем, разбавляют и в контрольном опыте берут бензин-растворитель.

Собирают аппарат и присоединяют к вакуумному насосу (рис. 16). В абсорбер из бюретки наливают 10 мл раствора карбоната натрия, 15 мл дистиллированной воды (или 25 мл раствора карбоната натрия при содержании серы свыше 0,5%). Приводят в действие насос, установ-

Рис. 16. Аппарат для определения содержания серы сжиганием в лампе:

1 — брызгоуловитель; 2 — абсорбер; 3 — ламповое стекло; 4 — лампа; 5 — фитиль

ливают равномерное всасывание воздуха через все лампы и ставят их под ламповые стекла. Зажигание проводят пламенем от спиртовки. Зажигание спичками не допускается.

Испытуемый нефтепродукт в каждой лампе сжигают полностью. После сжигания разбавленного нефтепродукта в лампу снова наливают по 1 мл растворителя дважды, который также сжигают полностью.

Аппарат разбирают, каплеуловитель, ламповое стекло и верхнюю часть абсорбера тщательно промывают дистиллированной водой, подкрашенной метиловым оранжевым и сливают в абсорбер.

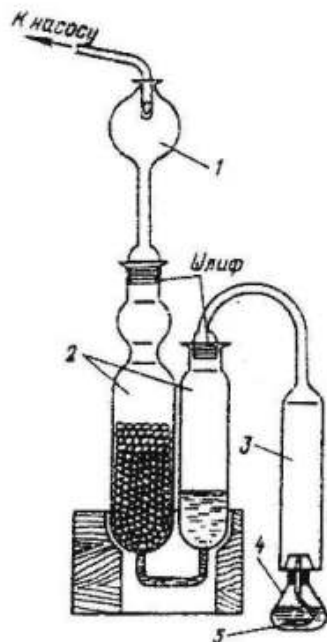
Растворы в абсорберах перемешивают при помощи водоструйного насоса или груши, попеременно перемещая раствор из одного резервуара в другой. Если при этом раствор в абсорбере окрашивается в розовый цвет, испытание повторяют с меньшей навеской нефтепродукта.

Сначала титруют раствор с продуктами сгорания контрольной жидкости раствором HCl, затем титруют раствор, содержащий продукты сгорания нефтепродукта. Концом титрования считается момент, когда окраска титруемого раствора примет розовый цвет, идентичный цвету оттитрованного контрольного раствора.

Содержание серы (в %) вычисляют по указанной в ГОСТе формуле.

**Определение микроколичеств серы до 0,00002% (например, в катализаторах риформинга)** проводят по ГОСТ 13380—81 с катализатором никелем Ренея. Он заключается в восстановлении сероорганических соединений до сульфида никеля. Сульфид никеля разлагают кислотой, и выделившийся при этом сероводород разлагают щелочным раствором ацетона. Титруют раствором ацетата ртути в присутствии индикатора.

В реакционную колбу 2 (рис. 17) помещают 0,18—0,20 мл никеля Ренея, суспендированного в 2 мл изопропилового спирта. После взвешивания закрытой колбы в нее наливают пробу анализируемого продукта. В капельную воронку 4 наливают 10 мл серной кислоты и помещают колбу в колбонагреватель. Микробюретку 7 заполняют раствором ацетата ртути. В абсорбер 8 наливают 10 мл ацетона, 10 мл 1 н. раствора едкого натра, 3—5 капель дигизона и 1—2 капли раствора ацетата ртути. Со скоростью 1—2 пузырька в 1 с в колбу подают азот, подают воду в холо-



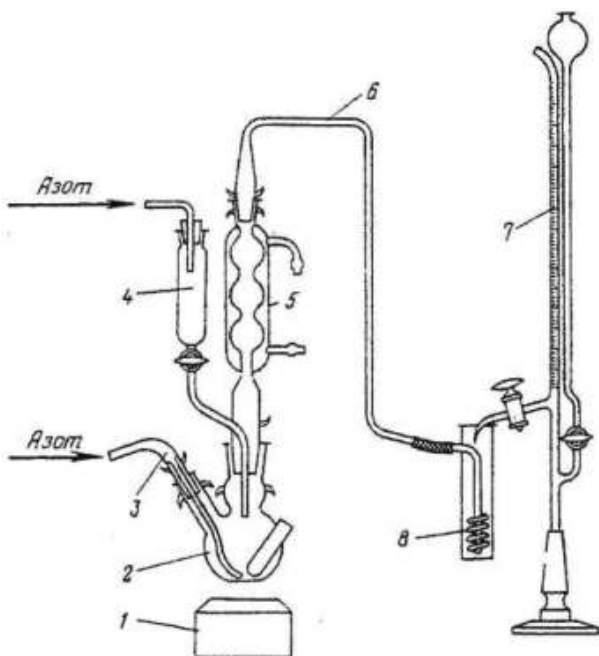


Рис. 17. Аппарат для определения микроколичеств серы:

1 — колбонагреватель; 2 — реакционная колба; 3 — переходник; 4 — капельная воронка; 5 — холодильник; 6 — трубка; 7 — микробюретка; 8 — абсорбер

дильник 5 и включают через ЛАТР колбонагреватель. Реакционную смесь доводят до температуры кипения и выдерживают при этой температуре 45 мин. Затем температуру снижают на 5–10 °С и из капельной воронки подают 9 мл хлороводородной кислоты. При этом в колбе поддерживают постоянную температуру, а затем поднимают до первоначальной. В это время начинает выделяться сероводород, который титруется в абсорбере 8.

Содержание серы  $x$  [в % (масс.)] вычисляют по формуле:

$$x = (V - V_0)c \cdot 100 / (m \cdot 1000; 1000)$$

где  $V$  — объем раствора ацетата ртути, израсходованного на титрование продукта, мл;  $V_0$  — объем раствора ацетата ртути, израсходованного на титрование в контрольном опыте, мл;  $c$  — концентрация раствора ацетата ртути, мкг/мл;  $m$  — навеска продукта, г.

Ускоренный метод определения серы применяют при анализе темных нефтепродуктов (ГОСТ 1437–75). Сущность метода — в сжигании навески в струе воздуха, увлажнении образовавшихся  $\text{SO}_2$  и  $\text{SO}_3$  раствором пероксида водорода с серной кислотой и титровании раствором гидроксида натрия.

Собирают систему (рис. 18), склянку 1 заполняют наполовину объ-

ема 0,1 М  $\text{KMnO}_4$ , склянку 2 — раствором  $\text{NaOH}$ , склянку 3 — ватой и соединяют их последовательно резиновой трубкой. В приемник 10 наливают 150 мл воды, 5 мл 3%-ного раствора  $\text{H}_2\text{O}_2$  и 7 мл 0,02 н. раствор серной кислоты. Приемник закрывают резиновой трубкой, снабженной кварцевым коленом 8 и отводной трубкой 9. Колено присоединяют при помощи шлифа к кварцевой трубке 4, которую устанавливают горизонтально в печи 6. Другой конец трубки через боковой отросток присоединяют к очистительной системе, соединенной с приспособлением для нагнетания воздуха. Нефтепродукт сжигают в фарфоровой лодочке 5, помещенной в кварцевую трубку при 900—950 °С в течение 30—40 мин, продукты, содержащие 50% и более ароматических соединений, в течение 50—60 мин.

Содержимое приемника титруют раствором  $\text{NaOH}$  в присутствии индикатора. Полученные в результате анализа величины подставляют в формулу и находят содержание серы.

Определение содержания серы хроматным методом применяют для таких тяжелых нефтепродуктов, как масла с присадками, мазут (ГОСТ 1431—85). Метод заключается в сжигании нефтепродукта в смеси с пероксидом марганца и карбоната натрия, растворении образовавшихся сульфатов в воде, определения в растворе серы с помощью хромата бария.

В фарфоровый тигель помещают навеску с продуктом, добавляют смесь карбоната натрия и пероксида марганца (1:2), перемешивают, нагревают и прокалывают при 800 °С. По охлаждении в тигель добавляют немного дистиллированной воды и переносят в стакан. Содержимое стакана фильтруют через бумажный фильтр. Фильтрат нейтрализуют хлороводородной кислотой в присутствии индикатора метилового оранжевого. К нейтрализованному фильтрату добавляют хромат бария и нагревают 30 мин в водяной бане. Продукт нейтрализуют раствором аммиака, фильтруют. К фильтрату добавляют 10 мл раствора иодида калия и 3 мл хлороводородной кислоты. Выделившийся иод оттитровывают 0,05 н. раствором тиосульфата натрия.

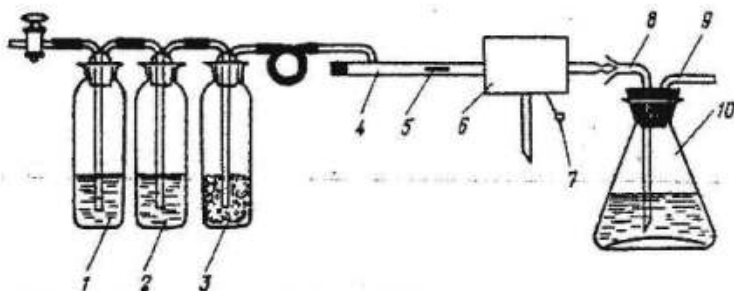


Рис. 18. Аппарат для ускоренного определения содержания серы:

1 — склянка с перманганатом калия; 2 — склянка с 40%-ным раствором  $\text{NaOH}$ ; 3 — склянка с гигроскопической ватой; 4 — кварцевая трубка; 5 — лодочка; 6 — электрочувствительная печь; 7 — термомпара; 8 — кварцевое колено; 9 — отводная трубка; 10 — приемник

Содержание серы вычисляют по специальной формуле, подставляя полученные при анализе значения.

Определение содержания серы сжиганием в бомбе для тяжелых нефтепродуктов по ГОСТ 3877—49 применяют очень редко.

### 3.10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ И ВОСПЛАМЕНЕНИЯ

Температурой вспышки называют ту низшую температуру, при которой нефтепродукт, нагреваемый в стандартных условиях, выделяет такое количество паров, которое образует с окружающей средой горючую смесь, вспыхивающую при поднесении к ней пламени. Чем легче фракции нефти, тем ниже ее температура вспышки. Сырая нефть имеет температуру вспышки от  $-35$  до  $+34$  °С, керосины  $28-45$  °С, дизельные топлива  $35-90$  °С, мазуты  $65-110$  °С, смазочные масла  $135-330$  °С. По температуре вспышки нефтепродукта судят о возможности образования взрывчатых смесей его паров с воздухом.

Температурой воспламенения называют ту низшую температуру, при которой от поднесенного источника воспламенения пары над жидкостью не только дают вспышку, но и продолжается дальнейшее горение всей жидкости до полного сгорания.

Температурой самовоспламенения называют такую температуру, при которой нефтепродукт воспламеняется от соприкосновения с воздухом без поднесения источника огня.

Температура самовоспламенения составляет для бензинов  $255-400$  °С, для керосина  $250-295$  °С, для смазочных масел  $280-400$  °С, для нефти — выше  $500$  °С.

Определение температуры вспышки в закрытом тигле (ГОСТ 6356—75) проводят в основном для легких нефтепродуктов, нагревание которых в открытом тигле привело бы к испарениям и загораниям.

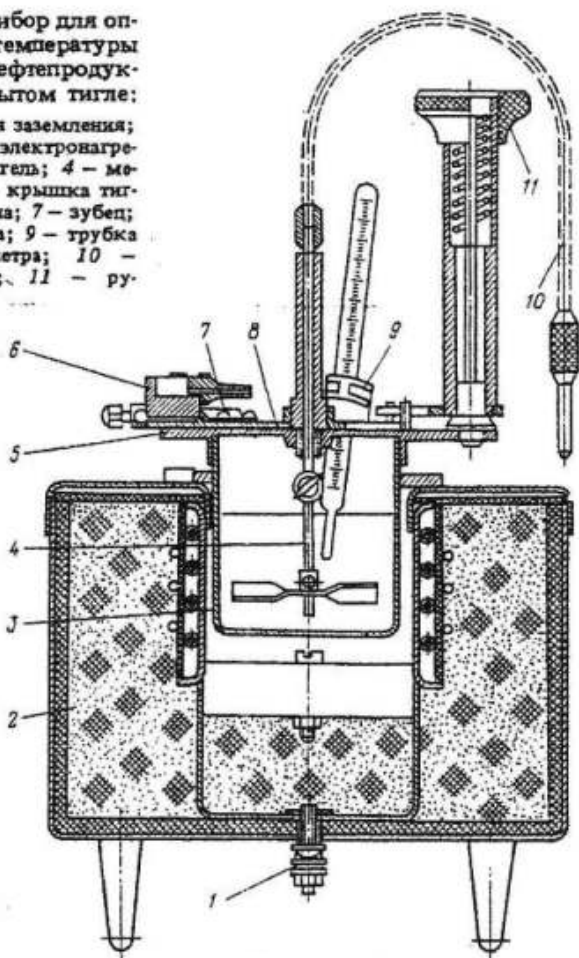
Подготовленный образец помещают в промытый растворителем тигель, не допуская смачивания стенок выше метки. Тигель закрывают крышкой с мешалкой, вставляют термометр, зажигают лампу, включают электрообогрев (рис. 19). Скорость нагрева, как и частота вращения мешалки, зависит от предполагаемой температуры вспышки и определяется ГОСТом. Испытания начинают проводить для продуктов с температурой вспышки до  $50$  °С с температуры на  $10$  °С ниже предполагаемой температуры вспышки, для прочих продуктов — с температуры на  $17$  °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

В момент испытания перемешивание прекращают, вращением рукоятки открывают заслонку и опускают пламя в паровое пространство на 1 с. За температуру вспышки принимают показание термометра в момент четкого появления пламени внутри прибора.

Определение температуры вспышки в открытом тигле проводят для масел и темных нефтепродуктов (ГОСТ 4333—48). Прибор состоит из внутреннего и наружного тиглей. Нефтепродукт наливают в промытый бензином и прогретый внутренний тигель так, чтобы уровень жидкости не доходил до края. Правильность налива проверяют шаблоном. В на-

Рис. 19. Прибор для определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле:

1 - винт для заземления; 2 - ванна с электронагревом; 3 - тигель; 4 - мешалка; 5 - крышка тигля; 6 - лампа; 7 - зубец; 8 - заслонка; 9 - трубка для термометра; 10 - гибкий вал; 11 - рукоятка



ружн<sup>ый</sup> тигель насыпают песок. Тигли устанавливают в кольцо штатива. В комнате не должно быть заметного движения воздуха, а свет несколько затемнен. Во внутренний тигель устанавливают термометр. Собранный аппарат окружают стальным щитом. При температуре на  $10^{\circ}\text{C}$  ниже ожидаемой температуры вспышки проводят медленно по краю тигля на расстоянии 10–12 мм от поверхности нефтепродукта и параллельно этой поверхности пламенем зажигательного приспособления; это повторяют после подъема температуры на каждые  $2^{\circ}\text{C}$ .

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

После установления температуры вспышки, если требуется определить температуру воспламенения нефтепродукта, продолжают нагревание наружного тигля так, чтобы нефтепродукт нагревался со скоростью

4 °С в 1 мин, и повторяют испытание пламенем зажигательного приспособления после подъема температуры на 2 °С.

За температуру воспламенения принимают температуру, показываемую термометром в тот момент, в который испытуемый нефтепродукт при поднесении к нему пламени загорается и продолжает гореть не менее 5 с.

## Глава 4

### АССОРТИМЕНТ И АНАЛИЗ ЖИДКИХ НЕФТЯНЫХ ТОПЛИВ

#### 4.1. АССОРТИМЕНТ НЕФТЯНЫХ ТОПЛИВ

Авиационный бензин получают из бензиновых фракций прямой перегонки, каталитического крекинга и риформинга, алкилата и других компонентов с добавкой антидетонационных и антиокислительных присадок. В соответствии с ГОСТ 1012-72 выпускают следующие марки бензинов: Б-100/30, Б-95/130, Б-91/115, Б-70 (в числителе октановое число, в знаменателе сортность, т. е. показатель детонационной стойкости на богатых смесях).

Автомобильные бензины получают из смесей бензиновых фракций прямой перегонки, термического и каталитического крекинга, риформинга, алкилата, изомеризата пентан-гексановой фракции. В соответствии с ГОСТ 2084-77 выпускаются следующие марки бензинов: А-72, А-76, АИ-93, АИ-98 (цифры обозначают октановое число).

Автомобильные и авиационные бензины, приготовленные с добавлением этиловой жидкости, окрашены в оранжево-красный, желтый и зеленый цвета.

В автомобильный бензин с продуктами термического, каталитического крекинга, коксования добавляют антиокислитель: либо древесно-смоляной, либо параоксидифениламин, либо Ф4-16, либо ионол.

Автомобильные бензины (за исключением АИ-98) подразделяют на летний и зимний.

Зимние бензины содержат больше легкокипящих фракций, давление их насыщенных паров выше.

Кроме бензинов — карбюраторных топлив — выпускают бензины-растворители для лакокрасочной и резиновой (БР-1, БР-2) промышленности, сольвент нефтяной, представляющий собой смесь ароматических углеводородов, петролейный эфир — смесь парафиновых углеводородов.

Топливо для реактивных двигателей (авиакеросины) получают из прямогонных фракций нефти, а также смешением прямогонного и гидроочищенного компонентов. Марки топлив (Т-1, ТС-1, Т-2, Т-6, Т-8, РТ) различаются по плотности, по фракционному составу, по содержанию серы и некоторым другим показателям качества.

Дизельное топливо предназначено для двигателей с зажиганием от сжатия, вырабатывают из фракции прямой перегонки нефти и из фракций, прошедших гидроочистку и депарафинизацию. Выпускают топливо для быстроходных дизелей марок: ДЛ — дизельное летнее, применяют

при 0 °С и выше; ДЗ — дизельное зимнее, применяют при -30 °С и выше; ДА — дизельное арктическое, применяют при температуре не ниже -50 °С; ДС — дизельное специальное. Топлива этих марок различаются температурой застывания (от -60 до +10 °С), а также содержанием серы, которое составляет от 0,2 до 0,5%.

Топливо для автотракторных, тепловозных и судовых двигателей помимо продуктов прямой перегонки может включать каталитический газойль.

Приведенные виды топлив подразделяются на Л — летнее, З — зимнее, ЗС — зимнее северное, А — арктическое.

**Котельное топливо.** Это топливо выпускают нескольких сортов и марок. Топливо нефтяное (мазут) для мартеновских печей вырабатывают из крекинг-остатков, экстрактов, гудронов, полугудронов, асфальто-смолистых веществ, мазутов. Марки: МП — топливо малосернистое, МПС — топливо сернистое (ГОСТ 14298-69).

Мазуты для транспортных и стационарных установок марок Ф-5, Ф-12 (мазут флотский) вырабатывают из продуктов прямой перегонки нефти с добавлением керосино-газойлевых фракций и депрессорной присадки. Мазуты топочные марок 40, 100 и марок 40В, 100В с государственным Знаком качества отличаются по условной вязкости, зольности, содержанию механических примесей.

**Газотурбинное топливо** применяют в стационарных газотурбинных установках и на водном транспорте, получают из дистиллятов вторичных процессов и прямой перегонки. Выпускают топлива марок: ТГВК — топливо нефтяное для газотурбинных установок высшей категории качества; ТГ — топливо нефтяное для газотурбинных установок. В газотурбинном топливе, в отличие от других топлив, лимитируется содержание ванадия, а для ТГВК также содержание натрия, калия, кальция.

#### 4.2. СПЕЦИАЛЬНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К ЖИДКИМ ТОПЛИВАМ. АНАЛИЗ ТОПЛИВ

##### 4.2.1. Определение давления насыщенных паров вещества

Давление насыщенных паров нефти и нефтепродукта характеризует их испаряемость, наличие в них легких компонентов, растворенных газов. Оно резко увеличивается с повышением температуры. Если в бензине растворено много газа или содержится много низкокипящих фракций, то такой бензин имеет высокое давление насыщенных паров, при работе двигателя образует паровые пробки, что крайне нежелательно.

Давление насыщенных паров определяют по ГОСТ 1756-52 при 38 °С в специальной бомбе, снабженной ртутным манометром (рис. 20).

При испытании необходимо предотвратить потери легких фракций бензина, для этого плотно закупоренную бутылку с пробой охлаждают на льду, собранный аппарат проверяют на герметичность. Заливать топливо в тощивную камеру и собирать аппарат необходимо в возможно короткий срок. Аппарат погружают в водяную баню, открывают кран 4 и через

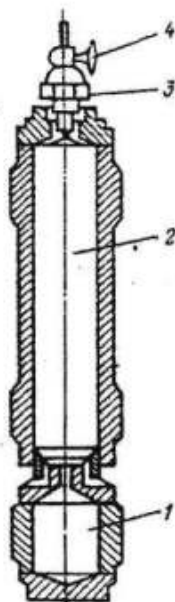


Рис. 20. Аппарат для определения давления насыщенных паров:

1 — топливная камера; 2 — воздушная камера; 3 — ниппель; 4 — газовый кран

5 мин отмечают давление по манометру. Затем закрывают кран, извлекают аппарат из бани, опрокидывают, сильно встряхивают и снова ставят в баню. Эту операцию повторяют несколько раз через каждые 2 мин. После установления постоянного давления записывают показания манометра как „неисправленное давление насыщенных паров“.

Для вычисления давления насыщенных паров исследуемого топлива вносят поправку на изменение давления воздуха и паров воды в воздушной камере. Эту поправку находят по прилагаемой к ГОСТу таблице.

#### 4.2.2. Определение эксплуатационных свойств топлив

Октановое число характеризует детонационную стойкость бензина, т. е. его способность сгорать в двигателе плавно, без взрыва. При детонации двигатель быстро разрушается. Октановое число определяют по моторному и исследовательскому методу (ГОСТ 511—82 и 8226—82) на специальных установках путем сравнения бензина с эталонной смесью, состоящей из изооктана (ОЧ-100) и *n*-гептана (ОЧ-0). Октановое число бензина равно содержанию изооктана в эталонной смеси, сгорание которой в двигателе имеет такую же детонационную стойкость, как и испытуемый бензин.

Цетановое число дизельных топлив характеризует такие их свойства, как воспламеняемость (в случае высокого ЦЧ) при сжигании в цилиндре двигателя, плавное сгорание рабочей смеси. Цетановым числом называют содержание [в % (объемн.)] цетана в смеси с  $\alpha$ -метилнафталином, эквивалентной по воспламеняемости испытуемому топливу в стандартных условиях испытания (ГОСТ 3122—67). Для различных марок дизельного топлива установлены нормы на цетановое число в пределах 40—50 единиц.

#### 4.2.3. Определение индукционного периода

Индукционный период топлива характеризует его химическую стабильность, т. е. способность не осмоляться при хранении. К образованию смол более всего склонны непредельные углеводороды.

Индукционный период — это время (в мин), в течение которого бензин в условиях испытания в бомбе под давлением кислорода 0,69 МПа при 100 °С практически не окисляется. По окончании индукционного периода скорость окисления резко возрастает, кислород реагирует с бензином, давление в бомбе падает.

В зависимости от сорта бензина индукционный период составляет 600—1300 мин. Индукционный период определяют по ГОСТ 4039—48. Бомбу наполняют кислородом через редуктор от кислородного баллона. Бомбу с испытуемым продуктом под давлением кислорода 0,69 МПа погружают в кипящую водяную баню. Записывают давление в начале и затем через каждые 5 мин. Достигнув максимума и оставаясь некоторое время постоянным, давление начинает снижаться.

Длительность периода окисления определяют как разность между временами конца индукционного периода и начала окисления.

Чтобы перейти к длительности индукционного периода, необходимо внести поправку на отставание температуры нагрева бензина на 100 °С. Эту поправку берут из прилагаемой к ГОСТу таблицы.

#### 4.2.4. Определение химического состава топлив

Содержание непредельных углеводородов в жидких топливах влияет на такие эксплуатационно-технические свойства, как смолообразование, и строго нормируется.

Методы определения непредельных углеводородов основаны на реакции присоединения к ним иода или брома по месту двойной связи (определение иодного или бромного числа). Иодным или бромным числом называют массу иода (брома) в граммах, присоединившегося к 100 г анализируемого образца. Метод определения иодных чисел по ГОСТ 2070—84 заключается в воздействии на спиртовой раствор образца нефтепродукта спиртового раствора иода и титровании избытка галогена тиосульфатом натрия. Параллельно проводят контрольный опыт без навески анализируемого вещества, но с теми же количествами реактивов и вычисляют количество иода, вступившего в реакцию.

Раствор тиосульфата натрия хранят в темноте, в плотно закрытой бутылке во избежание разложения. Раствор иода должен быть свежеприготовленным. Добавление воды к содержимому в колбе способствует образованию тонкой эмульсии между иодом и анализируемым веществом. Во избежание образования темных комочков иода перед титрованием добавляют 25 мл 20%-ного раствора иодида калия.

При определении иодных чисел дизельного топлива навеску растворяют не в спирте, а в ацетоне. Содержание непредельных углеводородов вычисляют по иодному числу, молекулярной массе нефтепродукта и иода.

Электрометрический способ определения содержания непредельных углеводородов (бромных чисел) по ГОСТ 8997—59 дает более точные результаты. Метод заключается в растворении испытуемого продукта в кислом смешанном растворителе и электрометрическом титровании полученного раствора 0,5 н. раствором бромид-бромата. Конец титрования фиксируется при помощи электронного индикатора.

Целевая реакция присоединения брома ускоряется добавлением в растворитель хлорида ртути. Если испытуемый продукт плохо растворяется

в смешанном растворителе, его предварительно растворяют в 5–15 мл тетрахлорида углерода.

Содержание ароматических углеводородов в топливах определяют по ГОСТ 6994–74. Необходимость строгого нормирования содержания ароматических соединений, особенно для авиакеросинов, вызвано тем, что они обуславливают воспламенение, повышают растворимость воды в топливе, склонны к образованию нагара.

Метод определения заключается в обработке исследуемого продукта 98,5–99%-ной серной кислотой, реагирующей с непредельными и ароматическими углеводородами. Содержание ароматических углеводородов определяют по разности между суммарным количеством углеводородов, извлеченных серной кислотой, и содержанием непредельных углеводородов, определенных по ГОСТ 2070–82. Анализ проводят в делительной воронке с притертыми пробкой и краном, не допуская потерь топлива и кислоты. Необходимо тщательно смыть водой кислоту с пробки и из воронки в колбу для титрования.

Серную кислоту 98,5–99%-ную готовят из серной кислоты по ГОСТ 4204–77 путем добавления к ней олеума. Смесь тщательно перемешивают и выдерживают 24 ч в колбе с притертой пробкой во избежание поглощения влаги. При проверке концентрации полученной кислоты применяют ампулы для взятия навесок.

#### 4.2.5. Определение температуры помутнения и начала кристаллизации

Эти температуры являются важной характеристикой реактивных топлив, их определяют в соответствии с ГОСТ 5066–56. Сущность метода состоит в охлаждении в стеклянной пробирке с двойными стенками исследуемого продукта и наблюдении в приборе с зеркальным отражением света (рис. 21) за помутнением и появлением кристаллов в топливе. Сначала определяют температуру появления мути по сравнению с прозрачным эталоном. При дальнейшем охлаждении топлива определяют температуру начала кристаллизации.

ГОСТом предусматривается два способа определения температуры помутнения: без обезвоживания топлива и с обезвоживанием. Топливо перед испытанием взбалтывают с сульфатом натрия или хлоридом кальция, фильтруют. Для охлажде-

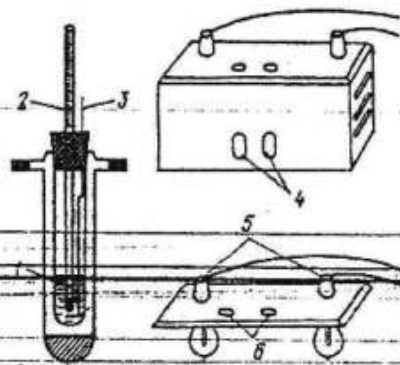


Рис. 21. Прибор для определения температуры помутнения и начала кристаллизации:

1 — метка; 2 — термометр; 3 — мешалка; 4 — смотровое окно; 5 — лампы; 6 — гнезда для пробирок



#### 4.2.7. Определение коррозионной активности топлив

Коррозионную активность нефтепродуктов выявляют испытанием на медную пластинку (ГОСТ 6321-69), которое заключается в фиксации изменения (или отсутствия изменения) цвета медной пластинки, выдержанной в исследуемом топливе 3 ч. Топлива для реактивных двигателей выдерживают при 10 °С, а все остальные — при 50 °С. Топливо считается не выдержавшим испытания, если на пластинке образовался налет или пятна черного, коричневого или серо-стального цвета. Наиболее активно воздействуют на медную пластинку сероводород и элементарная сера.

При подготовке анализа необходимо до блеска отшлифовать медную пластинку, не прикасаться к ней руками, строго поддерживать температуру в бане во время всего периода испытания.

Коррозионная активность обусловлена также и показателем ВКЩ (ГОСТ 6307-75), который характеризует кислотность или щелочность нефтепродуктов, вызываемую присутствием остатков кислоты, диоксида углерода или гидроксила натрия технологического происхождения. Водорастворимые кислоты и щелочи извлекают из нефтепродукта водой или водным раствором спирта и определяют рН водной вытяжки рН-метром или с помощью индикаторов. При проведении анализа по определению ВКЩ проверяют нейтральность дистиллированной воды, так как в практике известны случаи обнаружения в воде кислот и щелочей, что искажает результат анализа.

#### 4.2.8. Определение фактических смол

Смолы образуются в топливах в результате окисления, конденсации и полимеризации нестабильных углеводородов. На склонность топлив к смолообразованию оказывают влияние содержащиеся в них сернистые соединения. Наличие фактических смол характеризует способность топлив к образованию осадков, отложений и нагаров в топливной системе двигателя и в самом двигателе. Длительное хранение бензина, керосина, дизельного топлива приводит к накоплению в них фактических смол.

Содержание фактических смол в моторных топливах определяют в стандартной аппаратуре выпариванием определенного объема топлива либо в струе воздуха по ГОСТ 1567-83, либо в струе водяного пара (по Бударову) по ГОСТ 8489-85.

По первому методу выпаривание проводят в стеклянном стакане в специальной масляной бане. Воздух из магистрали проходит через промывную склянку и реометр, нагревается в змеевике масляной бани и поступает в стаканы с исследуемым топливом. Подогрев масла должен строго регулироваться с помощью контактного термометра и реле-преобразователя. Необходимо систематически проверять уровень масла в бане, отсутствие корки нагара на змеевике для подогрева воздуха. (В этом случае масло сменить, змеевик прочистить и промыть керосином.)

Работать можно только проверенным реометром. Конец выпаривания определяют по прекращению выделения паров и по наличию сухого или маслянистого остатка на дне и на стенках стаканов.

По окончании выпаривания стаканы извлекают и охлаждают 30—40 мин в эксикаторе. Просушку стаканов со смолами повторяют до получения расхождения между последовательными взвешиваниями не более 0,00004 г. Руками стаканы трогать нельзя, необходимо применять щипцы. Температура нагрева масляной бани составляет: для бензина 150 °С, для керосина 180 °С, для дизельного топлива 250 °С. Перегрев масла в масляной бане представляет большую пожароопасность.

Содержание фактических смол вычисляют по приведенной в ГОСТе формуле, и результат выражают в целых числах. Содержание фактических смол до 1 мг на 100 мл топлива оценивается как их отсутствие.

При определении по второму методу применяют специальную баню из сплава алюминия, обогреваемую электроплиткой. В бане происходит испарение топлива и пара. Стаканы для топлива ставят в карманы бани, которые плотно закрывают крышками так, чтобы нишпела вошла в каналы в крышке, а шлифованные плоскости крышек и карманов соприкасались герметически. Резиновая трубка для отвода конденсата не должна иметь перегибов.

Применение того или иного метода обуславливается ГОСТом или ТУ на соответствующие продукты.

## Глава 5

### АССОРТИМЕНТ И КАЧЕСТВО СМАЗОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТВЕРДЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ. АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ

#### 5.1. СМАЗОЧНЫЕ МАСЛА

Смазочные масла предназначены для смазки трущихся поверхностей. В зависимости от типа смазываемой поверхности их подразделяют на моторные, промышленные, турбинные, компрессорные, трансмиссионные и др.

Выпускают также смазочные стационарные материалы для применения в качестве рабочих тормозных жидкостей трансформаторных масел.

Моторные масла (кроме авиационных) выпускают по ГОСТ 17479—72. По кинематической вязкости масла подразделяют на 7 классов, по области применения — на 6 групп (А, Б, В, Г, Д, Е). Маркировка масел отражает их тип, вязкость и группу: например, М8А, М10Б, М16Г<sub>2</sub>. Буква М обозначает моторное масло, цифра после нее обозначает вязкость (мм<sup>2</sup>/с при 100 °С). Буква в конце марки показывает принадлежность

масла к классификации по эксплуатационным свойствам (А — неформированные карбюраторные и дизельные двигатели, Б — среднефорсированные двигатели и т. д.).

Моторные масла получают смешением высокоочищенных дистиллятных и остаточных компонентов с добавлением разнообразных присадок: антиокислительных, антикоррозионных, депрессорных (понижающих температуру застывания), вязкостных (загущающих), моющих (снижающих нагарообразование в цилиндрах двигателя), антипенных. Содержание присадок в маслах достигает 15% и более.

Индустриальные масла применяют для смазки станков, механизмов и машин. Выпускают более 40 марок масел: велосит, вазелиновое масло, масло для холодильных машин (ХА, ХА-23 и др.), веретенное, индустриальные селективной очистки без присадок (И-20А, И-40А), сепараторные Л и Т, масла для прокатных станов, приборные масла и другие высококачественные индустриальные масла с добавлением присадок (серии ИГП для гидравлических систем станков, серии ИСП для зубчатых передач, серии ИТП для червячных передач и др.). Турбинное масло должно быть стабильно к действию окислителей, обладать свойством быстрой деэмульсации. Выпускают турбинные масла марок Т<sub>22</sub>, Т<sub>30</sub>, Т<sub>46</sub>, Т<sub>52</sub>.

Компрессорные масла предназначены для смазки цилиндров компрессоров и воздуходувок. Их производят из высоковязких остаточных фракций. Выпускают масла марок К-12, К-19, КС-19 (цифры обозначают вязкость в мм<sup>2</sup>/с при 10 °С).

## 5.2. ПЛАСТИЧНЫЕ (КОНСИСТЕНТНЫЕ) СМАЗКИ

Эти материалы представляют собой нефтяные масла, загущенные мылами, твердыми углеводородами и другими загустителями, предназначены для смазки закрытых тяжело нагруженных механизмов и для предохранения изделий от коррозии. По применению смазки делят на: а) антифрикционные (предотвращающие износ) — общего назначения, для обычных и повышенных температур, многоцелевые, высокотемпературные и низкотемпературные; б) защитные — общего назначения и канатные, например смазки ГОИ-54<sub>т</sub>, ПВК, защищают металлические поверхности от коррозии; в) уплотнительные — арматурные, резьбовые и вакуумные, например паста ВНИИ НП-225, защищает резьбовые соединения от заедания при температуре от 60 до +350 °С, а смазки ВНИИ НП-227, ВНИИ НП-228 предназначены для специальных скоростных подшипников.

Для обозначения разнообразных свойств и области применения многочисленных смазок используются буквы: А — автотракторные, Ж — железнодорожные, М — морские, Х — морозостойкие, К — кислотоупорные.

## 5.3. ПАРАФИНЫ И ЦЕРЕЗИНЫ

Жидкие парафины получают при дегидрировании высокомолекулярных углеводородов С<sub>12</sub>—С<sub>22</sub>, выкипающие в пределах 240—320 °С, являются сырьем для получения белкововитаминального концентрата, синтетических жирных кислот, поверхностно-активных веществ.

Твердые парафины получают при депарафинизации дистиллятных масляных фракций. Это также углеводороды в основном нормального строения  $C_{20}-C_{40}$ , выкипающие при  $300-550^{\circ}C$ . Применяют в электротехнике, медицине, для бытовых целей. Твердые парафины по степени обезмасливания и очистки подразделяют в соответствии с ГОСТ 23683-79 на высокоочищенные (в зависимости от температуры плавления марки  $B_1 - 50-52$ ,  $B_2 - 52-54$ ,  $B_3 - 54-56$ ,  $B_4 - 56-58$ ), технический парафин (Т), парафин для синтеза (С), спичечный (НС), неочищенный высокоплавленный (Н<sub>в</sub>), парафин для пищевой промышленности (П-1, П-2, П-3).

Цереины получают при депарафинизации остаточного масла, очистке озокерита и идут в основном для изготовления пропиточных составов, смазок, изоляционных материалов.

#### 5.4. БИТУМЫ

Битумы изготовляют из гудрона, асфальта и тяжелых остатков переработки нефти.

Битумы специальные (ГОСТ 20739-75) предназначены для производства лакокрасочных, электроизоляционных и других продуктов; марки: А, В и Г (различаются по температуре размягчения и глубине проникновения иглы).

Битумы нефтяные строительные (ГОСТ 6617-76) используют для различных строительных работ; марки БН 50/50, БН 70/30, БН 90/10.

Битумы нефтяные дорожные вязкие улучшенные (с государственным Знаком качества) по ГОСТ 22245-76 предназначены для дорожного строительства; марки БНД-40/60, БНД-60/90, БНД-90/130. Цифры обозначают глубину проникновения иглы по ГОСТ 11501-78 при  $25^{\circ}C$ . По ГОСТ 22245-76 установлено пять марок дорожных битумов: БНД-200/300, БНД-130/120, БНД-90/130, БНД-40/60.

Битумы кровельные (ГОСТ 9548-74) предназначены для получения кровельных материалов; марки: БНК-45/180 — пропиточный битум, БНК-90/40 и БНК-90/30 — покровные битумы.

Битумы изоляционные (ГОСТ 9812-74) предназначены для изоляции трубопроводов, строительных деталей; марки: БНИ-IV-3, БНИ-IV и БНИ-V, различающиеся в основном по температуре размягчения и глубине проникновения иглы.

### 5.5. СПЕЦИАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА МАСЕЛ И ТВЕРДЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ. АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ

#### 5.5.1. Определение индекса вязкости смазочных масел

Для моторных масел важное эксплуатационное значение имеет вязкостно-температурная характеристика. При низких температурах вязкость масла не должна быть слишком высокой, чтобы не затруднился пуск двигателя. При высокой температуре в цилиндрах работающего двигателя вязкость масла должна оставаться достаточно высокой.

Вязкостно-температурные свойства смазочных масел оценивают следующими показателями: отношение кинематической вязкости масла при  $50^{\circ}\text{C}$  к кинематической вязкости того же масла при  $100^{\circ}\text{C}$ , температурным коэффициентом и индексом вязкости.

Для большинства сортов смазочных масел нормируется индекс вязкости. Индекс вязкости — это сравнительная характеристика вязкостно-температурных свойств масла с соответствующими характеристиками эталонных масел. Принято, что индекс вязкости эталонного масла с пологой кривой вязкости равен 100, индекс вязкости эталонного масла с крутой температурной кривой равен 0. Чтобы определить индекс вязкости исследуемого масла, определяют его кинематическую вязкость при  $50$  и  $100^{\circ}\text{C}$ , а затем по „Таблице значений индекса вязкости смазочных масел” Комитета Стандартов находят искомую величину.

### 5.5.2. Определение стабильности нефтяных масел

В жестких эксплуатационных условиях, когда масла подвергаются воздействию кислорода воздуха, их углеводородные компоненты окисляются. Наиболее стабильными являются масла с малым содержанием смолистых, сернистых и кислородных соединений. Окисление масла приводит к образованию лаковых пленок и нагара на цилиндрах, поршнях, клапанах двигателя, к выходу двигателя из строя. В результате окисления возрастает и коррозионная активность масел.

Масла, которые в условиях эксплуатации не подвергаются нагреву (трансформаторные) также подвержены окислению с образованием кислот и нерастворимых в масле веществ — шлама, что приводит к аварии оборудования.

Для оценки стабильности моторных масел используют следующие методы: определение термоокислительной стабильности по методу Папок; определение моющих свойств по методу ПЗВ в условных баллах; комплексный метод лабораторного испытания и др.

Для оценки термоокислительной стабильности по методу Папок вводят понятия испаряемости, рабочей фракции и склонности к появлению лакообразных отложений (ГОСТ 5737-53). При нагревании тонкого слоя масла в специальных испарительных тарелочках часть его испаряется; эту часть называют испаряемостью и выражают в процентах. Остывшая часть навески представляет собой масло, которое можно извлечь петролейным эфиром, ее называют рабочей фракцией. Углеродистые отложения на дне тарелочки образуют „лак”. Чем меньше испаряемость масла и образование лака, тем масло стабильнее.

Испытание проводят в специальном термостате-лакообразователе при температуре, указанной в стандарте на исследуемое масло. Испарительные тарелочки должны быть тщательно обработаны шлифовальной шкуркой № 5 или 6. Бывшие в употреблении испарители кипятят в щелочном растворе 15-20 мин, и тщательно промывают водой. Лакообразные отложения осторожно соскабливают, после чего испарители опускают

в хлороводородную кислоту на 1–2 мин, промывают в струе проточной воды, протирают и очищают шлифовальной шкуркой. Нагревательный диск термостата также должен быть чистым и пришлифованным к нагревательной пластинке. Очень важно точно взять навеску масла, для этого используют специальную пипетку. При калибровании пипетки масло выпускают порциями по 10 капель, взвешивают и вычисляют, сколько его надо взять, чтобы навеска равнялась 0,05 г.

Термоокислительную стабильность на испарителях по методу Папок (ГОСТ 9352–60) выражают временем (в минутах), в течение которого масло при заданной температуре превращается в остаток, состоящий из 50% рабочей фракции и 50% лака. Испаритель с навесками устанавливают на нагревательный диск через 3–5 мин после достижения указанной в стандарте температуры и пускают секундомер. Первый испаритель снимают с нагревательного диска, когда по цвету масляной пленки видно, что масло окислилось. В дальнейшем через 3–5 мин для масел без присадок и через 5–10 мин для масел с присадками снимают по одному испарителю и проводят охлаждение, взвешивание и экстрагирование.

Рабочую фракцию экстрагируют петролейным эфиром до получения совершенно прозрачного раствора. Затем по приведенным в ГОСТе формулам вычисляют в процентах для каждого испарителя содержание рабочей фракции (РФ) и лака. Строят график зависимости содержания рабочей фракции (РФ) и склонности к образованию лака (Л) от времени (рис. 22).

Проекция точки пересечения кривых на ось абсцисс соответствует времени  $T_{\frac{1}{2}}$  термоокислительной стабильности масла в минутах. Через каждые 100 определений прибор проверяют на контрольном масле.

### 5.5.3. Определение цвета нефтепродуктов

Интенсивность окраски масел и других нефтепродуктов зависит от содержания в них смолистых веществ. По цвету судят о степени очистки нефтепродукта, о пригодности дистиллята для производства масел.

Метод определения цвета на колориметре КН-51 (ГОСТ 2667–52) заключается в сравнении цвета слоя продукта определенной толщины с контрольным цветным стеклом. Прибор снабжен тремя контрольными стеклами № 1, № 2, № 4. В стандарте или ТУ на нефтепродукт указано, по какому номеру стекла проводить испытание. Кроме того, указано, следует ли разбавлять нефтепродукт и какой применять растворитель. При установке прибора необходимо исключить

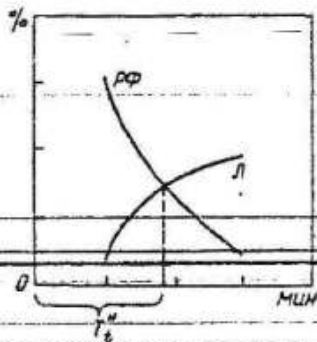


Рис. 22. График зависимости содержания рабочей фракции (РФ) и склонности к образованию лака (Л) от времени

освещение экрана каким-либо посторонним источником света. При подготовке прибора проверяют чистоту экрана и защитных стекол, при необходимости их осторожно протирают ватным тампоном, смоченным спиртом.

Метод определения цвета на колориметре ЦНТ (ГОСТ 20284-74), предназначенном для исследования масел, парафинов и других нефтепродуктов, заключается в визуальном сравнении цвета продукта или его раствора с цветными стеклянными светофильтрами. Светофильтр 2 (рис. 23) после лампы 1 образует белый фон, близкий к дневному свету. На этом фоне сквозь оптическую систему видны кюветы и один из стеклянных фильтров. Фильтры смонтированы на барабане 4 и поочередно вводятся в поле зрения лаборанта. Барабан снабжен цифрами, указывающими номер фильтра. Кюветная камера прикрывается откидной крышкой и вмещает две кюветы — левую 3 для пробы и правую 7 для дистиллированной воды.

При определении помещают кюветы в камеры, включают источник света и, поворачивая барабан с фильтрами, добиваются максимального совпадения цвета продукта с цветом одного из фильтров. Номер фильтра является единицей цвета. Если цвет нефтепродукта более 8,0 единиц ЦНТ, то испытание проводят с разбавлением (15 мл образца и 85 мл растворителя), при этом используют не кюветы, а специальные пробирки.

Необходимо иметь в виду, что при определении цвета петролатума, парафина, церезина и других продуктов на колориметрах КН-51 и ЦНТ пробы нагревают до температуры выше комнатной. Поэтому работать

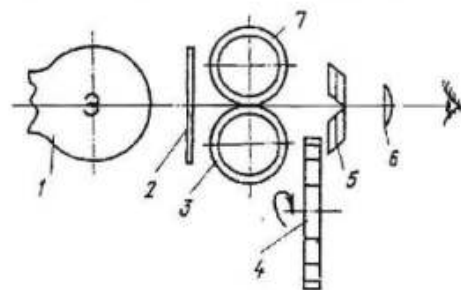


Рис. 23. Оптическая схема колориметра ЦНТ:

1 — лампа; 2 — светофильтр; 3, 7 — кюветы; 4 — поворотный барабан; 5 — призмы; 6 — линза

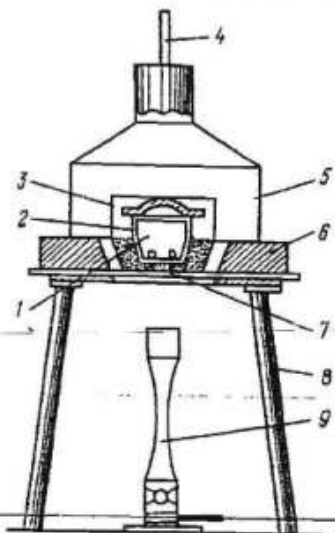


Рис. 24. Аппарат для определения вязкости:

1 — фарфоровый тигель; 2 — внутренний металлический тигель с крышкой; 3 — наружный металлический тигель с крышкой; 4 — указатель максимальной высоты пламени горячих газов, помещенный на трубе колпачка; 5 — колпачок; 6 — муфельная печь; 7 — песок в наружном тигле; 8 — треножник; 9 — горелка

следует быстро, чтобы продукт не остыл, а при параллельном определении пробу готовят заново.

#### 5.5.4. Определение коксуемости

Содержание кокса в маслах и других нефтепродуктах колеблется от 0,1 до 1,0% (иногда до 3,0%) и свидетельствует о недостаточно глубокой очистке. Источником образования кокса являются высокомолекулярные смолистые вещества.

Сущность метода определения коксуемости нефтепродуктов (ГОСТ 19932-74) заключается в сжигании навески и определении массы коксового остатка. Навеску сжигают в фарфоровом тигле, вставленном в два металлических тигля стандартного аппарата (рис. 24). Навеску продукта берут в зависимости от предполагаемой коксуемости. Если при испытании проба пенится, или после сжигания остаток получается вздутый, или на внешней стороне тигля имеется нагар, навеску уменьшают в два раза. Строго соблюдают время горения! Продолжительность нагрева до загорания паров — примерно 11 мин, а процесса горения паров — около 17 мин. Кокс в тигле по внешнему виду должен быть блестящим, чешуйчатым, а для масел с присадками рыхлым.

Коксуемость нефтепродукта  $x$  (в %) вычисляют по формуле:

$$x = m \cdot 100 / m_1,$$

где  $m$  и  $m_1$  — соответственно масса коксового остатка и исследуемого нефтепродукта, г.

Более совершенен метод определения коксуемости (ГОСТ 8852-74), в котором для сжигания пробы продукта используют прибор ЛКН-70. Прибор оснащен автоматическим регулятором температурного режима горения и прокаливанию. Тигли с анализируемым продуктом вставляют в специальные гнезда при помощи щипцов, когда прибор нагревается до 520 °С, о чем сигнализирует лампочка на его пульте

#### 5.5.5. Определение коррозионной активности масел

Коррозионная активность масел зависит от содержания воды, органических кислот и сернистых соединений. Присутствие металла, повышение температуры и воздействие кислорода воздуха усиливают процесс коррозии деталей. В зависимости от назначения масла испытывают воздействие его на различные металлы: свинец, сталь, медь. Результат испытания выражается или изменением цвета, или потерей массы (в г/м<sup>2</sup>) применяемой металлической пластинки.

Коррозионную активность масел и присадок к ним определяют по ГОСТ 20502-75 на приборе ДК-НАМИ. Сущность метода заключается в определении потери массы свинцовой пластинки под воздействием образца масла и воздуха при 140 °С в течение 10 или 25 ч. Свинцовые пластинки перед испытанием должны быть отполированы до блеска; после промывки бензином и просушки к ним нельзя прикасаться руками.

В момент включения вращения кассеты, в гнезда которой вставлены колбочки с маслом и пластижкой, ее необходимо придерживать, нажимая рукой на рукоятку, пока кассета не достигнет нижнего крайнего положения.

Нормативно-технической документацией на различные виды масел предусмотрено определение коррозионного воздействия на металлы по ГОСТ 2917-76. Сущность метода заключается в выдерживании металлической пластижки в испытуемом продукте при повышенной температуре и фиксации изменения внешнего вида пластижки.

В нормативно-технической документации на соответствующее масло указывается марка применяемого металла, температура и продолжительность испытания. Если температура и продолжительность испытания не установлены, то его проводят при 100°С, в течение 3 ч.

Коррозионную активность продукта оценивают в баллах, руководствуясь прилагаемой к ГОСТу таблицей или путем сравнения внешнего вида пластинок с эталонами коррозии. Пластижку и эталон держат таким образом, чтобы свет отражался от них под углом 45°.

При шлифовке пластинок нельзя прикасаться к ним пальцами; используют прокладку из фильтровальной бумаги. Подготовленные пластижки хранят в изооктане. По истечении времени испытания пластинку погружают в изооктан, когда растворятся остатки масла, ее следует сразу промокнуть беззольным фильтром (не вытирая).

#### 5.5.6. Определение температуры плавления

Температуру плавления определяют по ГОСТ 4255-75 на приборе Жукова, который представляет собой прозрачный дьюаровский сосуд с термометром. Сущность метода заключается в определении температуры, при которой закристаллизовывается основная масса предварительно расплавленного продукта.

Образец расплавляют и нагревают до температуры на 15-20°С выше предполагаемой температуры плавления и заливают в прибор на  $\frac{3}{4}$  высоты. Ртутный шарик термометра должен находиться на половине высоты слоя парафина. При спокойном охлаждении продукт может переохладиться; образование кристаллов парафина запаздывает и температура плавления будет заниженной. Поэтому при температуре на 3-4°С выше до предполагаемой температуры плавления содержимое прибора встряхивают до тех пор, пока нефтепродукт не начнет мутнеть. С этого момента включают секундомер и записывают показания термометра через каждую минуту. Температуру, которая сохраняется постоянной в течение трех отсчетов, принимают за температуру плавления.

#### 5.5.7. Определение температуры размягчения

Температура размягчения битума не совпадает с температурой плавления из-за неоднородности его химического состава и является важной характеристикой, по которой судят о возможности применения различных марок битума.

Температуру размягчения определяют по способу кольцо и шар (КиШ) — ГОСТ 11506—73. Залитое битумом кольцо устанавливают в гнездо верхней части прибора. Стеклопластиковую пластинку покрывают тонким слоем смеси талька с глицерином (1 : 3), чтобы битум не прилип к стеклу. В стакан наливают до метки дистиллированную воду с температурой 35 °С. В центр каждого кольца кладут шарик. Собранный прибор нагревают на электроплитке со скоростью 5 °С/мин.

За температуру размягчения принимают температуру, при которой размягченный битум под действием шарика коснется нижней площадки. Если температура размягчения более 80 °С, в стакан наливают глицерин.

### 5.5.8. Определение пенетрации

Одним из основных показателей качества битумов, характеризующим его консистенцию и твердость, является пенетрация — свойство оказывать сопротивление проникновению иглы при стандартной нагрузке при температуре 0 и 25 °С.

У мягкого битума пенетрация выше, т. е. игла будет проникать глубже, чем у твердого. Пенетрацию измеряют в условных градусах, 1 град. соответствует проникновению иглы на 0,1 мм.

Испытание проводят в соответствии с ГОСТ 11501—78. Расплавленный битум наливают в стандартную чашку так, чтобы его уровень не доходил до края на 5 мм, и охлаждают до 28—20 °С. Затем в водяной бане температуру образца доводят до 25 °С. Чашку с битумом переносят в плоский сосуд с водой (25 °С) и устанавливают на столик пенетromетра (рис. 25). При определении пенетрации смазок, парафинов игла заменяется на конус. Подводят конец иглы к поверхности битума. Касание иглы поверхности проверяют по отражению в зеркале. Точная установка достигается вращением столика, затем кремальеру опускают до стержня иглы, стрелку циферблата устанавливают на нуль. Одновременно включают секундомер и нажимают на кнопку прибора, давая игле свободно входить в образец в течение 5 с, затем отпускают кнопку. На циферблате получают значение пенетрации.

Перед параллельным определением иглу необходимо снять, вымыть в бензине,

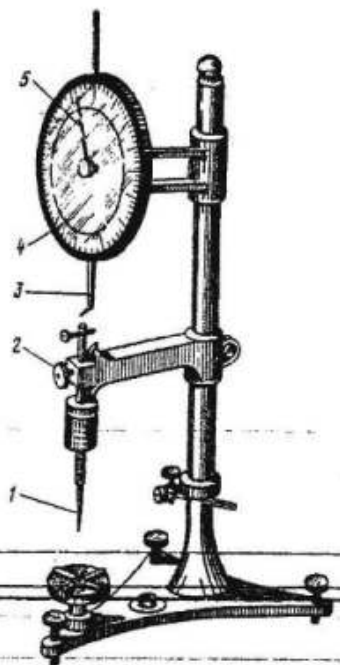


Рис. 25. Пенетрометр:

1 — игла; 2 — пусковая кнопка; 3 — кремальера; 4 — циферблат; 5 — стрелка

просушить. Новые определения делают в различных точках поверхности битума.

При определении пенетрации при  $0^{\circ}\text{C}$  в баню и в сосуд с водой (1 л) помещают воду со льдом. На плунжер прибора надевают дополнительный груз — шайбу массой 100 г, а время погружения иглы — 60 с. Необходимо следить, чтобы столик прибора был установлен строго горизонтально по уровню или отвесу.

### 5.5.9. Определение растяжимости (дуктильности) битума

Растяжимость — это способность битума вытягиваться в тонкие нити под действием приложенной силы. Это условная техническая величина вместе с температурой размягчения и пенетрацией характеризует степень эластичности битума. Чем нити длиннее и тоньше, тем битум лучше противостоит механическим воздействиям. С увеличением содержания смол — битум эластичнее, а увеличение содержания парафина и асфальтенов ухудшает растяжимость.

Растяжимость нефтяных битумов определяют по ГОСТ 11505—75. Сущность метода заключается в определении длины, на которую может растянуться без разрыва битум, налитый в форму, раздвигаемую с постоянной скоростью при заданной температуре.

Перед испытанием битум необходимо расплавить и процедить через специальную сетку. Затем его снова расплавляют и наливают в три специальные формы (восьмерки), установленные на пластинки, и охлаждают до комнатной температуры. Излишек срезают горячим ножом от середины к краям. Форма должна быть заполнена вровень с краями. Чтобы битум не прилип к форме и пластине, их смазывают тальком с глицерином. Образцы выдерживают в ванне дуктилометра не менее 1 ч так, чтобы слой воды над битумом был не менее 25 мм. В зависимости от требований, температура в дуктилометре поддерживается 25 или  $0^{\circ}\text{C}$ .

Если плотность битума сильно отличается от плотности воды (при растяжении нити битума всплывают или тонут), плотность воды увеличивают добавлением раствора поваренной соли, глицерина или уменьшают добавлением этилового спирта.

## Глава 6

### ОСНОВНЫЕ УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

#### 6.1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

В нефтезаводских лабораториях проводят работы, связанные с применением горячих и легко воспламеняющихся нефтепродуктов, сильных кислот, ядовитых веществ. В лаборатории применяют различные механизмы, электрические приборы и оборудование, неумелое обращение с которыми может привести к тяжелым травмам.

На все виды работ разработаны специальные инструкции, которые должны находиться на рабочих местах. Лаборант допускается к самостоятельной работе после прохождения инструктажа по технике безопасности, пожаро- и газобезопасности в отделе техники безопасности, изучения инструкций и стажировки на рабочем месте и проверки полученных знаний комиссией.

Лаборант несет ответственность за нарушение правил безопасности, изложенных в инструкциях. Нарушением правил безопасности считается: выдача руководителем распоряжений, противоречащих инструкциям, самостоятельное возобновление остановленных работ, принятие мер по устранению нарушений правил и инструкций как самим рабочим, так и другими лицами в их присутствии, использование не по назначению пожарного инвентаря и средств индивидуальной защиты.

Вход в помещение лаборатории посторонним лицам запрещается.

На территории завода разрешается ходить только по пешеходным дорожкам с твердым покрытием и освещенным в ночное время.

Нельзя выносить за пределы завода спецодежду, спецобувь, спецмолоко и индивидуальные средства защиты: противогаз, фартук, резиновые перчатки, очки.

Места, где возможно выделение или скопление газов, называют газоопасными. К ним относятся лотки, колодцы, резервуарные парки, различные углубления. Работу в газоопасных местах проводят по специальным инструкциям.

На всей заводской территории и в помещениях (за исключением специально отведенных мест) запрещается применение открытого огня и курение. Запрещается сушить спецодежду на горячих поверхностях трубопроводов. Для этого предназначены сушилки. Прием пищи и молока разрешается только в специальной комнате.

Работник, обнаруживший несчастный случай, должен сообщить об этом администрации, в здравпункт или газоспасательной службе (при отравлении) и приступить к оказанию помощи пострадавшему.

Помещения лабораторий оборудуются фекальной и промышленной канализацией. На выпусках в колодцы имеются гидравлические затворы для предотвращения попадания газов из канализационной сети в помещение и распространения огня при загорании.

Слив в фекальную канализацию химических веществ не допускается. Не допускается спуск в промышленную канализацию токсичных, пожаро- и взрывоопасных веществ, кислот, щелочей, а также потоков, смешение которых может привести к реакциям, сопровождающимся выделением тепла, токсичных газов и т. д.

При неисправной канализации работа запрещается.

---

## 6.2. ВЕНТИЛЯЦИЯ И ОТОПЛЕНИЕ

Вентиляция бывает естественной (воздух поступает через окна, двери, аэрационные фонари, дефлекторы) и искусственной (воздухообмен осуществляется при помощи приточных и вытяжных вентиляторов).

Вентиляция включается за 15 мин до начала работы. При неисправной вентиляции работать запрещается.

Все операции, сопровождающиеся выделением вредных паров и газов, проводят в вытяжных шкафах. Скорость всасывания воздуха в сечение открытого окна шкафа — 0,5–0,7 м/с, а при работе с особо вредными веществами (ртуть, сероводород и др.) — 1–1,5 м/с. Воздуховоды и стенки вытяжных шкафов не реже одного раза в месяц должны очищаться от отложений. Светильники внутри вытяжных шкафов должны быть во взрывозащищенном исполнении, а выключатели, розетки, ЛАТРы устанавливаются вне шкафа. Дверцы вытяжных шкафов должны быть по возможности закрытыми.

Лаборант должен четко знать расположение кнопок включения и выключения вентиляторов.

Для поддержания нормальной температуры в рабочих комнатах (18–21 °С) кроме батарей центрального отопления, воздух нагревают в калориферах систем приточной вентиляции. Подогрев или охлаждение воздуха осуществляется также при помощи кондиционеров.

### 6.3. УСЛОВИЯ ПОЖАРНОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

Каждое помещение лаборатории обеспечивается первичными средствами пожаротушения: песком, кошмой или асбестовым одеялом, пенным или углекислотным огнетушителями. Количество легковоспламеняющихся и горючих жидкостей в рабочих помещениях не должно превышать суточной потребности. Эти жидкости должны храниться в герметичной таре, в специальном металлическом ящике с плотно закрывающейся крышкой, стенки и дно которого выложены асбестом. Ящик должен быть установлен на полу вдали от выходов нагревательных приборов с удобным подходом к нему.

Запрещается мыть пол бензином, керосином и другими легковоспламеняющимися жидкостями, оставлять неубранным разлитый нефтепродукт, проводить его уборку при горящих горелках, оставлять без присмотра рабочее место при работах, связанных с огневым нагревом. Грязную ветошь собирают в ведре с плотной металлической крышкой.

Столы, на которых производится нагревание огнем и разгонка нефтепродуктов, должны быть покрыты негорючим материалом, иметь бортики высотой 2 см для предотвращения растекания продукта.

Зажигание газовых горелок допускается только спичками или поднесением другой горячей горелки. Подносить горящую бумагу и зажигать от нее горелки запрещается.

При разгонке и нагреве нефти и нефтепродуктов не допускается загрузка аппарата горючими веществами, наличие около приемника огня.

#### 6.4. РАБОТА С ЯДОВИТЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ И СЕЛЕКТИВНЫМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ

К ядовитым веществам относятся цианистые, мышьяковистые, ртутные, свинцовые соединения, метиловый спирт, оксид углерода, хлор, дымящие кислоты, дихлорэтан и др.

К селективным растворителям относятся нитробензол, анилин, фурфурол, фенол, толуол, метилэтилкетон (МЭК).

Работу с ядовитыми веществами и селективными растворителями следует производить только в вытяжном шкафу, причем предварительно нужно убедиться в исправности тяги. Дверцы вытяжного шкафа должны быть закрыты. При попадании капель на спецодежду необходимо переодеться.

Получение ядовитых веществ и расходование оформляется в журнале учета.

Вентиляционная система помещения, где ведутся работы с такими веществами, не должна быть связанной с другими помещениями.

Отработанные ядовитые вещества необходимо сливать в специально отведенное место вне помещения лаборатории. Слив в общую канализацию запрещается.

Хранить ядовитые вещества необходимо в герметически закрытой посуде или при строгом учете и контроле. На посуде должна быть этикетка с пометкой „яд“.

Работать с ядовитыми веществами разрешается только в резиновых перчатках, надетых под рукава халата. После работы, не снимая перчаток, необходимо промыть их водой, снять перчатки, тщательно вымыть руки водой с мылом.

Бумагу, тряпки, пропитанные ядовитыми веществами, необходимо складывать в специальное ведро с крышкой (ведро должно стоять в вытяжном шкафу). После окончания смены ведро вынести в специально отведенное место.

При разливе ядовитых веществ и селективных растворителей старший по смене организует уборку с использованием средств индивидуальной защиты: противогаза марки БКФ, резиновых перчаток, фартука, резиновых сапог, сообщает о случившемся руководству лаборатории и в газоспасательную службу.

Ядовитые вещества, проникая в организм человека через кожу или дыхательные пути, вызывают отравления. Признаками отравления являются слабость, головная боль, головокружение, резь в глазах, удушье, тошнота, рвота. При острых отравлениях наблюдается потеря сознания, остановка дыхания, судороги.

При первых признаках отравления пострадавшего следует вывести из загазованного помещения, обеспечить доступ свежего воздуха, напоить молоком или чаем, вызвать скорую помощь. В случае потери сознания дать понюхать нашатырный спирт, до прибытия врача делать искусственное дыхание. При попадании ядовитых веществ и селективных

растворителей на кожу пораженный участок тщательно обмыть теплой водой с мылом, обратиться к врачу. Капли анилина следует снять ватой или фильтровальной бумагой, а затем облитый участок кожи промыть 15 %-ной уксусной кислотой и водой.

При попадании растворителя в глаза их промывают, погрузив лицо в воду, часто моргая, после чего следует обратиться к врачу.

При разливе этилированного бензина рабочее место обрабатывают кашицей хлорной извести, затем керосином.

## 6.5. РАБОТА С ГАЗОВЫМИ БАЛЛОНАМИ

В помещении лаборатории разрешается использовать только баллоны с инертными газами, баллоны с горючими газами устанавливают вне здания.

Лаборант должен знать отличительную окраску баллонов. Баллоны должны храниться с накрученными предохранительными колпачками. Газ должен подаваться через редуктор с манометром по газопроводу, снабженному на рабочем месте вентиляем.

Из каждого баллона, поступающего для работы в лаборатории, отбирают пробу газа для анализа. Результат анализа записывают в журнал.

Все операции по транспортировке, подключению баллонов и т. д. проводят слесари, имеющие удостоверения на право обслуживания баллонов.

Лаборант имеет право открывать и закрывать маховик 3 вентиля 2 (рис. 26) и уменьшать или увеличивать давление после редуктора при помощи регулировочного вентиля 9.

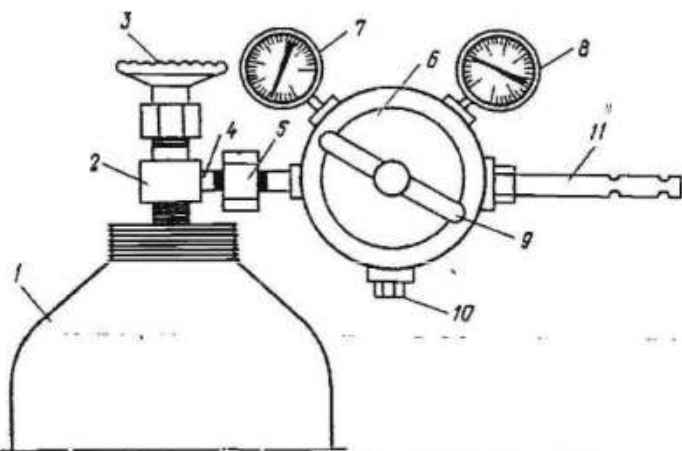


Рис. 26. Подсоединение газового редуктора к баллону.

1 — баллон; 2 — вентиль; 3 — маховик; 4 — штуцер; 5 — накидная гайка; 6 — редуктор; 7 — манометр высокого давления; 8 — манометр низкого давления; 9 — регулировочный вентиль; 10 — предохранительный клапан; 11 — патрубок для выхода газа из редуктора.

Запрещается работать с неисправными баллонами, проводить какой-либо ремонт. В этих случаях мелом делают запись „полный, неисправен“. По израсходовании газа до допустимого остаточного давления на баллоне мелом делается надпись „пустой“.

#### 6.6. РАБОТА С МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ РТУТЬЮ

Ртуть хранят в толстостенной посуде с притертыми пробками или в железной посуде (с герметическими пробками), устанавливаемой на противнях. Стеклоянная тара для ртути должна иметь вместимость не более 500 см<sup>3</sup>.

Работу с ртутью проводят в отдельном специально оборудованном помещении. Право открывать сосуд с ртутью предоставляется только специально выделенному для этого обученному работнику.

Если при разборке аппаратов будут обнаружены амальгамированные детали (соединения ртути с металлами), то хранить их следует в специальных сосудах, заполненных водой, только в том помещении, где разбирают аппарат.

В барометрах и вакуумметрах, где ртуть находится в открытых сосудах, необходимо для предотвращения испарения заливать ее слоем чистого глицерина толщиной 1–2 мм.

Запрещается брать ртуть в руки, а также отсасывать или нагнетать воздух в аппарат ртом.

Ртуть для работы в лаборатории должна выдаваться только с разрешения начальника лаборатории, в количестве, не превышающем дневную потребность. В лаборатории ртуть необходимо хранить в вытяжном шкафу.

Стол, на которых работают со ртутью, должны быть снабжены бортами высотой не менее 1 см и иметь отверстия для ее стока, не должны иметь ящичков, шкафчиков. Рабочая поверхность стола должна быть покрыта линолеумом. Под отверстиями стока должен быть установлен сосуд с водой, который надо ежедневно освобождать от собранной ртути.

Выступающие стеклянные части аппаратуры для предупреждения поломки и проливания ртути должны иметь ограждения. Наполнение приборов или аппаратов ртутью следует проводить только на противнях, под наблюдением ответственного лица, внутри вытяжных шкафов.

Пролитая ртуть должна быть немедленно и тщательно собрана в герметичный стеклянный баллон или эмалированную стеклянную посуду. При этом необходимо пользоваться резиновой грушей, водоструйным вакуумным насосом. Полноту сбора проверяют с помощью лупы. Удалить с пола остаточную ртуть необходимо ветошью, смоченной 20%-ным раствором перхлората железа.

В процессе работы и по окончании ее необходимо очищать рабочее место и аппаратуру от мельчайших капель ртути. Необходимо ежедневно проводить влажную уборку помещения. Пол, стены, столы и другую мебель предварительно обмывают мыльной водой, затем протирают 20%-ным

раствором перхлората железа, после чего повторно обмывают мыльной водой.

Не реже одного раза в 2 недели следует проводить в помещении анализ воздуха на содержание в нем паров ртути. При обнаружении в воздухе паров ртути повышенной концентрации необходимо провести уборку и дополнительные анализы воздушной среды.

Для сливания загрязненной ртути должна иметься банка с водой, закрытая каучуковой пробкой.

В помещении, где работают со ртутью, запрещается хранение и прием пищи. Перед приемом пищи работающие со ртутью должны снять спецодежду, вымыть руки теплой водой с мылом и щеткой, тщательно прополоскать рот слабым раствором марганцевокислого калия (розового цвета) и почистить зубы.

После окончания работы рабочий обязан снять спецодежду, очистить ее при помощи пылесоса или ручных мехов, убрать в шкаф, прополоскать рот слабым раствором марганцевокислого калия, принять душ.

#### **6.7. РАБОТА С ЭЛЕКТРОНАГРЕВАТЕЛЬНЫМИ ПРИБОРАМИ**

Электрический ток может вызвать у человека электрический удар, электротравму, может привести к загоранию. При работе с электронагревательными приборами необходимо соблюдать следующие правила: включать приборы в сеть, напряжение которой соответствует напряжению прибора; проверить исправность розетки, штепсельной вилки, изоляции провода, заземления; проверить, хорошо ли уложена спираль в пазы керамики. Кожух прибора и нагреваемая посуда не должны касаться электроспирали. Между деревянной поверхностью и электронагревательным прибором должен лежать лист асбеста или керамика. Если включение производится через реостат или ЛАТР, они должны быть сначала выведены на нуль, а через некоторое время постепенно увеличивают накал. В случае попадания на прибор нефтепродукта, кислоты, раствора солей он должен быть немедленно выключен. При выключении электронагревательного прибора сначала выводят на нуль ЛАТР или реостат.

Неисправности приборов устраняют электрики, которые проверяют также полученные со склада новые приборы.

#### **6.8. ОКАЗАНИЕ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ ПОСТРАДАВШИМ**

При поражении электрическим током необходимо немедленно прекратить контакт пострадавшего с электроприбором. Оказывающий помощь должен надеть резиновые перчатки, положить под него изолирующий коврик или кошму. Оттягивать пострадавшего от провода следует за концы одежды, не прикасаясь к телу незащищенными руками. Уложив пострадавшего и тепло укрыв, вызвать скорую помощь.

При отсутствии сознания у пострадавшего, но при наличии пульса и дыхания до прибытия скорой помощи освободить его от стесняющей одежды, дать понюхать нашатырный спирт с ватного тампона.

При тяжелых поражениях током, отравлениях, отсутствии признаков жизни немедленно приступить к искусственному дыханию.

Метод проведения искусственной вентиляции легких способом „рот в рот” или „рот в нос” заключается в следующем: пострадавшего выносят на свежий воздух, кладут на спину, освобождают от сдавливающих частей одежды. При необходимости освобождают ротовую полость от инородных тел, повернув голову набок. Необходимо устранить западание языка. Оказывающий помощь большим и указательным пальцем закрывает носовые ходы пострадавшего, сделав глубокий вдох, производит короткий энергичный выдох в рот пострадавшего, при этом грудная клетка последнего должна приподняться. Выдох происходит за счет эластичности легкого. Когда зубы пострадавшего стиснуты, применяют способ „рот в нос”. Если искусственное дыхание проводит один человек, необходимо сделать 2 вдувания, а затем 15 нажатий на грудину — закрытый массаж сердца (соотношение 2 : 15). Если помощь оказывают 2 человека, то один проводит дыхание, а второй массаж сердца (1 : 15). Он становится с левой стороны пострадавшего, ладонь накладывается на границе нижней и средней части грудины, вторую ладонь на первую под прямым углом. Грудину плавно смещают в сторону позвоночника на 4—5 см.

## Глава 7

### ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТ И ОБЯЗАННОСТИ ЛАБОРАНТА ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

В соответствии с общими положениями Единого тарифно-квалификационного справочника лаборант химического анализа помимо работ, перечисленных в тарифно-квалификационной характеристике, присвоенного ему разряда должен знать:

- рациональную организацию труда на своем рабочем месте;
- правила технической эксплуатации и ухода за оборудованием, приспособлениями, инструментами, с которыми он работает;
- виды брака и причины, его порождающие;
- безопасные и санитарно-гигиенические методы труда, основные средства и приемы предупреждения и тушения пожаров на своем рабочем месте;
- производительную (должностную) инструкцию и правила внутреннего трудового распорядка;
- экономическую политику партии и особенности современного этапа развития экономики страны, задачи пятилетнего плана;

пути повышения эффективности производства — повышение производительности труда, улучшение качества выпускаемой продукции, экономия материальных ресурсов на участке, в бригаде, на своем рабочем месте, снижение себестоимости продукции, применение хозяйственного расчета, бригадных форм организации труда;

назначение и порядок установления тарифных ставок, норм и расценок, установления технически обоснованных норм;

формы и системы заработной платы, условия оплаты при совмещении профессий, особенности оплаты труда и распределения заработка в бригаде;

роль социалистического соревнования и движения за коммунистическое отношение к труду в борьбе за выполнение и перевыполнение производственных планов, в укреплении дисциплины, опыт работы новаторов производства и передовых коллективов, использующих достижения науки и техники;

основные показатели производственных планов предприятия, цеха, бригады и своего личного плана;

основное содержание Закона СССР о полномочиях трудовых коллективов, формы участия рабочих в управлении производством.

**Лаборант химического анализа 2 разряда.** Проведение простых однородных двух-трех видов анализов по принятой методике без предварительного разделения компонентов. Выполнение капельного анализа электролита и других веществ с помощью реактивов, фильтровальной бумаги, фарфоровой пластинки. Определение содержания воды, плотности жидкостей, температуры вспышки в открытом тигле, вязкости, состав газа на аппарате Орса. Разгонка нефтепродуктов и других жидких веществ по Энглеру. Определение плотности жидких веществ ареометром, щелочности среды и температуры каплепадения. Определение температуры плавления и застывания горючих материалов. Участие в приготовлении титрованных растворов. Определение влажности (в %) в анализируемых материалах с применением химико-технических весов. Приготовление средних проб жидких и твердых материалов для анализа. Наблюдение за работой лабораторной установки, запись ее показаний под руководством лаборанта более высокой квалификации.

Лаборант должен знать: методику проведения простых анализов; элементарные основы общей и аналитической химии; правила обслуживания лабораторного оборудования, аппаратуры и контрольно-измерительных приборов; цвета, присущие тому или иному элементу, находящемуся в анализируемом веществе; свойства кислот, щелочей, индикаторов и других применяемых реактивов, правила приготовления средних проб.

**Лаборант химического анализа 3 разряда.** Проведение анализов средней сложности по принятой методике без предварительного разделения компонентов. Определение содержания вещества (в %) путем осаждения, фильтрования, прокаливания и взвешивания. Определение вязкости, растворимости, плотности материалов и веществ пикнометром,

индукционного периода, давления насыщенных паров, кислотности и коксусемости анализируемых продуктов, температуры вспышки в закрытом тигле и застывания нефти и нефтепродуктов. Проверка несложных титров. Проведение разнообразных анализов химического состава топлив и минеральных масел. Определение содержания серы и хлоридов в нефти и нефтепродуктах. Взвешивание анализируемых материалов на аналитических весах. Наладка лабораторного оборудования. Сборка лабораторных установок по имеющимся схемам под руководством лаборанта более высокой квалификации. Наблюдение за работой лабораторной установки и запись ее показаний.

Лаборант должен знать: основы общей и аналитической химии; способы установки и проверки титров; свойства применяемых реактивов и предъявляемые к ним требования; методику проведения анализов средней сложности и свойства применяемых реагентов; ГОСТы на выполняемые анализы и товарные продукты по обслуживаемому участку; правила пользования аналитическими весами, электролизной установкой, фотокалориметром, рефрактометром и другими аналогичными приборами; требования, предъявляемые к качеству проб и проводимых анализов; процессы растворения, фильтрации, экстракции и кристаллизации; правила наладки лабораторного оборудования.

Лаборант химического анализа 4 разряда. Проведение сложных анализов составов растворов, реактивов, нефти и нефтепродуктов, готовой продукции, вспомогательных материалов, отходов, удобрений, кислот, солей по установленной методике. Установление и проверка сложных титров. Определение нитрозности и крепости кислот. Выполнение анализа ситовым и электровесовым методом по степени концентрации растворов. Полный анализ газов на аппаратах ВТИ, газофракционных аппаратах и хроматографах. Составление сложных реактивов и проверка их годности. Проведение в лабораторных условиях синтеза по заданной методике. Определение степени конверсии аммиака или окисленности нитрольных газов. Определение теплотворной способности топлива. Оформление и расчет результатов анализа. Сборка лабораторных установок по имеющимся схемам. Проведение арбитражных анализов простых и средней сложности.

Лаборант должен знать: общие основы аналитической и физической химии; назначение и свойства применяемых реактивов; правила сборки лабораторных установок; способы определения массы и объема химикатов; способы приготовления сложных титрованных растворов; правила взвешивания осадков на аналитических весах и проведения необходимых расчетов по результатам анализа; правила пользования контрольно-измерительными приборами и весами различных типов; технические условия и ГОСТы на проводимые анализы; правила ведения технической документации на выполняемые работы.

Лаборант химического анализа 5 разряда. Проведение анализов с применением радиоактивных элементов. Проведение анализа сложных смесей взрывоопасных органических веществ методами с применением

хроматографов, основанном на применении электронных схем и с исполнением сложного расчета хроматограмм. Участие в разработках новых методик для химических анализов. Проведение сложных арбитражных анализов. Метрологическая оценка результатов нестандартных анализов. Апробация методик, рекомендованных к гостированию. Наладка обслуживаемого оборудования.

Лаборант должен знать: основы общей, аналитической и физической химии; физико-химические методы анализа; основы разработки и выбора методики проведения анализов; свойства радиоактивных элементов и правила работы с ними; устройство приборов и аппаратов и порядок работы на них.

Требуется среднее специальное образование.

### РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. *Суханов В. П.* Переработка нефти. М.: Высшая школа. 1979.
2. *Мусакин А. П., Рачинский Ф. Ю., Суглобова К. Д.* Оборудование химических лабораторий. Справочник. Л.: Химия, 1978.
3. *Правдин П. Р.* Лабораторные приборы и оборудование из стекла. М.: Химия, 1978.
4. *Петров М. М., Михалев Л. А., Кукушкин Ю. Н.* Неорганическая химия. Л.: Химия, 1974.
5. Нефтепродукты. Методы испытаний. М.: Издательство стандартов. Ч. 1 и 2. 1977.
6. Нефтепродукты. Масла и смазки. Нефтепродукты промышленного и бытового потребления. Методы испытаний. М.: Издательство стандартов. 1977.
7. Нефтепродукты. Топлива. Битумы. Парафины. Растворители. М.: Издательство стандартов. 1977.
8. Нефтепродукты. Масла. Смазки. Присадки. М.: Издательство стандартов. 1977.
9. *Рыбак Б. М.* Анализ нефти и нефтепродуктов. М.: ГНТИ нефтяной и горно-топливной литературы. 1962.
10. *Борова М. С.* Лаборант нефтяной и газовой лаборатории. М.: Недра, 1968.
11. *Белянин Б. В., Эрих В. Н.* Технический анализ нефтепродуктов и газа. Л.: Химия. 1975.
12. *Воскресенский П. И.* Техника лабораторных работ. М.: Химия. 1973.
13. *Захаров Л. Н.* Начала техники лабораторных работ. Л.: Химия, 1975.
14. *Сусленникова В. М., Киселева Е. К.* Руководство по приготовлению титрованных растворов. Л.: Химия, 1978.
15. Правила безопасности при эксплуатации нефтегазоперерабатывающих заводов. ЦНИИТЭнефтехим. М., 1975.
16. Организация заводских химических лабораторий / Под редакцией Ю. С. Ляпкина. М.: Высшая школа. 1975.

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ВЕЛИЧИНЫ И ЕДИНИЦЫ  
МЕЖДУНАРОДНОЙ СИСТЕМЫ (СИ)**

Величина	Единица СИ
Атомная масса (относительная), $A_r$	атомная единица массы, а.е.м.
Внутренняя энергия, $U$	джоуль, Дж
Волновое число, $\tilde{\nu}$	метр в минус первой степени, $\text{м}^{-1}$
Время, $t$	секунда, с
Давление, $p$	паскаль, Па
Дипольный момент, $\vec{p}$	кулон-метр, Кл·м
Диэлектрическая проницаемость (относительная), $\epsilon_r$	—
Длина, $l$	метр, м
Длина волны, $\lambda$	метр, м
Импульс, $p$	килограмм-метр в секунду, кг·м/с
Количество вещества, $n$	моль, моль
Количество движения см. Импульс	
Количество теплоты, $Q$	джоуль, Дж
Количество электричества, $q$	кулон, Кл
Магнитный момент, $\vec{\mu}$	ампер-квадратный метр, А·м <sup>2</sup>
Масса, $m$	килограмм, кг
Массовая доля, $w$	—
Массовая концентрация, $\rho$	килограмм на кубический метр, кг/м <sup>3</sup>
Молекулярная масса (относительная), $M_r$	атомная единица массы, а.е.м.
Мольная (молярная) доля, $x$	—
Мольная (молярная) масса, $M$	килограмм на моль, кг/моль
Мольный (молярный) объем, $V_M$	кубический метр на моль, м <sup>3</sup> /моль
Молярная концентрация, $C_m$	моль на килограмм, моль/кг
Молярная концентрация, $C$	моль на кубический метр, моль/м <sup>3</sup>
Мощность, $P$	ватт, Вт
Объем, $V$	кубический метр, м <sup>3</sup>
Объемная доля, $v$	—
Период, $T$ см. Время	
Плотность, $\rho$	килограмм на кубический метр, кг/м <sup>3</sup>
Плотность относительная, $d$	—
Площадь, $A(S)$	квадратный метр, м <sup>2</sup>
Поверхностное натяжение, $\sigma$	джоуль на квадратный метр, Дж/м <sup>2</sup>
Работа, $W(A)$	ньютон на метр, Н/м
Разность потенциалов, $\Delta U$	джоуль, Дж
Растворимости коэффициент, $k_s$	вольт, В
Сила, $F$	—
Сила света, $I$	ньютон, Н
Сила электрического тока, $I$	кандела, кд
Скорость реакции, $v$	ампер, А
Температура термодинамическая, $T$	моль в секунду, моль/с
Температура Цельсия, $t$	кельвин, К
Теплоемкость, $C$	градус Цельсия, °С
Теплопроводности коэффициент, $\lambda$	джоуль на кельвин, Дж/К
Теплота см. Количество теплоты	ватт на метр-кельвин, Вт/(м·К)

Величина	Единица СИ
Угол плоский, $\alpha, \beta, \gamma, \theta, \varphi$ )	радиан, рад
Угол телесный, $\omega$	стерадиан, ср
Химический потенциал вещества, $\mu$	джоуль на моль, Дж/моль
Частота, $\nu$	герц, Гц
Электрическая проводимость, $\lambda$	сименс, См
Электрический заряд (относительный), $v \pm (q \pm, Z \pm, \delta \pm)$	элементарный электрический заряд, э.э.д.
Электрический потенциал, $V(\varphi)$	вольт, В
Электрическое напряжение, $U$	вольт, В
Электрическое сопротивление, $R$	ом, Ом
Электродвижущая сила, $\Delta E$	вольт, В
Энергия, $E$	джоуль, Дж
Энергия Гельмгольца, $A$	джоуль, Дж
Энергия Гиббса образования вещества, $\Delta G$	джоуль на моль, Дж/моль
Энергия Гиббса реакции, $\Delta G$	джоуль, Дж
Энтальпия образования вещества, $\Delta H$	джоуль на моль, Дж/моль
Энтальпия реакции, $\Delta H$	джоуль
Энтропия вещества, $S$	джоуль на кельвин-моль, Дж/(К.моль)
Энтропия реакции, $\Delta S$	джоуль на кельвин, Дж/К