

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ПОЛТАВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ПЕДАГОГІЧНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ імені В. Г. КОРОЛЕНКА**

# **Лабораторний практикум з аналізу нафти та нафтопродуктів**

**Навчальний посібник**



**Полтава, 2023**

**УДК 543(075.8)**

Затверджено на засіданні  
Вченої ради ПНТУ імені В.Г. Короленка  
(Протокол №14 від 30 червня 2023 року)

Укладачі: Кузнецова Тетяна Юріївна кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії та методики викладання хімії Полтавського національного педагогічного університету імені В. Г. Короленка, Сіра Наталія Василіївна кандидат геологічних наук, доцент кафедри хімії та методики викладання хімії Полтавського національного педагогічного університету імені В. Г. Короленка

**РЕЦЕНЗЕНТИ:**

Кандидат хімічних наук, доцент, В.Ю.Крикунова

Кандидат хімічних наук, доцент, В.І.Шинкаренко.

Кузнецова Т. Ю., Сіра Н. В. Лабораторний практикум з аналізу нафти та нафтопродуктів : навчальний посібник. Полтава : ПНПУ імені В. Г. Короленка, 2023. 54 с.

Навчальний посібник містить матеріал для підготовки до лабораторних занять та самостійної роботи здобувачів освіти спеціальності 102 Хімія: теоретичні питання для самостійної підготовки студентів, методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт з аналізу нафти та нафтопродуктів, завдання для самостійної роботи та список рекомендованої літератури для підготовки. Для кожної роботи надано короткі теоретичні відомості, вказівки щодо виконання лабораторних робіт та оформлення звіту. Навчальний посібник містить рекомендації щодо організації самостійної роботи студентів.

© Кузнецова Т.Ю., Сіра Н.В. 2023

© ПНТУ імені В.Г. Короленка, 2023

## **Лабораторна робота № 1.**

**Тема:** ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ПРИ ВИКОНАННІ РОБІТ ПО АНАЛІЗУ НАФТИ І НАФТОПРОДУКТІВ.

**Мета роботи.** Розглянути правила техніки безпеки при роботах у хімічних лабораторіях.

**Питання для підготовки:**

1. Назвіть та охарактеризуйте основні етапи, що історично склалися у розвитку поглядів на походження нафти.
2. Назвіть вчених, якими вперше було висунуто органічну і неорганічну теорії походження нафти та проаналізуйте в чому вони суперечать.
3. Які тези покладені в основу гіпотез органічного походження нафти?
4. Сучасний стан паливно - енергетичного комплексу України.
5. Важливі родовища нафти. Розподіл їх за регіонами.
6. Теорії походження нафти.

### **Хід роботи**

Лабораторні роботи проводяться в спеціально обладнаній хімічній лабораторії. У загальне користування в лабораторії надаються аналітичні ваги, електричні плити, сушильні шафи, муфельна піч, робота з якими вимагає суворого дотримання правил і вимог, викладених в інструкціях до цих приладів.

## **1.ПРАВИЛА З ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ**

### **Загальні положення**

1. Усі співробітники і студенти несуть відповідальність за невиконання правил техніки безпеки і виробничої санітарії при виконанні хімічних робіт.
2. До роботи в хімічній лабораторії допускаються особи, які ознайомлені з правилами техніки безпеки
3. При виконанні всіх робіт треба бути максимально обережними, пам'ятати, що необережність, неухважність, недостатнє знання властивостей

речовин і правил роботи з приладами може бути причиною нещасного випадку. При використанні речовин, фізіологічні властивості яких не відомі, поводитися з ними треба так, як з високотоксичними речовинами.

4. Не зберігати ніяких речовин у посуді без етикеток чи надписів.

5. Пити, приймати їжу в хімічній лабораторії категорично заборонено! Нюхати будь-які речовини в лабораторії слід обережно, не нахиляючись над посудом і не вдихати на повні груди, а направляючи до себе пари чи газу рукою. Сильні отрути взагалі нюхати не можна.

6. Виносити з лабораторії реактиви, передавати їх стороннім особам категорично заборонено.

7. Більшість органічних речовин є леткими і горючими. Пари їх вибухонебезпечні. Тому нагрівання таких речовин треба проводити особливо обережно.

8. Усі працюючі в лабораторії повинні мати халати для захисту верхнього одягу від пошкоджень хімічними речовинами.

9. У лабораторії повинні бути протипожежні засоби: вогнегасник, ящик з піском, протипожежна ковдра.

10. Студенту забороняється працювати в лабораторії одному, а також при відсутності викладача чи лаборанта.

### **Вимоги безпеки перед початком роботи**

1. Приміщення, в якому проводяться хімічні роботи (лабораторія, кабінет) повинно мати добре діючу витяжну шафу.

2. Хімічні лабораторії і кабінети повинні мати постійний приток свіжого повітря, що досягається шляхом природної вентиляції (відкриті вікна, кватирки).

3. Робочі місця повинні бути добре освітлені як природним, так і штучним освітленням.

4. До робочих місць підведені газові пальники, які повинні мати загальний запірний кран. Перевірка стану газових пальників і кранів повинна проводитись систематично.

5. Робочі столи повинні бути покриті вогнетривким і антикорозійним матеріалом.

6. На робочому місці повинні знаходитись лише реактиви і посуд, необхідні для роботи. Не загромождайте столи сторонніми речами.

7. Не залишайте запалених пальників і ввімкнених ламп, нагрівальних приладів, виходячи з лабораторії навіть ненадовго.

### **Вимоги безпеки під час виконання роботи**

1. При виконанні хімічних дослідів суворо дотримуйтесь вимог методики, яка описана в практикумі.

2. Виконувати можна лише ті досліди і спроби, які передбачені планом заняття.

3. Беручи речовину для дослідів, треба уважно читати етикетку, а при найменшому сумніві наводити довідку або проводити перевірку.

4. Пробірку, в якій нагрівається рідина, слід тримати отвором вбік, а не до себе чи до сусіда. Рідина внаслідок перегрівання нерідко викидається з пробірки. Для попередження цього треба прогрівати весь вміст пробірки.

5. Будь який прилад перед дослідом повинен бути ретельно оглянутий і перевірений. Неприпустимо проведення дослідів, під час яких виділяється газ, або відбувається нагрівання в герметично закритому посуді.

6. Не нагрівати плоскодонних колб та іншого плоскодонного посуду на відкритому вогні, необхідно підкладати азбестові сітки або просто лист азбесту.

7. При виконанні особливо небезпечних дослідів користуйтеся засобами індивідуального захисту (гумові рукавички, окуляри, тощо).

8. Подрібнення їдких лугів, натронного вапна, йоду, солей двохромової кислоти, солей аніліну та інших речовин, що дають отруйний газ або пил, а також усі маніпуляції з отруйними газами і парами проробляти у витяжній шафі (або одягати протигаз).

9. При змішуванні речовин, що супроводжується виділенням тепла, користуватися тонкостінним або фарфоровим посудом, так як товстостінний хімічний посуд при нагріванні може тріснути.

10. Не запалювати водень та інші горючі гази без попередньої їх перевірки на чистоту в пробірці.

11. Слідкувати, щоб у лабораторії не було витікання газу. При виявленні запаху газу:

а) потушити всі пальники;

б) не включати і не виключати електричний струм;

в) закрити двері;

г) відкрити вікна чи квартирки;

д) перевірити, чи відкритий де-небудь газовий пальник, чи немає отвору в гумовій трубці чи газопроводі, зупинити витікання газу;

е) провітрити приміщення до повного зникнення запаху газу.

12. Користуючись газовим пальником слідкувати, щоб полум'я не проскакувало всередину пальника. Якщо таке трапилось, треба закрити кран і дати пальнику повністю охолонути, лише після цього знову запалити його.

13. При всіх дослідах, які можуть супроводжуватися вибухом, розбризкуванням чи розкиданням речовини, працювати особливо уважно, дотримуючись всіх мір безпеки:

а) одягати захисні окуляри;

б) в особливо небезпечних випадках демонструвати дослід за товстим склом.

14. При роботі з натрієм та калієм:

а) одягати захисні окуляри;

б) різати на сухому папері;

в) остерігатися води, тримати пінцетом чи щипцями (у випадку необхідності можна брати сухими руками, змоченими гасом);

г) повністю зрізати кірку і уважно видаляти всі включення, що не мають металевго блиску;

д) обрізки одразу зібрати в банку з гасом.

15. При роботі з масляними і парафіновими банями оберігатися води. Невелика кількість води при нагріванні під шаром масла перегрівається, і відбувається вибух.

16. Треба бути надзвичайно обережними при роботі з горючими речовинами і рідинами, які легко займаються (сірковуглець, етери, бензин, вуглеводні, тощо):

а) не тримати на столі великої кількості (не більше 200 мл) горючих рідин;

б) не розливати горючі рідини;

в) не тримати їх біля вогню;

г) не виливати в раковину;

д) не гріти на відкритому вогні і у відкритому посуді, а тільки на водяній бані, користуючись зворотним холодильником.

### **Вимоги безпеки після закінчення роботи**

1. Погасити газовий пальник, спочатку закрутивши гвинт на пальнику, а потім перекривши кран на робочому столі.

2. Відключити електроприлади, що використовувалися під час роботи.

3. Привести до порядку робоче місце: вимити посуд (пробірки, колби, стакани, чашки, тощо), перекрити воду, витерти стіл.

4. Перевіривши, чи закриті всі банки з реактивами, поставити їх на місце.

### **Вимоги безпеки в екстремальних ситуаціях**

1. У лабораторії повинні знаходитись медичні засоби на випадок опіків, порізів. При деяких дослідах повинна бути заздалегідь приготовлена протиотрута. Якщо будь-який реактив потрапить на шкіру, то перш за все, потрібно змити реактив водою, а вже потім використовувати нейтралізуючі речовини. Особливо важливо швидко промити очі, якщо до них потрапив будь-який реактив. Можна промити очі під краном, а ще краще із звичайної промивалки з приєднаним наконечником.

2. Для нейтралізації кислот і лугів, що потрапили на тіло чи одяг, слід використовувати розчини соди, амоніаку, оцтової кислоти, борної кислоти.

3. У всіх випадках поранення – глибокого порізу, отруєння, серйозних опіків, тощо необхідно терміново звернутися до лікаря, але насамперед треба допомогти потерпілому, використовуючи всі засоби індивідуальної першої допомоги.

4. При отруєнні газами треба швидко і щільно зачинити дверці витяжної шафи, в якій проводився дослід, припинити дослід, перекрити крани газових пальників, відкрити вікна і двері. Потерпілого швидко винести на повітря, розстебнути одяг, зняти пояс, облити груди, голову і обличчя холодною водою, піднести до носа потерпілого хустину чи вату, змочену нашатирним спиртом. Коли потерпілий опритомніє, дати йому міцного чаю. При неглибокому отруєнні хлором чи бромом необхідно дати понюхати суміш етилового спирту з нашатирним спиртом.

5. При отруєнні лугами (каустичною содою, нашатирним спиртом, поташем і т.д.) дати випити молока або соку лимона. Не давати блювотних засобів.

6. При отруєнні кислотами потерпілому давати пити воду з льодом, тертою крейдою, золою, 1% розчином питної соди, борошно з водою. Не давати блювотних засобів і не промивати шлунок.

7. При отруєнні скипидаром і вуглеводнями потерпілому слід промити шлунок, викликати блювоту, дати понюхати нашатирний спирт, винести його на свіже повітря. У разі необхідності зробити штучне дихання.

8. У випадку пожежі використовувати протипожежні засоби, які є в лабораторії.

9. У випадку, коли спалахне горюча рідина (при розтріскуванні посуду) спокійно, без паніки:

- а) потушити палець;
- б) відставити посуд з вогнебезпечними речовинами;
- в) прикрити полум'я рушником;
- г) якщо не потухне, то засипати його піском;
- д) якщо не потухне, то використати вогнегасник;
- е) якщо не потухне – викликати пожежну службу.



10. Якщо загориться одяг:

а) не бігти;

б) тушити полум'я, обгорнувши тіло ковдрою, пальто і т.п.

11. Фосфор та лужні метали, які загорілися, тушити піском.

## 2.ХІМІЧНИЙ ПОСУД І ЛАБОРАТОРНЕ ОБЛАДНАННЯ

Для проведення робіт з синтезу, виділення і очищення неорганічних і органічних речовин використовують спеціальний хімічний посуд, який виготовляють насамперед із скла (рідше – фарфор, благородні метали, тефлон тощо).

У лабораторних умовах найчастіше використовують скляний посуд. Він стійкий до дії більшості хімічних реагентів, легко миється, і, що також важливо – прозорий. Скляним посудом не можна користуватися при роботах з фтороводнем і з розплавленим лугом, у ньому не можна нагрівати концентровані розчини лугу. Лабораторний посуд має порівняно невеликий коефіцієнт лінійного розширення, що дуже важливо при змінних температурах хімічного експерименту.

Для лабораторного посуду дуже часто використовують *боросилікатне скло*, яке відрізняється високою стійкістю до лугів і кислот. Це скло достатньо термостійке і може витримувати нагрівання до 190°C. Його використовують для виготовлення холодильників, дефлегматорів, колб для перегонки.

Покращений сорт лабораторного боросилікатного скла – скло *пірекс*. Поряд з високою хімічною стійкістю цей сорт лабораторного скла має менший коефіцієнт розширення порівняно зі звичайним лабораторним склом, що дозволяє виготовляти з нього товстостінний посуд з підвищеною механічною міцністю. Воно витримує температуру нагрівання до 280°C.

**Стакани** виготовляють або з звичайного хімічно стійкого скла, або з тугоплавкого скла (термостійкі). Не можна нагрівати стакани з звичайного скла на відкритому полум'ї. Нагрівати можна лише на азбестовій сітці, або на водяній бані. Ємкість стаканів коливається від 50 до 2000 мл. Їх використовують для допоміжних робіт з органічними рідинами і водними розчинами різних сполук.

**Пробірки** бувають різної величини і діаметру. Звичайні лабораторні пробірки виготовляють з легкоплавкого скла, але в особливих випадках (при необхідності нагрівання до високих температур) з пірексу.

У хімічній лабораторії пробірки використовуються для проведення реакцій з різноманітними речовинами. При перемішуванні реактивів пробірку тримають за верхню частину великим, вказівним і середнім пальцями лівої руки, а вказівним пальцем правої руки легенько вдаряють по її нижній частині декілька разів. Не можна струшувати пробірку, закривши її пальцем, бо при цьому забруднюються речовини, що перемішуються, а при проведенні дослідів з їдкими речовинами може бути травмована шкіра руки.

При нагріванні пробірки з реакційною сумішшю на відкритому полум'ї слід пам'ятати таке:

1. відкритий кінець пробірки повинен бути повернений в бік від людей, що працюють поряд;
2. перед локальним нагріванням пробірки її необхідно рівномірно прогріти по всій довжині;
3. для запобігання бурхливого закіпання і викидання реакційної суміші з пробірки, її слід обережно нагрівати у верхній частині полум'я до появи перших ознак закіпання, потім треба забрати її з полум'я і продовжити нагрівання гарячим повітрям; за необхідності пробірку можна на короткий час вносити в полум'я пальника.

**Колби** бувають плоскодонні, конічні, круглодонні і грушоподібні (рис.1). Плоскодонні і конічні колби звичайно використовують як приймачі при перегонці рідин, для приготування розчинів і кристалізації. Їх не можна застосовувати при нагріванні речовин до високих температур і використовувати при зниженому тискові. Круглодонні колби використовують для перегонки речовин, у тому числі і під вакуумом. Довжина і діаметр горла круглодонних колб можуть бути різними. Такі колби бувають двох-, тригорлими і т.д. Круглодонні колби з відвідною трубкою називають колбами Вюрца. Вони призначені для перегонки при

атмосферному тискові. Для перегонки при зниженому тискові застосовують колби Кляйзена.

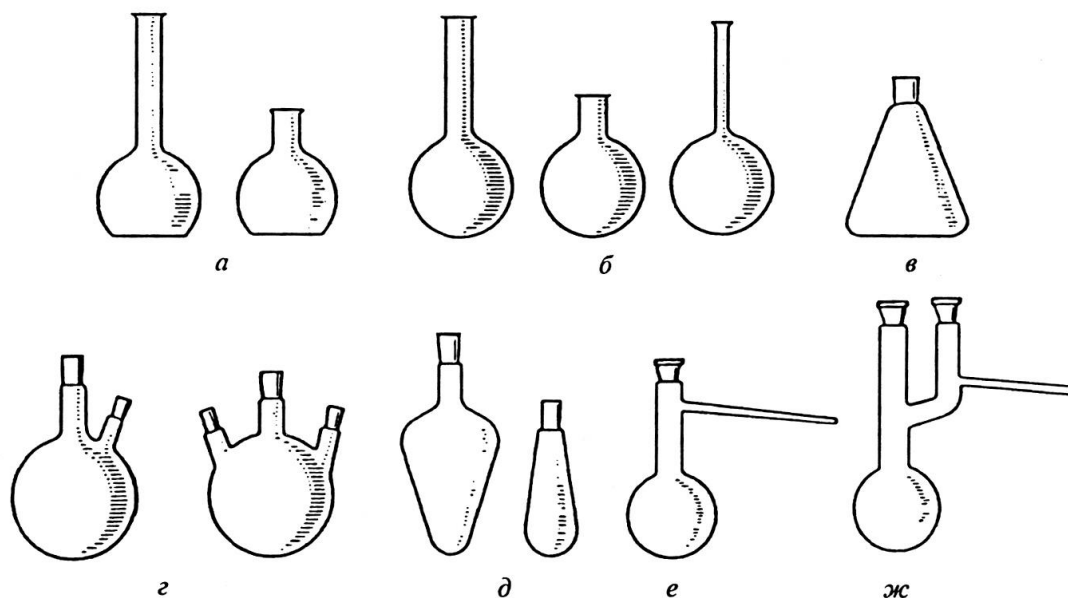


Рис. 2.1. Колби: а – плоскодонні; б – круглодонні; в – конічні; г – двох- і трьохгорлі; д – грушоподібні; е – колба Вюрца; ж – колба Кляйзена

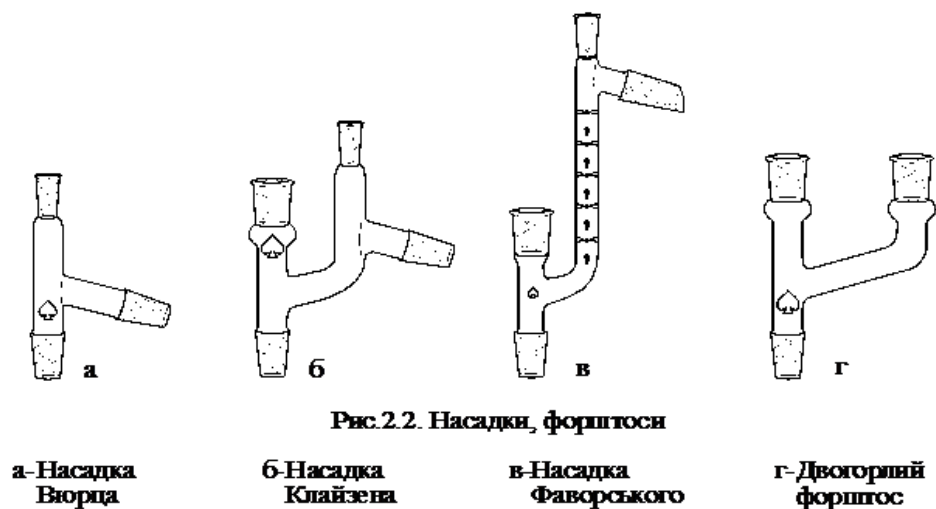
Колби і стакани, як і інший хімічний посуд, виготовляють із скла різних сортів. У неорганічному та органічному синтезові переважно використовують посуд, який виготовлений з термостійких сортів скла:

- Пірекс (температура розм'ягчення  $> 660^{\circ}\text{C}$ );
- Молибденове (температура розм'ягчення  $> 600^{\circ}\text{C}$ );
- Кварцеве (температура розм'ягчення  $> 1750^{\circ}\text{C}$ ).
- Йєнське «20», Simax та інші.

Однак, деякі колби і стакани можуть бути виготовлені з нетермостійких сортів скла (нейтральне, хімічностійке та інші). Вироби з такого скла не можна нагрівати на відкритому полум'ї.

Термостійкі сорти скла мають, як правило, сірий або жовтуватий колір, якщо розглядати торець відповідної трубки на світлі. Нетермостійкі сорти скла мають у такому випадку зеленуваті кольори.

Звичайні колби з одним горлом можна перетворити на двогорлі, або тригорлі колби за допомогою *форштосів*. За допомогою певних *насадок* колбу можна перетворити в колбу Вюрца, або колбу Кляйзена:



**Холодильники** (рис.2.3.) служать для охолодження і конденсації парів, що утворюються при кипінні органічних рідин. Щоб уникнути втрат низькокиплячих компонентів, використовують колби (а іноді і пробірки) зі *зворотними холодильниками*, де пари охолоджуються і конденсат вертається в реакційну суміш. При перегонці речовина конденсується в холодильник і відводиться в колбу-приймач. Такі холодильники називають *низхідними* (вони кріпляться під кутом до столу вбік приймача).

Найпростішим є *повітряний холодильник*, який являє собою довгу скляну трубку. Він годиться лише для роботи з висококиплячими рідинами, оскільки охолоджувальна ефективність повітря невелика. Повітряні холодильники можна використовувати для перегонки рідин, що мають температуру кипіння більшу ніж 150°C.

У *холодильнику Лібіха* для охолодження і конденсації парів використовується проточна вода. Його застосовують як несхідний холодильник для перегонки речовин з температурою кипіння менш ніж 160°C. В якості зворотного холодильника він малоефективний, так як має малу поверхню, що охолоджується. Більш ефективними в якості зворотних холодильників є *кулькові, змійовикові холодильники*. Найбільш ефективним вважається *холодильник Димрота*.

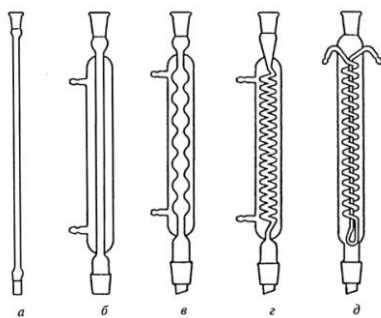


Рис. 2.3. Холодильники: а – повітряний; б – Лібіха; в – кульковий; г – змійовиковий; д – Дімрота

При роботі з холодильниками, у яких охолоджувальним засобом є вода, необхідно пам'ятати, що до водопровідного крану приєднується завжди нижній відросток оболонки холодильника, а верхній відводять у раковину. При цьому холодильник повинен бути повністю заповнений водою, і її циркуляція через оболонку холодильника не повинна припинятися, бо відключення холодильника під час роботи може привести до пожежі, або вибуху.

Для збирання конденсату в колби-приймачі використовують різноманітні *алонжі*:



Використовуючи окремі деталі скляного хімічного посуду можна скласти хімічні прилади для синтезу різних хімічних речовин та їх очищення. Приклади таких приладів будуть наведені в розділах, де описана методика синтезу конкретних речовин.

**Лійки.** (Рис. 2.4.) *Лійки для фільтрування* випускають різних розмірів – діаметром від 35 до 300 мм. Звичайні лійки мають рівну внутрішню стінку, але для прискореного фільтрування іноді застосовують лійки з ребристою внутрішньою поверхнею.

*Лійки Бюхнера* відрізняються від звичайних тим, що вони зроблені з фарфору і мають перегородку з отворами, на яку поміщають паперовий фільтр. Лійку вставляють в колбу Бунзена, з якої потім відкачують повітря.

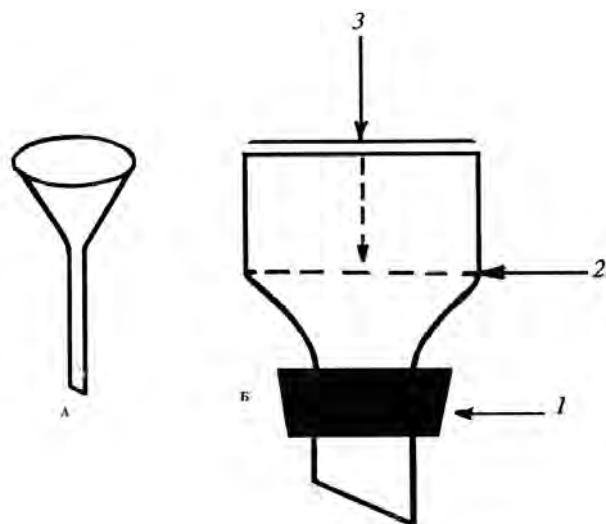


Рис. 2.4. Лійки: А – лійка звичайна; Б – лійка Бюхнера: 1 – пробка гумова під колбу Бунзена; 2 – перегородка з отворами; 3 – паперовий фільтр

**Хлоркальційові трубки** застосовують для захисту реакційної суміші від попадання в неї небажаних домішок із повітря (парів води,  $\text{CO}_2$ ), а також від попадання в оточуюче середовище шкідливих речовин, що утворюються в процесі хімічної реакції. У хлоркальцієву трубку між двома ватними тампонами поміщають речовину-поглинач, який повинен бути у вигляді гранул або грудочок. Речовиною-поглиначем може бути, наприклад, прожарений хлорид кальцію (якщо речовина, що поглинається – вода) або натронне вапно (речовини, що поглинаються – вода і  $\text{CO}_2$ ).

**Мірний посуд** служить для виміру об'єму рідин. *Мірні циліндри і мензурки* використовують для вимірювання відносно великих об'ємів – від 5 до 2000 мл. *Бюретки* – прилади для вимірювання точних об'ємів рідини, що застосовуються переважно при титруванні. *Піпетками* відміряють найбільш точні об'єми – від 0,005 мл (для мікро піпеток) до 10-25 мл (для градуюваних піпеток і піпеток Мора). *Мірні колби* застосовують для виготовлення розчинів точних концентрацій. Вони мають тонке довге горло, на якому нанесена кільцева риска. При приготуванні розчину рівень рідини доводять до цієї мітки.

**Кристалізатори** – це низькобортні посудини, призначені для охолодження речовин при їх одержанні або кристалізації.

**Ексикатори** (Рис. 2.5.) – це ємкості з товстостінного скла, що складаються з масивного корпусу і притертої до нього скляної кришки. Вони призначені для випаровування розчинів і висушування твердих речовин.

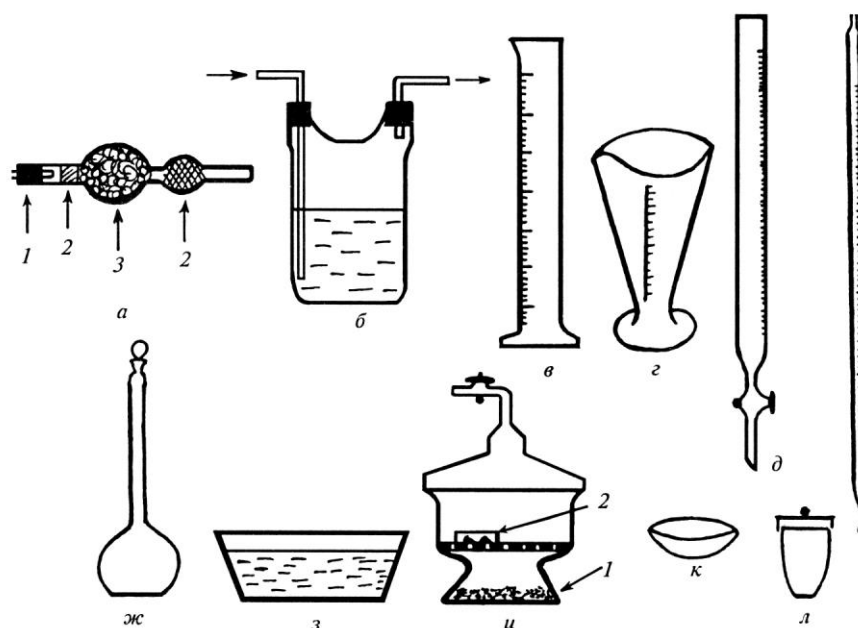


Рис. 2.5. Лабораторне обладнання: а – хлоркальцієва трубка (1 – пробка з трубкою, 2 – вата, 3 – поглинач); б – промивна склянка (склярка Вульфа); в – мірний циліндр; г – мензурка; д – бюретка; е – піпетка; ж – мірна колба; з – кристалізатор; и – ексикатор (1 – осушувач, 2 – речовина, що висушується); к – фарфорова чашка, л – тигель

Розрізняють звичайні і вакуум-ексикатори. Із останніх через трубку з краном за допомогою вакуум-насосів відкачують повітря. Речовину розміщують в ексикаторі в чашці Петрі.

В якості осушувача в ексикаторах застосовують: прожарений хлорид кальцію, силікагель, фосфору(V)оксид, натронне вапно, натрій гідроксид, сульфат магнію або натрію.

**Фарфоровий посуд** дозволяє вести прямий нагрів речовини до температури 1200°C. Недоліком цього посуду є його велика маса і непрозорість. *Чашки для випаровування* застосовують для нагрівання і випаровування різних розчинів. Цей процес можна проводити на відкритому полум'ї, але рівномірне випаровування зазвичай відбувається на азбестовій сітці або водяній бані. *Тиглі* застосовують для

прожарювання різних речовин і для спалювання органічних сполук. *Ступки* застосовують для подрібнення твердих речовин. Нагрівати ступки, або поміщати туди дуже розігріті речовини не можна.

З фарфорового посуду в хімічній лабораторії часто використовують стакани, ложки, шпателі і ступки.

### 3. Перемішування

Перемішування реакційної суміші забезпечує хороше змішування по мірі введення реагенту, утримує тверді частки і масла у вигляді суспензії чи емульсії, сприяє рівномірному кипінню.

Перемішування здійснюють зазвичай за допомогою скляних паличок, або мішалок. Мішалки виготовляють з інертного, термостійкого матеріалу (скло, титан, нержавіюча сталь, тефлон).

Мішалки бувають двох типів:

1. Лопатеві (механічні);
2. Магнітні (електромагнітні).

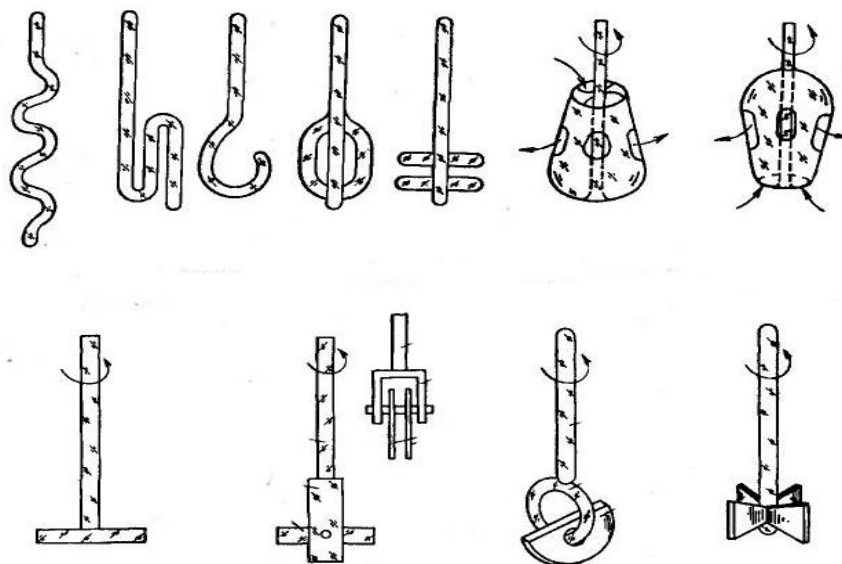


Рис.3.1.Механічні, лопатеві мішалки

Магнітна мішалка являє собою металевий (залізний) стержень, який зовні захищений від корозії інертним органічним матеріалом (поліетилен, поліпропілен, тефлон тощо).

Обертання цього стержню відбувається під дією магніту, що обертається за допомогою електродвигуна. Це дає змогу перемішувати реакційну суміш у



замкнутому просторі.

## Нагрівання і охолодження

Майже всі препаративні реакції проводять у рідкій фазі в спеціально підбраному для даного синтезу розчинникові. Більшість синтезів потребує нагрівання.

Нагрівання можна здійснювати за допомогою електронагрівачів, або газу.

В якості електронагрівачів у лабораторній практиці використовують звичайні електроплитки з закритою спіраллю, або термоелементом.

Використання електроплиток з відкритою спіраллю при нагріванні органічних речовин *категорично забороняється!*

**Газові пальники** (Рис.3.2.) використовуються в хімічній лабораторії для нагрівання і прожарювання. Вони бувають двох основних типів: Бунзена і Теклю:

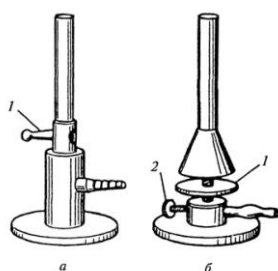


Рис.3.2. Газові пальники Бунзена (а) і Теклю (б): 1 – регулятор подачі повітря; 2 – гвинт, що регулює подачу газу

У залежності від доступу повітря, газові пальники можуть давати температуру полум'я від 500°C («холодне» світне полум'я) до 1500°C («гаряче» несвітне полум'я). Найбільш висока температура (1540-1560°C) спостерігається у верхній частині полум'я. У нижній його частині температура досягає лише 300-520°C.

**Нагрівальні бані.** (Рис.3.3.) Пряме нагрівання на полум'ї газового пальника або на електричній плитці може призвести до місцевого перегріву. Цього можна уникнути при використанні нагрівальних бань. В якості теплоносія в банях

застосовують воду, повітря, пісок і масло.

Найпростішу *повітряну баню* можна одержати, якщо між полум'ям і колбою, що нагрівається, помістити азбестову сітку. *Пісочні бані* мають дуже велику теплову інерцію, що утруднює регуляцію температури. Найбільш зручними є *масляні* і *водяні бані*, так як вони забезпечують рівномірне нагрівання колби і завдяки незначній тепловій інерції дозволяють точно регулювати температуру реакційної суміші. Вибір бані визначається властивостями речовини або суміші, що нагрівається, а також температурою, необхідною для їх нагрівання. Водяні бані застосовують при нагріванні речовин до  $100^{\circ}\text{C}$ , масляні – до  $150^{\circ}\text{C}$ , пісочні – вище  $400^{\circ}\text{C}$ .

Використовуючи нагрівальні бані слід пам'ятати, що температура в реакційному посуді завжди нижча за температуру бані на  $3-5^{\circ}\text{C}$ !

Для запобігання вибуху і пожежі дуже важливо знати, що водяні бані не можна використовувати при роботах з металевим натрієм і калієм.

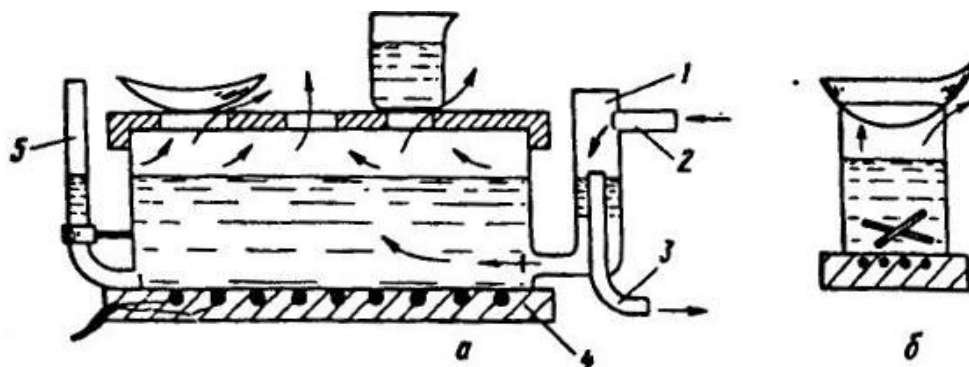


Рис.3.3. Нагрівальні рідинні бані.

**Охолоджувальні бані.** Охолодження також здійснюють за допомогою бань. Вода використовується для охолодження до  $15-20^{\circ}\text{C}$ , а в суміші з льодом – до  $0^{\circ}\text{C}$ . Для досягнення більш низьких температур використовують наступні речовини і суміші:

- Лід +  $\text{NaCl}$  ( 3:1 ) –  $-20^{\circ}\text{C}$
- Лід +  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ( 1:1,2 ) –  $-40^{\circ}\text{C}$
- Лід +  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ( 1:1,4 ) –  $-50^{\circ}\text{C}$

- Лід +  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (60%) (1<sup>1</sup>) –  $-37^\circ\text{C}$
- «Сухий лід» ( $\text{CO}_2$ ) –  $-78^\circ\text{C}$
- Рідкий азот –  $-196^\circ\text{C}$

## Фільтрування

Фільтрування – відділення твердої фази від рідкої. Воно може бути звичайним і вакуумним.

Звичайне фільтрування проводиться з використанням скляних лійок і фільтрувального паперу або іншого пористого матеріалу:

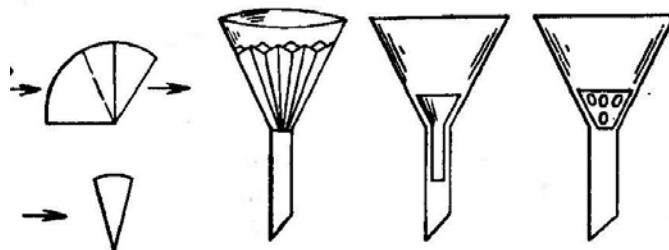


Рис.3.4. Лійки для звичайного фільтрування

Фільтрування в вакуумі проводять, використовуючи лійки Бюхнера (фарфорові), які мають перфоровану перегородку. Зверху на перегородку кладуть фільтрувальний папір, що вирізаний точно по розміру лійки. Цей папір перед фільтруванням необхідно змочити тим розчинником, який містить осад і, створивши вакуум притягнути папір до пористої пластинки так, щоб не було щілин. У деяких випадках використовують подвійний паперовий фільтр, щоб запобігти проривання фільтрувального паперу на перфорованій пластинці при створюванні вакууму.

Замість лійки Бюхнера можна використовувати лійки Шотта, які мають пористу скляну перегородку, що виконує роль фільтра. Через таку лійку можна фільтрувати суміші, які містять досить агресивні речовини, такі, як концентровані сульфатна і нітратна кислоти. Фільтри Шотта різняться між собою розмірами пор у скляній перегородці. Чистять фільтри Шотта витримуючи їх у хромовій суміші з наступним промиванням водою.

Лійки Бюхнера (б) або Шотта (д) кріпляться за допомогою гумової пробки на

колбі Бунзена (а), яка виготовлена з товстостінного скла і має патрубок для підключення вакууму:

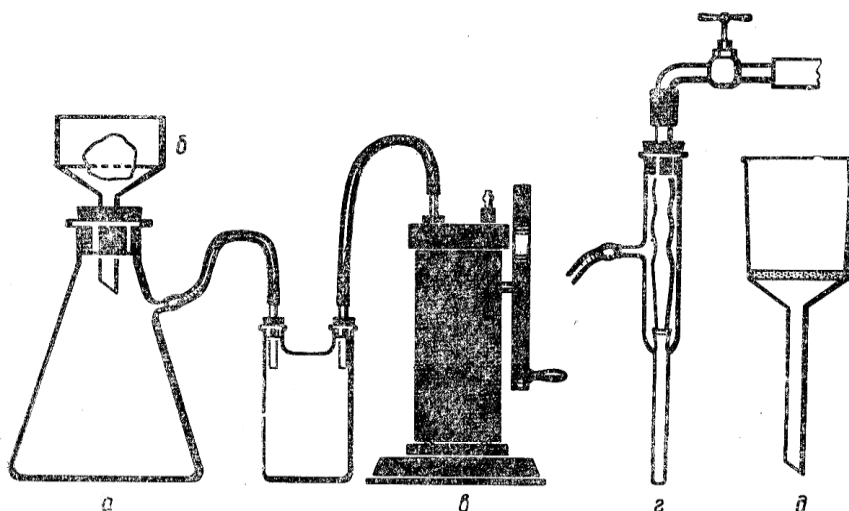


Рис.3.5. Прилади для вакуумфільтрування.

Вакуум у посудинах, де збирається фільтрат створюють або насосом Комовського (в), або водоструменним насосом (г). Між склянкою для фільтрата та насосом повинна бути запобіжна склянка, яка унеможливилоє попадання фільтрату і парів розчинника в насос.

### Висушування речовин

Під час синтезу продукти реакції часто містять у якості домішки залишки розчинника. Щоб позбутися їх проводять висушування речовини. Способи висушування речовин залежать як від властивостей самих речовин, так і розчинників, що знаходяться в них. Найбільш часто застосовують висушування твердих речовин у присутності речовин, що здатні поглинати пари розчинника (у першу чергу – води). Як осушувачів застосовують фосфору(V)оксид, безводний кальцій хлорид, які здатні поглинати, окрім води, пари спиртів, кетонів. Сульфатну кислоту використовують для видалення води, залишків ефіру, речовин основного характеру. Для зв'язування води, спиртів, кислот використовують сухий Калій гідроксид.

Тверді речовини сушать у сушильній шафі при температурі нижче температури їх плавлення, або в ексикаторах, або в пістолеті Фішера :

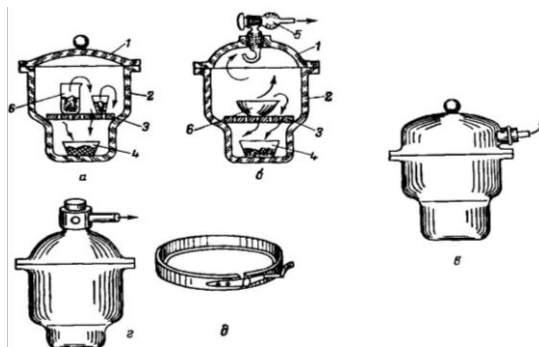


Рис. 3.6. Звичайний та вакуумний ексикатори.

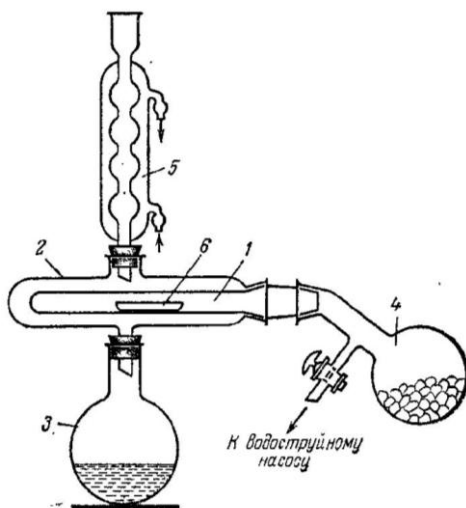
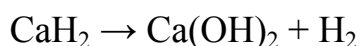


Рис. 3.7. Пістолет Фішера

Рідкі речовини висушують (позбавляють води!) за допомогою висушуючих агентів:

- $\text{CaCl}_2 \text{ б/в} \rightarrow \text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- $\text{Na}_2\text{SO}_4 \text{ б/в} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- $\text{Na}_{(\text{мет.})} \rightarrow \text{NaOH} + \text{H}_2$



### ВІДБІР І ПІДГОТОВКА ПРОБ ДО АНАЛІЗУ

Достовірність, точність і відтворюваність результатів аналізу може бути забезпечена суворим виконанням наступних вимог:

- проба випробуваного зразка повинна бути відібрана з дотриманням відповідних правил;

- перед аналізом досліджуваний зразок повинен бути підготовлений відповідно до вимог методики (зневоднення, нагрів, фільтрування, подрібнення, перемішування і т.д.);

- метод аналізу, обраний для конкретного зразка нафтопродукту, повинен бути рекомендований ТУ, міжнародним стандартом ISO або попередньо перевірений в декількох лабораторіях;

- при виконанні аналізів необхідно точно дотримуватися всіх без винятку вказівок ТУ, ISO .

### **ПІДГОТОВКА ЗРАЗКА ДО АНАЛІЗУ**

Вода і механічні домішки можуть зробити істотний вплив на визначення фізико-хімічних показників сирової нафти, такі як густина, в'язкість, молекулярна маса низькотемпературні властивості та ін. Тому, щоб уникнути спотворення результатів перед проведенням аналізів слід видалити воду і механічні домішки, попередньо визначивши їх вміст у нафті або нафтопродуктах стандартними методами:

а) Видалення механічних домішок.

Механічні домішки містяться у вигляді піску, глинистих мінералів і різних солей, які знаходяться в підвішеному стані. Перед початком проведення аналітичних робіт слід очистити нафту і нафтопродукти від механічних домішок звичайними методами фільтрування.

б) Видалення води.

З метою видалення води вдаються до спеціальних методів зневоднення: відстоювання центрифугування, застосування спеціальних осушувачів (прожарений сульфат магнію, сульфат натрію, деемульгатори).

**При підготовці до роботи студентам рекомендується дотримуватися наступного плану.**

1. Прочитати назву роботи, основні теоретичні положення і порядок виконання роботи. З'ясувати зміст всіх незрозумілих слів, розібратися з послідовністю виконання лабораторної роботи.

2. Ознайомитися з лабораторним посудом і приладами, які пропонується використовувати в роботі.

3. Розібрати формули, з'ясувати, які величини і з якою точністю будуть визначатися, які їх розмірності.

4. Накреслити в лабораторному журналі таблиці, в які будуть заноситися експериментальні дані.

5. Продумати, який результат повинен бути отриманий в даній лабораторній роботі.

6. Вивчити небезпечні властивості речовин, що використовуються в проведенні експерименту, і безпечні методи роботи з ними.

Студенти допускаються до виконання роботи після перевірки знань в обсязі питань для самоперевірки.

### **Вимоги до оформлення звіту**

1. На початку звіту формулюються мета і завдання роботи.

2. Дається невелике теоретичне введення в роботу, що розкриває суть роботи.

3. Зазначається перелік обладнання та реактивів, які використовуються для проведення роботи.

4. Замальовується схема установки (приладу).

5. Описується хід проведення експерименту.

6. Наводяться розрахункові формули як в символічному вигляді, так із підставленими числами.

7. Формулюються висновки. У висновках повинні бути проаналізовані отримані результати.

8. Оформлений звіт здається викладачеві.

### **Завдання самостійної роботи**

Дайте правильну відповідь на поставлені питання. Запишіть відповідь в лабораторний зошит (за прикладом 1)

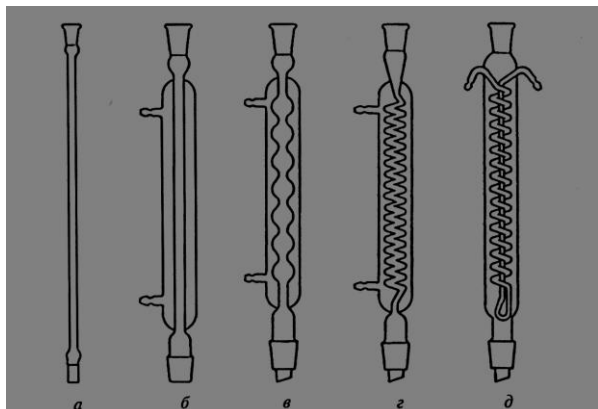
Приклад 1.

1. а;

2. г

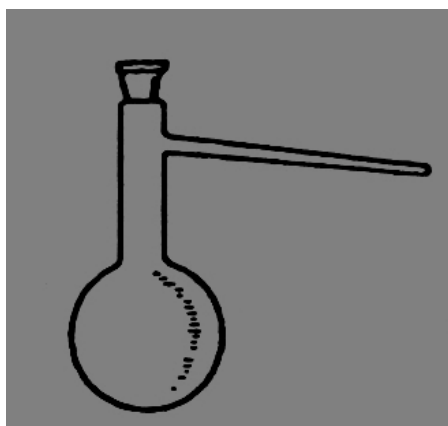
### Питання:

1. Який з наведених нижче холодильників можна використовувати для перегонки рідин, що мають температуру кипіння більшу ніж  $150^{\circ}\text{C}$ :



а); б); в); г); д).

2. Ім'ям якого вченого названа колба :



а) Бунзена    б) Вюрца;    в) Фаворського;    г) Кляйзена

3. Нітрування бензену відбувається за механізмом:

а)  $S_{\text{N}1}$ ;    б)  $S_{\text{N}2}$ ;    в)  $S_{\text{ni}}$ ;    г)  $S_{\text{E}}$ ;    д)  $A_{\text{E}}$ ;

4 Які колби не можна застосовувати при нагріванні речовин до високих температур і використовувати при зниженому тискові?

а) плоскодонні колби; б) плоскодонні і конічні колби;

в) плоскодонні і круглодонні колби; г) колба Вюрца і конічні колби;

5. Які колби призначені для перегонки при атмосферному тискові?

а) грушоподібні; б) Вюрца; в) Фаворського; г) Кляйзена

6. Ім'ям якого вченого названа колба для перегонки під зниженим тиском?



а) Фаворський; б) Бунзен; в) Кляйзен; г) Кольбе.

7. Ім'ям якого вченого названа колба для фільтрування під зниженим тиском?

а) Фаворський; б) Бунзен; в) Бюхнер; г) Кольбе.

8. Пісочні бані застосовують при нагріванні речовин :

а) до  $150^{\circ}\text{C}$ ; б) до  $100^{\circ}\text{C}$ ; в) до  $200^{\circ}\text{C}$ ; г) вище  $400^{\circ}\text{C}$ .

9. Повітряні бані застосовують при нагріванні речовин :

а) до  $150^{\circ}\text{C}$ ; б) до  $100^{\circ}\text{C}$ ; в) до  $200^{\circ}\text{C}$ ; г) вище  $400^{\circ}\text{C}$ .

10. Охолодження здійснюють за допомогою бань. Для досягнення температури -  $196^{\circ}\text{C}$  використовують наступні речовини і суміші:

а) Лід +  $\text{NaCl}$  ( 3:1 ); б) Лід +  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ; в) «Сухий лід» ( $\text{CO}_2$ ); г) Рідкий азот.

## Лабораторна робота № 2.

**Тема:** ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ НАФТОПРОДУКТІВ.

**Мета роботи.** Визначення густини нафти або нафтопродукту. Зіставити отримані дані з ДСТУ і зробити висновок.

**Питання для підготовки:**

1. Фракційний склад нафти.
2. Груповий склад нафти.
3. Класифікація нафти по густині.
4. Що таке густина і питома вага?
5. Яка залежність густини нафтопродуктів від температури.

### Короткі відомості про процес

Густиною речовини називається маса речовини, що міститься в одиниці об'єму. В системі СІ густина виражається в  $\text{кг}/\text{м}^3$ . За одиницю густини приймається маса  $1\text{ м}^3$  дистильованої води при температурі  $4^\circ\text{C}$ . Густина більшості нафт знаходиться в межах  $830\text{-}960\text{ мг}/\text{м}^3$ . Чим менше густина нафти, тим менше в ній міститься смолисто-асфальтенових речовин і більше - аліфатичних з'єднань. Густина нафти, здобутих з нафтоносних пластів різного геологічного віку і відповідно з різних глибин, істотно розрізняються. Чим більше геологічний вік і відповідно більше глибина залягання пласта, тим нафта має меншу густину.

У практичній роботі часто користуються відносною густиною речовини - відношенням маси нафти або нафтопродукту до маси чистої води при  $4^\circ\text{C}$ , взятої в тому ж обсязі. Відносна густина - величина безрозмірна. Оскільки густина залежить від температури, а нафтопродукти і вода мають різні коефіцієнти розширення, необхідно при визначенні густини вказувати температури води і нафтопродукту, при яких проводилося визначення. Відносну густину нафти і нафтопродуктів визначають при температурі  $20^\circ\text{C}$  і відносять до густини води при  $4^\circ\text{C}$ . Відносну густину прийнято позначати через  $\rho_4^{20}$ . На практиці дуже часто доводиться визначати густини при температурі, що відрізняється від  $20^\circ\text{C}$ . Щоб

отримати порівнянні результати, проводять перерахунок густини  $\rho_4^{20}$  за формулою Менделєєва:

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

де  $\rho_4^t$  - відносна густина при температурі випробування;  $\lambda$  - середня температурна поправка густини на 1°C;  $t$  - температура, при якій проводиться визначення, °C. Формула показує, що густина нафти і нафтопродуктів зменшується з підвищенням температури і збільшується з її зниженням. Однак слід зазначити, що результат перерахунку густини по формулі виходить правильним тільки в тому випадку, коли визначення густини нафти і нафтопродуктів проводиться при температурі не нижче 0 °C і не вище 50°C. Щоб отримати значення абсолютної густини в кг/м<sup>3</sup>, треба чисельне значення відносної густини помножити на 1000.

### **Хід роботи**

#### **Дослід 1. Визначення густини нафтопродуктів пікнометром.**

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** пікнометр термостат, хромова суміш, вода дистильована, етиловий спирт, піпетка, папір фільтрувальний.

### **Методика проведення роботи**

Стандартної температурою, при якій визначається густина нафти і нафтопродукту, є 20°C. Для визначення щільності застосовуються скляні пікнометри з міткою і капілярною трубкою різної ємкості. Кожен конкретний пікнометр характеризується «водним числом», тобто масою води в обсязі даного пікнометра при 20°C. Перед визначенням водного числа пікнометр промивають послідовно хромовою сумішшю, дистильованою водою, етиловим спиртом і сушать. Чистий і сухий пікнометр зважують з точністю до 0,0002 г. За допомогою піпетки наповнюють пікнометр дистильованою водою (Пікнометри з міткою - вище мітки, а капілярні - доверху). Потім пікнометр з водою термостатують при 20°C протягом 30 хв. Коли рівень води в шийці пікнометра перестане змінюватися, відбирають надлишок води піпеткою або фільтрувальним папером, витирають шийку пікнометра всередині і закривають пробкою. Рівень води в пікнометрі встановлюють по верхньому краю меніска. В капілярних пікнометрах надлишок

води з капіляра відбирають фільтрувальним папером. Пікнометр з встановленим рівнем води при 20°C ретельно витирають зовні і зважують з точністю до 0,0002 г.

Водне число пікнометра обчислюють за формулою:  $m = m_2 - m_1$ , де  $m_2$ ,  $m_1$  - маса пікнометра відповідно з водою і порожнього, г.



Рис. 4. Пікнометр

Густина нафти (нафтопродукту) з в'язкістю при 50 °С не більше 75 мм<sup>2</sup>/с визначають наступним чином. Сухий і чистий пікнометр наповнюють за допомогою піпетки нафтою (нафтопродуктом) при 18-20°C (пікнометр з міткою - трохи вище мітки, а капілярний - доверху), намагаючись не замазати стінки пікнометра. Потім пікнометр з нафтою (нафтопродуктом) закривають пробкою і термостатують при 20°C до тих пір, поки рівень нафти (нафтопродукту) не перестане змінюватися. Надлишок нафти (нафтопродукту) відбирають піпеткою або фільтрувальним папером. Рівень нафти (нафтопродукту) в пікнометрі встановлюють по верхньому краю меніска. Пікнометр з встановленим рівнем виймають з термостата, ретельно витирають і зважують з точністю до 0,0002 г. Видиму густину  $\rho$  нафти (нафтопродукту) обчислюють за формулою:

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

де  $m_3$  - маса пікнометра з нафтою (нафтопродуктом), г;

$m_1$  - маса порожнього пікнометра;

$m$  - водне число пікнометра, г.

«Видиму» густину перераховують в густину  $\rho_4^{20}$  за формулою:

$$\rho_4^{20} = (0,99823 - 0,0012) \rho' + 0,012 = 0,99703 \rho' + 0,0012$$

Наведені за цією формулою поправки до «видимої» густини наведені в таблиці. Для отримання  $\rho_4^{20}$  аналізованої нафти (нафтопродукту) поправку віднімають із значення «видимої» густини. Розбіжності між паралельними визначеннями густини не повинно перевищувати 0,0004.

## Дослід 2. Визначення густини нафтопродуктів аерометром.

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** набір ареометрів для нафтопродуктів, термостат, циліндр 100 см<sup>3</sup>.

### Методика проведення роботи

У скляний циліндр, діаметр якого в два і більше разів більше діаметру поплавка ареометра, обережно по стінці або по скляній паличці наливають нафтопродукт, причому в такій кількості, щоб при зануренні в нього ареометра рівень рідини не піднявся вище краю циліндра. Чистий і сухий ареометр обережно взяти за верхній край і обережно помістити в нафтопродукт.

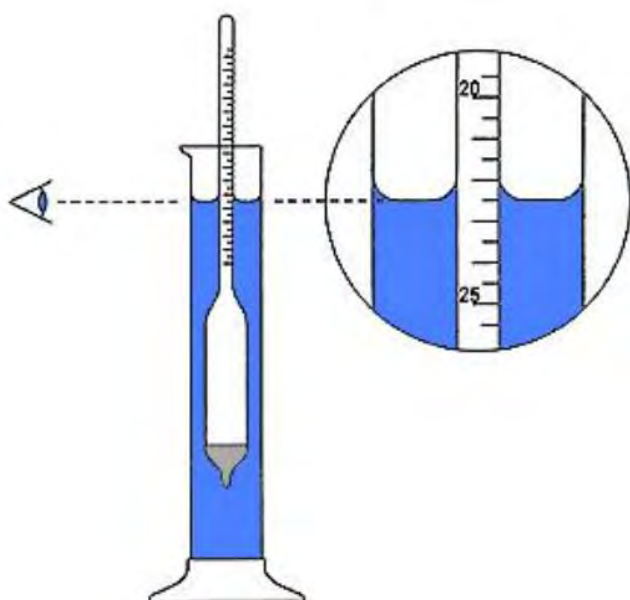


Рис.5. Прилад для визначення густини нафтопродуктів.

Після того як ареометр встановиться і припиниться його коливання, зробити відлік по верхньому краю меніска. Око спостерігача при цьому повинно перебувати на рівні меніска. Одночасно з цим відзначити температуру нафтопродукту. Якщо температура не дорівнює 20°C, то отриману так звану «видиму» густину перераховують за формулою Менделєєва в  $\rho_4^{20}$ . При цьому значення температурної поправки для нафтопродуктів беруть з табл. 1. Результати роботи представити в табл. 2.

Таблиця 1

## Температурні поправки при визначенні відносної густини

Густина	Поправка на 1°С	Густина	Поправка на 1°С
0,700-0,710	0,000897	0,831-0,840	0,000725
0,711-0,720	0,000884	0,841-0,850	0,000712
0,721-0,730	0,000870	0,851-0,860	0,000699
0,731-0,740	0,000857	0,861-0,870	0,000686
0,741-0,750	0,000844	0,871-0,880	0,000673
0,751-0,760	0,000831	0,881-0,890	0,000660
0,761-0,770	0,000818	0,891-0,900	0,000647
0,771-0,780	0,000805	0,901-0,910	0,000633
0,781-0,790	0,000792	0,911-0,920	0,000620
0,791-0,800	0,000778	0,921-0,930	0,000607
0,801-0,810	0,000765	0,931-0,940	0,000594
0,811-0,820	0,000752	0,941-0,950	0,000581
0,821-0,830	0,000738		

Таблиця 2

Нафтопродукт	Температура визначення густини, °С	$\rho_4^t$	Середня поправка $\lambda$	$\rho_4^{20}$
1				
2				

**Завдання самостійної роботи**

1. З якою метою необхідно знати густину нафтопродукту ?
2. Методи визначення густини нафтопродуктів і в чому їх сутність ?
3. Як привести густину до стандартних умов?
4. В чому особливості визначення густини в'язких нафтопродуктів ?
5. Залежність густини нафтопродуктів від вуглеводневого, фракційного складів.

### **Лабораторна робота № 3.**

**Тема:** ВИЗНАЧЕННЯ КИСЛОТНОСТІ НАФТОПРОДУКТІВ.

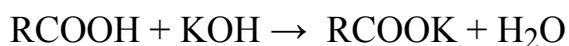
**Мета роботи:** Провести аналіз кислотності автомобільних бензинів, гасу, сирої нафти, дизельних палив, мінеральних олив кислотно-основним індикаторним титруванням. Зіставити отримані дані з ДСТУ, зробити висновок.

**Питання для підготовки:**

1. Парафінові вуглеводні.
2. Нафтові вуглеводні.
3. Ароматичні вуглеводні.
4. Смоли і асфальтени нафти.
5. Кислотність нафти і нафтопродуктів.

#### **Короткі відомості про процес**

Кислотність нафти і нафтопродуктів залежить від змісту в них нафтових, карбонових і оксикарбонових кислот, фенолів та інших з'єднань кислотного характеру. З перерахованих вище сполук нафтові кислоти відіграють домінуючу роль. Поряд з моноциклічними нафтовими кислотами в нафті містяться і поліциклічні кислоти з двома і більше циклами в молекулі. Жирні кислоти, феноли та інші кислі речовини присутні в нафті в незначних кількостях, але все ж їх вміст позначається на величині загальної кислотності. Виходячи їх цього, кислотність нафти і її продуктів прийнято виражати в масовій кількості лугу, що йде на нейтралізацію всіх кислих органічних сполук в перерахунку до одиниці маси або обсягу аналізованого нафтопродукту або нафти. Позначаючи умовно нафтові кислоти через RCOOH, реакцію нейтралізації можна описати таким рівнянням:



Отримана по реакції сіль сильної основи і слабкої кислоти у водному розчині буде піддаватися гідролізу, утворюючи вихідні речовини. Щоб уникнути гідролізу слід реакцію нейтралізації проводити в середовищі органічних речовин, а луг розчиняти в органічному розчиннику. У якості реактиву при визначенні кислотності

зазвичай застосовують спиртовий розчин КОН. Для розчинення аналізованого нафтопродукту підбирають речовини або суміш речовин, які добре розчинюють вуглеводні та кислі з'єднання, наприклад, етиловий спирт, суміш етилового спирту з бензолом, суміш етилового спирту з діетиловим ефіром і ін.

Кислотність нафти і мінеральних масел виражають кислотним числом, яке показує, скільки мг КОН необхідно затратити для нейтралізації вільних органічних кислот, що містяться в 1г нафти або мінерального масла. Кислотність бензинів, лише сирої нафти, гасу і дизельного палива виражається в мг КОН на 100 мл випробуваного нафтопродукту. Різниця в кількісній оцінці кислотності для палив і олів пояснюється тим, що вимоги для палив щодо кислотності набагато вище, ніж для олів. Присутність органічних кислот, які мають корозійну агресивність, в нафтопродуктах вкрай небажано. Кислотність палив і олів строго нормується у відповідних ДСТУ. Для авіабензину і палива Т-1 допускається кислотність не більше 1 мг КОН на 100 мл, для автомобільних бензинів - не більше 3.

Кислотне число олів, що не містять присадок, нормується в межах від 0,02 до 0,35 мг КОН на 1 г продукту. Для турбінних, трансформаторних, парфумерних та ін. Сортів масел кислотне число не повинно перевищувати 0,05 мг на 1 г масла.

### **Хід роботи**

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** етиловий спирт, 85 % водний розчин.

Індикатор нітразиновий жовтий, 0,5 % водний розчин, гідроксид калію 0,05Н спиртовий розчин, дистильована вода, піпетки або циліндри 50 мл, бюретки, колби конічні 250 мл, холодильник зворотній.

### **Методика проведення роботи**

У конічну колбу місткістю 250 мл зі зворотним холодильником наливають 50мл 85% етилового спирту. Встановлюють її на плитку закритого типу і кип'ятять протягом 5 хв для видалення зі спирту розчиненого вуглекислого газу. У гарячий спирт доливають 5 крапель індикатора і нейтралізують 0,05 Н розчином калію гідроксиду до переходу забарвлення з жовтої в зелену. У колбу з нейтралізованим



гарячим спиртом доливають 50 мл випробуваного нафтопродукту і кип'ятять із зворотним холодильником для видалення вуглекислого газу. До гарячого розчину знову додають 5 крапель індикатора і титрують при перемішуванні 0,05 н розчином КОН до переходу забарвлення з жовтого в зелене. Якщо при додаванні індикатора забарвлення буде синім або синьо-зеленим, то титрування не проводять, оскільки це вказує на нульову кислотність. Кислотність випробуваного нафтопродукту X (мг КОН/100мл) розраховують за формулою:

$$X = \frac{V_1}{V} \cdot T \cdot 100$$

де  $V_1$  - обсяг 0,05 Н спиртового розчину КОН, що пішов на титрування проби, мл;  $V$  - обсяг випробуваного нафтопродукту, мл;  $T$  – титр 0,05 н розчину КОН, мг/мл. Зазвичай перше визначення кислотності проводиться в дещо повільному темпі і суміш, що титрується, може насититися вуглекислим газом за рахунок швидкого його поглинання етиловим спиртом з повітря. Це призводить до підвищених результатів. Тому визначення слід повторити. При титруванні другої проби треба відразу прилити майже весь необхідний обсяг КОН. Допускається відхилення між паралельними визначеннями при кислотності до 2 не більше 0,05мг, а від 2 до 5 не більше 0,1 мг КОН/100 мл.

### **Завдання самостійної роботи**

1. Які сполуки у нафтопродуктах створюють кислотність?
2. Що таке органічні кислоти та органічні основи?
3. На якій реакції ґрунтується визначення кислотності в нафтопродуктах?
4. Що таке нафтоєні кислоти?
5. Наведіть приклади органічних кислот.

## **Лабораторна робота № 4.**

### **Тема: ВИЗНАЧЕННЯ ЗМІСТ ВОДИ В НАФТОПРОДУКТАХ**

**Мета роботи:** Визначення кількісного вмісту води в нафті та нафтопродуктах методом, що ґрунтується на азеотропній перегонці проби нафти або нафтопродукту з розчинниками. Зіставити отримані дані з ДСТУ, зробити висновок.

#### **Питання для підготовки:**

1. Хімічна класифікація нафт.
2. Технологічна класифікація нафт.
3. Методи аналізу нафти, нафтопродуктів (палива, олив, твердих нафтопродуктів).
4. Вмісту води в нафті та нафтопродуктах.

#### **Короткі відомості про процес**

Діапазон вмісту води в нафтах дуже широкий і може змінюватися від десятих часток до 60% і більше. Вода, що міститься в нафтах, може бути в трьох формах: розчинена, диспергована і вільна. Вміст розчиненої води залежить в основному від хімічного складу нафти та нафтопродуктів та температури. При зниженні температури розчинність води в нафті та нафтопродуктах зменшується і вода може виділятися у вигляді дисперсних частинок, утворюючи водонафтові емульсії. Вміст води в нафті може сягати 97,5% проте більшість нафт утворюють з водою досить стійкі емульсії з вмістом води трохи більше 60%. Решта води знаходиться у вільному стані та легко відстоюється. У нафтопродуктах вміст води значно менший, ніж у нафті. Більшість нафтопродуктів по відношенню до води має дуже низьку розчинну здатність. Крім того, нафтові дистилятні палива мають і меншу, ніж нафту, емульгуючу здатність, так як процесі переробки видаляється значна частина смолистих речовин, нафтових кислот та їх солей, сірковмісних сполук, які відіграють роль емульгаторів.

Наявність води в моторному паливі, оливах вкрай небажана. Вміст води в оливах посилює їх схильність до окислення і прискорює корозію металевих поверхонь, що стикаються з оливами. Присутність води в моторному паливі може

привести при низьких температурах до припинення подачі палива через забиття паливних фільтрів кристалами льоду. Існуючі кількісні методи визначення води у рідких продуктах ділять на прямі та непрямі. До прямих відносяться метод Діна і Старка, титрування реактивом Фішера, гідрид-кальцієвий метод, центрифугування, до непрямих – діелькометричний, ІЧ-спектрофотометричний, кондуктометричний, колориметричний та ін.

### Хід роботи

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** колбонагрівач або електроплитка, приймач-пастка, зворотній холодильник, колба круглодонна 0,5 л, воронка скляна, циліндр 100 мл, бензин марки БР-1, ізооктан, н-гептан, кипелки, папір фільтрувальний, ваги лабораторні типу.

### Методика проведення роботи

За цим методом в якості розчинника використовують бензин для гумової промисловості марки БР-1, який викіпає при 80-120°C, або ізооктан або н-гептан. Пробу нафти ретельно перемішують струшуванням у склянці протягом 5хв.



Рис.6. Установа для визначення вмісту води

Високов'язкі нафти та нафтопродукти попередньо нагрівають до 40-50°C. З перемішаної проби нафти або нафтопродукту беруть навіску 100 г у чисту, суху, заздалегідь зважену скляну колбу. Потім в колбу доливають 100 мл розчинника і вміст перемішують. Малов'язкі нафтопродукти допускається брати у колбу за обсягом. У цьому випадку мірним циліндром відміряють 100 мл нафтопродукту, що випробовується, і виливають у колбу. Потім цим же циліндром відміряють 100мл

розчинника і виливають у колбу. Для рівномірного кипіння в колбу кидають «кіпелки». Колбу за допомогою шліфу приєднують до відповідної трубки приймача-пастки, а до верхньої частини приймача-пастки на шліфі приєднують холодильник.

Щоб уникнути конденсації парів води з повітря, верхній кінець холодильника необхідно закрити ватою.

Вміст колби нагрівають за допомогою колбонагрівача або електричної плитки. Возгонку ведуть так, щоб із трубки холодильника в приймач-пастку падали 2-4 краплі в секунду. Нагрів припиняють після того, як об'єм води в приймачі-пастці перестане збільшуватися і верхній шар розчинника стане прозорим. Тривалість відгонки повинна бути не менше 30 і не більше 60 хв. Якщо на стінках трубки холодильника є крапельки води, то їх зіштовхують у приймач-пастку скляною паличкою. Після охолодження досліджуваного продукту до кімнатної температури прилад розбирають. Якщо кількість води в пастці приймача не більше 0,3 мл і розчинник каламутний, то приймач поміщають на 20-30 хв в гарячу воду до освітлення і знову охолоджують до кімнатної температури. Після охолодження визначають об'єм води у приймачі-пастці з точністю до одного верхнього поділу.

Масову частку води  $X$  % обчислюють за формулою:

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

де  $G$  - наважка нафти або нафтопродукту, взята для випробування, г;

$V$  - об'єм води, що зібрався в приймачі-пастці, мл. Кількість води в приймачі-пастці 0,03 мл і менше вважається слідами.

Розбіжності між результатами двох визначень вмісту води не повинні перевищувати одного верхнього поділу займаної водою частини приймач-пастки.

### **Завдання самостійної роботи**

1. За рахунок чого відбувається накопичення води в нафті, що видобувається зі свердловини?
2. Норми щодо вмісту води у підготовленій нафті?
3. За допомогою яких методів відбувається зневоднення нафти?
4. Де застосовують деемульгатори? Марки деемульгаторів.
5. Для чого використовують електродегідратора?

## Лабораторна робота № 5.

**Тема:** ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ПЛАВЛЕННЯ НАФТОПРОДУКТІВ.

**Мета роботи:** визначити температуру плавлення парафіну.

**Питання для підготовки:**

1. Наведіть основні методи аналізу нафти та нафтопродуктів.
2. Для чого проводиться і в чому полягає визначення елементного складу нафти та нафтопродуктів?
3. Визначення групового складу нафти.
4. Метод визначення температури плавлення нафтопродуктів.

### Короткі відомості про процес

Метод поширюється на нафтопродукти: парафіни та інші високоплавкі кристалічні продукти та встановлює методику визначення їх температури плавлення по Жукову (температури кристалізації). Суть методу полягає у визначенні температури, при якій закристалізовується основна маса попередньо розплавленого продукту. За температуру плавлення парафіну приймають середню температуру застигання компонентів, що входять до складу парафіну. Визначення зводиться до спостереження за зміною температури розплавленого парафіну під час його охолодження, під час переходу з рідкого стану в твердий і при подальшому охолодженні в твердому стані. За отриманими експериментальними даними будують графічну залежність температура - час. Ділянка постійної температури відповідає температурі переходу парафіну з

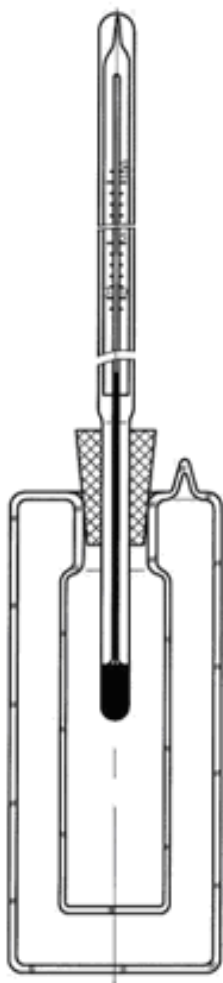


Рис.7. Прилад Жукова

одного агрегатного стану до іншого. Визначення проводиться в приладі Жукова, який є посудиною Дьюара, з термометром на  $100^{\circ}\text{C}$  з ціною поділу  $0,1^{\circ}\text{C}$ . Пристрій Дьюара дозволяє проводити охолодження розплавленого парафіну досить

повільно. Термометр зміцнюється так, щоб ртутна кулька знаходилася на осі приладу та в центрі розплавленого парафіну.

### Хід роботи

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** порцеляновий стакан, термостат, прилад Жукова, термометр, парафін.

### Методика проведення роботи

Фарфорову склянку з випробуваним парафіном встановлюють у термостат, що має температуру не більше  $100^{\circ}\text{C}$ , і нагрівають до повного розплавлення. Розплавлений продукт заливають у прилад Жукова до  $3/4$  його висоти. Вставивши термометр, прилад встановлюють на стіл і вичікують, поки парафін охолоне до температури, що перевищує передбачувану температуру плавлення на  $4^{\circ}\text{C}$ . Щоб уникнути переохолодження парафіну, прилад струшують. Коли парафін почне каламутніти і пінитися, струшування припиняють, включають секундомір і спочатку через кожні 10с до настання чіткого помутніння, а потім через кожну хвилину до моменту повного затвердіння парафіну записують показання термометра з точністю до  $0,1^{\circ}\text{C}$ . Спочатку температура падатиме швидко і плавно, потім, коли виділятимуться кристали, зниження температури сповільниться, після чого знову почнеться рівномірне падіння температури. За температуру плавлення приймають ту температуру, яка деякий час була постійною.

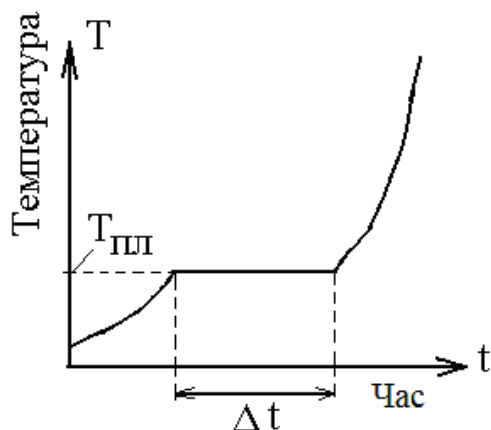


Рис. 8. Залежність температури зразка, який розтоплювали від часу нагрівання

При випробуванні невідомого парафіну проводять спочатку попереднє визначення температури плавлення. Для цього повністю розплавляють парафін і заливають його в нагрітий прилад Жукова. Потім прилад періодично струшують і, коли настане помутніння, включають секундомір. Через кожну хвилину відзначають показання термометра, доки парафін не перейде в твердий стан. Постійна температура з точністю до 1 - 2 °С приймається за передбачувану температуру плавлення. За результат випробування приймають середнє арифметичне двох визначень, якщо розбіжність між ними не перевищує 0,2 °С

### **Завдання самостійної роботи**

1. Яку температуру беруть за температуру плавлення нафтопродуктів?
2. На якому приладі проводиться визначення температури плавлення нафтопродуктів?
3. Методика визначення температури плавлення нафтопродуктів.
4. При нагріванні (охолодженні) деяких речовин на кривій залежності температури від часу спостерігається горизонтальна ділянка. Які це речовини? Чому температура тривалий час залишається постійною?
5. Назвіть основні методи оцінки якості твердих нафтопродуктів.

## **Лабораторна робота № 6.**

**Тема:** ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ ЗАСТИГАННЯ НАФТОПРОДУКТІВ.

**Мета роботи:** визначення температури застигання нафтопродуктів.

**Питання для підготовки:**

1. Чим викликана та у чому полягає необхідність промислової підготовки нафти до переробки?
2. Які саме фракції отримують внаслідок глибокої перегонки нафти після атмосферної перегонки.
3. Вакуумна дистиляція.
4. Метод визначення температури застигання нафтопродуктів.

### **Короткі відомості про процес**

Нафта і нафтопродукти не є індивідуальними речовинами, а є складні суміші органічних сполук. Тому вони не мають певної температури переходу з одного агрегатного стану до іншого. Вплив температури на агрегатний стан нафти та нафтопродуктів має важливе значення при їх транспортуванні та експлуатації. Низькотемпературні властивості нафти, дизельних та котельних палив, а також нафтових олив характеризуються температурою застигання. Карбюраторні, реактивні та дизельні палива характеризуються температурою помутніння. Карбюраторні та реактивні палива, що містять ароматичні вуглеводні, характеризуються температурою початку кристалізації. Зазначені характеристики не є фізичними константами, проте досить чітко визначають температурний діапазон практичного застосування відповідних нафтопродуктів.

Температура застигання характеризує можливу втрату текучості нафтопродукту в зоні низьких температур. Чим більший вміст парафінів (твердих вуглеводнів), тим вище температура застигання нафтопродукту. Слід зазначити, що втрата текучості може бути пов'язана із збільшенням в'язкості продукту зі зниженням температури. Наприклад, кінематична в'язкість залишкової авіаційної оливи при 50°C дорівнює 2 мм<sup>2</sup>/с, при 0°C – 130 мм<sup>2</sup>/с, а за -25°C вона



підвищується до  $3500 \text{ мм}^2/\text{с}$ . При такому високому ступені в'язкості олива втрачає рухливість і її неможливо прокачувати.

Температура помутніння вказує на схильність палива поглинати при низьких температурах вологу з повітря (це особливо небезпечно для авіаційних палив, оскільки кристалики льоду, що утворюються, можуть засмічувати апаратуру, що може призвести до трагедії). Температура початку кристалізації карбюраторних та реактивних палив не повинна перевищувати  $-60^\circ\text{C}$ . З цієї причини в зимових сортах бензину небажано наявність високого вмісту ароматичних вуглеводнів. При підвищеному вмісті бензолу та деяких інших ароматичних вуглеводнів ці високоплавкі сполуки можуть випадати з палива у вигляді кристалів, що призводить до засмічення паливних фільтрів та зупинки двигуна.

Сутність методу полягає в попередньому нагріванні зразка випробуваного нафтопродукту з подальшим охолодженням його з заданою швидкістю до температури, при якій зразок залишається нерухомим. Зазначену температуру приймають за температуру застигання.



**Рис.9. Прилад для визначення температури застигання нафтопродуктів**

### **Хід роботи**

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** пробірка скляна зі сферичним дном, висотою  $(160 \pm 10)$  мм, внутрішнім діаметром  $(20 \pm 1)$  мм. На зовнішній бічній поверхні пробірки на відстані 30 мм від дна - кільцева мітка, що не змивається. Папір фільтрувальний лабораторний, сітка дротяна, гігроскопічна вата, лійка для фільтрування, сульфат натрію безводний, натрій хлористий, кальцій хлористий, зневоднений, муфта скляна з увігнутих або сферичним дном, висотою

$(130 \pm 10)$  мм, внутрішнім діаметром  $(40 \pm 2)$  мм, корок корковий або гумовий, що

відповідає внутрішньому діаметру пробірки, з отвором в центрі для термометра, термометри типу ТН-3, ТН-8, ТН-6, термометр будь-якого типу для вимірювання температури охолодженої суміші з градуванням шкали 1°C, баня довільної форми та розмірів. Необхідна температура бані підтримується за допомогою холодильного пристрою або суміші, що охолоджує.

### **Методика проведення роботи**

За наявності води нафтопродукт зневоднюють. Значна кількість води видаляють попереднім відстоюванням і подальшим зливанням нафтопродукту. Подальша осушка продуктів досягається по-різному. Легкорухливі продукти періодично збовтують протягом 10 - 15 хв зі свіжопрокаленим і подрібненим сульфатом натрію або хлористим кальцієм, після чого відстоюють і фільтрують через сухий фільтр. В'язкі нафтопродукти підігрівають до температури не вище 45 °С і фільтрують через шари великокристалічної, свіжопрожареної кухонної солі. Для цього в скляну вирву вкладають дротяну сітку або трохи вати і зверху насипають сіль. Сильно обводнені нафтопродукти фільтрують послідовно через дві-три воронки. Зневоднений продукт наливають у суху чисту скляну пробірку до мітки так, щоб він не розтікався по стінках пробірки. У пробірку за допомогою коркової пробки щільно вставляють відповідний термометр, зміцнюючи його так, щоб він проходив по осі пробірки, а його резервуар знаходився на відстані 8 - 10 мм від дна пробірки. Для більшої стійкості термометра в його робочому положенні на нижню частину термометра (приблизно на середині її довжини) надягають коркову пробку, пригнану так, щоб вона входила в пробірку з невеликим тертям. Пробірку з продуктом і термометром поміщають у водяну баню, попередньо нагріту до температури  $(50 \pm 1)$  °С, і витримують до тих пір, поки продукт не прийме температуру бані.

Пробірку з продуктом і термометром виймають з водяної лазні, насухо витирають її зовні і зміцнюють за допомогою пробки в муфті так, щоб її стінки знаходилися приблизно на однаковій відстані від стінок муфти. Пробірки з муфтою закріплюють у тримачі штатива у вертикальному положенні і залишають при

кімнатній температурі доти, поки нафтопродукт не охолоне до температури  $(35 \pm 5)^\circ\text{C}$ , потім поміщають його в посудину з охолоджувальною сумішшю, температуру якої попередньо встановлюють на  $5^\circ\text{C}$  нижче за намічену для визначення температури застигання.

Під час охолодження продукту встановлену температуру охолоджуючої суміші підтримують з похибкою  $\pm 1^\circ\text{C}$ . Коли продукт у пробірці прийме температуру, намічену для визначення застигання, пробірку нахиляють під кутом  $45^\circ$  і, не виймаючи з охолоджувальної суміші, тримають у такому положенні протягом 1 хв. Після цього пробірку з муфтою обережно виймають з охолоджувальної суміші, швидко витирають муфту і спостерігають, чи не змістився меніск випробуваного продукту. При визначенні температури застигання нижче  $0^\circ\text{C}$  муфту перед випробуванням поміщають  $0,5 - 1,0 \text{ см}^3$  сірчаної кислоти, олеуму або будь-якого іншого осушувача. Якщо меніск змістився, то пробірку виймають з муфти, знову підігрівають до  $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$  і проводять нове визначення при температурі на  $4^\circ\text{C}$  нижче попередньої до тих пір, поки при деякій температурі меніск не перестане зміщуватися.

*Примітка.* Якщо температура, при якій проводилося визначення, нижче мінус  $20^\circ\text{C}$ , то перед новим визначенням для запобігання пробірці від пошкоджень внаслідок сильних теплових впливів пробірку з продуктом і термометром залишають при кімнатній температурі до тих пір, поки продукт не прийме температуру мінус  $20^\circ\text{C}$ , і тільки після цього пробірку поміщають у водяну баню. Якщо меніск не змістився, пробірку виймають з муфти, знову підігрівають до  $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ , проводять нове визначення застигання при температурі на  $4^\circ\text{C}$  вище попередньої доти, поки при деякій температурі меніск зміщуватиметься.

Після знаходження кордону застигання (перехід від рухливості до нерухомості або навпаки) визначення повторюють, знижуючи або підвищуючи температуру випробування на  $2^\circ\text{C}$  до тих пір, поки не буде встановлено таку температуру, при якій меніск продукту залишається нерухомим, а при повторному випробуванні при температурі на  $2^\circ\text{C}$  вище він рухається. Цю температуру фіксують, як встановлену для даного досліду. Для встановлення температури

застигання продукту проводять два визначення, починаючи друге визначення температурі на 2 °С вище встановленої при першому визначенні. За температуру застигання випробуваного нафтопродукту приймають середнє арифметичне результатів двох визначень. Два результати визначень, отримані одним виконавцем, визнаються достовірними з 95% довірчою ймовірністю, якщо розбіжність між ними не перевищує 2 °С.

### **Завдання самостійної роботи**

1. Що називається температурою застигання нафтопродукту?
2. Чим обумовлена необхідність точного визначення температур застигання у нафтогазовій промисловості?
3. Якими є стандартні методи вимірювання температури застигання?
4. Які характеристики речовини визначають швидкість зміни температури у процесі її застигання?
5. Що у термодинаміці називають фазою? Наведіть приклади різних фаз речовини.

## **Лабораторна робота № 7.**

**Тема:** ВИПРОБУВАННЯ НА МІДНІЙ ПЛАСТИНЦІ.

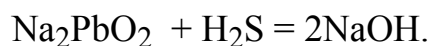
**Мета роботи:** Витримування мідної пластинки в нафтопродукті при підвищеній температурі та фіксуванні зміни її зовнішнього вигляду, що характеризує корозійну дію нафтопродукту.

**Питання для підготовки:**

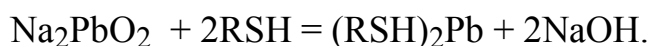
1. Вторинна переробка нафти.
2. Термічний крекінг та каталітичний крекінг.
3. Піроліз.
4. Риформінг.
5. Вміст сполук сірки в нафтопродуктах.

### **Короткі відомості про процес**

Товарні нафтопродукти суворо контролюються на вміст сполук сірки. У автомобільних бензинах масова частка загальної сірки регламентується не більше 0,10-0,12 %, а авіаційних – трохи більше 0,05 %. При цьому вміст сірки в бензинах не повинен перевищувати 0,01%. Корозійна активність бензинів практично не проявляється при масовій частці в них сірководню трохи більше 0,0003 %, а вільної сірки 0,0015 %. В цьому випадку проба бензину на мідну пластину дає негативний результат. Чим більше сірки у бензині, тим більше утворюється нагару у двигуні. В даний час розроблені та застосовуються різні методи якісного та кількісного аналізу сірковмісних сполук у нафті та в нафтопродуктах. З якісних методів визначення активних сірковмісних сполук у лабораторній практиці найбільше застосування знайшли проба на мідну пластинку і так звана Лікарська проба. Аналіз на лікарську пробу полягає в тому, що нафтопродукт інтенсивно перемішують з розчином плюмбіту натрію і сіркою у вигляді порошку. При цьому, якщо аналізований нафтопродукт містить сірководень, випадає чорний кристалічний осад сульфїду свинцю:



Лікарська проба дуже чутлива і дозволяє виявляти сірководень при його вмісті 0,0006%. Тіоли взаємодіють з плюмбітом натрію за реакцією:



При цьому нафтопродукт забарвлюється в помаранчевий, коричневий чи чорний колір. Даний метод встановлює спосіб визначення корозійної дії на мідь таких нафтопродуктів, як авіаційне паливо для турбореактивних двигунів, автомобільний бензин, газовий бензин або інші вуглеводні з тиском пари по Рейду не більше 124 кПа (1,24 бар), уайт-спірити, гас, дизельне паливо, дистилятне рідке паливо і мастило.

В результаті сірчистої корозії мідна пластинка, витримана в нафті або в нафтопродукті, при підвищеній температурі протягом певного часу забарвлюється в різні кольори (плями) від блідо-сірого до майже чорного.

### Хід роботи

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** пробірки скляні діаметром (17±1) мм, висотою (150±5) мм, гігроскопічна вата, баня з похибкою підтримки температури трохи більше 1°C, пінцет з нержавіючої сталі або нікельовані, чаша випарна порцелянова, шліфувальний мікропорошок із зернистістю M14 або M10 або аналогічний з тією ж зернистістю, шкірка шліфувальна або шліфувальний порошок із зернистістю абразивного матеріалу 6-8, фільтрувальний папір, термометри типів ТЛ-2 №2; ТЛ-2 №3; ТЛ-5 №2; ТЛ-6 №2; ТЛ-6 №3, ізооктан еталонний або технічний, толуол, спирт етиловий ректифікований, ртутний стовпчик не повинен виступати над поверхнею рідини в бані на понад 25 мм при температурі випробування. Рівень води в багі повинен бути вищим за рівень палива в пробірках не менше ніж на 30 мм.

### Методика проведення роботи

При підготовці поверхні вручну кладуть лист абразивного паперу на плоску поверхню, змочують його гасом або розчинником і шліфують пластинку, переміщуючи її по паперу круговими рухами, оберігаючи пластинку від зіткнення з

пальцями беззольним фільтрувальним папером. Підготовку поверхні мідної пластинки можна здійснювати на шліфувальних верстатах, застосовуючи відповідні сорти сухого паперу або тканини.

З пластинки видаляють металевий пил, ретельно протираючи чистими ватними тампонами до тих пір, поки свіжий тампон не стане чистим. Після цього пластинку відразу ж занурюють у приготований розчинник (ізооктану), з якого відразу ж виймають для остаточної обробки або зберігають в розчиннику для подальшого використання. Видаляють пластинку з розчинника, утримуючи її пальцями, захищеними беззольним фільтрувальним папером, шліфують спочатку торці, а потім бічні сторони карборундовим порошком з розміром частинок 105мкм, який беруть з чистої скляної пластинки ватним тампоном, змоченим краплею розчинника. Пластинку ретельно витирають чистими тампонами і надалі беруть її щипцями з нержавіючої сталі або пінцетом; в жодному разі не можна торкатися до неї пальцями. Пластинку закріплюють в затиску і шліфують основні поверхні карборундовим порошком, нанесеним на вату. Шліфування проводять по подовжній осі мідної пластинки. З усіх шести граней мідної пластинки видаляють плями карборундовим папером з розміром абразивних частинок, що забезпечують необхідну якість обробки поверхні. Торкання руками свіжошліфованої поверхні пластинки не допускається.

Випробовуване паливо фільтрують через паперовий фільтр, наливають у пробірки 10 см<sup>3</sup>, опускають в них за допомогою пінцету (щипців) підготовлені до випробування пластинки і закривають пробірки корковими пробками. Пробірки з паливом і мідними пластинками поміщають у вертикальному положенні в нагріту водяну баню. Паливо для реактивних двигунів витримують протягом 3 годин при температурі  $(100 \pm 1)^\circ\text{C}$ , інші палива - при  $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ . Після закінчення 3 годин пластинку витягають пінцетом з пробірки і промивають у фарфоровій чаші не менше двох разів спиртово-толуольною сумішшю або ізооктаном і просушують на фільтрувальному папері. Не допускається торкання руками поверхні пластинки. Для кожного випробуваного палива проводять не менше двох паралельних визначень. Просушені пластинки оглядають з усіх боків, порівнюють зі

свіжошліфованою пластинкою (еталоном) і встановлюють зміну (або відсутність зміни) кольору, наявність (або відсутність) нальотів або плям на поверхні і записують результати огляду. При цьому поява рівномірного помаранчевого відтінку, без зміни початкового блиску, не вважають зміною кольору пластинки. Якщо хоча б при одному визначенні на пластинці утворився наліт або плями чорного, коричневого або сіро сталевого кольору таке паливо вважають не витримало випробування. При інших змінах або відсутності зміни кольору пластинки вважають, що паливо витримало випробування.

### **Завдання самостійної роботи**

1. Яке цільове призначення процесу каталітичного крекінгу?
2. Які речовини надають корозійної агресивності нафтопродуктам?
3. Яка реакція є основою визначення методу?
4. Як впливають сполуки сірки на корозійну агресивність нафтопродуктів?



## **Лабораторна робота № 8.**

**Тема:** ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МЕХАНІЧНИХ ДОМІШОК В НАФТОПРОДУКТАХ.

**Мета роботи:** Визначити масову частку механічних домішок у нафтопродуктах. Зіставити отримані дані з ДСТУ, зробити висновок.

**Питання для підготовки:**

1. Хроматографічні методи.
2. Мас-спектрометрія та хромато-мас-спектрометрія.
3. Ультрафіолетова та інфрачервона спектроскопія.
4. Ядерний магнітний та електронний парамагнітний резонанс.
5. Наявність механічних домішок у нафтопродуктах.

### **Короткі відомості про процес**

Механічними домішками вважаються всі сторонні частки, що знаходяться в нафтопродуктах в опадах або зваженому стані. Розміри частинок, їх кількість та склад можуть бути різними. Розрізняють частинки органічного та неорганічного походження. Найбільшу небезпеку становлять абразивні забруднення, що мають кристалічну будову, що зумовлює їх високу твердість, такі як кварцити, глиноземи (пил, пісок).

Наявність механічних домішок у нафтопродуктах знижує надійність і довговічність роботи агрегатів і систем автомобілів і тракторів. Так, їх присутність у паливах викликає забивання фільтрів, карбюраторів, соплових отворів розпилювачів форсунок, підвищений знос деталей паливних систем, сприяє збільшенню нагароутворення. Механічні домішки в маслах викликають підвищений знос поверхонь, що труться, різко скорочуючи термін їх служби. Вони можуть потрапляти в нафтопродукти, головним чином, під час транспортування, зберігання та застосування. Визначення вмісту механічних домішок у нафтопродуктах здійснюється якісними та кількісними методами. При якісному визначенні встановлюється присутність або відсутність механічних домішок, при кількісному - їх відсотковий вміст у досліджуваному нафтопродукті. Якісне

визначення присутності механічних домішок у нафтопродуктах виконується в такий спосіб. Бензин або дизельне паливо у кількості 25 мл пропускається через фільтрувальний папір. Чисте паливо залишає ледь помітну жовту маслянисту пляму. За наявності механічних домішок пляма буде темною зі слідами домішок. Краплі олії наносяться на скло, зверху накладається друге скло, і скла, злегка притискаючи, труть один об одного. За наявності механічних домішок чути характерний скрип.

### Хід роботи

**Прилади, посуд, реактиви, матеріали:** папір фільтр, бюкс, хімічні стакани, водяна баня, холодильник, воронка, конічна колба, бензин, бензол, толуол.

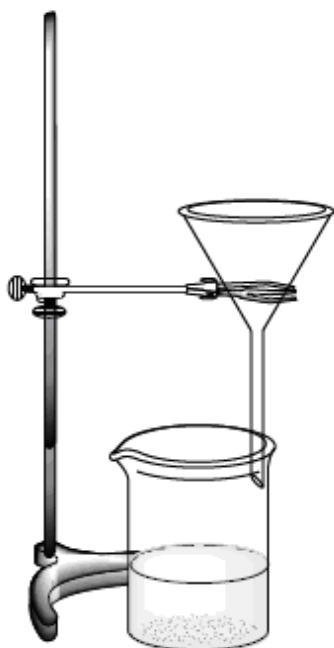


Рис.10. Схема установки для простого фільтрування

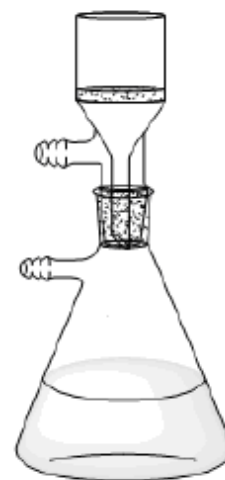


Рис.11. Схема установки для вакуумного фільтрування

### Методика проведення роботи

Сутність методу полягає в наступному: навішення випробуваної зневодненої нафти (нафтопродукту) розчиняють у бензині. Розчин фільтрують через сухий паперовий фільтр, який сушать та зважують. По приріст ваги фільтра знаходять кількість механічних домішок.

Беззольний паперовий фільтр поміщають у бюкс і сушать у сушильній шафі при 105-110°C спочатку 1годину, а потім кілька разів по 30 хв до постійної маси. Сухий фільтр вставляють у лійку і змочують його бензином. Якщо нафтопродукт містить воду, його попередньо зневоднюють шляхом азеотропної перегонки. Наважку випробуваної нафти і бензину на її розчинення беруть відповідно до ДСТУ. Кратність бензину по відношенню до навіски нафти 2-4. Досліджувану нафту відважують у склянку і, щоб зменшити її в'язкість, розчиняють у гарячому бензині. Бензин підігрівають на водяній бані в колбі із зворотним холодильником. Якщо нафтопродукти погано розчиняються в бензині, його замінюють бензолом або толуолом. Гарячий розчин фільтрують через підготовлений паперовий фільтр. Осад на фільтрі промивають гарячим бензином доти, доки фільтрат стікатиме прозорим і безбарвним. Для прискорення фільтрування застосовують лійку Бюхнера з водоструминним насосом, фільтрування треба проводити у витяжній шафі.

Фільтр з промитим осадом переносять у бюкс, в якому сушився чистий фільтр, і сушать з відкритою кришкою при 105 - 110 °C до постійної маси. Вимірювання виконують з точністю до 0,0002г. Бюкс охолоджують перед зважуванням в ексікаторі із закритою кришкою не менше 30 хв. Масову частку механічних домішок X (%) обчислюють за формулою:

$$X=(G_1-G_2)/G \cdot 1000,$$

де  $G_1$  - маса бюкса з фільтром та механічними домішками, г;

$G_2$  – маса бюкса з фільтром, г;

$G$  – наважка нафти.

Виконується щонайменше два визначення кожного зразка нафти (нафтопродукту). Розраховується середній результат.

### **Завдання самостійної роботи**

1. Що відносять до механічних домішок нафти та нафтопродуктів?
- 2.Що є основними причинами та джерелами забруднень бензинів механічними

домішками?

3. Які проблеми при експлуатації ДВЗ (двигуна внутрішнього згорання) викликає наявність механічних домішок у паливі та моторному маслі?

4. Який нормативний гранично-допустимий рівень вмісту механічних домішок у нафтопродуктах для ДВЗ?

## Література

1. Братичак М. М. Хімія нафти та газу : навч. посіб. Львів : Вид-во Львівської політехніки, 2020. 428 с.
2. Григоров А. Б. Зберігання нафти та нафтопродуктів в умовах нафтобаз : навч. посіб. / Нац. техн. ун-т "Харків. політехн. ін-т". Харків : Крок, 2022. 184 с.
3. Григоров А. Б. Фізика і хімія палив, олив, мастил. Харків ; Тернопіль : НТУ «ХПІ» : Крок, 2023. 169 с.
4. Григоров А. Б. Сучасні технології переробки горючих копалин : курс лекцій з навчальної дисципліни : для студентів ден. та заоч. форм навчання освітнього ступеня "магістр" спец. 161 "Хімічні технології та інженерія" / Нац. техн. ун-т "Харків. політехн. ін-т". Харків, 2023. 137 с.
5. Іванов С. В., Єфименко В. В., Тітова О. С. Хімія та паливно-мастильні матеріали : лабораторний практикум. Київ : НАУ, 2009. 78 с.
6. Інструкції з контролю якості пально-мастильних матеріалів та спеціальних рідин у державній авіації України. *Офіційний вісник України*. 2017. №<sup>0</sup>14. С. 444.
7. Інструкції з контролювання якості нафти і нафтопродуктів на підприємствах і організаціях України. *Офіційний вісник України*. 2007.
8. Кириченко В. І., Сіренко Г. О., Бойченко С. В. Сучасні паливно-мастильні матеріал: стан та поступ розвитку. Ч. І: Паливні матеріали : монографія. Івано-Франківськ : Супрун В. П., 2016. 208 с.
9. Курта С. А. Основи нафтохімії. Івано-Франківськ : Прикарпатський нац. ун-т імені Василя Стефаника, 2020. 193 с.
10. Новікова В. Ф., Іванов С. В., Полякова О. В., Єфименко В. В. Аналіз нафтопродуктів : навч.-метод. посіб. Київ : НАУ, 2005. 184 с.
11. Паливо-мастильні матеріали, технічні рідини та системи їх забезпечення. / упоряд. В. Я. Чабанний. Кіровоград : Центрально-Українське видавництво, 2008. 353 с. URL: <http://surl.li/hazik>

- 12.Склябінський В. І., Ляпощенко О. О., Артюхов А. Є. Технологічні основи нафто- та газопереробки : навч. посіб. Суми : Сумський держ. ун-т, 2011. 186 с.
- 13.Технологія нафти та газу : навч. посіб. / упоряд.: М. М. Батичак, О. Б. Гринишин. Львів : Львівська політехніка, 2002. 180 с.
- 14.ДСТУ 4345:2004 Нафтопродукти. Палива рідкі. Номенклатура показників якості.