

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Комсомольский-на-Амуре государственный университет»

Кафедра «Технология переработки нефти и полимеров»



## РАБОЧАЯ ПРОГРАММА

дисциплины «Специальные главы химической технологии переработки  
нефти и газа»

основной профессиональной образовательной программы  
подготовки бакалавров

по направлению (18.03.01) «Химическая технология»

профиль «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных  
материалов»

Форма обучения	<u>Очная</u>
Технология обучения	<u>Традиционная</u>

Комсомольск-на-Амуре 2017

Автор программы практики  
Профессор, д.т.н.

  
Петров В.В.  
« 04 » 04 2017 г.

СОГЛАСОВАНО

Директор библиотеки

  
Романовская И.А.  
« 04 » 04 2017 г.

Заведующий кафедрой «ТНП»

  
Шакирова О.Г.  
« 04 » 04 2017 г.

Декан факультета «ФЭХТ»

  
Телеш В.В.  
« 04 » 04 2017 г.

Начальник УМУ

  
Поздеева Е.Е.  
« 05 » 04 2017 г.

## Введение

Рабочая программа дисциплины «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» составлена в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта, утвержденного приказом Министерства образования и науки Российской Федерации от 11.08.2016 № 1005, и основной профессиональной образовательной программы подготовки бакалавров по направлению 18.03.01 «Химическая технология».

### 1 Аннотация дисциплины

Наименование дисциплины	Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа							
Цель дисциплины	Формирование у студентов комплекса знаний и обеспечение фундаментальной подготовки в области химической технологии очистки и разделения природных энергоносителей и производства товарных нефтепродуктов. Происходит знакомство с основными проблемами комплексной и глубокой переработки нефти и газа, навыками проведения лабораторных анализов и исследований изучаемых процессов и использования полученных знаний в своей практической и профессиональной деятельности.							
Задачи дисциплины	Изучение новых высокопроизводительных технологических процессов, улучшающих эксплуатационные свойства товарных нефтепродуктов; формирование умения комбинировать технологические процессы с новыми активными, селективными растворителями и катализаторами для получения экологически чистых товарных нефтепродуктов; формирование навыков понимания физико-химической сущности и химической закономерности экстракционных процессов, используемых на отечественных и зарубежных технологических установках производства масел.							
Основные разделы дисциплины	1. Химические и физические методы разделения нефтяного сырья. 2. Способы производства низкозастывающих нефтепродуктов. 3. Производство товарных нефтепродуктов							
Общая трудоемкость дисциплины	4 з.е. / 144 академических часа							
	Семестр	Аудиторная нагрузка, ч				СРС, ч	Промежуточная аттестация, ч	Всего за семестр, ч
		Лекции	Пр. занятия	Лаб. работы	Курсовое проектирование			
8 семестр	54		36		54		144	
ИТОГО: 144		54		36		54		144

## 2 Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с планируемыми результатами образовательной программы

Дисциплина «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» нацелена на формирование компетенций, знаний, умений и навыков, указанных в таблице 1.

Таблица 1 – Компетенции, знания, умения, навыки

Наименование и шифр компетенции, в формировании которой принимает участие дисциплина	Перечень формируемых знаний, умений, навыков, предусмотренных образовательной программой		
	Перечень знаний (с указанием шифра)	Перечень умений (с указанием шифра)	Перечень навыков (с указанием шифра)
ПК-1 Способность и готовностью осуществлять технологический процесс в соответствии с регламентом и использовать технические средства для измерения основных параметров технологического процесса, свойств сырья и продукции;	31(ПК-1-7) Знать: методы очистки дистиллятов и остатков переработки нефти;  32(ПК-1-7) Знать: пути улучшения эксплуатационных характеристик нефтепродуктов;	У1(ПК-1-7) Уметь: выбрать рациональную схему производства заданного продукта, оценить технологическую эффективность производства; У2(ПК-1-7) Уметь: произвести выбор приборов для контроля и регулирования технологических процессов.	Н1(ПК-1-7) Владеть: навыками технологических расчетов отдельных узлов и аппаратов процессов очистки нефтепродуктов; Н2(ПК-1-7) Владеть: навыками проектирования основных аппаратов получения товарных нефтепродуктов;
ПК-4 Способность принимать конкретные технические решения при разработке технологических процессов, выбирать технические средства и технологии с учетом экологических последствий их применения;	33(ПК-4-5) Знать: проблемы экологии; 34(ПК-4-5) Знать: организационные средства охраны окружающей среды	У3(ПК-4-5) Уметь: выбрать наиболее экологически безопасные растворители. У4(ПК-4-5) Уметь: анализировать и выбирать наиболее эффективные технологические приемы для производства различных продуктов нефтехимического производства;	Н3(ПК-4-5) Владеть: навыками выбора рационального способа снижения воздействия на окружающую среду; Н4(ПК-4-5) Владеть: навыками разработки современных процессов очистки и разделения нефтяного сырья.
ПК-11 Способность выявлять и устранять отклонения от режимов работы технологического оборудования и параметров технологического процесса	35 (ПК-11-3 ) Знать: . оборудование, необходимое для проведения химико-технологического процесса.	У5 (ПК-11-3) Уметь: прогнозировать и определять свойства соединений и направления химических реакций У6(ПК-11-3) Уметь: выбрать рациональную схему и оценить технологическую эффективность химического производства;	Н5 (ПК-11-3) Владеть: методами сертификационных испытаний сырья, готовой продукции и технологических процессов Н6 (ПК-11-3) Владеть: техникой проведения экспериментов

### 3 Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы

Дисциплина(модуль) «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» изучается на 4 курсе в 8 семестре.

Дисциплина является дисциплиной по выбору входит в состав блока 1 «Дисциплины (модули)» и относится к вариативной части.

Для освоения дисциплины необходимы знания, умения, навыки, сформированные на предыдущих этапах освоения компетенций ПК-1, ПК-4, ПК-11 в процессе изучения дисциплин: «Химия природных энергоносителей и углеродных материалов», «Оборудование нефтегазоперерабатывающих заводов», «Теоретические основы химической технологии топлива и углеродных материалов».

Входной контроль при изучении дисциплины не проводится.

### 4 Объем дисциплины (модуля) в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающихся

Общая трудоемкость (объем) дисциплины составляет 4 зачетных единиц, 144 академических часа.

Распределение объема дисциплины (модуля) по видам учебных занятий представлено в таблице 2.

Таблица 2 – Объем дисциплины по видам учебных занятий

Объем дисциплины	Всего академических часов
	Очная форма обучения
Общая трудоемкость дисциплины	144 (4 з.е.)
<b>Контактная аудиторная работа обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий), всего</b>	90
В том числе:	
<b>занятия лекционного типа</b> (лекции и иные учебные занятия, предусматривающие преимущественную передачу учебной информации педагогическими работниками)	54
<b>занятия семинарского типа</b> (семинары, практические занятия, практикумы, лабораторные работы, коллоквиумы и иные аналогичные занятия)	36
<b>Самостоятельная работа обучающихся и контактная работа</b> , включающая групповые консультации, индивидуальную работу обучающихся с преподавателями (в том числе индивидуальные консультации); взаимодействие в электронной информационно-образовательной среде вуза	54
Промежуточная аттестация обучающихся	Зачет с оценкой

**5 Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий**

Таблица 3 – Структура и содержание дисциплины (модуля)

Наименование разделов, тем и содержание материала	Компонент учебного плана	Трудоемкость (в часах)	Форма проведения	Планируемые (контролируемые) результаты освоения	
				Компетенции	Знания, умения, навыки
<b>Раздел 1. Химические и физические методы разделения нефтяного сырья</b>					
<p><b>1.1. Процессы очистки и разделения нефтяного сырья.</b> Классификация и товарная характеристика нефтепродуктов. Методы очистки дистиллятов и остатков. Сущность процессов химической очистки. Принципиальные схемы очистки топливных и масляных дистиллятов растворами щелочей и концентрированной серной кислотой.</p>	Лекция	7	Традиционная	ПК-1	31(ПК-1-7); 32(ПК-1-7); 33(ПК-4-5) 34(ПК-4-5) 35(ПК-11-3)
<p><b>1.2 Экстракционные процессы, используемые для получения товарных нефтепродуктов.</b> Теоретические основы экстракционных процессов. Деасфальтизация нефтяных остатков пропаном. Одноступенчатая и двухступенчатая деасфальтизации. Регенерация пропана в сверхкритических условиях. Деасфальтизация остатков бензином. Селективная очистка масляных дистиллятов и деасфальтизатов. Принципиальные технологические схемы очистки фенолом, фурфуролом и N- метилпирролидоном. Очистка парными раствори-</p>	Лекция	7	Традиционная	ПК-1, ПК-4	31(ПК-1-7); 32(ПК-1-7); 33(ПК-4-5) 34(ПК-4-5) 35 (ПК-11-3 )

Наименование разделов, тем и содержание материала	Компонент учебного плана	Трудоемкость (в часах)	Форма проведения	Планируемые (контролируемые) результаты освоения	
				Компетенции	Знания, умения, навыки
телями.					
Деасфальтизация нефтяных остатков низкокипящими растворителями	Лабораторная работа	4	Интерактивная	ПК-1	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11- 4) Н5 (ПК-11-3) Н6 (ПК-11-3)
Обезмасливание гача(петролатума) Кристаллизацией из растворов.	Лабораторная работа	4	Традиционная	ПК-1	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11- 4) Н5 (ПК-11-3) Н6 (ПК-11-3)
Очистка нефтепродуктов от ароматических углеводородов	Лабораторная работа	4	Традиционная	ПК-4	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11- 4) Н5 (ПК-11-3) Н6 (ПК-11-3)
Подготовка к лабораторным работам, оформление лабораторного журнала.	Самостоятельная работа обучающихся	18			
<b>ИТОГО по разделу 1</b>	Лекции	14	-	-	-
	Лабораторные работы	12	-	-	-

Наименование разделов, тем и содержание материала	Компонент учебного плана	Трудоемкость (в часах)	Форма проведения	Планируемые (контролируемые) результаты освоения	
				Компетенции	Знания, умения, навыки
	Самостоятельная работа обучающихся	18	-	-	-
<b>Раздел 2 Способы производства низкозастывающих нефтепродуктов</b>					
<b>2.1. Виды депарафинизации нефтяного сырья.</b> Основные закономерности застывания и кристаллизации твердых углеводородов. Принципиальная схема процесса депарафинизации в растворе полярных растворителей. Варианты технологического оформления процесса. Обезмасливание гачей (петролатумов) без растворителей и в растворе полярных растворителей).	Лекция	8	Традиционная	ПК-1	31(ПК-1-7); 32(ПК-1-7); 33(ПК-4-5) 34(ПК-4-5) 35(ПК-11-3)
<b>2.2. Карбамидная депарафинизация.</b> Карбамидная депарафинизация дизельных топлив и легких масел. Свойства и строение комплекса. Варианты технологических схем. Другие виды депарафинизации (микробиологическая, выделение нормальных парафинов с помощью цеолитов	Лекция	8	Традиционная	ПК-1	31(ПК-1-7); 32(ПК-1-7); 33(ПК-4-5) 34(ПК-4-5) 35(ПК-11-3)
Селективная очистка масляных дистиллятов и деасфальтизатов избирательными растворителями	Лабораторная работа	4	Традиционная	ПК-4	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11-4) Н5 (ПК-11-3)

Наименование разделов, тем и содержание материала	Компонент учебного плана	Трудоемкость (в часах)	Форма проведения	Планируемые (контролируемые) результаты освоения	
				Компетенции	Знания, умения, навыки
					Н6 (ПК-11-3)
Депарафинизация масляного сырья кристаллизацией из растворов	Лабораторная работа	5	Интерактивная	ПК-4	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11- 4) Н5 (ПК-11-3) Н6 (ПК-11-3)
Получение жидких парафинов методом карбамидной депарафинизации и исследование их свойств	Лабораторная работа	5	Интерактивная	ПК-4	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11- 4) Н5 (ПК-11-3) Н6 (ПК-11-3)
Подготовка к лабораторным работам, оформление лабораторного журнала.	Самостоятельная работа обучающихся	18			
<b>ИТОГО по разделу 2</b>	Лекции	16	-	-	-
	Лабораторные работы	14	-	-	-
	Самостоятельная работа обучающихся	18	-	-	-
<b>Раздел 3 Производство товарных нефтепродуктов</b>					
<b>3.1. Адсорбционные процессы, используемые для получения товарных масел. Контактная доочистка и перколяционная очистка. Теорети-</b>	Лекция	8	Традиционная	ПК-1	31(ПК-1-7); 32(ПК-1-7); 33(ПК-4-5) 34(ПК-4-5) 35(ПК-11-3)

Наименование разделов, тем и содержание материала	Компонент учебного плана	Трудоемкость (в часах)	Форма проведения	Планируемые (контролируемые) результаты освоения	
				Компетенции	Знания, умения, навыки
ческие основы процессов. Принципиальные схемы. Непрерывная адсорбционная очистка. Технологическая схема процесса.					
<b>3.2 Применение присадок для улучшения эксплуатационных свойств топлив и масел.</b> Присадки к топливам, назначение и свойства. Присадки к маслам, классификация, назначение и свойства. Особенности производства присадок и их технологические схемы. Назначение и классификация товарных топлив. Автомобильные и авиационные бензины. Топливо для реактивных, дизельных и газотурбинных двигателей и котельных установок. Моторные, промышленные, трансмиссионные и турбинные масла. Масла для газотурбинных двигателей. Электроизоляционные, компрессорные, гидравлические и консервационные масла.	Лекция	8	Традиционная	ПК-1	33(ПК-1-7); 32(ПК-1-7); 33(ПК-4-5) 34(ПК-4-5) 35(ПК-11-3)
<b>3.3 Производство нефтяных продуктов широкого назначения.</b> Производство консистентных смазок. Классификация смазок. Преимущества и недостатки смазок. Технологическая схема получения комплексной кальциевой смазки. Смазочно-охлаждающие жидко-	Лекция	8	Традиционная	ПК-1	31(ПК-1-7); 32(ПК-1-7); 33(ПК-4-5) 34(ПК-4-5) 35(ПК-11-3)

Наименование разделов, тем и содержание материала	Компонент учебного плана	Трудоемкость (в часах)	Форма проведения	Планируемые (контролируемые) результаты освоения	
				Компетенции	Знания, умения, навыки
сти. Функции и основные требования к ним. Производство битумов. Классификация, основные показатели качества. Технологические схемы получения окисленных битумов. Компаундированные битумы.					
Компаундирование масел.	Лабораторная работа	5	Традиционная	ПК-4	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11- 4) Н5 (ПК-11-3) Н6 (ПК-11-3)
Получение и анализ пластичных смазок.	Лабораторная работа	5	Интерактивная	ПК-4	У1(ПК-1-7); У2(ПК-1-7); Н1(ПК-1-7); Н2(ПК-1-7); У3(ПК-4-5) У4(ПК-4-5) Н3(ПК-4-5) Н4(ПК-4-5) У5 (ПК-11-3) У6(ПК-11- 4) Н5 (ПК-11-3) Н6 (ПК-11-3)
Подготовка к лабораторным работам, оформление лабораторного журнала, выполнение контрольной работы.	Самостоятельная работа обучающихся	18			
<b>Текущий контроль по разделу 3 (если предусмотрен)</b>			Защита контрольной работы		

Наименование разделов, тем и содержание материала	Компонент учебного плана	Трудоемкость (в часах)	Форма проведения	Планируемые (контролируемые) результаты освоения	
				Компетенции	Знания, умения, навыки
<b>ИТОГО по разделу 3</b>	Лекции	24	-	-	-
	Лабораторные работы	10	-	-	-
	Самостоятельная работа обучающихся	18	-	-	-
<b>Промежуточная аттестация по дисциплине</b>	<b>Зачет с оценкой</b>				
<b>ИТОГО по дисциплине</b>	Лекции	54	-	-	-
	Лабораторные работы	36	-	-	-
	Самостоятельная работа обучающихся	54	-	-	-
<b>ИТОГО:</b> общая трудоемкость дисциплины 144 часа, в том числе с использованием активных методов обучения 16 часов					

## **6 Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине (модулю)**

Самостоятельная работа обучающихся, осваивающих дисциплину «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа», состоит из следующих компонентов:

1. Проработка и осмысление лекционного материала;
2. Работа с учебниками и учебными пособиями по лекционному материалу;
3. Подготовка к лабораторным занятиям по рекомендуемой литературе, выполнение и защита контрольной работы;

Для успешного выполнения всех разделов самостоятельной работы учащимся рекомендуется использовать литературу указанную в перечне основной и дополнительной учебной литературы и методические указания к лабораторным работам (приложение А).

Рекомендуемый график выполнения самостоятельной работы представлен в таблице 4.

Общие рекомендации по организации самостоятельной работы:

В процессе организации самостоятельной работы особое внимание

уделяется формированию культуры работы с информационными источниками, приобретению навыков решения наиболее часто встречающихся практических задач, а также формированию готовности к кооперации, работе в коллективе.

Самостоятельная работа обучающихся выполняется по заданию и при методическом руководстве преподавателя, но без его непосредственного участия. Целью самостоятельной работы студентов является овладение фундаментальными знаниями, профессиональными умениями и навыками деятельности по профилю, опытом творческой, исследовательской деятельности. Самостоятельная работа студентов способствует развитию самостоятельности, ответственности и организованности, творческого подхода к решению проблем учебного и профессионального уровня.

Аудиторная самостоятельная работа по дисциплине выполняется на учебных занятиях под непосредственным руководством преподавателя и по его заданию.

Внеаудиторная самостоятельная работа выполняется студентом по заданию преподавателя, но без его непосредственного участия.

Таблица 4 – Рекомендуемый график выполнения самостоятельной работы студентов очной формы обучения при 17-недельном семестре

Вид самостоятельной работы	Часов в неделю											Итого по видам работ
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
Подготовка к лабораторным занятиям, оформление лабораторного журнала	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	18
Изучение теоретических разделов дисциплины	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	18
Подготовка и выполнение контрольной работы	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2		18
<b>ИТОГО в 8 семестре</b>	<b>3</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>4</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>4</b>	<b>54</b>

**7 Фонд оценочных средств для проведения текущего контроля  
и промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине (модулю)**

Таблица 5 – Паспорт фонда оценочных средств

Контролируемые разделы (темы) дисциплины	Код контролируемой компетенции (или ее части)	Наименование оценочного средства	Показатели оценки
Все разделы	ПК-1-7 ПК-4-5 ПК-11-3	1. Выполнение и защита лабораторных работ №1-8  2. Контрольная работа	Аргументированность и правильность ответов  Оцениваются владение материалом по теме работы, владение методами, умения и навыки, необходимые для выполнения задания

Промежуточная аттестация проводится в форме **Зачета с оценкой**.

Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций, представлены в виде технологической карты дисциплины (таблица 6).

Таблица 6 – Технологическая карта

	Наименование оценочного средства	Сроки выполнения	Шкала оценивания	Критерии оценивания
8 семестр <i>Промежуточная аттестация в форме зачета с оценкой</i>				
1	Выполнение и защита 8 лабораторных работ	В течение семестра	40 баллов	За каждую лабораторную работу: 5 баллов – студент показал отличные навыки применения полученных знаний и умений при решении профессиональных задач в рамках усвоенного учебного материала. 4 балла – студент показал хорошие навыки применения полученных знаний и умений при решении профессиональных задач в рамках усвоенного учебного материала. 3 балла – студент показал удовлетворительное владение навыками применения полученных знаний и умений при решении профессиональных задач в рамках усвоенного учебного материала. 2 балла – студент продемонстрировал недостаточный уровень владения умениями и навыками при решении профессиональных задач в рамках усвоенного учебного материала. 0 баллов – задание не выполнено.
2	Контрольная работа	В течение семестра	25 баллов	25 баллов - студент правильно выполнит контрольное задание. Показал отличные знания в рамках освоенного учебного материала. 20 баллов - студент выполнил контрольное задание с небольшими неточностями. Показал хорошие знания в рамках освоенного учебного материала. 15 баллов - студент выполнил контрольное задание с существенными неточностями. Показал удовлетворительные знания в рамках освоенного учебного материала. 10 балла - при выполнении контрольного задания студент продемонстрировал недостаточный уровень знаний. 0 баллов – задание не выполнено.
<b>ИТОГО:</b>			<b>65 баллов</b>	
<b>Критерии оценки результатов обучения по дисциплине:</b> 0 – 64 % от максимально возможной суммы баллов -- «неудовлетворительно» (недостаточный уровень для промежуточной аттестации по дисциплине); 65 – 74 % от максимально возможной суммы баллов -- «удовлетворительно» (пороговый (минимальный) уровень); 75 – 84 % от максимально возможной суммы баллов -- «хорошо» (средний уровень); 85 – 100 % от максимально возможной суммы баллов -- «отлично» (высокий (максимальный) уровень).				

## **Задания для текущего контроля**

### **Деасфальтизация нефтяных остатков низкокипящими растворителями**

1. Назначение процесса деасфальтизации.
2. Какие растворители применяют при деасфальтизации гудрона в процессах получения масел или сырья для гидрокрекинга или каталитического крекинга. Объясните выбор растворителей.
3. Сравните состав деасфальтизата при использовании в качестве растворителей пропана, бутана, бензиновой фракции НК-70°C.
4. Области применения асфальта и деасфальтизата.
5. Основные факторы, влияющие на процесс деасфальтизации гудрона пропаном.
6. Влияние тяжелых металлов, серо-, азот- и кислородсодержащих соединений на свойства нефтепродуктов.

### **Депарафинизация масляного сырья кристаллизацией из растворов.**

1. Назначение процесса депарафинизации.
2. Понятие о температурном эффекте депарафинизации (ТЭД). Выбор конечной температуры охлаждения.
3. Существующие процессы депарафинизации нефтяного сырья.
4. Различия между видами процессов депарафинизации.
5. Основные факторы, влияющие на процесс депарафинизации.
6. Стадии процесса депарафинизации.
7. Влияние смол в рафинатах на процесс депарафинизации.
8. От чего зависит скорость роста кристаллов?
9. Какие избирательные растворители наиболее эффективны с позиции значений ТЭД?
10. Достоинства и недостатки использования метилизобутилкетона.
11. Отличия составов парафина и церезина, пути их получения и виды сырья.
12. Применяемые растворители. Роль каждого компонента в парном растворителе.
13. Зависимость кратности растворителя от качества сырья.
14. Изменение свойств масел в процессе депарафинизации.
15. Пути интенсификации процесса депарафинизации.

### **Получение и анализ пластичных смазок**

1. Классификация пластичных смазок.
2. Основные отличия пластичных смазок от других видов смазочных материалов.
3. Основные стадии производства смазок.
4. Влияние типа загустителя и состава жидкой основы на структуру и свойства смазок.
5. Влияние поверхностно-активных веществ на структуру и свойства смазок.

### **Компаундирование масел**

1. Современные отечественные и зарубежные классификации моторных масел (SAE, API, ACEA, ГОСТ).
2. Требования, предъявляемые к моторным маслам.

3. Функции, выполняемые моторными маслами.
4. Какие показатели качества масел определяют вязкостно-температурные свойства, прокачиваемость при низких температурах?
5. Объясните методику расчета компонентов при компаундировании масел с помощью монограммы Молина-Гурвича и расчетным способом.
6. Основные показатели качества моторных масел.

### **Получение жидких парафинов методом карбамидной депарафинизации и исследование их свойств**

1. С какой целью применяют процесс карбамидной депарафинизации? Сущность процесса.
2. Какие силы удерживают нормальные парафиновые углеводороды в каналах гексагональной структуры карбамида?
3. Области применения получаемых парафинов.
4. Факторы процесса карбамидной депарафинизации, определяющие ее эффективность.
5. С какой целью в процессе карбамидной депарафинизации применяют растворитель, активатор?
6. Характеристика эксплуатационных свойств дизельных топлив (летнего, зимнего, арктического).

### **Очистка нефтепродуктов от ароматических углеводородов**

1. С какой целью применяют процесс очистки нефтепродуктов от аренов?
2. Каким методом проводится очистка нефтепродуктов от аренов?
3. Что используется в качестве десорбента?
4. Как могут использоваться выделенные ароматические соединения?
5. Что такое «типичная» нефть?

### **Селективная очистка масляных дистиллятов и деасфальтизаторов избирательными растворителями**

1. Назначение процесса селективной очистки масляных фракций.
2. Физико – химические основы процесса селективной очистки.
3. Характеристика избирательных растворителей, применяемых при селективной очистке масляного сырья.
4. Понятие об избирательной и растворяющей способности селективных растворителей.
5. Критическая температура растворения (КТР). Определение. Связь этого показателя с химическим составом сырья.
6. Распределение потоков сырья и растворителя по высоте экстракционной колонны. Понятие о градиенте экстракции.
7. Влияние температуры верха и низа колонны на выход и качество рафината.
8. Состав рафинатного и экстрактного растворов.
9. Продукты, получаемые в процессе селективной очистки масляного сырья и их характеристика.
10. Материальный баланс процесса.
11. Изменения выхода и качества рафината в зависимости от кратности растворителя и температуры процесса.
12. Сравнительная оценка качества сырья и продуктов, полученных в процессе селективной очистки.

## ОБЕЗМАСЛИВАНИЕ ГАЧА (ПЕТРОЛАТУМА) КРИСТАЛЛИЗАЦИЕЙ ИЗ РАСТВОРОВ

1. Назначение и теоретические основы процесса обезмасливания.
2. Применяемые растворители. Роль каждого компонента в парном растворителе.
3. Факторы, влияющие на процесс обезмасливания:
  - скорость охлаждения;
  - количество растворителя;
  - состав растворителя;
  - способ подачи растворителя;
  - качество сырья;
  - температура обезмасливания;
4. Сравнительная оценка показателей качества сырья и твердых углеводородов.

### Комплект заданий для контрольной работы

#### Расчет технологических параметров процессов очистки и разделения нефтяного сырья.

Ниже приводятся условия задач на составление материальных балансов различных процессов для самостоятельной работы.

**Задача 1.** Составьте материальный баланс двухступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

Исходные данные:

Производительность установки по сырью	800 тонн/сутки
Соотношение растворитель:сырье (мас.)	1 степень 3:1
	2 степень 5:1
Выход деасфальтизата, % мас. на сырье	1 степень 30
	2 степень 10
Состав раствора деасфальтизата 1 степени:	деасфальтизата 10 % мас.
	растворитель 90% мас
Состав раствора асфальта 2 степени-асфальт	40 % мас.
	растворитель 60% мас

Материальный баланс составьте в кг/час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 340 дней в году.

**Задача 2.** Составьте материальный баланс двухступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

Исходные данные:

Производительность установки по сырью	1200 тонн/сутки
Соотношение растворитель:сырье (мас.)	1 степень 2.5:1
	2 степень 3.5:1

Выход деасфальтизата ,% мас. на сырье	1 степень	36
	2 степень	15
Состав раствора асфальта 1 степени:	асфальт	50 % мас.
	растворитель	50% мас
Состав раствора асфальта 2 степени-асфальт	асфальт	40 % мас.
	Растворитель	60 % мас

Материальный баланс составьте в кг/час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 330 дней в году.

**Задача 3.** Составьте материальный баланс двухступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

Исходные данные:

Производительность установки по сырью	1000 тонн/сутки
Соотношение растворитель:сырье (мас.)	1 степень 3:1
	2 степень 4.5:1
Выход деасфальтизата ,% мас. на сырье	1 степень 29
	2 степень 11
Состав раствора деасфальтизата 1 степени:	деасфальтизата 13 % мас.
	растворитель 87 % мас
Состав раствора асфальта 2 степени-асфальт	50 % мас.
	растворитель 50 %мас.

Материальный баланс составьте в кг/час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 320 дней в году.

**Задача 4.** Составьте материальный баланс двухступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

Исходные данные:

Производительность установки по сырью	900 тонн/сутки
Соотношение растворитель:сырье (мас.)	1 степень 2:1
	2 степень 3:1
Выход деасфальтизата ,% мас. на сырье	1 степень 38
	2 степень 11
Состав раствора асфальта 1 степени:	асфальт 50 % мас.
	растворитель 50 % мас.
Состав раствора деасфальтизата 2 степени-деасфальтизат	10 % мас.
	растворитель 90 % мас.

Материальный баланс составьте в кг/час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 310 дней в году.

**Задача 5.** Составьте материальный баланс отделения двухступенчатой фильтрации процесса депарафинизации нефтяных фракций кристаллизацией из раствора.

Исходные данные:

Производительность по депарафинированному маслу (из 1 степени):	350 тонн/сутки
Состав суспензии :	масло 100 % мас.

	в т.ч. твердой фазы	18 % мас.
	растворитель	200 % мас.
Всего	300	
Поступает	на 1 ступень.	2 ступень
на промывку “лепешки”,	100	100
% мас. на сырье		
На транспортировку гача,	50	50
% мас. на сырье		
Раствор депарафинизата 1 ступени содержит депарафинированного масла 89 %		
Материальный баланс составьте в кг/ час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 340 дней в году.		

**Задача 6.** Составьте материальный баланс отделения двухступенчатой фильтрации процесса депарафинизации нефтяных фракций кристаллизацией из раствора.

Исходные данные:

Производительность по гачу (из 2 ступени): 35 тонн/сутки

Состав суспензии :

масло	100 % мас.
в т.ч. твердой фазы	18 % мас.
растворитель	200 % мас.

Всего 300 % мас.

Поступает на 1 ступень 2 ступень.

на промывку “лепешки”, 50 50

% мас. на сырье

на транспортировку гача, 50 50

% мас. на сырье

Раствор гача 2 ступени содержит 10 % мас. на сырье гача.

Материальный баланс составьте в кг/ час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 330 дней в году.

**Задача 7.** Составьте материальный баланс отделения двухступенчатой фильтрации процесса депарафинизации нефтяных фракций кристаллизацией из раствора.

Исходные данные:

Производительность по депарафинированному . маслу (из 1 ступени):

350 тонн/сутки

Состав суспензии :

масло	100 % мас.
в т.ч. твердой фазы	15 % мас.
растворитель	200 % мас.

Всего 300 % мас.

Поступает на 1 ступень 2 ступень

на промывку “лепешки”, 100 100

% мас. на сырье

На транспортировку гача, 50 50

% мас. на сырье

Раствор депарафинизата 1 степени содержит депарафинированного масла 91 % мас.

Материальный баланс составьте в кг/ час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 320 дней в году.

**Задача 8.** Составьте материальный баланс отделения двухступенчатой фильтрации процесса депарафинизации нефтяных фракций кристаллизацией из раствора.

Исходные данные:

Производительность по гачу (из 2 степени): 40 тонн/сутки

Состав суспензии	масло	100 % мас.
	в т.ч. твердой фазы	17 % мас.
	растворитель	200 % мас.

Всего 300 % мас.

Поступает	на 1 ст.	11 ст.
-----------	----------	--------

на промывку “лепешки”,	100	100
------------------------	-----	-----

% мас. на сырье

На транспортировку гача,	50	50
--------------------------	----	----

% мас. на сырье

Раствор гача 2 степени содержит гача 10 % мас. на сырье.

Материальный баланс составьте в кг/ час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 310 дней в году.

**Задача 9.** Составьте материальный баланс узла экстракции процесса фенольной очистки. Экстракция проводится по одноблочной схеме в одну ступень.

Исходные данные: Соотношение растворитель:сырье 1.8:1 (мас.)

В экстракционную колонну подают фенольную воду в количестве 6 % мас. на сырье (фенольная вода содержит 10 % мас. фенола). Выход рафината - 75 % мас. на сырье.

Состав рафинатного раствора:	рафинат	82 %мас.с.с.
	фенол	18 % мас.

Годовая производительность установки по сырью 350 000 тонн/год.

Рабочее время в году – 340 дней. Составьте товарный материальный баланс установки.

**Задача 10.** Составьте материальный баланс узла экстракции процесса фенольной очистки. Экстракция проводится по одноблочной схеме в одну ступень.

Исходные данные: Соотношение растворитель:сырье 2:1 (мас.)

В экстракционную колонну подают фенольную воду в количестве 7 % мас. на сырье (фенольная вода содержит 10 % мас. фенола). Выход рафината - 70 % мас. на сырье.

Состав рафинатного раствора:	рафинат	80 %мас.
	фенол	20 % мас.

Годовая производительность установки 1 000 тонн/сутки по сырью.

Рабочее время в году – 330 дней. Составьте товарный материальный баланс установки.

**Задача 11.** Составьте материальный баланс отделения двухступенчатой фильтрации процесса депарафинизации нефтяных фракций кристаллизацией из раствора.

Исходные данные:

Производительность по депарафинированному маслу (из 1 ступени):

		350 тонн/сутки
Состав суспензии :	масло	100 % мас.
	в т.ч. твердой фазы	16 % мас.
	растворитель	300 % мас.
Всего		400 %
Поступает	на 1 ступень.	2 ступень
на промывку “лепешки”,	150	200
% мас. на сырье		
На транспортировку гача,	70	60
% мас. на сырье		

Раствор депарафинизата 1 ступени содержит депарафинированного масла 86%

Материальный баланс составьте в кг/ час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 310 дней в году.

**Задача 12.** Составьте материальный баланс двухступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

Исходные данные:

Производительность установки по сырью	1600 тонн/сутки
Соотношение растворитель:сырье (мас.)	1 ступень 3.5:1 2 ступень 4.5:1
Выход деасфальтизата ,% мас. на сырье	1 ступень 32 2 ступень 11
Состав раствора асфальта 1 ступени:	асфальт 40 % мас. растворитель 60% мас
Состав раствора асфальта 2 ступени:	асфальт 50 % мас. Растворитель 50% мас

Материальный баланс составьте в кг/час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 320 дней в году.

**Задача 13.** Составьте материальный баланс отделения двухступенчатой фильтрации процесса депарафинизации нефтяных фракций кристаллизацией из раствора.

Исходные данные:

Производительность по гачу (из 2 ступени): 65 тонн/сутки

Состав суспензии	масло	100 % мас.
	в т.ч. твердой фазы	38 % мас.
	растворитель	300 % мас.
Всего		400 % мас.
Поступает	на 1 ст.	11 ст.
на промывку “лепешки”,	100	100
% мас. на сырье		
На транспортировку гача,	80	60

% мас. на сырье

Раствор гача 2 ступени содержит гача 15 % мас. на сырье.

Материальный баланс составьте в кг/ час, а товарный материальный баланс - в тонн/год. Установка работает 320 дней в году.

**Задача 14.** Составьте материальный баланс узла экстракции процесса фенольной очистки. Экстракция проводится по одноблочной схеме в одну ступень.

Исходные данные: Соотношение растворитель:сырье 1.9:1 (мас.)

В экстракционную колонну подают фенольную воду в количестве 5 % мас. на сырье (фенольная вода содержит 10 % мас. фенола). Выход рафината - 75 % мас. на сырье.

Состав рафинатного раствора:

рафинат	85 %мас.
фенол	15 % мас.

Годовая производительность установки 1 500 тонн/сутки по сырью.

Рабочее время в году – 320 дней. Составьте товарный материальный баланс установки.

**Задача 15.** Составьте материальный баланс узла экстракции процесса фенольной очистки. Экстракция проводится по одноблочной схеме в одну ступень.

Исходные данные: Соотношение растворитель:сырье 1.7:1 (мас.)

В экстракционную колонну подают фенольную воду в количестве 6 % мас. на сырье (фенольная вода содержит 10 % мас. фенола). Выход рафината - 70 % мас. на сырье.

Состав рафинатного раствора:

рафинат	75 %мас.
фенол	25 % мас.

Годовая производительность установки 2 000 тонн/сутки по сырью.

Рабочее время в году – 310 дней. Составьте товарный материальный баланс установки.

**Задача 16.** Составьте материальный баланс узла экстракции процесса фенольной очистки. Экстракция проводится по одноблочной схеме в одну ступень.

Исходные данные: Соотношение растворитель:сырье 1.8:1 (мас.)

В экстракционную колонну подают фенольную воду в количестве 7 % мас. на сырье (фенольная вода содержит 10 % мас. фенола). Выход рафината - 75 % мас. на сырье.

Состав рафинатного раствора:

рафинат	80 %мас.
фенол	20 % мас.

Годовая производительность установки 900 тонн/сутки по сырью.

Рабочее время в году – 330 дней. Составьте товарный материальный баланс установки.

## **8 Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля)**

### **8.1 Основная литература**

1. Коршак, А.А. Основы транспорта, хранения и переработки нефти и газа : учебное пособие для вузов / А.А. Коршак. – Ростов н/Д: Феникс, 2015. – 366с.
2. Леффлер, У.Л. Переработка нефти / У.Л. Леффлер; Пер. с англ. – 2-е изд., пересм. – М.: Олимп-Бизнес, 2001. – 223с.
3. Ахметов С. А. Ишмияров, М.Х., Кауфман А.А. Технология переработки нефти, газа и твердых горючих ископаемых. – СПб: Недра, 2009–827 с.
4. Сарданашвили, А.Г. Примеры и задачи по технологии переработки нефти и газа : учебное пособие / А. Г. Сарданашвили, А.И. Львова. – 3-е изд. – СПб.: Интеграл, 2008; 2007. – 268с.
5. Капустин В.М., Тонконогов Б.П., Фукс И.Т. Технология переработки нефти. Часть 2. Деструктивные процессы. Учебное пособие. М.: Химия, 2014 г. 328 с.
6. Рябов, В. Д. Химия нефти и газа [Электронный ресурс] : учебное пособие / В.Д. Рябов. - М.: ИД ФОРУМ, 2012. - 336 с. // ZNANIUM.COM : электронно-библиотечная система. – Режим доступа: <http://www.znanium.com/catalog.php>, ограниченный. – Загл. с

### **8.2 Дополнительная литература**

1. С.В. Вержичинская, Н.Г. Дигуров, С.А. Синицин. Химия и технология нефти и газа. – М.: Форум, 2011. – 400 с.
2. Технология переработки нефти и газа. В 2-х ч. Ч. 1: первичная переработка нефти [Текст]: учеб. пособие для вузов / Под ред. О. Ф. Глаголевой, В. М. Капустина. – М.: КолосС, 2005. – 400 с.: ил.
3. Технология, экономика и автоматизация процессов переработки нефти и газа : учебное пособие для вузов / С.А. Ахметов, М.Х. Ишмияров, А.П. Веревкин и др. – М.: Химия, 2005. – 736с.

## **9 Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» (далее – сеть «Интернет»), необходимых для освоения дисциплины (модуля)**

1. Википедия <http://ru.wikipedia.org>
2. Химический портал <http://www.ximuk.ru>
3. Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <http://elibrary.ru>, свободный.
8. Естественнонаучный образовательный портал [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <http://en.edu.ru>, свободный.

## 10 Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины (модуля)

Обучение дисциплине «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» предполагает изучение курса на аудиторных занятиях и в ходе самостоятельной работы. Аудиторные занятия проводятся в форме лекций и выполнения лабораторных работ.

Таблица 7 Методические указания к отдельным видам деятельности

Вид учебного занятия	Организация деятельности студента
Лекция	Написание конспекта лекций: кратко, схематично, последовательно фиксировать основные положения. Выделять ключевые слова, формулы, отмечать на полях уточняющие вопросы по теме занятия
Лабораторная работа	Работа с конспектом лекций, изучение разделов основной литературы по теме занятия, работа с текстом, освоение электронных материалов по дисциплине
Самостоятельная работа	Для более глубокого изучения разделов дисциплины предусмотрены отдельные виды самостоятельной работы: подготовка к выполнению лабораторных работ, изучение теоретических разделов дисциплины, решение контрольных заданий.

На лекциях преподаватель рассматривает вопросы программы курса, составленной в соответствии с государственным образовательным стандартом. Из-за недостаточного количества аудиторных часов некоторые темы не удается осветить в полном объеме, поэтому преподаватель, по своему усмотрению, некоторые вопросы выносит на самостоятельную работу студентов, рекомендуя ту или иную литературу. Кроме этого, для лучшего освоения материала и систематизации знаний по дисциплине, необходимо постоянно разбирать материалы лекций по конспектам и учебным пособиям. Во время самостоятельной проработки лекционного материала особое внимание следует уделять возникшим вопросам, непонятным терминам, спорным точкам зрения. Все такие моменты следует выделить или выписать отдельно для дальнейшего обсуждения. В случае необходимости нужно обращаться к преподавателю за консультацией.

Лабораторные работы является важной частью при изучении технологических дисциплин. Выполнение студентами лабораторных работ формирует учебно-аналитические компетенции (обобщение, углубление и систематизация теоретических знаний); умения применять профессионально-значимые знания в соответствии с профилем подготовки студента. выполнению лабораторных работ обеспечивает связь теории и практики, содействует выработке у студентов умений и навыков применения знаний, полученных на лекции и в ходе самостоя-

тельной работы.

В итоге у каждого обучающегося должен быть выработан определенный профессиональный подход к решению каждой задачи и интуиция.

Самостоятельная работа является наиболее продуктивной формой образовательной и познавательной деятельности студента в период обучения. СРС направлена на углубление и закрепление знаний студента, развитие практических умений. СРС по дисциплине «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» включает следующие виды работ:

- работу с лекционным материалом, поиск и обзор литературы и электронных источников информации по индивидуальному заданию;
- опережающую самостоятельную работу;
- изучение тем, вынесенных на самостоятельную проработку;
- подготовку к практическим занятиям;
- выполнение контрольной работы.

Контроль самостоятельной работы студентов и качество освоения дисциплины осуществляется посредством представления в указанные контрольные сроки результатов выполнения заданий для текущего контроля;

Текущий контроль качества освоения отдельных тем дисциплины осуществляется на основе рейтинговой системы. Этот контроль осуществляется в течение семестра и качество усвоения материала (выполнения задания) оценивается в баллах, в соответствии с таблицей 6.

Итоговый рейтинг определяется суммированием баллов текущей оценки в течение семестра. Максимальный итоговый рейтинг составляет 75 баллов. Оценке «отлично» соответствует 64-75 баллов; «хорошо» – 57-63; «удовлетворительно» – 49-56; менее 49 баллов – «неудовлетворительно».

### 10.1 Расчет материального баланса процессов очистки нефтяных фракций

Материальные балансы процессов отражают результаты работы отдельных процессов. Они являются базой для технико-экономических расчетов процессов. Материальный баланс составляется для выделенного контура, который может включать отдельный аппарат, узел, несколько аппаратов или процесс в целом. Возможно составление материального баланса и для более крупного объекта.

Материальный баланс используется для различных целей: для технологических и экономических расчетов, для анализа работы аппаратов, установок и т.д.

Материальный баланс составляется для тех аппаратов, узлов и процессов, где имеет место перераспределение материальных потоков.

При составлении материальных потоков можно не учитывать потоки, рециркулирующие внутри выбранного контура. Потери в отдельных аппаратах и узлах процессов обычно не учитываются, но их учет при составлении товарного материального баланса обязателен.

Расчет материального баланса базируется на законе сохранения массы вещества. Материальный баланс может составляться не только в массовых единицах, но и в объемных, молярных единицах, однако для контроля результатов, необходимо параллельно вести расчет и в массовых единицах.

Нефтеперерабатывающие объекты обычно работают в непрерывном режиме, поэтому в расчетах количество потока указывается в массовых, объемных, мольных единицах в единицу времени. Состав потоков приводится в соответствующих процентах, долях единицы.

Для удобства восприятия, при составлении материальных балансов процессов очистки нефтяных фракций количество исходного сырья принимается за сто процентов, а все остальные материальные потоки соотносятся с этим значением потока. Наряду с этим, при необходимости, составы отдельных потоков пересчитывают, принимая сумму потока равной ста процентам или единице.

Расчет материального баланса блока деасфальтизации процесса деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

В качестве примера рассмотрим составление материального баланса блока деасфальтизации процесса деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

Прежде чем приступить к составлению материального баланса объекта, необходимо уяснить схему взаимосвязей потоков, для чего рекомендуется составить его схему со всеми необходимыми связями. Рассмотрим несколько вариантов технологической схемы блока деасфальтизации

Задача 1.1. Составьте материальный баланс блока деасфальтизации одноблочной одноступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном.

Для деасфальтизации принято соотношение растворитель:сырье 5:1 (по массе). Выход деасфальтизата 35 % мас. на сырье. Содержание деасфальтизата в растворе деасфальтизата 8 % мас.

Составим схему узла деасфальтизации. Производительность установки 45 000кг/час по сырью. Схема блока деасфальтизации приведена на рисунке 1.

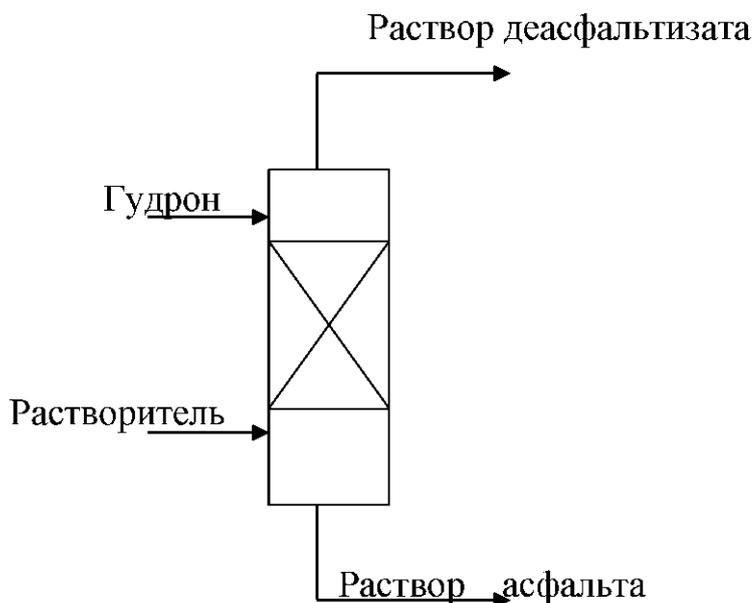


Рисунок 1.1 Схема деасфальтизации гудрона

Расчеты сведем в таблицу 7.1.

Таблица 7.1- Материальный баланс узла деасфальтизации гудрона жидким пропаном

Статьи баланса	% мас., на сырье	Количество, кг/час	Состав потоков, % мас.
1	2	3	4
<b>Приход</b>			
1. гудрон	100	45000	
2. пропан	500	225000	
<b>Всего приход</b>	<b>600</b>	<b>270000</b>	
1	2	3	4
<b>Расход</b>			
1. Раствор деасфальтизата, %мас.	438	197100	100
в том числе деасфальтизат	35	15750	8
пропан	403	181350	92
2. Раствор асфальта, % мас.	162	72900	100
в том числе асфальт	65	29250	40.1
пропан	97	43650	59.9
<b>Всего расход</b>	<b>600</b>	<b>270000</b>	

Задача 1.2. Рассмотрим пример составления материального баланса блока деасфальтизации установки с одноблочной двухступенчатой деасфальтизацией гудрона жидким пропаном. Исходные условия:

	1 ступень	2 ступень
Соотношение растворитель:сырье	6:1	5.5:1
Выход деасфальтизата, % мас. на сырье	30	10
Содержание деасфальтизата в растворе, %мас.с..	10	8

Схема блока деасфальтизации приведена на рисунке 1.2.

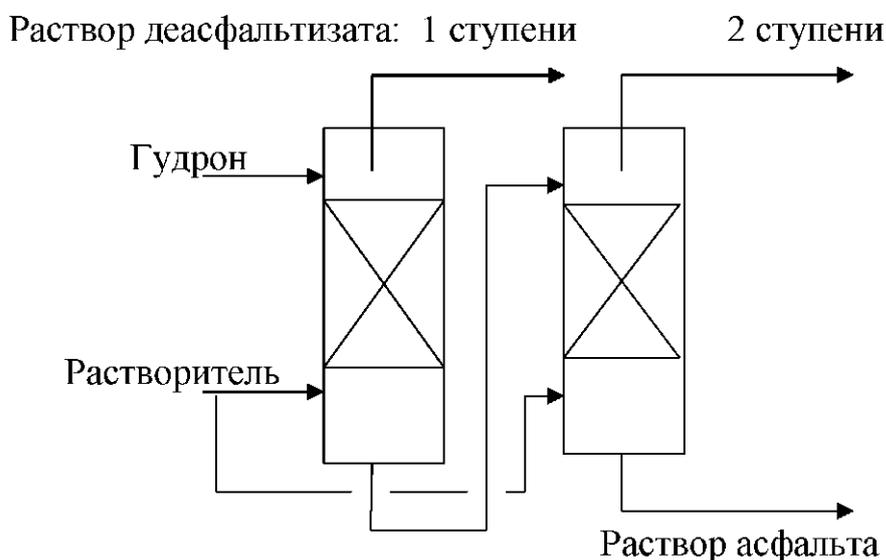


Рисунок 1.2. Схема двухступенчатой деасфальтизации гудрона  
Расчетные данные приведены табл. 7.2

Таблица 7.2 - Материальный баланс узла двухступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном

Статьи баланса	% мас., на сырье	Количество, кг/час	Состав потоков, % мас.
1	2	3	4
<b>1 ступень</b>			
<b>Приход</b>			
1. гудрон	100	45000	
2. пропан	600	270000	
Всего приход	700	315000	
<b>Расход</b>			
1. Раствор деасфальтизата, % мас.	300	135000	100
1	2	3	4
в том числе деасфальтизат	30	13500	10
пропан	270	121500	90
2. Раствор асфальта, % мас.	400	180000	100
в том числе асфальт	70	31500	17.5
пропан	330	148500	82.5
Всего расход	700	315000	
<b>2 ступень</b>			
<b>Приход</b>			
1. Раствор асфальта, % мас.	400	180000	
в том числе асфальт	70	31500	
пропан	330	148500	
2. Пропан	55	24750	
Всего приход	455	204750	
<b>Расход</b>			
1. Раствор деасфальтизата, % мас.	125	56250	100
в том числе деасфальтизат	10	4500	8
пропан	115	51750	92
2. Раствор асфальта, % мас.	330	148500	100
в том числе асфальт	60	27000	18.2
пропан	270	121500	81.8
Всего расход	455	204750	

#### 10.2. Расчет материального баланса блока фильтрации процесса депарафинизации нефтяных фракций кристаллизацией из их растворов

Депарафинизация нефтяных фракций осуществляется с целью снижения температуры застывания нефтяной фракции. Раствор фракции охлаждается, выпавшие кристаллы отделяются фильтрованием на вакуум-фильтрах. Таким образом, в отделение фильтрации подается суспензия твердых парафинов в растворе масла в растворителе.

Задача 1.3. Составить материальный баланс блока (отделения) фильтрации процесса депарафинизации нефтяных масляных фракций со смесью кетон-толуол.

Исходные данные: Фильтрация осуществляется в две ступени, вторая ступень предназначена для промывки гача (или петролатума); отмытый раствор масла со второй ступени возвращается на первую ступень фильтрации. На первую ступень фильтрации направляется суспензия, состоящая из растворителя и сырья в соотношении растворитель:сырье 2:1, в том числе 20 процентов твердой фазы (гача) в расчете на сырье. Со второй ступени фильтрации в первую возвращается рециркулят, состоящий из 5 процентов масла и 100 процентов растворителя (все в расчете на сырье). На промывку «лепешки» и на транспортировку гача на первую и вторую ступени подается по 50 процентов растворителя. Выход депарафинизата – 85 процентов в расчете на сырье. Годовая производительность установки – 150000 тысяч тонн по сырью. Число рабочих дней в году – 340 дней.

На рисунке 1.3 приведена схема узла фильтрации установки депарафинизации.

Расчеты сведены в таблицу 7.3.

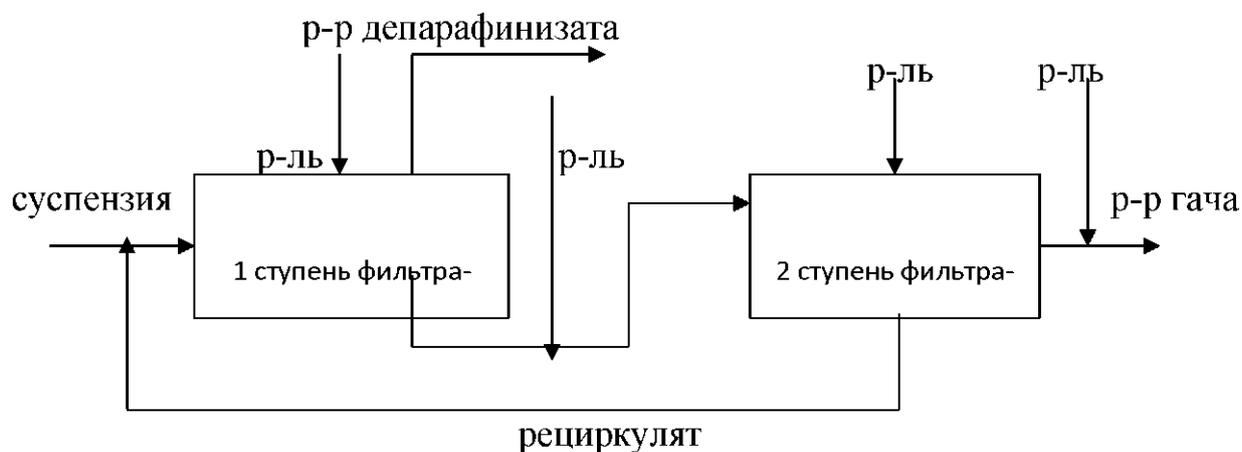


Рисунок 1.3 -Схема блока фильтрации установки депарафинизации нефтяной фракции

Таблица 7.3 - Материальный баланс узла двухступенчатой фильтрации установки депарафинизации нефтяной фракции охлаждением раствора

Статьи баланса	% мас., на сырье	Количество, кг/час	Состав потоков, % мас.
1	2	3	4
<b>1 ступень фильтрации</b>			
Приход			
1.Суспензия	300	55146	
в т.ч. сырье	100	18382	
из него твердая фаза	20	3676	
растворитель	200	36764	
2.Рециркулят	105	19301	
в т.ч. масло	5	919	
растворитель	100	18382	
3.Растворитель на промывку «лепешки»	50	9191	
4.Растворитель на транспортировку гача	50	9191	
Всего приход:	505	92829	
в т.ч. сырье	105	19301	
растворитель	400	73528	
Расход:			
1. Раствор депарафинизата	435	79962	100
в т.ч. депарафинизат	85	15625	19.5
растворитель	350	64337	80.5
2. Раствор гача	70	12867	100
в т.ч. гач	20	3676	28.6
растворитель	50	9191	71.4
Всего расход	505	92829	
в т.ч. сырье	105	19301	
растворитель	400	73528	
<b>2 ступень фильтрации</b>			
Приход:			
1. Раствор гача с первой ступени	70	12867	
в т. ч. твердая фаза	20	3676	
растворитель	50	9191	
2. Растворитель на промывку «лепешки»	50	9191	
2. Растворитель на транспортировку гача	50	9191	

Продолжение табл. 7.3.

Всего приход:		170	31249	
в т. ч. сырье		20	3676	
растворитель		150	27573	
1		2	3	4
Расход:				
1. Рециркулят на 1 ступень		105	19301	100
в т. ч. масло		5	919	4.8
растворитель		100	9191	95.2
2. Раствор гача		65	11948	100
в т. ч. гач		15	2757	23.1
растворитель		50	9191	76.9
Всего расход:		170	31249	
в т. ч. сырье		20	3676	
растворитель		150	27573	

На основании вышеприведенных задач составим товарные материальные балансы процессов различных процессов. Уровень потерь по данным эксплуатации аналогичных установок в производственных условиях принимают равными 0.5-1.0 % мас.

Товарный материальный баланс процесса одноступенчатой деасфальтизации гудрона жидким пропаном приведен в табл. 7.4, а для того же процесса с двухступенчатой схемой деасфальтизации – в табл. 7.5. Товарный материальный баланс депарафинизации нефтяного сырья кристаллизацией его раствора представлен в табл. 7.6. Во всех случаях потери приняты равными 0.5 % мас.

Таблица 7.4 -Товарный материальный баланс деасфальтизации гудрона жидким пропаном (одноступенчатая деасфальтизация)

Статьи баланса – приход	% мас.	Тонн / сутки	Тыс. тонн/ год	Статьи баланса – расход	% мас.	Тонн / сутки	Тыс. тонн/ год
Сырье-гудрон	100	1080	367.2	Деасфальтизат	35.0	378	128.5
				Асфальт	64.5	696.6	236.9
				Потери	0.5	5.4	1.8
Всего	100	1080	367.2	Всего	100	1080	367.2

Таблица 7.5. –Товарный материальный баланс деасфальтизации гудрона жидким пропаном (двухступенчатая деасфальтизация)

Статьи баланса – приход	% мас.	Тонн/ сутки	Тыс. тонн/ год	Статьи баланса – расход	% мас.	Тонн / сутки	Тыс. тонн/ год
Сырье-гудрон	100	1080	367.2	Деасфальтизат 1 ступени	30	324	110.2
				Деасфальтизат 2 ступени	10	108	36.7
				Асфальт	59.5	642.6	218.5
				Потери	0.5	5.4	1.8
Всего	100	1080	367.2	Всего	100	1080	367.2

Таблица 7.6 -Товарный материальный баланс депарафинизации нефтяного сырья

Статьи баланса – приход	% мас.	Тонн/сутки	Тыс. тонн/год	Статьи баланса – расход	% мас.	Тонн /сутки	Тыс. тонн/год
Сырьедистиллятная фракция	100	441.2	150	Депарафинизат дистиллятный	85	375.0	127.6
				Гач	14.5	64.0	21.8
				Потери	0.5	2.2	0.8
Всего	100	441.2	150	Всего	100	441.2	441.2

При составлении материального баланса следует отдельно учитывать нефтяное сырье и растворитель. В случае, если в процессе используются добавки и компоненты, влияющие на выбор технологической схемы или на другие параметры процесса, следует вести их учет отдельно. Например, в процессе селективной очистки нефтяного сырья фенолом в качестве «антирастворителя» применяется вода. При регенерации растворителя из раствора экстракта, где оказывается вся вода после разделения фаз, необходимо в технологической схеме предусмотреть узел выделения воды (узел сушки экстрактного раствора). Поэтому в материальном балансе узла экстракции нефтяного сырья фенолом необходимо учитывать воду отдельной строкой.

### **11 Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине (модулю), включая перечень программного обеспечения и информационных справочных систем (при необходимости)**

Освоение дисциплины «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» предполагает использование следующего программного обеспечения и информационно-справочных систем: Операционная система Microsoft Windows Professional 7 Russian, Пакет офисного программного обеспечения Microsoft Office 2010 Professional Plus Russian, Браузер Mozilla Firefox или Браузер Google Chrome. Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе "ZNANIUM.COM", доступ к которой предоставлен обучающимся. ЭБС "ZNANIUM.COM" содержит произведения крупнейших российских учёных, руководителей государственных органов, преподавателей ведущих вузов страны, высококвалифицированных специалистов в различных сферах бизнеса. Фонд библиотеки сформирован с учетом всех изменений образовательных стандартов и включает учебники, учебные пособия, учебно-методические комплексы, монографии, авторефераты, диссертации, энциклопедии, словари и справочники, законодательно-нормативные документы, специальные периодические издания и издания, выпускаемые издательствами вузов. В настоящее время ЭБС ZNANIUM.COM соответствует всем требованиям федеральных государственных образовательных стандартов высшего образования (ФГОС ВО) нового поколения.

## 12 Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

Для реализации программы дисциплины «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» используется материально-техническое обеспечение, перечисленное в таблице 9.

Таблица 9 – Материально-техническое обеспечение дисциплины

Аудитория	Наименование аудитории (лаборатории)	Используемое оборудование	Назначение оборудования
417/1	Мультимедийная аудитория, вместимостью 40 человек.	Современные средства воспроизведения и визуализации любой видео и аудио информации, получения и передачи электронных документов. Типовая комплектация мультимедийной аудитории состоит из: мультимедийного проектора, автоматизированного проекционного экрана, акустической системы, включающей тач-скрин доску, персональный компьютер (с техническими характеристиками не ниже Intel Core i3-2100, DDR3 4096Mb, 500Gb), интерфейсы подключения: USB, audio, HDMI.	Преподаватель имеет возможность проводить лекции, практические занятия, презентации, вебинары, конференции и другие виды аудиторной нагрузки обучающихся в удобной и доступной для них форме с применением современных интерактивных средств обучения, в том числе с использованием в процессе обучения всех корпоративных ресурсов. Мультимедийная аудитория также оснащена доступом в сеть интернет. Компьютерное оборудование имеет соответствующее лицензионное программное обеспечение.

## Очистка нефтепродуктов и получение спецпродуктов

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа»

### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ

#### ВВЕДЕНИЕ

«Специальные главы химической технологии переработки нефти и газа» – одна из основных дисциплин в подготовке инженеров-химиков-технологов.

В ходе выполнения лабораторного практикума слушатели закрепляют и углубляют знания, полученные в лекционном курсе, приобретают практические навыки в проведении исследований и обработке их результатов, знакомятся с современными методами очистки сырья и получаемых продуктов. Данные методические указания разработаны на основе стандартизованных методов анализа нефти и нефтепродуктов.

**При подготовке к лабораторной работе слушатели должны:**

- 1) Изучить теоретический материал, относящийся к данной работе;
- 2) Заполнить лабораторный журнал, занеся в него название работы, основные теоретические сведения о процессе, схему лабораторной установки и краткое описание методики выполнения работы (журнал оформляется индивидуально каждым слушателем).

В процессе выполнения работы следует чётко представлять себе цель и содержание каждой операции. Окончив работу, слушатели представляют преподавателю результаты расчётов. Выполненные работы защищаются в сроки, указанные преподавателем.

#### ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

К работе в лаборатории допускаются лица, хорошо знающие правила работы с химическими веществами, и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

При работе в лаборатории необходимо соблюдать максимальную осторожность. *Перед выполнением каждой новой операции следует продумать свои действия с точки зрения безопасности.*

В лаборатории всегда поддерживается чистота, на рабочих столах не должно быть ничего лишнего.

Категорически запрещается сливать в раковины кислоты и щелочи, нефтепродукты, растворители, ядовитые вещества.

Нельзя оставлять действующие приборы без наблюдения.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1**

### **Деасфальтизация нефтяных остатков низкокипящими растворителями**

В процессе деасфальтизации из гудронов, полугудронов или других нефтяных остатков удаляются смолисто-асфальтеновые вещества и полициклические ароматические и нафтено-ароматические углеводороды с большим числом циклов. Этот процесс является головным при производстве остаточных масел. Применяют его также для подготовки сырья каталитического крекинга, гидрокрекинга и облагораживания тяжелых нефтяных топлив. Вместе со смолисто-асфальтеновыми веществами в процессе деасфальтизации удаляются и соединения различных металлов, в том числе и ванадия, вызывающего при высоких температурах, так называемую, ванадиевую коррозию.

При производстве масел деасфальтизацией гудронов в качестве растворителей применяют пропан, реже – бутан. При производстве топлив удаление асфальтенов (деасфальтизацию) целесообразно проводить при помощи бензина (процесс Добен), при этом из гудрона или тяжелых нефтяных остатков удаляются не только асфальтены, но и золообразующие компоненты, в том числе металлы, например, ванадий.

#### **Оборудование и реактивы**

1. Коническая колба объемом 250 мл.
2. Колба Бунзена.
3. Воронка Бюхнера или воронка коническая.
4. Мерный цилиндр.
5. Сырье – гудрон, полугудрон.
6. Низкокипящий растворитель (изопентан или фракция нк-70°С прямогонного бензина).

#### **Порядок выполнения работы**

В коническую колбу объемом 250 мл помещают 5–10 г сырья деасфальтизации и медленно приливают при непрерывном перемешивании десятикратное количество растворителя (лёгкой бензиновой фракции, выкипающей до 70°С). Полученный раствор оставляют не менее чем, на 12 часов для выделения асфальтенов, после чего их отделяют от раствора фильтрованием через бумажный фильтр. Оставшиеся на фильтре асфальтены промывают растворителем, применявшимся для деасфальтизации, затем их сушат сначала на воздухе, а потом в

сушильном шкафу при температуре  $105 \pm 2^\circ\text{C}$ , взвешивают и определяют выход в расчете на взятое сырье.

От фильтрата, полученного при отделении асфальтенов, отгоняют растворитель, для чего его сливают в предварительно взвешенную колбу Вюрца (или другую колбу с отводом). Колбу нагревают на водяной бане. После отгона растворителя колбу с деасфальтизированным остатком охлаждают до комнатной температуры, взвешивают и определяют содержание деасфальтизата (в % масс. от сырья деасфальтизации). Сырье, деасфальтизат и асфальтены анализируют, определяя для сырья и деасфальтизата вязкость и коксуюемость, а для асфальтенов – зольность, если это предусмотрено заданием.

### Обработка результатов

Результаты эксперимента представляются в виде табл. 1, 2.

Табл. 1 – Материальный баланс деасфальтизации

Взято:	масса, г	% масс. на сырье
Сырье		
Получено:		
Деасфальтизат		
Асфальтены		
Потери		
Всего:		

Табл. 2 – Свойства сырья и полученных продуктов

	Коксуюемость, % масс.
Исходное сырье	
Деасфальтизат	
Асфальтены	

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

### Депарафинизация масляного сырья кристаллизацией из растворов

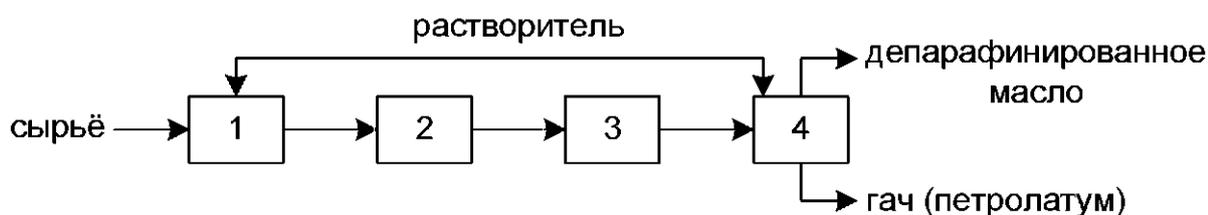
Депарафинизация предназначена для удаления твердых углеводородов из масляных дистиллятов, деасфальтизированных гудронов, а также из рафинатов селективной, адсорбционной и кислотно-щелочной или кислотноконтрактной очистки (если ее применяют для производства специальных масел из парафинистых или высокопарафинистых нефтей), дистиллятов и остатка. При производ-

стве масел из малопарафинистых нефтей депарафинизацию, как правило, не применяют. Депарафинизацию производят кристаллизацией из раствора депарафинируемого сырья в растворителе – пропане, нефти, хлорпроизводных углеводородах. Наиболее распространённые растворители – смеси кетонов (метилэтилкетона или ацетона) с толуолом. Максимальное содержание ацетона в смеси не должно превышать 40% для дистиллятных и 35% для остаточных рафинатов; содержание МЭК (метилэтилкетона) должно быть не более 50-60% и 40-50% соответственно.

В настоящее время в качестве растворителя применяют также высшие кетоны – метилизобутилкетон, метилизопропилкетон и др. Высшие кетоны не требуют добавления к растворителю толуола.

Процесс депарафинизации состоит из следующих основных стадий: растворение депарафинируемого сырья и термическая обработка полученного раствора; охлаждение раствора до температуры выделения основной массы твердых углеводородов; фильтрование; отгон растворителя от фильтрата и осадка на фильтре (твердых углеводородов). При выборе условий процесса исходят из свойств депарафинируемого сырья (содержание твердых углеводородов, вязкость) и необходимой глубины депарафинизации.

Процесс депарафинизации можно представить в виде блок-схемы:



– термическая обработка;

2 – охлаждение раствора до температуры депарафинизации;

3 – отделение твердых парафинов фильтрованием;

4 – регенерация растворителя из депарафинированного масла и гача (петролатума).

Основными факторами процесса являются качество сырья, природа и состав растворителя, его кратность к сырью, скорость охлаждения раствора сырья, температура депарафинизации, которую выбирают в зависимости от требуемой температуры застывания масла и температурного эффекта депарафинизации (ТЭД).

ТЭД определяется разностью между температурами фильтрования и застывания депарафинированного масла. В соответствии с этим температуру депарафинизации или фильтрования  $T_{\phi}$  определяют, исходя из требуемой температуры застывания  $T_3$  и ТЭД для выбранного растворителя по уравнению (1):

$$T_{\phi} = TЭД + T_3 \quad (1)$$

Примерные температурные эффекты депарафинизации для наиболее распространённых растворителей приведены ниже (°C):

Нафта	От -25 до -29
Пропан	От -15 до -20
Дихлорэтан+бензол (22%+78%)	От -6 до -8
Ацетон+бензол+толуол (30%+35%+35%)	От -7 до -12
Метилэтилкетон+бензол+толуол (40%+40%+20%)	От -3 до -8
Ацетон+толуол (35%+65%)	От -10 до -12
Метилэтилкетон+толуол (60%+40%)	От -8 до -10
Метиизобутилкетон	От 0 до -3

### **Оборудование и реактивы**

1. Круглодонная колба.
2. Вакуумный насос.
3. Обратный холодильник.
4. Водяная баня.
5. Мешалка.
6. Растворители.

### **Порядок выполнения работы**

В колбу помещают определенное количество сырья и соответствующее количество растворителя. Объем колбы берется в два раза более объема смеси. Колбу с обратным холодильником нагревают на водяной бане при температуре 50–60°C, периодически ее встряхивают до полного растворения всех кристаллов. После этого приступают к охлаждению при перемешивании мешалкой. Скорость охлаждения 2–3 градуса в минуту, если нет соответствующего задания. Охлаждение ведут водой и льдом, а затем молотым льдом с поваренной солью (до минус 20°C) в той же бане, где вели нагревание. Состав охлаждающей смеси: лед 100 г + поваренная соль 30,4 г. Для более низкой температуры охлаждения используют смесь спирта, углеводов, ацетона с сухим льдом. При охлаждении выделяются кристаллы твердых парафинов. Полученную суспензию переливают в воронку, вмонтированную в баню, предварительно охладив ее до температуры на 3–5 градусов ниже температуры фильтрования. Схема лабораторной установки для депарафинизации и обезмасливания углеводов представлена на рис. 1.

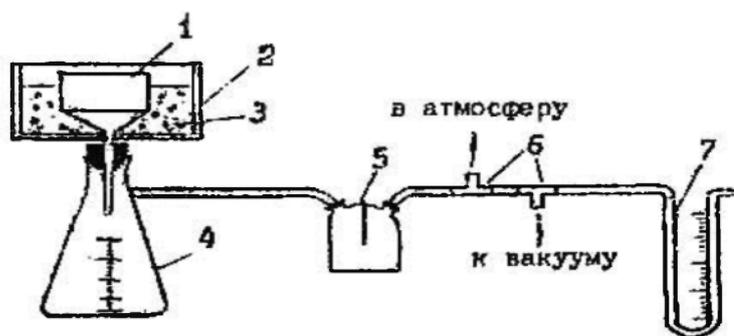


Рис. 1 – Установка фильтрования

1 – воронка; 2 – баня; 3 – охлаждающая смесь;  
4 – градуированный приемник; 5 – ловушка.

После того, как образуется лепешка и на ее поверхности исчезнет слой жидкости, добавить в два приема растворитель на промывку в количестве 100 % масс. от сырья (температура растворителя должна быть такой же, как и фильтруемой суспензии). После промывки цвет лепешки становится от светло-желтого до белого. Фильтрование прекращают после того, когда перестает капать фильтрат. Затем необходимо выключить вакуумный насос, снять лепешку с фильтром, отделить фильтр и взвесить лепешку и фильтрат. После этого отделить растворитель от фильтрата и гача перегонкой и определить их физико-химические свойства.

### Обработка результатов

Результаты эксперимента представляются в виде табл. 3, 4.

Табл. 3 – Материальный баланс процесса депарафинизации

Взято:	Масса, г	% масс. на сырье
Сырье		
Получено:		
Деп. масло		
Парафины		
Потери		
Всего:		

Табл. 4 – Свойства сырья и полученных продуктов

Показатели	Сырьё	Деп. масло
Температура застывания, °С		
Вязкость, мм <sup>2</sup> /с		
при 50°С		
при 100°С		

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

### Получение и анализ пластичных смазок

Пластичные смазки являются распространённым видом смазочных материалов; в большинстве случаев они состоят из трёх компонентов – дисперсионной среды (жидкой основы), дисперсной фазы (твёрдого загустителя) и добавок (модификаторов структуры, присадок и наполнителей). В качестве дисперсионной среды смазок используют нефтяные, синтетические и иногда растительные масла. Загустителями чаще всего являются металлические мыла (соли высокомолекулярных жирных кислот), твёрдые нефтяные углеводороды (церезины, петролатумы) и некоторые продукты неорганического (силикагель) и органического (пигменты, производные мочевины) происхождения. Загустители образуют в дисперсионной среде стабильную структурированную систему, их содержание не превышает 20-22% масс. (обычно 8-12% масс.). Для регулирования структуры и улучшения функциональных свойств в смазки вводят добавки (поверхностно-активные вещества и твёрдые порошкообразные продукты).

Отличительной особенностью пластичных смазок является то, что в обычных условиях (при комнатной температуре и отсутствии внешних воздействий) они ведут себя как твёрдые тела: сохраняют форму, удерживаются на вертикальных поверхностях и не вытекают из узлов трения. Под воздействием нагрузок, превышающих предел их прочности, смазки начинают течь, а при прекращении механического воздействия вновь обретают пластичность. Лёгкость переходов смазок из пластичного в вязкотекучее состояние и обратно (тиксотропные превращения) часто обеспечивает преимущества их применения перед жидкими и твёрдыми смазочными материалами.

По типу загустителя смазки делят на мыльные и немыльные (углеводородные и на неорганических загустителях). Различают обычные мыльные смазки, смазки на комплексных и смешанных мылах. В зависимости от состава молекулы мыла (типа катиона) смазки делятся на кальциевые, натриевые, литиевые, бариевые, алюминиевые и т.п. Кроме того распространена классификация смазок по назначению: антифрикционные (для снижения трения и износа деталей машин и механизмов); консервационные (для защиты металлических изделий от коррозии); уплотнительные (для герметизации трущихся поверхностей, зазоров и щелей); специальные (для некоторых специфических областей применения – фрикционные, приработочные и т.п.)

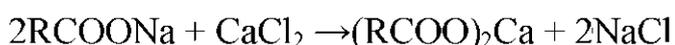
## Оборудование и реактивы

1. Стекланные стаканы ёмкостью 250 мл.
2. Керамический стакан ёмкостью 250 мл.
3. Мешалка.
4. Водяная баня.
5. Аппарат для определения температуры каплепадения.
6. Пенетрометр типа ЛП.

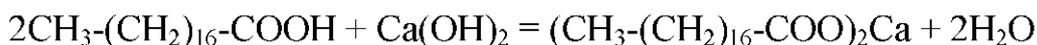
## Порядок выполнения работы

### 1) Получение кальциевых смазок

Одной из важнейших стадий при приготовлении мыльных смазок является получение загустителя путём омыления жирового сырья. При получении порошкообразного кальциевого мыла используют, как правило, метод его осаждения из водного раствора натриевого мыла при взаимодействии последнего с хлористым кальцием:



Для получения кальциевых мыл жирную кислоту нейтрализуют водным раствором  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  в соответствии с реакцией:



По уравнению реакции рассчитывают необходимое количество компонентов.

В варочный аппарат загружают всё количество стеариновой кислоты,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  приливают порциями. Температуру процесса необходимо поддерживать в пределах  $80-85^\circ\text{C}$  (для нагревания используют водяную баню). Процесс ведётся при непрерывном перемешивании до образования однородной массы (без комочков). По завершению процесса перемешивают дополнительно 15 мин. В результате получается «комочек» кальциевого мыла в воде. Воду сливают декантацией, мыло высушивают при комнатной температуре в течение 24 часов. Затем в варочный аппарат загружают масло, воздушно – сухое Са-мыло и воду (1% на готовую смазку). Содержимое аппарата при непрерывном перемешивании подогревают на плитке до  $110-115^\circ\text{C}$  и выдерживают 30-40 мин. Затем мыльно-масляный расплав охлаждают до  $100-105^\circ\text{C}$  и добавляют ещё 1,5% воды. Не прекращая перемешивания, смазку охлаждают непосредственно в варочном аппарате до образования гладкой структуры и выгружают.

## **2) Получение углеводородных смазок**

Углеводородные смазки получают в открытом варочном аппарате с использованием петролатума в качестве загустителя. В соответствии с целями эксперимента для приготовления образцов используют различное количество загустителя (10 %, 20%, 30%).

В варочный аппарат загружают масло, петролатум. Содержимое аппарата при непрерывном перемешивании подогревают до полного растворения загустителя и образования однородной массы. При этом необходимо следить, чтобы температура не превышала 125°C. Смазку охлаждают в варочном аппарате при периодическом перемешивании, затем выгружают в стеклянный стакан.

### **Обработка результатов**

Оценить качество смазок по одному или даже по нескольким показателям невозможно. Для их всесторонней характеристики используют комплексные методы оценки (ГОСТ 4.23-71). Наиболее важны показатели, характеризующие структурно-механические (реологические) свойства смазок, такие как предел прочности при сдвиге, вязкостные свойства, механическая стабильность, предел прочности при разрыве, термическая стабильность, коллоидная стабильность, температура каплепадения, пенетрация, стабильность к окислению.

Пенетрация выражает глубину проникновения в смазку конуса стандартной массы в течение 5 с и измеряется в десятых долях миллиметра (ГОСТ 5346-50). Величина пенетрации определяется специальным прибором – лабораторным пенетрометром типа ЛП, рис. 2.

Стакан с тщательно перемешанной испытуемой смазкой помещают на столик и шпателем выравнивают поверхность смазки. Избыток смазки снимают. Перемещают кронштейн по стойке так, чтобы наконечник чистого, сухого конуса коснулся поверхности смазки. Положение наконечника конуса контролируют с помощью зеркала. Рейку со сферическим наконечником подводят к плунжеру, стрелку устанавливают на нуль по шкале (360 делений ценой 0,1 мм) и следят, чтобы осталась необходимая длина хода рейки кремальеры (30...35 мм). Одновременно включают секундомер и нажимают пусковую кнопку 2. Конус свободно погружается в смазку в течение 5 с, затем кнопку отпускают, прекращая погружение. Отпускают рейку до соприкосновения с плунжером, при этом передвигается стрелка 5 индикатора. После снятия показаний очищают конус от смазки, выравнивают поверхность испытуемой смазки в стаканчике и повторяют опыт.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое четырех последовательных определений.

Температура каплепадения – это минимальная температура, при которой падает первая капля смазки, нагреваемой в стандартных условиях (ГОСТ 6793-74).

Температура каплепадения определяется с помощью специальной установки (рис. 3).

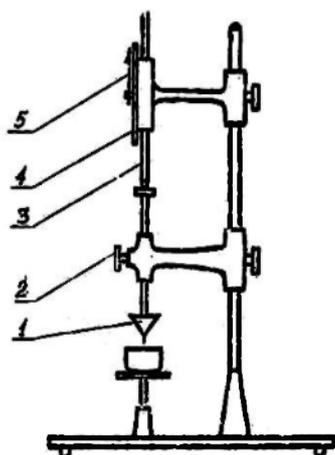


Рис. 1 – Пенетрометр типа ЛП:  
1 – конус; 2 – пусковая кнопка;  
3 – кремальера; 4 – индикатор;  
5 – стрелка.

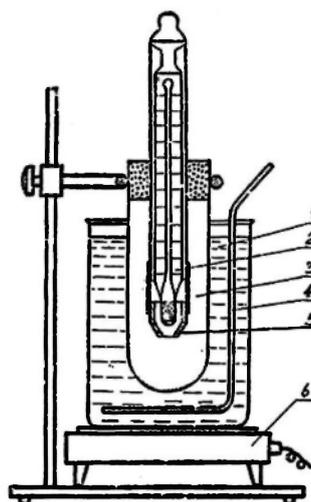


Рис. 2 – Прибор для определения температуры каплепадения:  
1 – стакан с водой или глицерином; 2 – специальный термометр с гильзой; 3 – пробирка; 4 – мешалка; 5 – капсюль для испытуемой смеси; 6 – электроплитка.

Испытуемую пластичную смазку плотно вмазывают шпателем в чашечку прибора так, чтобы на поверхности не было пузырьков воздуха. Чашечку вставляют в гильзу термометра так, чтобы верхний край ее упирался в буртик гильзы. На дно сухой чистой пробирки кладут кружок белой бумаги и помещают в пробирку термометр таким образом, чтобы нижний край чашечки находился на расстоянии 25 мм от кружка. Пробирку с термометром помещают в водяную или глицериновую баню. Глицерин используют для смазок с температурой каплепадения выше 80°C. Воду или глицерин подогревают так, чтобы после достижения температуры на 20°C ниже ожидаемой температуры каплепадения скорость нагревания составляла 1°C в минуту.

За температуру каплепадения испытуемой пластичной смазки принимают температуру, при которой падает первая капля или дно пробирки касается столбик смазки, выступивший из отверстия чашечки. По полученным опытным данным оценивают работоспособность пластичной смазки при повышенных температурах.

Результаты исследований представляются в виде табл. 5.

Табл. 5 – Показатели качества образцов смазок

№ п/п	Показатели	Единица измерения	Величина
1			
2			

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

### Компаундирование масел

Назначение процесса компаундирования масел – приготовление товарных масел путем смешения дистиллятных и остаточных компонентов и введения в них присадок, улучшающих те или иные эксплуатационные свойства товарных масел.

#### Порядок выполнения работы

Перед началом работы анализируются исходные компоненты с обязательным определением плотности, вязкости при двух температурах (50 и 100°C), температуры застывания, индекса вязкости (ИВ).

#### 1. Определение плотности

Плотность измеряется массой вещества, находящейся в единице объема и выражается в  $\text{г/см}^3$  или  $\text{кг/м}^3$ .

Относительная плотность представляет собой отношение плотности рассматриваемого вещества к плотности воды при температуре 4 °С и является безразмерной величиной.

Плотность масел зависит от химического состава. Наименьшей плотностью обладают парафиновые углеводороды, наибольшей - нафтеновые и ароматические. Пределы выкипания фракций также отражаются на величине плотности. Чем выше температура выкипания фракций масла, тем выше их плотность. Величина плотности зависит от температуры, при которой ее определяют. С повышением температуры плотность уменьшается, с понижением - увеличивается.

Плотность масла принято определять +20 °С и относить к плотности воды при температуре +4°C, принятой за  $1 \text{ кг/дм}^3$  или  $1000 \text{ кг/м}^3$ . Относительную плотность обозначают  $\rho_4^{20}$ , где верхняя цифра указывает температуру нефтепродукта, нижняя – температуру воды. тех случаях, когда плотность определяют не при температуре 20 °С, ее значение пересчитывают следующим образом.

Зная плотность при температуре  $t$  ( $\rho_4^t$ ), можно определить плотность при 20°C, пользуясь формулой

$$\rho_4^{20} = \rho_4^t + y (t - 20), \quad (A1)$$

где  $\rho_4^t$  - плотность при температуре определения;

$y$  - средняя температурная поправка, показывающая изменение плотности при изменении температуры на 1°С (таблица 1 Приложения).

#### *Определение плотности масел ареометром*

Плотность масел определяют с помощью ареометра. Сущность метода заключается в погружении ареометра в испытуемый продукт, снятии показания по шкале ареометра при температуре определения и пересчете результатов на плотность при температуре 20 °С

Ареометр представляет собой полый стеклянный поплавок с балластом внизу и тонкой стеклянной трубкой сверху, в которой помечена шкала плотностей (рис. 1).

## Проведение испытания

Цилиндр для ареометров устанавливают на ровной поверхности. Пробу испытуемого продукта наливают в цилиндр, имеющий ту же температуру, что и проба, избегая образования пузырьков и потерь от испарения. Пузырьки воздуха, которые образуются на поверхности, снимают фильтровальной бумагой.

Температуру испытуемой пробы измеряют до и после измерения плотности. Чистый и сухой ареометр, держа за верхний конец, медленно и осторожно опускают в нефтепродукт так, чтобы он не касался стенок цилиндра. Не допускается смачивание части стержня, расположенной выше уровня погружения ареометра.

После прекращения колебаний ареометра производят замер показаний плотности по верхнему краю мениска (рис. 2), при этом глаз находится на уровне мениска.



Рис. 1 Ареометр

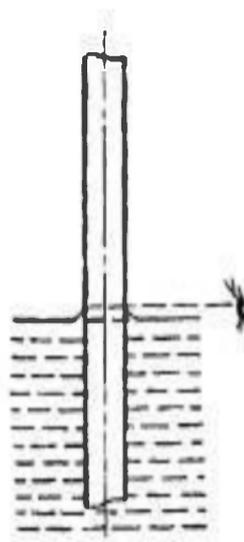


Рис. 2 Отсчет показаний на шкале ареометра

Одновременно определяют температуру жидкости (по термометру ареометра или дополнительным термометром). Если температура нефтепродукта отличается от 20 °С, то ее пересчитывают по формуле (1) с учетом табл. 1, определяя плотность при температуре 20°С. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,0005 г/см<sup>3</sup> для прозрачных продуктов и 0,0006 – для темных и непрозрачных продуктов.

## **2. Определение кинематической вязкости масел и расчет индекса вязкости (ИВ)**

Вязкость является одной из основных характеристик смазочных масел. Вязкость масла – это важнейший физико-химический показатель, определяющий пусковые и эксплуатационные характеристики двигателей и агрегатов автомобилей и характеризующий прокачиваемость его в узлах системы смазки. От вязкости зависят легкость пуска двигателя в холодную погоду, износ трущихся деталей, расход масла, а также мощность двигателя (энергетические потери на трение).

Вязкость зависит от химического и фракционного состава масла, а также от температуры, давления, скорости сдвига и времени работы масла в узле трения. С увеличением температуры вязкость масел уменьшается, а с повышением давления - увеличивается.

Особое значение при эксплуатации механизмов в широком интервале температур приобретает зависимость вязкости от изменения температуры. При пуске холодного двигателя температура масла, как правило, равна температуре окружающей среды. При работе двигателя температура масла растет и может превышать 100°С.

Масла при охлаждении густеют, а при нагревании становятся более жидкими. Для облегчения пуска двигателя вязкость масла должна быть как можно меньше, а при работе прогретого двигателя желательно, чтобы вязкость была достаточно высокой для обеспечения жидкостного трения между его деталями.

Для оценки изменения вязкости в зависимости от температуры, т.е. вязкостно-температурных свойств масел рассчитывают индекс вязкости (ИВ).

Индекс вязкости масел – это относительная безразмерная величина, характеризующая степень изменения вязкости в зависимости от температуры.

Чем меньше меняется вязкость смазочного масла с изменением температуры, тем выше его индекс вязкости. Индекс вязкости зависит от группового углеводородного состава и структуры углеводородов. Наибольшим индексом вязкости обладают парафиновые углеводороды, наименьшим – полициклические ароматические с короткими боковыми цепями.

У масел с высоким ИВ при изменении температуры изменение вязкости сравнительно небольшое (пологая вязкостно-температурная кривая), у масел с низким ИВ – значительное.

ИВ характеризует пологость вязкостно-температурной кривой только в интервале температур 40 (50) - 100 °С. Поэтому для масел, работающих при низких температурах, нужно определять вязкость при отрицательной температуре, установленной соответствующим стандартом.

#### *Определение кинематической вязкости*

Для испытания применяют вискозиметры ВПЖ-2 (рис. 3) Для определения кинематической вязкости масла берут вискозиметр с большим диаметром капилляра (0.99; 1.31). Чем более вязкое масло, тем большим должен быть диаметр вискозиметра. Диаметр вискозиметра следует выбирать с таким расчетом, чтобы время истечения исследуемого нефтепродукта было не менее 200 с., и не более 600 с. При необходимости для повышения текучести высоковязких масел их нагревают при температуре  $60 \pm 2$  °С и тщательно перемешивают.

При очень большом времени истечения (более 8-10 мин.) возможны нежелательные колебания температуры термостата, очень при малом времени истечения возрастает возможность ошибки в отсчете времени истечения.

Для каждого вискозиметра заранее должна быть установлена его постоянная.

Выбранный тщательно промытый и просушенный вискозиметр наполняют

испытуемым топливом или маслом. Для этого надевают на отводную трубку 3 резиновую трубку. Зажав пальцем колено 2 и перевернув вискозиметр, опускают колено 1 в сосуд с нефтепродуктом, который засасывают при помощи резиновой груши, следя за тем, чтобы в капилляре и в расширениях не образовывалось пузырьков воздуха и разрывов. Когда уровень жидкости достигнет метки «M<sub>2</sub>» (рис. 3), колено 2 вынимают из сосуда и быстро переворачивают вискозиметр в нормальное положение. Снимают резиновую трубку с отвода трубки 3 и аккуратно вытирают с внешней стороны колена 1 избыток нефтепродукта.

Заполненный нефтепродуктом вискозиметр устанавливают вертикально в термостате, где поддерживают заданную температуру и выдерживают 15 мин (рис. 4).

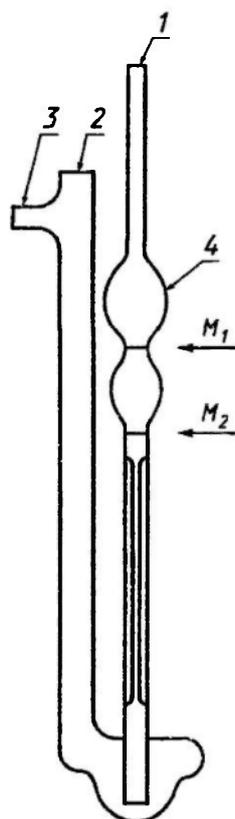


Рис. 3. Заполнение вискозиметра нефтепродуктом



Рис. 4. Термостатирование вискозиметров.

При определении кинематической вязкости испытуемый нефтепродукт при помощи каучуковой трубки, надетой на колено 3, засасывают в расширение 1 немного выше отметки  $M_2$ , следя за тем, чтобы в капилляре и расширении не образовывалось пузырьков воздуха или разрывов столба жидкости.

Испытание проводят в двух термостатах, настроенных соответственно на температуры  $40 \pm 0,02$  °С и на  $100 \pm 0,02$  °С.

Наблюдая за опусканием жидкости в колене 1, пускают секундомер в тот момент, когда уровень жидкости достигает метки  $M_1$ , а останавливают секундомер в тот момент, когда уровень жидкости достигает метки  $M_2$ .

Время истечения, отмеченное на секундомере, записывают; определение повторяют с точностью до 0,02 с. не менее трех раз. Время истечения должно составлять от 200 до 600 с. Во внимание принимаются только те отсчеты времени, которые отличаются от среднего арифметического не более чем на  $\pm 0,5\%$ .

Кинематическую вязкость испытуемого нефтепродукта при температуре  $t$  в  $\text{мм}^2/\text{с}$  ( $v_t$ ) вычисляют по формуле:

$$v_t = c \cdot \tau, \quad (2)$$

где  $c$  – постоянная вискозиметра,  $\text{мм}^2/\text{с}$ ;

$\tau$  – среднее арифметическое время истечения нефтепродукта через капилляр вискозиметра.

В рабочую тетрадь записывают все значения времени истечения, температуру и полученный результат кинематической вязкости до четырех значащих цифр. Результат определения округляют до 0,01% от измеренной величины вязкости.

### *Расчет индекса вязкости*

Индекс вязкости масел рассчитывают по формулам (ГОСТ 25371) или находят по таблицам и номограммам в зависимости от значений кинематической вязкости при 40 и 100°C.

Согласно этому ГОСТу, индекс вязкости масла ( $Vl$ ) вычисляют по формулам (3 и 4):

$$Vl = \frac{L - U}{D} \cdot 100, \quad (3)$$

$$D = L - H, \text{ мм}^2/\text{с}, \quad (4)$$

где  $U$  - кинематическая вязкость при 40°C масла, индекс вязкости которого требуется определить ( $D = L - H$ ), мм<sup>2</sup>/с,  $L$  - кинематическая вязкость при 40 °С нефтепродукта с индексом вязкости 0, обладающего той же кинематической вязкостью при 100 °С, что и испытуемый нефтепродукт, мм<sup>2</sup>/с;  $H$  - кинематическая вязкость при 40 °С нефтепродукта с индексом вязкости 100, обладающего той же кинематической вязкостью при 100 °С, что и испытуемый нефтепродукт, мм<sup>2</sup>/с. Значения, соответствующие  $L$  и  $D$ , определяют по таблице 2 Приложения. Если значения в таблице отсутствуют, но находятся в диапазоне таблицы, их рассчитывают методом линейной интерполяции.

Если результат выражен целым числом с пятью десятичными, его округляют до наиболее близкого большего четного числа. Например, 89,5 должно быть округлено до 90.

### **3 Определение температуры застывания масел**

Температура застывания характеризует низкотемпературные свойства масел. Как правило, в масле после его очистки от нежелательных компонентов остается некоторое количество высокоплавких парафинов, которые застывают (образуют кристаллическую структуру) при более высоких температурах, чем остальные группы углеводородов. Кристаллизация парафинов приводит к быстрому и значительному повышению вязкости. При охлаждении высокоочищенных масел имеет место и вязкостное застывание.

Таким образом, переход масла из жидкого в твердое состояние совершается не в одной определенной точке, а в интервале температур. Этот переход всегда

сопровождается некоторой промежуточной стадией, при которой масло постепенно теряет подвижность, загустевает и затем застывает.

Значение этого показателя практически очень велико. Циркуляция масла в системе смазки возможна только в том случае, если масло находится в жидком состоянии, при загустевании же оно теряет текучесть и не прокачивается.

Температура застывания должна быть на  $5 - 7$  °С ниже той температуры, при которой масло должно обеспечить прокачиваемость в системе смазывания.

#### *Определение температуры застывания*

Сущность метода заключается в предварительном нагревании образца нефтепродукта с последующим охлаждением его с заданной скоростью до температуры, при которой образец становится неподвижным.

Для определения температуры застывания используется пробирка стандартных размеров (высота 115-120 мм, внутренний диаметр 30,0-33,5 мм), на наружной поверхности которой на расстоянии 30 мм от дна имеется кольцевая метка. Пробирка вставляется в пробирку-муфту больших размеров (рис. 5).

#### *Подготовка к испытанию*

Обезвоженный продукт осторожно наливают в сухую чистую пробирку до метки так, чтобы он не растекался по стенкам пробирки. При помощи корковой пробки в пробирку вставляют термометр так, чтобы он проходил по оси пробирки, а его нижний конец находился на расстоянии 8-10 мм от дна. Пробирку с продуктом и термометром помещают пробирку в водяную баню, предварительно нагретую до  $50 \pm 1$  °С, где выдерживают до тех пор, пока продукт не примет температуры бани.

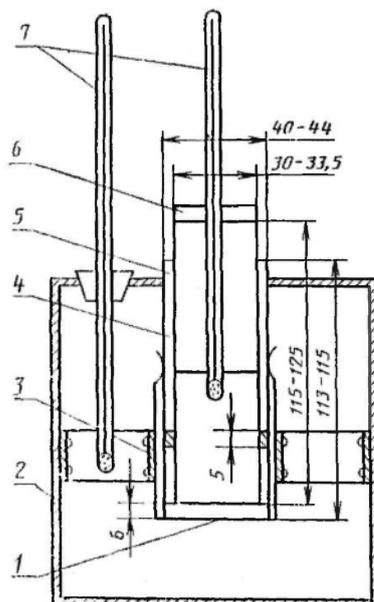


Рис. 5. Прибор для определения температуры застывания масла

1 - диск; 2 - баня; 3 - прокладка; 4 - пробирка; 5 - муфта;  
6 - корковая пробка; 7 - термометр

Пробирку с продуктом и термометром вынимают из водяной бани, насухо вытирают её снаружи и укрепляют при помощи пробки в муфте так, чтобы ее стенки находились приблизительно на одинаковом расстоянии от стенок муфты.

Следует обратить внимание на то, что пробирку и пробирку с муфтой нельзя держать за пробку, так как в этом случае стеклянный прибор можно разбить!

Прибор закрепляют в держателе штатива в вертикальном положении и оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока продукт не охладится до температуры  $35 \pm 5^\circ\text{C}$ . Затем прибор помещают в сосуд с охлаждающей смесью, температура которой поддерживается на  $5^\circ\text{C}$  ниже предполагаемой температуры застывания. Температура охлаждающей смеси поддерживается с точностью  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

Когда продукт, в пробирке, примет предполагаемую температуру застывания, прибор наклоняют под углом  $45^\circ\text{C}$  и, не вынимая из охлаждающей смеси, держат в таком положении в течение одной минуты. После этого прибор осторожно вынимают из охлаждающей смеси, быстро вытирают муфту и наблюдают, не сместился ли мениск испытуемого продукта.

В случае смещения мениска пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до температуры  $50 \pm 1^\circ\text{C}$  и проводят новое определение при температуре

на 4 °С ниже предыдущей. И так повторяют до тех пор, пока мениск перестанет смещаться.

Если мениск не сместился, то пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до 50±10С и определение повторяют при температуре на 4 °С выше предыдущей до тех пор, пока мениск перестанет смещаться.

Когда граница температуры застывания будет найдена, определение повторяют, понижая или повышая температуру испытания на 2 °С. За температуру застывания принимается та температура, при которой мениск продукта остается неподвижным.

За температуру застывания испытуемого нефтепродукта принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Расхождения не должны быть более 2 °С.

#### 4 Расчет количества компонентов

Далее рассчитывают требуемое количество компонентов для приготовления масла заданного качества. Удобнее всего для этой цели использовать данные по вязкости исходных компонентов.

Вязкость смеси масел ( $\nu_{см}$ ), приблизительно, может быть определена по уравнению (2):

$$\nu_{\bar{n}i} = \frac{(\hat{A} + \hat{A}) \cdot \nu_1 \cdot \nu_2}{\hat{A} \cdot \nu_1 + \hat{A} \cdot \nu_2}, \quad (2)$$

где,

$\nu_1, \nu_2, \nu_{см}$  – вязкость компонентов смеси (мм<sup>2</sup>/с) при 50 или 100°С;

$A$  и  $B$  – количество компонентов, % масс. на смесь.

Отсюда количество компонентов, необходимое для получения смеси заданной вязкости, рассчитывается по уравнениям (3), (4):

$$\hat{A} = \frac{\hat{A} \cdot \nu_2 (\nu_1 - \nu_{\bar{n}i})}{\nu_1 (\nu_{\bar{n}i} - \nu_2)}, \quad (3)$$

$$\hat{A} = \frac{\hat{A} \cdot \nu_1 (\nu_{\bar{n}i} - \nu_2)}{\nu_2 (\nu_1 - \nu_{\bar{n}i})}. \quad (4)$$

Количественное соотношение компонентов смеси может быть определено также и с помощью номограммы Молина-Гурвича, приведенной на рис. 4.

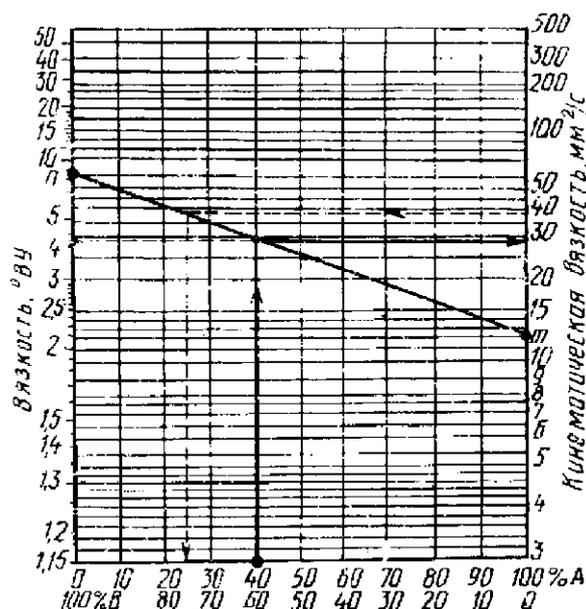


Рис. 6 – Номограмма для определения вязкости смесей нефтепродуктов

Требуемое содержание компонента А находят на нижней шкале номограммы, компонента В – на верхней шкале номограммы.

Для нахождения количества компонентов А и В в смеси необходимо соединить прямой линией точки, соответствующие вязкости исходных компонентов; затем провести горизонталь из точки, соответствующей заданной вязкости смеси, до пересечения с проведенной ранее прямой линией. Из точки пересечения восстановить перпендикуляр до пересечения с нижней и верхней шкалами.

Точки пересечения перпендикуляра с нижней шкалой дает требуемое содержание компонента А в объемных % на смесь, а с верхней шкалой – содержание компонента В в объемных % на смесь. Для перевода объемного содержания компонентов в смеси используются данные, полученные при определении плотности компонентов.

На технико-химических весах отвешивают вычисленные количества компонентов смеси и загружают компоненты в колбу, снабженную мешалкой. Перемешивание компонентов производят в течение 20–30 минут, после чего отключают мешалку и производят анализ полученного компаунда.

Так как аддитивность вязкостных свойств проявляется лишь в смесях двух весьма близких по вязкости смешиваемых масел, необходимо определить вязкости компаундированного масла. Помимо вязкости для полученного масла определяют ИВ, температуру застывания и содержание серы.

### Обработка результатов

Результаты опыта оформляются в виде таблицы 6.

Табл. 6 – Показатели качества исходных и компаундированного масла

Показатели	Компонент А	Компонент В	Компаундированное масло
Содержание, % масс. на компаунд.			
Вязкость, мм <sup>2</sup> /с: при температуре 50°С при температуре 100°С			
Индекс вязкости			
Температура застывания, °С			

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5

### Получение жидких парафинов методом карбамидной депарафинизации и исследование их свойств

Жидкие парафины являются ценным сырьем для нефтехимических и микробиологических процессов. Существует несколько способов выделения жидких парафинов из нефтяных фракций.

Процесс депарафинизации карбамидом базируется на образовании комплекса (аддукта) карбамида (мочевины), имеющего формулу  $\text{NH}_2\text{CONH}_2$  с нормальными парафиновыми углеводородами.

Образование комплекса карбамида – сложный физико-химический процесс, который проходит, подчиняясь одновременно законам адсорбции и химической кинетики.

Комплекс карбамида с нормальными парафиновыми углеводородами, имеющими девять и более атомов углерода в молекуле, относительно стабильны при нормальных условиях (20°С), в то время как комплексы карбамида с углеводородами, имеющими менее девяти атомов углерода в молекуле (температура их кипения менее 150°С), при нормальных условиях не являются стабильными.

С этой точки зрения для образования комплекса при нормальных условиях необходимо, чтобы цепочки нормального парафинового углеводорода имели по крайней мере не менее 9 атомов углерода.

Если парафиновый углеводород имеет метильный радикал в прямой цепи, то для образования комплекса надо иметь прямую часть молекулы, в цепи которой должно быть 10-13 атомов углерода, а при этильном радикале – более 24 атомов углерода.

Асфальто-смолистые вещества, сернистые и кислородсодержащие соединения понижают скорость образования комплекса и в связи с этим они должны удаляться из сырья перед его депарафинизацией.

Для повышения скорости образования комплекса в процессе карбамидной депарафинизации и выхода парафина, а следовательно, для понижения температуры застывания депарафинированной фракции, применяют ввод активатора в реактор. В качестве активаторов предложены метанол, этанол, н-бутанол, ацетон, метилэтилкетон, дихлорэтан и др.

В процессе карбамидной депарафинизации растворители применяются с целью понижения вязкости смеси, ускорения процесса массопередачи, осуществления транспорта смеси продукта и комплекса и удаления непарафиновых углеводородов из комплекса (промывка комплекса). В качестве растворителей применяют бензиновые фракции, кетоны, дихлорэтан и т.п., но чаще бензиновые фракции (80–150°C).

Контактирование сырья с карбамидом осуществляется в реакторе с перемешивающим устройством в присутствии растворителя и активатора. В промышленных условиях скорость вращения лопаток мешалки находится на уровне 1500 об/мин при времени контакта 30-60 минут. Повышение продолжительности контакта увеличивает выход парафина, но при этом снижается производительность установки и возрастает расход электроэнергии на перемешивание. Снижение продолжительности контакта ведет к уменьшению выхода парафина, а депарафинированная фракция имеет повышенную температуру застывания.

### **Оборудование и реактивы**

1. Реактор.
2. Мешалка.
3. Водяная баня.
4. Электроплитка.
5. Термометр.
6. Нефтяная фракция (360–420°C); петролейный эфир; этанол; карбамид.

### **Порядок выполнения работы**

Для карбамидной депарафинизации в качестве сырья берут нефтяные фракции (350–420°C).

Навеску депарафинируемого нефтепродукта, предварительно растёртый в фарфоровой ступке карбамид и растворитель (бензин «Галоша», изооктан, петролейный эфир 70-100°C) загружают в колбу, а в делительную воронку 3 заливают взвешенное количество активатора (ацетона или МЭК).

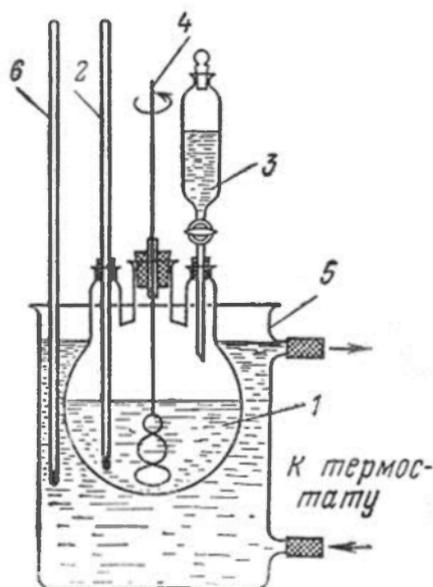


Рис. 1 – Прибор для проведения депарафинизации кристаллическим карбамидом с механическим перемешиванием:

1 – круглодонная трехгорлая колба; 2, 6 – термометры; 3 – делительная воронка; 4 – мешалка; 5 – стакан

Количество карбамида, растворителя и активатора для депарафинируемого сырья разного фракционного состава, а также оптимальные начальные и конечные температуры опыта (комплексобразования) приведены в табл. 7.

Табл. 7 – Данные для проведения карбамидной депарафинизации

Пределы выкипания фракции, °С	Загрузка, % ( масс.) на сырьё			Температура опыта, °С	
	карбамида	растворителя	активатора	начальная	конечная
350 - 400	120 - 150	250 - 300	10	50	25
350 - 420	150	300 - 400	15	60	25- 30

В течение времени (обычно не более 5 мин), необходимого для достижения требуемой температуры комплексобразования, смесь сырья растворителя и карбамида термостатируют при непрерывном перемешивании, после чего по каплям (!) вводят активатор из воронки. Далее процесс ведут при 60°С при постоянном перемешивании и завершают через 30 мин после начала комплексобразования (начало комплексобразования характеризуется повышением температуры реакционной смеси в результате экзотермического эффекта реакции). По завершении процесса комплексобразования содержимое колбы 1 охлаждают до 25-30°С и переносят на фильтр, отфильтровывают в вакууме и комплекс дважды промывают растворителем (каждый раз по 100% масс. на исходный карбамид). Промытый комплекс переносят в химический стакан и разлагают водой (при 80-90°С).

При разложении комплекса образуются два слоя: верхний – раствор комплексобразующих углеводородов (парафинов) в соответствующем растворителе и нижний – водный раствор карбамида, которые разделяют в делительной воронке. Раствор парафинов промывают водой для удаления следов карбамида и активатора и отфильтровывают на двойном бумажном фильтре для удаления следов воды. От раствора депарафинированного продукта отгоняют растворитель. Сырьё и полученные продукты анализируют по форме, приведённой в таблице 8.

### Обработка результатов

Результаты эксперимента оформляются в виде таблиц 8, 9.

Табл.8 - Материальный баланс депарафинизации

Взято:	масса, г	%, масс.
Сырьё		100
Получено:		
1.Депарафинированная фракция		
2.Парафин		
3.Потери		
Итого:		100

Таблица 9 – Свойства сырья и полученных продуктов

Показатели	Сырьё	Деп. масло
Температура застывания, °С		
Вязкость, мм <sup>2</sup> /с		
при 50°С		
при 100°С		

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6

### Очистка нефтепродуктов от ароматических углеводородов

С химической точки зрения сырая нефть представляет собой сложную смесь нескольких тысяч жидких углеводородов (80–90%) с примесью других органических соединений (нафтеновые кислоты, асфальтены, смолы, меркаптаны и др.), а также воды (до 10%), растворенных газов (до 4%), минеральных солей и микроэлементов. Установлено, что «типичная» нефть содержит в среднем 57% алифатических углеводородов, 29% ароматических углеводородов, 14% асфальтенов и других соединений.

*Ароматические углеводороды нефти* по сравнению с другими соединениями обладают повышенной растворяющей способностью асфальто-смолистых веществ. Замечено, что нефти с повышенным содержанием ароматических углеводородов легче поддаются демульсации. По сравнению с нафтенами ароматические углеводороды химически более активны: довольно легко вступают в различные реакции замещения.

*Ароматические углеводороды нефти* могут быть использованы в двух направлениях:

- 1) или после их выделения из нефти как сырье для дальнейшей химической переработки на те или иные соединения ароматического ряда;
- 2) или без выделения из нефтяных погонов как составная часть последних, придающая им известные специальные качества.

Содержание аренов в различных нефтях изменяется в широких пределах и составляет, как правило, от 15 до 50 %. Среднее содержание аренов, по данным о составе 400 нефтей, в малопарафинистых нефтях составляет 37,4 %, среднепарафинистых 30,6 %, высокопарафинистых 20,8 %. (К малопарафинистым отнесены нефти, содержащие менее 1 %, среднепарафинистым — от 1 до 7% и высокопарафинистым — свыше 7% твердых углеводородов.)

Арены представлены в нефтях бензолом и его гомологами, а также производными би- и полициклических углеводородов. В нефтях содержатся и гибридные углеводороды, включающие не только ароматические циклы и алкановые цепи, но и насыщенные циклы.

Ароматические углеводороды нефти изучены лучше, чем углеводороды других классов. Многие индивидуальные арены были выделены из нефтяных фракций при помощи методов, основанных на использовании повышенной реакционной способности, избирательной адсорбции, растворимости в полярных растворителях, высоких температур плавления аренов.

При изучении химического состава углеводородов важное место отводится хроматографическим методам исследования. Бензиновые фракции разделяют на группы углеводородов при помощи жидкостно-адсорбционной хроматографии, чаще называемой просто адсорбционной. Для исследования индивидуального химического состава фракций (особенно низкокипящих) часто применяется газожидкостная хроматография.

Адсорбционный анализ основан на способности адсорбентов избирательно извлекать из смесей соединения определенных типов. Для разделения углеводородов применяют различные адсорбенты: окись алюминия, активированный уголь, силикагель и др. Чаще всего используют силикагель.

Ароматические углеводороды более прочно удерживаются на поверхности адсорбента, чем парафиновые и нафтеновые. Пропуская смесь углеводородов сверху вниз по колонке с адсорбентом, обычно с добавлением растворителя, выделяют из колонки вначале парафиновые и нафтеновые углеводороды, а затем ароматические. Для выделенных фракций измеряют объем и исследуют (определяют наличие ароматических углеводородов, показатель преломления, анилиновую точку и т.п.).

При адсорбционном разделении бензиновых фракций применяют два типа растворителей: вытесняющие и смещающие. Вытесняющие растворители — спирты (изопропиловый, этиловый, метиловый) — адсорбируются сильнее компонентов бензина и выделяются из колонки вслед за ароматическими углеводородами. В этом случае нельзя достигнуть полного разделения бензина на две фракции — парафино-нафтеновую и ароматическую, так как они движутся по колонке вплотную друг к другу. Поэтому приходится еще отбирать промежуточную фракцию, представляющую собой их смесь. Смещающие (разбавляющие)

растворители — пентан, изопентан — близки по адсорбируемости к парафино-нафтеновой фракции. Такие растворители смешиваются в колонке с углеводородами, постепенно десорбируя их и заставляя двигаться вниз. Если вслед за смещающим растворителем (изопентан) ввести в колонку вытесняющий (метанол, этанол), то можно отделить парафино-нафтеновую фракцию без отбора промежуточной. Измеряя показатель преломления фильтрата, можно обнаружить компоненты смеси в такой последовательности: парафины + нафтены —> парафины + нафтены + изопентан —> изопентан + ароматические углеводороды -> метанол + ароматические углеводороды —> метанол. Фракции парафино-нафтеновых и ароматических углеводородов выделяют из фильтрата отгонкой изопентана. Фракцию ароматических углеводородов отделяют от метанола промывкой водой, после чего обезвоживают  $\text{CaCl}_2$  и металлическим натрием.

Для бензинов, содержащих до 15 объемных % ароматических углеводородов, удобно применять адсорбционное разделение с вытесняющим растворителем и отбором промежуточной фракции, при более высоком содержании в бензине ароматических углеводородов рекомендуется разделение при помощи смещающей жидкости + вытесняющий растворитель.

#### **Оборудование и реактивы:**

1. Стеклоаная хроматографическая колонка высотой 200 мм, диаметром 8—10 мм с воронкой для подсадки пробы
2. Рефрактометр АББЕ или ИРФ
3. Перемешивающее устройство типа ПЭ-6300
4. Градуированные пробирки с ценой деления шкалы 0,1 мл
5. Адсорбент - активный оксид алюминия/цеолит/силикагель
6. Изопропиловый спирт или пентан(изопентан)
7. Серная кислота
8. Формалин
9. Образец светлого нефтепродукта

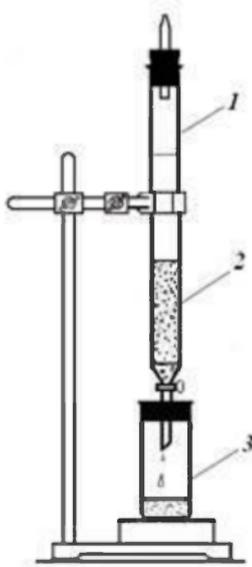


Рисунок 1 - Схема установки: 1 - хроматографическая колонка, 2 - сорбент, 3 - приемный сосуд.

**Порядок выполнения работы:**

1. Колонку заполняют предварительно подготовленным сорбентом, который высушивают в течении 2 часов при температуре 110°C, укрепляют в штативе, наверху закрепляют делительную воронку 1 для подсадки пробы и элюента, под нижний конец колонки подводят градуированную пробирку.
2. Исследуемый нефтепродукт объемом 5 мл помещают в хроматографическую колонку.
3. После того, как нефтепродукт поглотится сорбентом, вносят десорбент - изопропиловый спирт объемом 15 мл.
4. На выходе с хроматографической колонки последовательно отбирают порции по 0,5 мл в градуированные пробирки.
5. Для каждой порции проверяют показатель преломления.
6. Проводят качественную реакцию на определение аренов: чистую сухую пробирку помещают 1 мл 98 %-й бесцветной серной кислоты, добавляют 2—3 капли 10 %-го раствора формалина и столько же отобранной порции. При отсутствии аренов смесь остается бесцветной или слегка желтеет. Яркое красное окрашивание указывает на появление в отобранной фракции аренов.
7. Полученные результаты вносят в таблицу 16.

Таблица 16 - Экспериментальные данные.

Образец			
Сорбент			
Номер отбора	Объем, мл	Показатель преломления	Наличие аренов

**Обработка результатов:**

1. Построить график зависимости показателя преломления от объема выхода нефтепродуктов.
2. Отметить на нем точку начала выхода ароматической фракции.
3. Рассчитать количественное содержание аренов в исследуемом нефтепродукте.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 7.

### **Селективная очистка масляных дистиллятов и деасфальтизатов избирательными растворителями**

При селективной очистке из сырья удаляются нежелательные компоненты, отрицательно влияющие на эксплуатационные свойства товарных нефтепродуктов. К ним относятся полициклические ароматические и нафтоароматические углеводороды с короткими боковыми цепями, серо-, кислород- и азотсодержащие соединения и смолистые вещества. При очистке улучшаются вязкостно-температурные и антиокислительные свойства масел, а также приемистость к присадкам.

Глубина селективной очистки и четкость разделения на желательные и нежелательные компоненты зависят от избирательной и растворяющей способности растворителя, его кратности к сырью и температуры очистки. Условия очистки выбирают в соответствии с требованиями к получаемому продукту и качеством очищаемого сырья (групповым химическим составом и молекулярной массой).

К растворителям предъявляются следующие требования:

- обладать высокой избирательностью (селективностью) и растворяющей способностью по отношению к извлекаемым компонентам сырья при умеренных температурах, способствующих интенсивному контакту сырья с растворителем;
- плохо растворяться в смеси желательных компонентов;
- иметь плотность, отличающуюся от плотности сырья, для быстрого и четкого разделения фаз;
- иметь температуру кипения, отличающуюся от температуры кипения сырья;
- быть химически и термически стабильными;

- плохо растворяться в воде и растворять воду;
- не вызывать коррозии металлов.

Поскольку непременным условием селективной очистки является наличие двухфазной системы – легкой фазы (рафинатного раствора) и тяжелой фазы (экстрактного раствора), то верхний температурный предел очистки определяется критической температурой растворения (КТР), выше которой при любом соотношении растворителя и растворяемого продукта образуется однофазная система. Критическую температуру растворения определяют примерно так же, как и анилиновую точку нефтепродуктов, но при соотношениях растворителя и сырья, соответствующих условиям очистки данным растворителем. Температуру очистки выбирают исходя из критической температуры растворения: она должна быть на 10-15 °С ниже КТР при выбранной кратности растворителя к сырью.

Процесс селективной очистки наиболее широко применяется в производстве масел, где основными растворителями являются фенол, фурфурол и N-метилпирролидон (N-МП). Характеристика растворителей приведена в табл. 1.1.

В заводских условиях селективную очистку проводят в аппаратах непрерывного действия (колоннах, смесителях, центробежных экстракторах). При исследовательских работах и в лабораторном практикуме очистку проводят как в экстракторах периодического действия.

### **Периодический процесс селективной очистки (экстракции) в лабораторных условиях**

Наиболее простым и доступным методом селективной очистки в лабораторных условиях является периодическая экстракция. Ее можно осуществлять однократной или многократной обработкой очищаемого продукта селективным растворителем (обводненным или сухим фенолом, фурфуролом и N-метилпирролидоном). В лабораторной практике также широко применяется противоточно-периодическая экстракция (псевдопротивоток), при которой создаются условия, близкие к условиям непрерывного процесса в противоточной экстракционной колонне.

Таблица 1.1. Физико-химические свойства N - МП, фенола и фурфурола

Показатели	N – МП	Фенол	Фурфурол
Формула	$C_5H_9NO$	$C_6H_5OH$	$C_5H_4O_2$
Агрегатное состояние	Жидкость	Кристаллы	Жидкость
Вязкость при 50 °С, мм <sup>2</sup> /с	1,01	3,24	1,15
Плотность при 20 °С, кг/м <sup>3</sup>	1027	1072	1159
Температура, °С:			
кипения	202	182	162
плавления	-24	+43	-36,5
вспышки в закрытом тигле	91	79	64
Молекулярная масса	99	94	96
Дипольный момент, Дб	4,10	1,70	3,57
Термическая стабильность	Хорошая	Очень хорошая	Умеренная
Температура кипения азеотропной смеси растворителя с водой, °С	Не образует	98,0	97,8
Растворимость в воде при 20 °С, %	100,0	100,0 (выше 66 °С)	100,0
Содержание растворителя в азеотропной смеси, % мас.	Не образует	9,1	35
Коррозионная агрессивность	Корр.	Корр.	Средняя
Растворяющая способность	Средняя	Высокая	Средняя
Селективность	Средняя	Средняя	Высокая
Стабильность	Высоко стабилен.	Стабилен	Нестабилен
ПДК в атмосферном воздухе, мг/м <sup>3</sup>	100	0,3	10
Класс опасности	4 (мало-опасный)	2 (высоко-опасный)	3 (умеренно опасный)

При периодической экстракции выполняются следующие операции:

- смешение растворителя с сырьем при выбранной температуре экстракции;
- отстаивание смеси при той же температуре;
- разделение рафинатного и экстрактного растворов;

- отгон растворителя из рафинатного и экстрактного растворов.

Продолжительность перемешивания и отстаивания зависит от свойств и соотношения сырья и растворителя.

Периодическую экстракцию осуществляют в цилиндрическом стеклянном экстракторе (рис.1) с конусным дном, рубашкой для обогрева и мешалкой, приводимой в действие электродвигателем. Число оборотов мешалки регулируют с помощью лабораторного трансформатора (ЛАТРа). В качестве теплоносителя в нем используют горячую воду или масло, циркулирующие через ультратермостат. В нижней части экстрактора находится кран для последовательного слива экстрактного и рафинатного растворов.

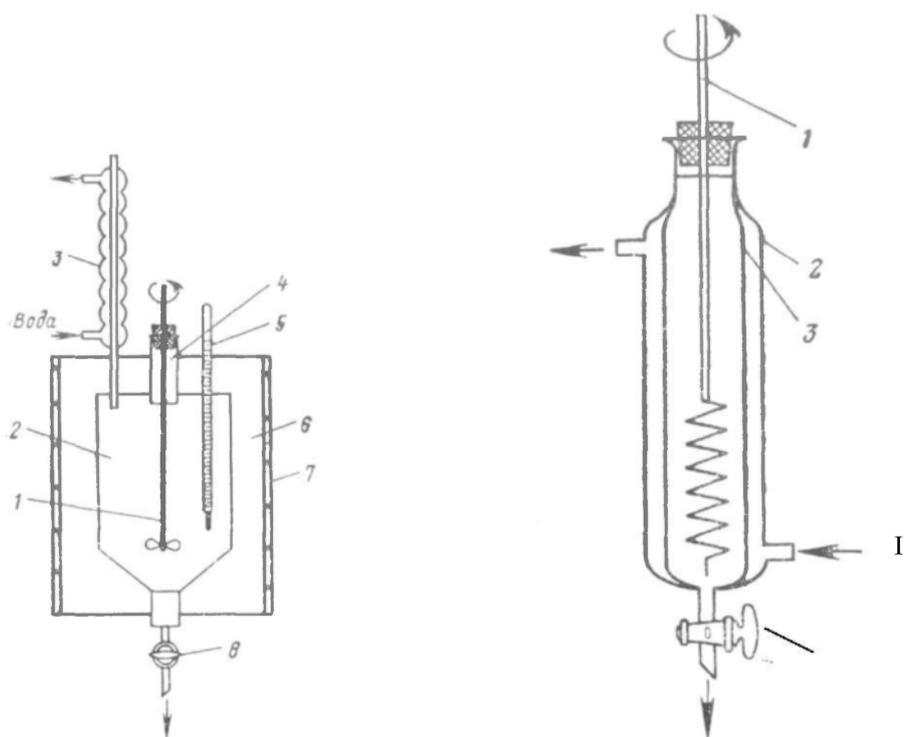


Рисунок 1. Схема цилиндрического стеклянного экстрактора:

1 — мешалка; 2 — рубашка для теплоносителя; 3 — экстрактор; 4 — кран для слива растворов; I — теплоноситель; II — последовательный слив растворов.

## Оборудование и реактивы

Процесс селективной очистки масляного сырья проводят с использованием следующего лабораторного оборудования и реагентов:

1. Экстрактор периодического действия.
2. Мерник для растворителя.
3. Приемники для рафинатного и экстрактного растворов.
4. Колбы Вюрца (емкостью 0,25-1,0л) с тубусами для термометра и капилляра (для подачи инертного газа) .
5. Холодильник Либиха.
6. Приемник для сбора регенерированного растворителя.
7. Колбонагреватель.
8. Вакуумный насос.
9. Селективный растворитель –N – метилпирролидон
10. Ультратермостат.
11. Электродвигатель.
12. Инертный газ – азот (используется при отгоне растворителя).

### Порядок выполнения работы

Перед началом работы выбирают условия экстракции.

При выборе кратности растворителя к сырью используют литературные данные или рекомендации преподавателя. Обычно при очистке дистиллятного сырья массовая кратность растворителя к сырью составляет  $1,2 \div 2,5:1$ , при очистке остаточного сырья  $3 \div 4:1$ .

Температура экстракции устанавливается с учетом предварительно определенной критической температуры растворения (КТР) сырья и растворителя при выбранном их соотношении. С целью образования двух фаз (рафинатного и экстрактного растворов) температура экстракции должна быть на  $10-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  ниже КТР.

Время контакта сырья с растворителем и время отстоя выбирают исходя из качества данного сырья (время контакта – 20-30 мин., время отстоя – 15-30 мин).

Взвешенное на технических весах сырье (100-150 г) и необходимое количество растворителя по массе (для удобства пересчитывают массу растворителя на объемное) смешивают в предварительно взвешенной колбе и загружают в экстрактор. Затем включают обогрев и мешалку. Постепенно нагревают воду или масло в термостате до требуемой температуры (на 5-8°C выше температуры экстракции) при непрерывной их циркуляции через рубашку и продолжают перемешивание в течение всего времени контакта.

По истечении выбранного времени контакта перемешивание прекращают и отстаивают смесь в течение выбранного времени при температуре экстракции. Далее аккуратно сливают через нижний сливной кран сначала экстрактный, а затем рафинатный раствор в отдельные предварительно взвешенные колбы.

Определяют массу растворов, отгоняют от них растворитель и определяют массу рафината и экстракта, а также отогнанного растворителя (для этого колбы для отгона растворителя и приемники для отогнанного растворителя предварительно взвешивают).

Растворитель из рафинатного и экстрактного растворов отгоняют в токе инертного газа (во избежание местного перегрева продукта) при атмосферном давлении и температуре 210 °С (в случае использования N-метилпирролидона). Остатки растворителя отгоняют под вакуумом. Рафинат и экстракт охлаждают, взвешивают и составляют материальный баланс процесса очистки по сырью и по растворам (табл. 1.2 и 1.3).

Определяют показатели качества сырья и рафината: плотность, показатель преломления, кинематическую вязкость при 40 °С (или при 50 °С) и при 100 °С, температуру застывания (табл. 1.4), рассчитывают индекс вязкости. Методики определения показателей качества продуктов приведены в приложении.

Таблица 1.2 Материальный баланс процесса селективной очистки по сырью

Наименование продукта	Количество	
	г	% масс. на сырье
Взято:		
Сырье		100
Всего		
Получено:		
1. Рафинат		
2. Экстракт		
Всего		100

Таблица 1.3 Материальный баланс процесса по растворам

Наименование продукта	Количество		Состав раствора	
	г	% масс. на сырье	г	%
Взято:				
1. Сырье		100		
2. Растворитель				
Итого				
Получено:				
1. Рафинатный раствор				
а) рафинат				
б) растворитель				
Всего				100
2. Экстрактный раствор				
а) экстракт				
б) растворитель				
Всего				100
Итого				

Таблица 1.4 Показатели качества исходных и полученных продуктов \*)

Показатели	Исходное сырье	Рафинат
1. Кинематическая вязкость, мм <sup>2</sup> /с, при температуре: 40 или 50 °С 100 °С		
2. Плотность при 50 °С, кг/м <sup>3</sup>		
3. Индекс вязкости		
4. Температура застывания, °С		
5. Показатель преломления, n <sub>D</sub> <sup>20</sup>		

\*) Методики определения показателей качества приведены в приложении.

### Обработка результатов

В лабораторном журнале студента должны быть записаны: температура и давление окружающей среды, все данные, полученные при взвешивании пустых колб и колб с продуктами, а также все промежуточные измерения при определении показателей точности (например, номер и постоянная вискозиметра, время истечения продукта при измерении вязкости).

Отчет должен содержать краткое описание работы, условия процесса (кратность растворителя к сырью, критическая температура растворения КТР, температура экстракции, время контакта и отстоя), материальные балансы по сырью и растворам, характеристики сырья и рафината, а также основные выводы.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 8.

### ОБЕЗМАСЛИВАНИЕ ГАЧА (ПЕТРОЛАТУМА) КРИСТАЛЛИЗАЦИЕЙ ИЗ РАСТВОРОВ

Процесс обезмасливания гача и петролатума предназначен для получения парафинов, церезинов и восковых продуктов.

Парафины – кристаллические продукты, содержащие от 20 до 40 атомов углерода в цепи и состоящие преимущественно из алкановых углеводородов нормального строения. Помимо н-алканов, в твердых парафинах содержатся малоразветвленные изоалканы, и в значительно меньших количествах – нафтеновые и ароматические углеводороды с длинными боковыми цепями. Молекулярная масса парафинов составляет от 350 до 420. По температуре плавления парафины делятся на мягкие (28-45 °С), среднеплавкие (45- 50 °С) и твердые (50-65 °С).

Основным компонентом церезинов являются нафтеновые и ароматические углеводороды с длинными алкильными цепями преимущественно изостроения, а также высокомолекулярные парафиновые углеводороды, в основном – изостроения и в небольших количествах – нормального строения. Молекулярная масса церезинов составляет от 500 до 750, температура каплепадения их колеблется от 57 до 85°С. Церезины менее тверды и более пластичны, чем парафины.

Процесс обезмасливания осуществляется кристаллизацией твердых углеводородов из раствора гача (петролатума) в растворителе. Наиболее распространенными растворителями, как и в процессе депарафинизации, являются смеси кетонов (чаще всего метилэтилкетона) с толуолом. Применяют также высшие кетоны – метилизобутилкетон, метилизопропилкетон и др. Высшие кетоны не требуют добавления толуола.

Процесс обезмасливания состоит из следующих основных стадий:

- растворение сырья (гача или петролатума) в растворителе и термическая обработка полученного раствора;
- охлаждение раствора до необходимой температуры;
- фильтрование;
- отгон растворителя от растворов парафина– сырца или церезина–сырца и фильтрата ( отходов обезмасливания).

При выборе условий процесса исходят из свойств исходного сырья и необходимой глубины обезмасливания, зависящей от требуемого качества получаемого продукта.

Основными факторами процесса являются:

- скорость охлаждения;
- природа растворителя;
- кратность растворителя к сырью;
- температура процесса, которая выбирается в зависимости от требуемого качества конечного продукта – температуры плавления парафина или церезина.

Температура процесса лежит в пределах от  $-10$  до  $+30^{\circ}\text{C}$ .

Соотношение кетон (МЭК) : ароматический углеводород (толуол) обычно составляет 60 : 40 (по объему). Кратность растворителя к сырью (по массе) зависит от качества сырья, глубины обезмасливания и изменяется в пределах от 5 до 10:1 (по массе) при переходе от гача к петролатуму.

Самой ответственной стадией в процессе обезмасливания является стадия кристаллизации. От работы этой секции зависят выход целевого продукта, скорость фильтрования и содержание масла в парафине. Для успешной работы этой секции необходимо, чтобы размеры кристаллов твердых углеводородов были крупными. С этой целью процесс обезмасливания следует проводить в присутствии поверхностно-активных веществ (ПАВ), вводимых в суспензию перед ее термообработкой в концентрации 0,001 – 0,01% масс. на сырье.

Принципиальная схема установки обезмасливания, аппаратура и растворители те же, что на установках депарафинизации, но выше кратность растворителя к сырью и температуры фильтрации.

В настоящее время в промышленности осуществлен совмещенный процесс депарафинизации и обезмасливания, при этом снижаются эксплуатационные затраты, расход пара и электроэнергии и другие технико-экономические показатели.

Обезмасливание проводят при массовой кратности растворителя к сырью (8-10) : 1 и температуре от  $-10$  до  $+25^{\circ}\text{C}$  (таблица 3.1.).

Таблица 3.1. Температуры фильтрования в совмещенном процессе депарафинизации и обезмасливания дистиллятного и остаточного сырья, °С:

	Дистиллятное сырье	Остаточное сырье
I ступень	от -25 до -28	от -23 до -25
II ступень	от -5 до -10	от -3 до -5
III ступень	от 0 до -5	от +5 до +8

### Оборудование и реагенты

Процесс обезмасливания проводят с использованием лабораторного оборудования и реагентов, аналогичных для процесса депарафинизации (рисунок 2.1.):

1. Колба коническая или стакан вместимостью 1 л для охлаждения раствора сырья в растворителе.
2. Металлическая баня, обтянутая войлоком, для охлаждения колбы с раствором сырья в растворителе и растворителя для промывки.
3. Воронка Бюхнера для фильтрования, вставленная в металлический обтянутый войлоком кожух, куда наливают охлаждающую смесь (денатурат, бензин и т.п.), которая предназначена для охлаждения и поддержания необходимой температуры фильтрации.
4. Приемник фильтрата вместимостью не менее литра (колба Бунзена или цилиндрический стеклянный градуированный приемник).
5. Термометры с ценой деления 1<sup>0</sup>С до минус 35<sup>0</sup>С или минус 80<sup>0</sup>С.
6. Колба Вюрца ( вместимостью 0,25 – 1,0 л.) с тубусами для термометра и капилляра для подачи инертного газа.
7. Холодильник Либиха.
8. Приемник для сбора регенерированного растворителя.
9. Колбонагреватель.
10. Вакуумный насос.
11. Вакуумметр.
12. Технические весы.
13. Соединительный вакуумный шланг.

14. Ловушки стеклянные (типа склянки Дрекселя).
15. Бумажные фильтры.
16. Растворители: метилэтилкетон, толуол.
17. Охлаждающая смесь: спирт-денатурат или бензин и жидкий азот.

### **Порядок выполнения работы**

1. Перед началом обезмасливания готовят растворитель смешением 60 объемных долей МЭК и 40 объемных долей толуола.

2. Подготавливают к работе аппарат обезмасливания и кристаллизатор для охлаждения смеси, для чего в баню фильтра и кристаллизатор заливают денатурат, устанавливают термометры, на дно воронки Бюхнера помещают бумажный фильтр.

3. Сырье разогревают до полного расплавления, и в колбу берут навеску гача или петролатума в количестве 50–70 г. Затем добавляют заданное количество растворителя и проводят термообработку при температуре 50–60<sup>0</sup>С в течение 10 мин. до полного растворения сырья в растворителе. Охлаждение ведут при постоянном перемешивании сначала на воздухе, а затем в бане с охлаждающей смесью. Скорость охлаждения 1,5–2,0<sup>0</sup>С в минуту. В эту же баню ставят колбу с растворителем для промывки лепешки.

4. Одновременно с охлаждением суспензии ведут охлаждение фильтра, помещенного в металлический кожух. Температура в бане должна быть на 4–5<sup>0</sup>С ниже заданной температуры охлаждения сырья.

5. В приемнике создают вакуум и фильтруют суспензию до появления сухой лепешки твердых углеводов. Затем промывают лепешку охлажденным до температуры фильтрации растворителем и вновь фильтруют. Количество взятого для промывки лепешки растворителя составляет 100 % масс. на сырье.

Полное время фильтрации складывается из времени фильтрации, времени промывки и времени просушки лепешки. Количество растворов фильтрата в приемнике измеряют в каждом периоде фильтрации или за суммарное время фильтрации (в зависимости от задания). Осадок с фильтра и фильтрат количественно

переносят в колбы, взвешивают и затем отгоняют растворитель в токе инертного газа при температуре не выше 120<sup>0</sup>С. Следы растворителя отгоняют под вакуумом.

После отгона растворителя колбы взвешивают.

### Обработка результатов

Составляют материальные балансы по формам таблиц 3.1 и 3. 2. Определяют показатели качества сырья и полученных продуктов и оформляют их в соответствии с таблицей 3.3.

Таблица 3.2 Материальный баланс процесса обезмасливания по сырью

Наименование продукта	Количество	
	г	% масс. на сырье
Взято: Сырье		100
Всего		100
Получено: Парафин – сырец Фильтрат (отходы )		
Всего		100

Таблица 3.3. Материальный баланс процесса обезмасливания по растворам

Наименование продукта	Количество		Состав растворов	
	г	% масс. на сырье	г	% масс.
Взято:				
Сырье		100	-	-
Растворитель в т.ч. на разбавление на промывку		100		
Всего:				
Получено:				
Лепешка парафина-сырца в т.ч. парафин-сырец растворитель				100
Всего:				
Фильтрат в т.ч. отходы растворитель				100
Всего:				
Итого:				

Таблица 3.4. Показатели качества сырья и полученных продуктов

Показатель	Сырье	Парафин (церезин) - сырец
Температура плавления (каплепадения), °С		
Цвет, ЦНТ		
Содержание масла, % масс.		

\*) Методики определения показателей качества приведены в приложении.

Отчет должен содержать краткое описание работы и условия проведения процесса:

- наименование и количество обезмасливаемого сырья;
- состав и количество растворителя;
  - а) на разбавление, % масс. на сырье;
  - б) на промывку, % масс. на сырье;
- температура термообработки, °С;
- температура конечного охлаждения смеси сырья и растворителя, °С;
- материальные балансы по сырью и растворам;
- показатели качества сырья и полученных продуктов;

Выводы.

### **Контрольные вопросы**

5. Назначение и теоретические основы процесса обезмасливания.
6. Применяемые растворители. Роль каждого компонента в парном растворителе.
7. Факторы, влияющие на процесс обезмасливания:
  - скорость охлаждения;
  - количество растворителя;
  - состав растворителя;
  - способ подачи растворителя;
  - качество сырья;
  - температура обезмасливания;
8. Сравнительная оценка показателей качества сырья и твердых углеводов.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1

Плотность	Температурная поправка на 1 °С	Плотность	Температурная поправка на 1 °С
0,6900-0,6999	0,000910	0,8500-0,8599	0,000699
0,7000-0,7099	0,000897	0,8600-0,8699	0,000686
0,7100-0,7199	0,000884	0,8700-0,8799	0,000673
0,7200-0,7299	0,000870	0,8800-0,8899	0,000660
0,7300-0,7399	0,000857	0,8900-0,8999	0,000647
0,7400-0,7499	0,000844	0,9000-0,9099	0,000633
0,7500-0,7599	0,000831	0,9100-0,9199	0,000620
0,7600-0,7699	0,000818	0,9200-0,9299	0,000607
0,7700-0,7799	0,000805	0,9300-0,9399	0,000594
0,7800-0,7899	0,000792	0,9400-0,9499	0,000581
0,7900-0,7999	0,000778	0,9500-0,9599	0,000567
0,8000-0,8099	0,000765	0,9600-0,9699	0,000554
0,8100-0,8199	0,000752	0,9700-0,9799	0,000541
0,8200-0,8299	0,000738	0,9800-0,9899	0,000528
0,8300-0,8399	0,000725	0,9900-1,0000	0,000515
0,8300-0,8399	0,000712		

Таблица 2. Измеренные значения L, D, H для кинематической вязкости

Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	L	D = (L - H)	H	Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	L	D = (L - H)	H
2,10	8,640	1,746	6,894	3,70	22,09	4,909	17,19
2,20	9,309	1,898	7,410	3,80	23,13	5,157	17,97
2,30	10,00	2,056	7,944	3,90	24,19	5,415	18,77
2,40	10,71	2,219	8,496	4,00	25,32	5,756	19,56
2,50	11,45	2,390	9,063	4,10	26,50	6,129	20,37
2,60	12,21	2,567	9,647	4,20	27,75	6,546	21,21
2,70	13,00	2,748	10,25	4,30	29,07	7,017	22,05
2,80	13,80	2,937	10,87	4,40	30,48	7,560	22,92

Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - H)</i>	<i>H</i>	Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - H)</i>	<i>H</i>
2,90	14,63	3,132	11,50	4,50	31,96	8,156	23,81
3,00	15,49	3,334	12,15	4,70	35,13	9,499	25,63
3,10	16,36	3,540	12,82	4,80	36,79	10,22	26,57
3,20	17,26	3,753	13,51	4,90	38,50	10,97	27,53
3,30	18,18	3,971	14,21	5,00	40,23	11,74	28,49
3,40	19,12	4,196	14,93	5,10	41,99	12,53	29,46
3,50	20,09	4,428	15,66	5,20	43,76	13,32	30,43
5,30	45,53	14,13	31,40	10,5	160,6	71,63	88,95
5,40	47,31	14,94	32,37	10,6	163,2	73,00	90,19
5,50	49,09	15,75	33,34	10,7	165,8	74,42	91,40
5,60	50,87	16,55	34,32	10,8	168,5	75,86	92,65
5,70	52,64	17,36	35,29	10,9	171,2	77,33	93,92
5,80	54,42	18,16	36,26	11,0	173,9	78,75	95,19
5,90	56,20	18,97	37,23	11,1	176,6	80,20	96,45
6,00	57,97	19,78	38,19	11,2	179,4	81,65	97,71
6,10	59,74	20,57	39,17	11,3	182,1	83,13	98,97
6,20	61,52	21,38	40,15	11,4	184,9	84,63	100,2
6,30	63,32	22,19	41,13	11,5	187,6	86,10	101,5
6,40	65,18	23,03	42,14	11,6	190,4	87,61	102,8
6,50	67,12	23,94	43,18	11,7	193,3	89,18	104,1
6,60	69,16	24,92	44,24	11,8	196,2	90,75	105,4
6,70	71,29	25,96	45,33	11,9	199,0	92,30	106,7
6,80	73,48	27,04	46,44	12,0	201,9	93,87	108,0
6,90	75,72	28,21	47,51	12,1	204,8	95,47	109,4
7,00	78,00	29,43	48,57	12,2	207,8	97,07	110,7
7,10	80,25	30,63	49,61	12,3	210,7	98,66	112,0
7,20	82,39	31,70	50,69	12,4	213,6	100,3	113,3
7,30	84,53	32,74	51,78	12,5	216,6	101,9	114,7
7,40	86,66	33,79	52,88	12,6	219,6	103,6	116,0
7,50	88,85	34,87	53,98	12,7	222,6	105,3	117,4
7,60	91,04	35,94	55,09	12,8	225,7	107,0	118,7
7,70	93,20	37,01	56,20	12,9	228,8	108,7	120,1
7,80	95,43	38,12	57,31	13,0	231,9	110,4	121,5
7,90	97,72	39,27	58,45	13,1	235,0	112,1	122,9
8,00	100,0	40,40	59,60	13,2	238,1	113,8	124,2
8,10	102,3	41,57	60,74	13,3	241,2	115,6	125,6

Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - H)</i>	<i>H</i>	Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - H)</i>	<i>H</i>
8,20	104,6	42,72	61,89	13,4	244,3	117,3	127,0
8,30	106,9	43,85	63,05	13,5	247,4	119,0	128,4
8,40	109,2	45,01	64,18	13,6	250,6	120,8	129,8
8,50	111,5	46,19	65,32	13,7	253,8	122,6	131,2
8,60	113,9	47,40	66,48	13,8	257,0	124,4	132,6
8,70	116,2	48,57	67,64	13,9	260,1	126,2	134,0
8,80	118,5	49,75	68,79	14,0	263,3	128,0	135,4
8,90	120,9	50,96	69,94	14,1	266,6	129,8	136,8
9,00	123,3	52,20	71,10	14,2	269,8	131,6	138,2
9,10	125,7	53,40	72,27	14,3	273,0	133,5	139,6
9,20	128,0	54,61	73,42	14,4	276,3	135,3	141,0
9,30	130,4	55,84	74,57	14,5	279,6	137,2	142,4
9,40	132,8	57,10	75,73	14,6	283,0	139,1	143,9
9,50	135,3	58,36	76,91	14,7	286,4	141,1	145,3
9,60	137,7	59,60	78,08	14,8	289,7	142,9	146,8
9,70	140,1	60,87	79,27	14,9	293,0	144,8	148,2
9,80	142,7	62,22	80,46	15,0	296,5	146,8	149,7
9,90	145,2	63,54	81,67	15,1	300,0	148,8	151,2
10,0	147,7	64,86	82,87	15,2	303,4	150,8	152,6
10,1	150,3	66,22	84,08	15,3	306,9	152,8	154,1
10,2	152,9	67,56	85,30	15,4	310,3	154,8	155,6
10,3	155,4	68,90	86,51	15,5	313,9	156,9	157,0
10,4	158,0	70,25	87,72	15,6	317,5	158,9	158,6
15,7	321,1	161,0	160,1	21,2	547,5	296,8	250,7
15,8	324,6	163,0	161,6	21,4	556,7	302,6	254,2
15,9	328,3	165,2	163,1	21,6	566,4	308,6	257,8
16,0	331,9	167,3	164,6	21,8	575,6	314,1	261,5
16,1	335,5	169,4	166,1	22,0	585,2	320,2	264,9
16,2	339,2	171,5	167,7	22,2	595,0	326,4	268,6
16,3	342,9	173,7	169,2	22,4	604,3	332,0	272,3
16,4	346,6	175,8	170,7	22,6	614,2	338,4	275,8
16,5	350,3	178,1	172,3	22,8	624,1	344,5	279,6
16,6	354,1	180,3	173,8	23,0	633,6	350,3	283,3
16,7	358,0	182,5	175,4	23,2	643,4	356,6	286,8
16,9	365,6	187,0	178,6	23,4	653,8	363,3	290,5
17,0	369,4	189,2	180,2	23,6	663,3	369,0	294,4

Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - H)</i>	<i>H</i>	Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - H)</i>	<i>H</i>
17,1	373,3	191,5	181,7	23,8	673,7	375,7	297,9
17,2	377,1	193,8	183,3	24,0	683,9	382,1	301,8
17,3	381,0	196,1	184,9	24,2	694,5	388,9	305,6
17,4	384,9	198,4	186,5	24,4	704,2	394,8	309,4
17,5	388,9	200,8	188,1	24,6	714,9	401,9	313,0
17,6	392,7	203,0	189,7	24,8	725,7	408,8	317,0
17,7	396,7	205,3	191,3	25,0	736,5	415,6	320,9
17,8	400,7	207,7	192,9	25,2	747,2	422,4	324,9
17,9	404,6	210,0	194,6	25,4	758,2	429,5	328,8
18,0	408,6	212,4	196,2	25,6	769,3	436,6	332,7
18,1	412,6	214,8	197,8	25,8	779,7	443,0	336,7
18,2	416,7	217,3	199,4	26,0	790,4	449,8	340,5
18,3	420,7	219,7	201,0	26,2	801,6	457,2	344,4
18,4	424,9	222,2	202,6	26,4	812,8	464,4	348,4
18,5	429,0	224,7	204,3	26,6	824,1	471,8	352,3
18,6	433,2	227,2	205,9	26,8	835,5	479,1	356,4
18,7	437,3	229,7	207,6	27,0	847,0	486,6	360,5
18,8	441,5	232,3	209,3	27,2	857,5	492,9	364,6
18,9	445,7	234,7	211,0	27,4	869,0	500,6	368,3
19,0	449,9	237,3	212,7	27,6	880,6	508,3	372,3
19,1	454,2	239,8	214,4	27,8	892,3	515,9	376,4
19,2	458,4	242,3	216,1	28,0	904,1	523,5	380,6
19,3	462,7	245,0	217,7	28,2	915,8	531,2	384,6
19,4	467,0	247,6	219,4	28,4	927,6	538,8	388,8
19,5	471,3	250,2	221,7	28,6	938,6	545,7	393,0
19,6	475,7	252,9	222,8	28,8	951,2	554,5	396,6
19,7	479,7	255,2	224,5	29,0	963,4	562,3	401,1
19,8	483,0	257,8	226,2	29,2	975,4	570,1	405,3
19,9	488,6	260,9	227,7	29,4	987,1	577,6	409,5
20,0	493,2	263,7	229,5	29,6	998,9	585,3	413,5
20,2	501,5	268,5	233,0	29,8	1011	593,4	417,6
20,4	510,8	274,4	236,4	30,0	1023	601,6	421,7
20,6	519,9	279,8	240,1	30,5	1055	622,3	432,4
20,8	528,8	285,3	243,5	31,0	1086	643,2	443,2
21,0	538,4	291,3	247,1	31,5	1119	664,5	454,0
32,0	1151	686,0	464,9	51,5	2767	1804	962,9
32,5	1184	708,0	475,9	52,0	2817	1839	977,5
33,0	1217	730,2	487,0	52,5	2867	1875	992,1

Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - II)</i>	<i>II</i>	Кинематическая вязкость при 100 °С, мм <sup>2</sup> /с	<i>L</i>	<i>D = (L - II)</i>	<i>II</i>
33,5	1251	752,8	498,1	53,0	2918	1911	1007
34,0	1286	776,8	509,6	53,5	2969	1947	1021
34,5	1321	799,9	521,1	54,0	3020	1984	1036
35,0	1356	823,4	532,5	54,5	3073	2022	1051
35,5	1391	847,2	544,0	55,0	3126	2060	1066
36,0	1427	871,2	555,6	55,5	3180	2098	1082
36,5	1464	896,5	567,1	56,0	3233	2136	1097
37,0	1501	921,8	579,3	56,5	3286	2174	1112
37,5	1538	946,8	591,3	57,0	3340	2213	1127
38,0	1575	972,3	603,1	57,5	3396	2253	1143
38,5	1613	998,3	615,0	58,0	3452	2293	1159
39,0	1651	1024	627,1	58,5	3507	2332	1175
39,5	1691	1052	639,2	59,0	3563	2372	1190
40,0	1730	1079	651,8	59,5	3619	2413	1206
40,5	1770	1106	664,2	60,0	3676	2454	1222
41,0	1810	1133	676,6	60,5	3734	2496	1238
41,5	1851	1162	689,1	61,0	3792	2538	1254
42,0	1892	1191	701,9	61,5	3850	2579	1270
42,5	1935	1220	714,9	62,0	3908	2621	1286
43,0	1978	1250	728,2	62,5	3966	2664	1303
43,5	2021	1280	741,3	63,0	4026	2707	1319
44,0	2064	1310	754,4	63,5	4087	2751	1336
44,5	2108	1340	767,6	64,0	4147	2795	1352
45,0	2152	1371	780,9	64,5	4207	2858	1369
45,5	2197	1403	794,5	65,0	4268	2382	1386
46,0	2243	1434	808,2	65,5	4329	2927	1402
46,5	2288	1466	821,9	66,0	4392	2973	1419
47,0	2333	1498	835,5	66,5	4455	3018	1436
47,5	2380	1530	849,2	67,0	4517	3064	1454
48,0	2426	1563	863,0	67,5	4580	3110	1471
48,5	2473	1596	876,9	68,0	4645	3157	1488
49,0	2521	1630	890,9	68,5	4709	3204	1506
49,5	2570	1665	905,3	69,0	4773	3250	1523
50,0	2618	1699	919,6	69,5	4839	3298	1541
50,5	2667	1733	933,6	70,0	4905	3346	1558
51,0	2717	1769	948,2				