

Государственное бюджетное профессиональное образовательное учреждение  
Самарской области  
«Самарский политехнический колледж»

**Методические указания к практическим работам № 1,2**  
МДК 02.01 Управление технологическим процессом  
ПМ 02 В Ведение технологического процесс на установках  
I и II категории.

Самара,2016

Методическое пособие предназначено для обучающихся ГБПОУ «Самарский политехнический колледж» по специальности 240134 Переработка нефти и газа при обучении по профессиональному модулю ПМ 02. Ведение технологического процесс на установках I и II категории.

Методическое пособие позволит сформировать у обучающихся и практические навыки при эксплуатации технологического оборудования и выполнить практические задания:

- Практическая работа № 1 « Построение ИТК отечественных нефтей»
- Практическая работа № 2 « Построение ОИ нефти»

С целью производственно-технической оценки нефти и определения варианта переработки ее.

Выполнение практических работ № 1,2 повысит уровень теоретической подготовки и общую квалификацию, что в итоге научит грамотно управлять процессом, принимать правильные решения в различных ситуациях и предлагать новые предложения по дальнейшему совершенствованию технологии производства.

Составители: **Жукова Регина Маратовна**– преподаватель

## ВВЕДЕНИЕ

Задачей технического анализа нефти и нефтепродуктов является производственно-техническая оценка нефти с целью определения варианта переработки ее.

Нефть - это природная смесь большого числа углеводородов различных классов и неуглеводородных компонентов: сера-, кислород- и азотсодержащих соединений, смолистых и асфальтовых веществ (САВ). Нефть залегает в пористых породах: песках и песчаниках, известняках и глинистых породах. Обычно нефти сопутствуют углеводородные газы и вода с растворенными в ней солями.

Нефти различных месторождений существенно отличаются по химическому составу. Поэтому для выбора наиболее целесообразного варианта переработки конкретной нефти необходимо знать ее состав и свойства в целом и по отдельным фракциям. Для облегчения исследования нефти ее разделяют на узкие фракции, отличающиеся пределами температуры кипения.

В ходе практических работ обучающиеся знакомятся с ГОСТИрованными методами анализа нефти и нефтепродуктов.

На основе результатов разгонки нефти составляется материальный баланс перегонки и строится кривая истинных температур кипения (ИТК), дающая представление о количественном содержании любых фракций и остатков в нефти. Анализ отобранных фракций характеризует их эксплуатационные характеристики. Сравнивая полученные результаты анализов нефтепродуктов с требованиями ГОСТов на тот или иной нефтепродукт, делается вывод о его качестве.

На основе анализа нефти и нефтепродуктов необходимо сделать заключение о варианте использования исследуемой нефти, т.е. о возможном пути ее переработки.

Прежде чем приступить к исследованию, необходимо изучить соответствующую литературу и методики выполнения работ. В данных указаниях кратко описаны методики выполнения анализов нефтепродуктов по ГОСТам. Для детального ознакомления следует использовать соответствующие ГОСТы. В табл. 1 приведена схема выполнения исследования:

Таблица 1. - Схема исследования нефти и нефтепродуктов

Этапы исследования	Основные операции или методы анализа
1. Физико-химическая характеристика нефти	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Определение содержания остаточной воды (ГОСТ 2477-65)</li> <li>2. Определение плотности (ГОСТ 3900-85)</li> <li>3. Определение условной вязкости (ГОСТ 6258-85)</li> <li>4. Определение температуры застывания (ГОСТ 20287-91)</li> </ol>
2. Атмосферно-вакуумная перегонка нефти	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Атмосферная перегонка нефти</li> <li>2. Вакуумная перегонка мазута</li> </ol>
3. Анализ бензиновых Фракций	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Определение плотности (ГОСТ 3900-85)</li> <li>2. Определение фракционного состава (ГОСТ 2177-99)</li> <li>3. Испытание на медную пластинку (ГОСТ 6321-92)</li> <li>4. Определение фактических смол (ГОСТ 8489-85)</li> <li>5. Определение давления насыщенных паров (ГОСТ 1756-2000)</li> </ol>
4. Анализ дизельных фракций	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Определение плотности (ГОСТ 3900-85)</li> <li>2. Определение фракционного состава (ГОСТ 2177-99)</li> <li>3. Определение кинематической вязкости при 20<sup>0</sup>С (ГОСТ 33-82)</li> <li>4. Определение температуры вспышки в закрытом тигле (ГОСТ 6356-75)</li> </ol>
5. Анализ масляных фракций	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Определение кинематической вязкости при 50 и 100<sup>0</sup>С (ГОСТ 33-82)</li> <li>2. Определение температуры вспышки в закрытом тигле (ГОСТ 6356-75)</li> <li>3. Определение температуры вспышки в открытом тигле (СТ.СЭВ 5469-86)</li> </ol>
6. Анализ остатка	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Определение температуры размягчения</li> </ol>

Этапы исследования	Основные операции или методы анализа
перегонки нефти (гудрона)	(ГОСТ 11506-73) 2. Определение пенетрации (ГОСТ 11501-78)

## 2. Атмосферно-вакуумная перегонка нефти

Цель работы – ознакомление с методами разгонки нефти и мазута, построение кривой разгонки нефти и составление материального баланса.

Перед выполнением работы необходимо изучить следующие вопросы:

1. Составные части нефти, их характеристика, нефтяные фракции.
2. Методы перегонки нефти (постепенное и однократное испарение). Кривые ИТК и ОИ, их построение.
3. Устройство аппарата ЛПРН-1 и методика проведения атмосферной перегонки нефти.
4. Устройство аппарата для вакуумной разгонки, связь остаточного давления с температурой кипения нефтепродуктов, использование номограммы, методика проведения перегонки мазута.
5. Первичная перегонка нефти в заводских условиях.
6. Правила техники безопасности при первичной перегонке нефти в лабораторных условиях.

### *Общие положения*

**Перегонка** нефти является головным процессом нефтепереработки. На основе нефти получают широкий ассортимент топлив, масел, продуктов и полупродуктов для нефтехимии.

Нефть представляет собой сложную жидкую смесь близкикопящих углеводородов, высокомолекулярных соединений с гетероатомами кислорода, серы, азота и некоторых металлов.

При разделении нефти перегонкой и ректификацией получают фракции, или дистилляты, выкипающие в определенном интервале температур и представляющие собой менее сложные смеси. Поэтому перегонку нефти называют фракционной. Нефтяные фракции в отличие от индивидуальных веществ не имеют постоянной температуры кипения. Они выкипают в определенных интервалах температур, т.е. имеют температуру начала кипения (н.к.) и конца кипения (к.к.). В обозначения нефтяных фракций обычно входят температурные пределы их выкипания.

Наиболее часто при перегонке нефти отбирают следующие фракции:

- газ - до 40<sup>0</sup>С;
- бензиновая фракция - 40-200<sup>0</sup>С;
- керосиновая фракция - 100-300<sup>0</sup>С;
- фракция дизельного топлива - 200-350<sup>0</sup>С;
- )масляные фракции - 350-400; 400-450; 450-500<sup>0</sup>С;
- вакуумный газойль -350-500<sup>0</sup>С.

Фракции, выкипающие от начала кипения до 350<sup>0</sup>С, называются светлыми. Остаток нефти после отгона светлых фракций называют мазутом, остаток нефти после отгона фракций н.к.-500<sup>0</sup>С– гудроном. Нефть как сырье для перегонки имеет непрерывный характер выкипания, невысокую термическую стабильность тяжелых фракций; содержит в остатках перегонки много малолетучих и нелетучих асфальтосмолистых веществ, резко ухудшающих эксплуатационные характеристики нефтепродуктов и затрудняющих последующую их очистку.

**Термическая стабильность** тяжелых фракций соответствует температурной границе примерно 350<sup>0</sup> (между светлыми фракциями и мазутом). Поэтому первичную перегонку нефти до мазута проводят обычно при атмосферном давлении, а перегонку мазута - в вакууме.

Для разделения термически нестойких нефтяных смесей (например, мазутов), температура кипения которых при атмосферном давлении выше температуры их термического разложения, широко используют перегонку в вакууме и с водяным паром или с каким-либо другим инертным агентом. Вакуум и водяной пар понижает парциальное давление компонентов смеси и вызывают тем самым кипение жидкости при меньшей температуре.

Важнейшей характеристикой нефти является фракционный состав, определяемый температурными пределами выкипания узких фракций при соответствующих отборах. На основе фракционного состава рассчитывается потенциальное содержание целевых фракций в исходной нефти. Данные разгонки нефти представляются в виде графика зависимости "температура выкипания - процент отгона". Линии на графике называются кривыми разгонки, или кривыми фракционного состава.

**Перегонка** - это процесс разделения жидких и газообразных (паровых) смесей на фракции, обогащенные высоко- и низколетучими компонентами. Различают простую и сложную перегонки. Простая перегонка жидких смесей осуществляется путем постепенного или однократного их испарения. Сложная перегонка - это перегонка с дефлегмацией, когда

образующиеся пары конденсируют и в виде флегмы подаются навстречу потоку пара. В результате тепломассообмена между паром и флегмой паровой поток дополнительно обогащается низкокипящими компонентами.

**Постепенное испарение (ПИ)** - это такая перегонка, при которой

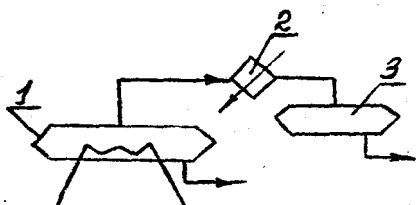


Рис. 1 – Схема постепенной перегонки

образующиеся при нагреве пары непрерывно отводятся из разгонного аппарата. На рис. 1 показана схема постепенной перегонки. Нефть нагревается в кубе 1 до температуры кипения. Образующиеся пары непрерывно отводятся из куба, конденсируются в аппарате 2 и периодически выводятся из емкости 3. Высококипящие компоненты выводятся из куба после окончания

перегонки. Постепенная перегонка - малоэффективный процесс разделения смесей. Этот метод в настоящее время применяется при определении фракционного состава нефтяных смесей, например при стандартной перегонке нефти в лабораторных условиях. Перегонка нефти методом постепенного испарения позволяет получить кривую ПИ. При четком делении нефтяной смеси методом ПИ получают кривые истинных температур кипения (кривые ИТК). Кривые ИТК нефти обычно имеют монотонный характер, что говорит о равномерном выкипании смеси, т.е. о примерно одинаковом содержании в смеси различных компонентов.

При определении кривых ИТК нефтей используют стандартные методы и аппаратуру. По ГОСТ 11011-85 для этой цели рекомендуется аппарат АРН-2 с колонкой четкой ректификации диаметром 50 мм, высотой слоя проволочной насадки 1016 мм. Колонка имеет куб с электрической печью и конденсатор. Стандартом регламентируются условия перегонки: скорость перегонки, остаточное давление, расход орошения и т.д., при соблюдении которых разделительная способность колонки соответствует 20 теоретическим тарелкам. Аппарат АРН-2 обеспечивает достаточную четкость разделения нефтяных смесей: чем уже фракционный состав отбираемых погонов, тем точнее истинные температуры кипения нефтяных смесей. Практически для интервала 3<sup>0</sup>С получают достаточно точные кривые ИТК.

Фракционная разгонка нефти с определением кривых ИГК до 250<sup>0</sup>С проводится при атмосферном давлении, а до 500<sup>0</sup>С - в вакууме (во избежание разложения тяжелых остатков нефти).

Кривые ИТК используют для определения фракционного состава сырой нефти и расчета потенциального содержания нефтепродуктов в ней.

**Однократное испарение (ОИ)** – это такая перегонка, при которой перегоняемая смесь нагревается до заданной температуры, по достижении которой образовавшиеся паровая и жидкая фазы, находящиеся в состоянии равновесия, разделяются в один прием однократно.

Однократное испарение широко реализуется в настоящее время промышленности как непрерывный процесс. На рис. 2 показана принципиальная схема однократной перегонки. Исходную жидкую смесь непрерывно подают в подогреватель 1, где она нагревается до заданной температуры, соответствующей определенной доли отгона смеси. Затем парожидкостная смесь поступает в адиабатический сепаратор 2, где паровая фаза отделяется от жидкой. Пары конденсируются, охлаждаются в конденсаторе 3 и в виде дистиллята поступают в емкость 4. Дистиллят из емкости и остаток перегонки нефти из сепаратора отводятся непрерывно.

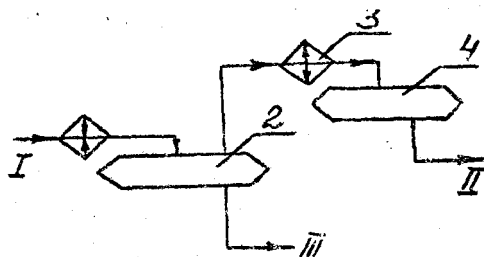


рис. 2. однократной перегонки



# Практическая работа № 1.

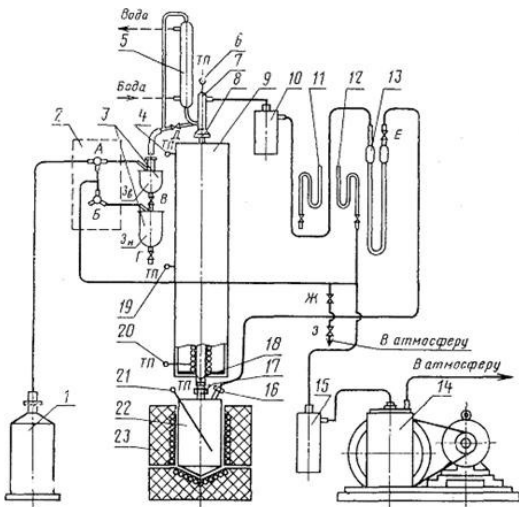
## «Построение ИТК отечественных нефтей.»

Экспериментальное определение доли отгона и состава образовавшихся фаз при однократном испарении нефтяных смесей является длительной и дорогой операцией. Характерная взаимосвязь кривых ИТК и ОИ позволила разработать ряд расчетных методов перевода ИТК и ОИ. Наиболее распространен метод Обрядчикова и Смидович. Точки кривой ОИ находят по температуре выкипания  $t_{50\%}$  на кривой ИТК и углу ее наклона  $\alpha$ <sup>ИТК</sup>.

### Порядок выполнения работы

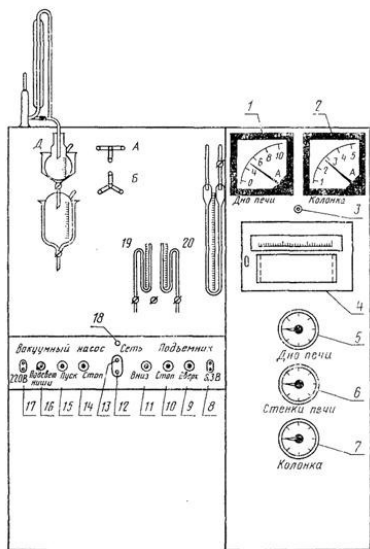
#### 1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

- 1.1. Аппарат АРН-2, рассчитанный на перегонку нефти до 450-500 °С, состоящий из технологического (черт. 1) и электрического блоков, которые смонтированы в одном металлическом каркасе.
- 1.2. Аппарат снабжен вакуумным насосом типа ВН-461-М или пластинчато-роторным типа 2НВр-5ДМ, или любым другим, обеспечивающим остаточное давление до  $1,3 \cdot 10^2$  Па (1 мм рт. ст.) в течение 16 ч непрерывной работы, а также двумя кубиками на разную загрузку (1,9 и 3,0 дм<sup>3</sup>).
- 1.3. Ректификационная колонка диаметром 50 мм и высотой 1016 мм, обладающая погоноразделяющей способностью, соответствующей 20 теоретическим тарелкам при полном возврате орошения, имеющая электрообогрев и покрытая слоем изоляции.



Чертеж 1.

1 - буферная емкость; 2 - манифольд; 3 - приемники; 4, 6, 19, 20, 21 - термопары; 5 - обратный холодильник; 7 - конденсатор; 8, 17 - накидные гайки; 9 - ректификационная колонка; 10, 15 - ловушки; 11, 12 - ртутные вакуумметры; 13 - дифференциальный манометр; 14 - вакуумный насос; 16 - трубка; 18 - решетка; 22 - кубик; 23 - печь; А - кран трехходовой; Б - полудунный кран; В, Г, Д, Ж, Е - краны; З - кран (зажим)



Чертеж 2

1 - амперметр на 10 А; 2 - амперметр на 5 А; 3 - сигнальная лампа для контроля включения или выключения нагрева стенок печи; 4 - потенциометр автоматический марки ПС1-08 или КСП2-027; 5-7 - автотрансформаторы типа ЛАТР-1; 8 - розетка для нагрева электрокрючка; 9-15 - кнопки управления; 16 - лампа для подсвета ниши; 17 - розетка для включения переносной лампы или для обогрева переходной трубки от крана до приемника; 18 - сигнальная лампа для контроля включения или отключения аппарата от сети; 19, 20 - вакуумметры ртутные.

1.4. Термопары, рассчитанные на температуру от 0 до 400 °С, которые вставляют в припаянные к колонке, кубику и головке конденсатора карманы.

1.5. Узел конденсации, предназначенный для полной конденсации паров, возврата части конденсата в виде орошения и для отбора конденсата, состоящий из конденсатора и обратного холодильника с краном для отбора дистиллята.

1.6. Электрическая печь, состоящая из двух самостоятельных секций обогрева (дно и бока), обеспечивающая нагрев нефти или нефтепродуктов до 380-400 °С.

Дифференциальный манометр, заполненный керосиновой фракцией, служащий для замера перепада давления между кубиком и верхом колонки.

1.7. Краны манифольда (А и Б) и буферная емкость, служащие для выполнения операций по обеспечению установленного вакуума в системе при смене отбираемых фракций.

Ртутный вакууметр 11, служащий для замера остаточного давления паров.

Ртутный вакууметр 12, служащий для замера остаточного давления в нижнем приемнике при смене фракций во время перегонки под вакуумом.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

Нефрасы по ГОСТ 433-76 или фракция прямогонного бензина, соответствующего нефрасу.

Толуол реактивный по ГОСТ 5789-78 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710-78, или толуол каменноугольный и сланцевый по ГОСТ 9880-76.

Спирто-толуольная смесь 1:1.

Керосин осветительный или фракция, соответствующая этому керосину по фракционному составу для заполнения дифференциального манометра.

Смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433-80 или любая вакуумная смазка.

Секундомер.

Цилиндр мерный вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74.

Колбы любого исполнения типа П или Кн по ГОСТ 25336-82.

Ткань асбестовая или из стеклянного волокна.

Проволока нихромовая по ГОСТ 12766.1-77 марки Х20Н80-Н диаметром 0,5 мм.

Весы лабораторные общего назначения с пределом взвешивания 1000 и 10000 г 3-го класса точности.

## **2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ**

2.1. В отобранной пробе нефти или нефтепродукта предварительно определяют по ГОСТ 13379-82 массовую долю растворенного в ней газа, включая бутан, которую используют при определении потенциального содержания нефтепродуктов.

Для перегонки на аппарате АРН-2 допускается нефть, газоконденсат или нефтепродукт с содержанием воды не более 0,5 % по ГОСТ 2477-82. При большем содержании воды нефть или нефтепродукт предварительно обезвоживают.

## 2.2. Подготовка аппарата:

2.2.1. Колонку 9, заполняют насадкой следующим образом: на решетку 18 насыпают 150 см<sup>3</sup> крупной насадки, представляющей собой спираль из нихромовой проволоки, высотой отрезка спирали (12±1) мм и диаметром витка спирали (5±1) мм. Далее по всей высоте колонки насыпают 1400 см<sup>3</sup> мелкой насадки из нихромовой проволоки, высотой отрезка спирали (6±1) мм и диаметром витка спирали (3±1) мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Во избежание уплотнения к мелкой насадке добавляют 250-270 см<sup>3</sup> крупной. Объем насадки измеряют цилиндром.

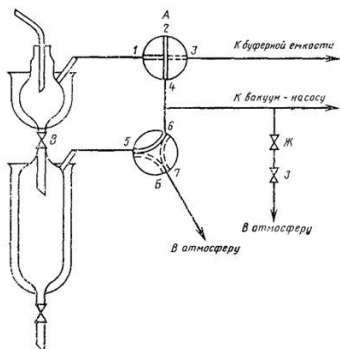
2.2.2. После 25-30 перегонки в аппарате АРН-2, с учетом качества перегоняемых нефтей, но не реже одного раза в год, насадку в колонке обновляют. Для этого из колонки высыпают всю насадку, прокаливают ее в муфельной печи при температуре 500-600 °С до удаления кокса, затем охлаждают, перебирают и засыпают в колонку. В случае необходимости добавляют новую насадку, приготовленную в соответствии с п. 2.2.1, на 30-40 мм ниже верха колонки.

2.2.3. Верх кубика, верх колонки и переточную трубку головки-конденсатора изолируют теплоизоляционным материалом. Переточную трубку от крана Д (см. черт. 1) до приемника снабжают электрообогревом, для включения которого используют розетку 17.

2.2.4. Проверяют аппарат на герметичность. Для этого кран А (черт. 3) ставят в положения 1, 3, 4; кран Б - в положения 6, 7 для соединения вакуумного насоса с атмосферой; кран Г закрывают; кран В открывают; кран Ж закрывают. Включают вакуумный насос и кран Б переводят в положения 5, 6.

После того, как остаточное давление достигнет  $1,3 \cdot 10^2 - 2,7 \cdot 10^2$  Па (1-2 мм рт. ст.), кран А переводят в положения 1, 2, 3, а затем кран Б переводят в положения 6, 7. Вакуумный насос останавливают.

2.2.5. Если аппарат собран герметично, остаточное давление  $1,3 \cdot 10^2 - 2,7 \cdot 10^2$  Па (1-2 мм рт. ст.) в системе не изменяется в течение 15-20 мин. Если аппарат не держит вакуум, его проверяют по частям для установления и устранения места течи.



Чертеж 3

2.2.6. После каждой перегонки аппарат промывают 1 дм<sup>3</sup> нефраса, затем продувают воздухом.

После проведения 10-12 перегонки аппарат промывают вначале спирто-толуольной смесью, а затем нефрасом.

При работе с высокосмолистыми нефтями с содержанием асфальтосмолистых веществ более 20 % и высокосернистыми нефтями с содержанием серы более 2 % аппарат промывают после трех перегонки спирто-толуольной смесью, затем нефрасом и продувают воздухом.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Атмосферная перегонка

3.1.1. Перед началом перегонки все краны смазывают смазкой ЦИАТИМ-221 или другой вакуумной смазкой (необходимо следить, чтобы смазка не попала в отверстия кранов).

3.1.2. Краны манифольда ставят в следующие положения (см. черт. 3): кран А - 1,2, 4; кран Б - 5, 7; кран В открывают, кран Г закрывают, кран Ж и зажим 3 открывают.

3.1.3. В холодильник 5 узла конденсации (см. черт. 1) пускают воду с температурой не выше 25 °С, в рубашки приемников 3 (см. черт. 1) загружают лед.

3.1.4. Нефть или нефтепродукт в количестве 1,9 или 3,0 дм<sup>3</sup> наливают в предварительно взвешенный кубик через горловину и взвешивают (см. черт. 1). Кубик соединяют с колонкой через накидную гайку 17, которую плотно завинчивают. Трубку 16 соединяют открытым концом через накидную гайку и переходную трубку с дифференциальным манометром 13.

3.1.5. В карман для термопары вставляют термопару 21 (см. черт. 1).

Для уменьшения потерь тепла место соединения кубика с колонкой и колонки с головкой конденсатором закрывают стеклянной или асбестовой тканью.

Кран Д (см. черт. 1 и 2) до начала перегонки закрывают.

3.1.6. Аппарат включают в электросеть нажимом кнопки 12 (см. черт. 2) при этом должна загореться сигнальная лампа 18 (см. черт. 2). Нажимом кнопки 9 (см. черт. 2) вверх поднимают электропечь. Включают потенциометр. Включают обогрев дна печи и колонки с помощью автотрансформаторов 5, 7 (черт. 2).

3.1.6.1. Обогрев стенки печи, используемый только при перегонке высокосмолистых нефтей, включают с помощью автотрансформатора 6 (см. черт. 2) только в начальный момент перегонки для более равномерного нагрева продукта. Через 30-40 мин обогрев стенки печи выключают.

3.1.6.2. Обогрев регулируют так, чтобы разгонка началась через 1,5-2 ч.

3.1.7. Кран Д (черт. 1) закрыт до тех пор, пока не установится равновесие в колонке. Признаком равновесия является прекращение колебания давления, определяемого по дифференциальному манометру, и стабилизация температуры паров.

После этого кран Д (черт. 1) открывают и начинают отбор фракций.

3.1.8. Перегонку нефти проводят со скоростью 3-4 см<sup>3</sup>/мин при загрузке 3 дм<sup>3</sup> и 2-2,5 см<sup>3</sup>/мин - при загрузке 1,9 дм<sup>3</sup>. Скорость перегонки контролируют секундомером и измерением объема дистиллята в приемниках. Заданную скорость регулируют краном и электрообогревом печи и колонки при постоянном перепаде давления в дифференциальном манометре.

3.1.9. При нормальном режиме работы аппарата разность температуры паров в колонке и жидкости в кубике во время отбора бензиновых фракций должна быть выше 100 °С.

Отбор фракций при атмосферном давлении производят до температуры 200 °С (в случае высокосернистых и высокосмолистых нефтей - до 180 °С).

Фракции собирают в колбы и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

3.1.10. При температуре паров 180-200 °С атмосферную перегонку прекращают: выключают обогрев печи и колонки при помощи автотрансформаторов 5, 7 (см. черт. 2), опускают печь нажимом кнопки 11, выключают потенциометр. Прекращают доступ воды в холодильник.

Нажимом кнопки 13 (см. черт. 2) аппарат отключают от электросети.

3.2. Вакуумная перегонка

3.2.1. После отбора бензиновых фракций при атмосферном давлении начинают вакуумную перегонку. Фракции, выкипающие при температуре до 320 °С, отбирают при остаточном давлении  $1,3 \cdot 10^3 - 1,6 \cdot 10^3$  Па (10-12 мм рт. ст.), фракции, выкипающие выше 320 °С - при остаточном давлении  $1,3 \cdot 10^2 - 2,7 \cdot 10^2$  Па (1-2 мм рт. ст.), которое определяется по ртутному вакууметру 11. Пересчет температур производят по номограмме (черт. 4). Допускается пересчет температур производить по табл. 1-14 справочного приложения 1.

Перед началом вакуумной перегонки тщательно смазывают все краны. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. При отборе фракций, выкипающих при температуре 200-320 °С, в холодильник пускают воду, в рубашки приемников наливают холодную воду. Перед началом перегонки краны манифольда ставят согласно обозначениям на черт. 3 в следующие положения: А - 1, 3, 4; Б - 5, 6; Г закрывают, В открывают, кран Ж и зажим 3 полностью открывают.

3.2.3. Включение аппарата - по п. 3.1.6. Нажимом кнопки 15 (см. черт. 2) включают вакуумный насос. Постепенным завинчиванием зажима 3 (см. черт. 3) остаточное давление доводят до  $1,3 \cdot 10^3$  Па (10 мм рт. ст.) по показанию вакуумметра 11 (см. черт. 1).

Обогрев регулируют так, чтобы перегонка началась через 2,0-2,5 ч.

Кран Д (см. черт. 1) так же, как и при атмосферной перегонке, не открывают до тех пор, пока не установится равновесие в колонке.

При нормальном режиме работы аппарата разность температур жидкости в кубике и паров в головке конденсатора должна быть для керосиновых фракций - 80-100 °С, для дизельных и масляных фракций - 40-80 °С.

Показания дифференциального манометра (мм керосинового столба) при отборе керосино-газойлевых и масляных фракций не должны превышать 100 мм. Увеличение разности давления и дифференциальном манометре выше 100 мм свидетельствует о нарушении баланса нагрева кубика и колонки. В этом случае необходимо не увеличивать нагрев кубика или постепенно увеличить нагрев колонки.

3.2.4. После того, как в колонке установится равновесие, кран Д (см. черт. 1) открывают и начинают отбирать фракции.

3.2.5. Для смены фракций закрывают кран В (см. черт. 3), кран Б плавно ставят в положения 5, 7 для соединения нижней воронки приемника с атмосферой, затем открывают кран Г и фракцию спускают в предварительно взвешенную колбу.

Кран Г закрывают, кран А переводят в положения 1, 2, 3 и кран Б ставят в положения 5, 6 для откачивания воздуха из нижней воронки.

После того, как остаточное давление в нижней воронке и остаточное давление в остальной системе будут равны, что фиксируется

показаниями вакуумметров 11, 12 (см черт. 1), кран В открывают, кран А ставят в положения 1, 3, 4 и перегонку продолжают.

При  $1,3 \cdot 10^3 - 1,6 \cdot 10^3$  Па (10-12 мм рт. ст.) отбирают фракцию с температурой кипения 200-320 °С при нормальном давлении.

3.2.6. При температуре паров 320 °С выключают обогрев печи и колонки. Доступ воды в холодильник прекращают, в рубашки приемника наливают горячую воду. Через 5-7 мин включают обогрев печи и колонки и, постепенно закрывая кран Ж, доводят остаточное давление до  $1,3 \cdot 10^2 - 2,7 \cdot 10^2$  Па (1-2 мм рт. ст.).

3.2.7. Для подогрева парафинистых продуктом, проходящих через краны В и Г, может быть использован электрорючок, который нагревается через розетку 8 при включении в электросеть, или горячая вода, заливаемая в рубашки приемников.

3.2.8. Смена фракций при остаточном давлении  $1,3 \cdot 10^2 - 2,7 \cdot 10^2$  Па (1-2 мм рт. ст.) происходит так же, как и при отборе керосиновых фракций при остаточном давлении  $1,3 \cdot 10^3$  Па (10 мм рт. ст.).

3.2.9. После окончания перегонки выключают потенциометр, выключают обогрев печи и колонки, опускают печь, кран А ставят в положения 1, 2, 3; кран Б - в положения 6, 7; после этого выключают насос. Таким образом, вся система (кубик, колонка, приемник, буферная емкость и т.д.) остается под вакуумом.

3.2.10. Колонку и кубик охлаждают до комнатной температуры. Затем кран Б (см. черт. 3) ставят в положения 5, 7; кран А - в положения 1, 3, 4, т.е. всю систему соединяют с атмосферой. После этого кубик отсоединяют от колонки, взвешивают вместе с остатком, после чего остаток выливают.

3.2.11. При проведении вакуумной перегонки сразу же после атмосферной, отключают обогрев колонки и кубика (опускают печь). После того, как в кубике температура понизится до 180-200 °С, включают вакуум-насос и создают вакуум в системе, постепенно доводя его до остаточного давления  $1,3 \cdot 10^3 - 1,6 \cdot 10^3$  Па (10-12 мм рт. ст.), а затем включают обогрев кубика и колонки. При достижении температуры паров 320 °С разгонку продолжают по п. 3.2.6.

#### **4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ**

4.1. Массу отобранных фракций определяют как разность масс колбы с отобранной фракцией и пустой колбы.

4.2. Определяют массовые доли выхода отдельных фракций и остатка от массы пробы нефти или нефтепродукта, взятых для перегонки, и записывают в таблицу, пример которой приведен в справочном приложении 2. Для составления материального баланса определяют



суммарный выход фракций с учетом содержания газа. Потери при перегонке вычисляют как разность 100 % и суммарного выхода фракций и остатка. Потери не должны превышать 2,5 %.

Перегонку нефти осуществляют одновременно с отбором фракций, выкипающих в следующих пределах:

$t_{н.к.} - 75^{\circ}\text{C}$	150-175 $^{\circ}\text{C}$
75 - 100 $^{\circ}\text{C}$	175-200 $^{\circ}\text{C}$
100 - 125 $^{\circ}\text{C}$	200-225 $^{\circ}\text{C}$
125 - 150 $^{\circ}\text{C}$	225-250 $^{\circ}\text{C}$

Каждая фракция отбирается в приемник 11 и по достижении заданной температуры конца кипения ее сливается во взвешенный другой приемник (пузырек, колбу). При отгонке бензиновых фракций от н.к. до 100 $^{\circ}\text{C}$  колбы для сбора дистиллята погружают в баню с холодной водой или со льдом. После отбора последней фракции нагревательные приборы отключают и дают возможность стечь конденсату из холодильника в приемник 1.

Полученные в результате разгонки фракции взвешивают и подсчитывают выход фракций в % мас., от загруженной нефти (табл. 1.).

Взято: вес куба пустого..... вес  
куба с нефтью..... вес  
нефти .....

**Таблица 1. Данные атмосферной разгонки нефти**

Получено	Вес пустого приемника, г	Вес приемника с фракцией, г	Выход фракции на нефть	
			г	%
Фракция $t_{н.к.} - 75^{\circ}$ 75-100 $^{\circ}$ ..... 225-250 $^{\circ}$ Мазут Потери				
Итого				

После некоторого охлаждения куба остаток перегонки (полумазут) взвешивают, вычисляют его количество и потери при

разгонке.

На основе данных табл. 5 строят кривую ИТК, на оси абсцисс откладывают массовые проценты отбора фракций (% отбора), а на оси ординат - значения температуры кипения фракции.

Полученные фракции смешивают в таком составе:

$t_{н.к.} - 175^0$  - бензиновая фракция,

$175 - 250^0$  - часть фракции дизельного топлива.

В дальнейшем полученные фракции подвергают анализу.

Мазут необходимо подвергнуть вакуумной перегонке.

Желательно атмосферно-вакуумную перегонку провести в этот же день, поскольку при длительном хранении мазута разгонка осложняется его окислением и увлажнением.

Результаты заносят в табл. 2:

**Таблица 2. - Данные вакуумной перегонки мазута**

Пределы выкипания фракций при атмосферном давлении	Остаточное давление, мм рт.ст.	Температура кипения при вакууме	Вес приемника, г	Вес приемника с фракцией, г	Выход фракции		
					г	% на мазут	% на нефть
$t_{н.к.} - 350^0$ 350-400 <sup>0</sup> 400-450 <sup>0</sup> 450-500 <sup>0</sup> Гудрон Потери							
Итого							

*Примечание.* При расчете % выхода фракций и гудрона на нефть необходимо использовать коэффициент пересчета К.

На основании данных табл. 1 и 1 составляют общий материальный баланс по форме табл. 3:

**Таблица 3. – Общий материальный баланс**

Взято	г	%	Получено	г	%
Нефть	500	100	Бензиновая фракция Фракция дизельного топлива		

			Масляные фракции Гудрон Потери		
--	--	--	--------------------------------------	--	--

На основе сводного материального баланса можно дать характеристику исследуемой нефти по технологической классификации.

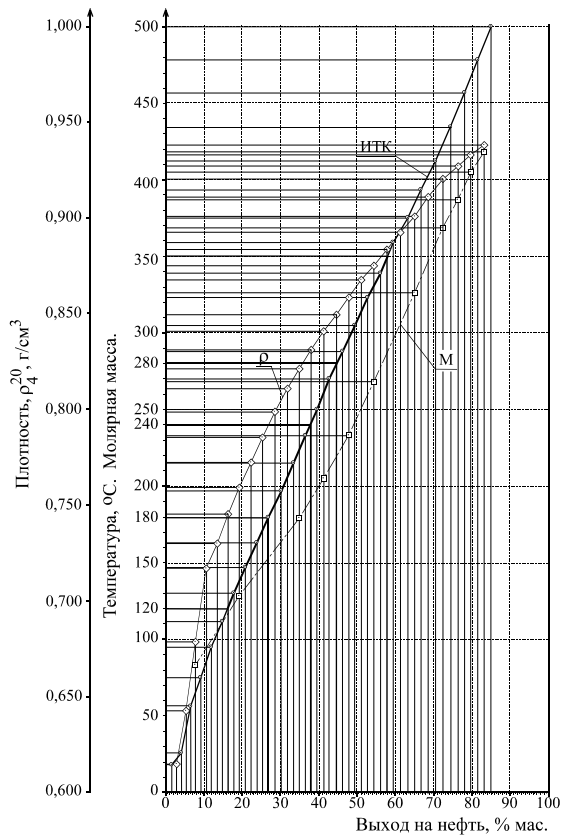
На основании содержания в нефти светлых и масляных фракций определяют тип и группу данной нефти. Далее по содержанию в нефти узких фракций, которые отбирались при атмосферной и вакуумной перегонках (табл. 1 и 2), на миллиметровой бумаге строят кривую ИТК исследуемой нефти. На оси ординат откладывают значение температуры, по оси абсцисс - % мас. отгона фракций от нефти (суммарный процент отгона). Кривую ИТК проводят по экспериментальным точкам от руки, без помощи лекала. По кривой ИТК можно определить потенциальное содержание любой фракции в нефти.

Далее на основе построенной кривой ИТК, используя график Обрядчикова и Смидович, строят кривую ОИ.

Таким образом, в результате атмосферно-вакуумной перегонки нефти получена графическая зависимость содержания нефтепродуктов в нефти. На основании проведенной работы студент делает вывод об исследуемой нефти.

Отобранные при перегонки нефти фракции (бензиновую, дизельного топлива и масляные) далее необходимо проанализировать на возможность их применения в качестве топлив и смазочных материалов. Гудрон подвергают анализу на малакометрические свойства. Необходимые физико-химические анализы нефтепродуктов студент осуществляет при дальнейшем исследовании.

### **Кривые ИТК, молярной массы (M) и плотности ( $\rho$ ).**



### ***Библиографический список***

1. Белянин Б.В., Эрих В.Н. Технический анализ нефтепродуктов и газа. Л.: Химия. – 1970, 1979.
2. Гуревич И.Л. Технология переработки нефти и газа. Ч.1. М.: Химия, 1972. С. 101-144, 360с.
3. Товарные нефтепродукты. Свойства и применение: Справочник / Под ред. В.М. Школьников. М.: Химия, 1978. 472с.
4. Ахметов С.А. Технология глубокой переработки нефти и газа. Уфа, 2002.
5. Топлива и смазочные материалы, технические жидкости. Ассортимент и применение: Справочник / Под ред. В.М. Школьников. М.: Техинформ, 1999. 595с.

## Практическая работа № 2.

### «Построение ОИ нефти».

**Однократное испарение (ОИ)** – это такая перегонка, при которой перегоняемая смесь нагревается до заданной температуры, по достижении которой образовавшиеся паровая и жидкая фазы, находящиеся в состоянии равновесия, разделяются в один прием однократно.

В лабораторной практике применяются в основном аппараты однократного испарения двух типов: с одновременной загрузкой сырья и с непрерывной подачей сырья.

Аппарат однократного испарения с постоянной загрузкой сырья и модификации, предложенные проф. С.Н. Обрядчиковым, применяется в лабораторной практике для получения кривых ОИ нефти и нефтепродуктов. Приборы такого типа употребляются как для бинарных смесей, так и для нефтепродуктов, но применение их ограничено относительно низкой температурой паров, невозможностью работать в вакууме и при малой загрузке аппарата, иногда недостаточной для детального анализа отгона или остатка.

Непрерывность процесса в аппаратах однократного испарения и непрерывная подача сырья обеспечивается за счет питания системы сырьем постоянного состава и с постоянной скоростью при непрерывном отводе образующихся паров и жидкого остатка. При построении кривых ОИ необходимо, чтобы значения температуры паровой и жидкой фаз были одинаковы. В приборах, в которых нагреватель и испаритель вмонтированы в общую баню, это условие почти полностью выполняется.

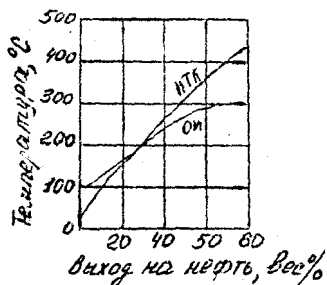
Построение линии однократного испарения (ОИ) может быть произведено на основании опытных данных, полученных непосредственно на лабораторной установке ОИ.

Поскольку этот путь сложен и длителен, обычно для построения линии ОИ применяют расчетные методы.

Линии ОИ близки к прямым и поэтому их можно строить по двум известным точкам.

Кривая ОИ характеризует условные температуры кипения смеси при нечетком разделении фракций. Начальные и конечные точки кривой ОИ определяют соответственно истинные температуры кипения жидких смесей и конденсации паровых смесей заданного состава.

Кривая ОИ занимает определенное положение относительно кривой ИТК (рис. 3). Поскольку процесс однократной перегонки является наименее эффективным процессом разделения, кривая ОИ имеет минимальный угол наклона, т.е.  $\alpha^{ОИ} < \alpha^{ИТК}$ . Кривая ОИ, полученная при атмосферном давлении, пересекает кривую ИТК примерно при 30 % отгона фракций. В этих условиях при нагреве нефти до одинаковой температуры однократное испарение дает большую долю отгона по сравнению с постепенным. В связи с этим при получении заданной доли отгона сырья методом однократного испарения процесс разделения протекает с меньшей вероятностью термического разложения компонентов смеси.



**Рис. 3 – Кривые ИТК и ОИ**

Использование в промышленности принципа перегонки с однократным испарением в сочетании с ректификацией паровой и жидкой фаз позволяет достигать высокой четкости разделения нефти на фракции, непрерывности потока, а также экономного расходования топлива на нагрев сырья.

### **1. Построение линии ОИ нефтей и нефтяных фракций при атмосферном давлении**

Для построения линии ОИ нефтей и нефтяных фракций применяют следующие два метода:

- метод Обрядчикова-Смидович;
- метод Нельсона.

Исходными данными для построения линии ОИ нефти и нефтяных фракций являются кривые ИТК

#### *1.1. Сущность метода Обрядчикова-Смидович*

Метод заключается в применении графика Обрядчикова-Смидович. По этому графику имеется возможность найти температуры, отвечающие началу однократного испарения - 0% (НОИ) и концу однократного испарения - 100% (КОИ).

В соответствии с методом необходимо знать тангенс угла наклона кривой ИТК и температуру 50%-ного отгона. Тангенс угла наклона

кривой ИТК изменяется в пределах всей кривой разгонки. Однако наклон участка кривой ИТК от 10 до 70% дает достаточно надежные средние величины для всей кривой.

Тангенс угла наклона кривой ИТК находится из соотношения

$$\operatorname{tg} \angle \text{ИТК} = \frac{t_{70\%} - t_{10\%}}{70 - 10}$$

Температуры 10, 50 и 70%-ного отгона находим непосредственно по кривой ИТК. Определяем тангенс угла наклона кривой. По значениям тангенса угла наклона ИТК и температуре 50%-ного отгона находим на графике Обрядчикова-Смидович НОИ и КОИ (см. приложение 3). Недостатком графика является его низкая точность, связанная с температурой 50% выкипания.

Пример 1. Построение линии ОИ фракции 120-180°C

По кривой ИТК фракции 120-180°C (см. рис. 4.1) находим следующие температуры:

$$t_{10\%}^{итк} = 126^\circ\text{C}, \quad t_{50\%}^{итк} = 148^\circ\text{C}, \quad t_{70\%}^{итк} = 162^\circ\text{C}$$

Рассчитываем тангенс угла наклона кривой ИТК:

$$\operatorname{tg} \angle \text{ИТК} = \frac{162 - 126}{70 - 10} = 0,60$$

Далее на графике Обрядчикова-Смидович от абсциссы, отвечающей  $\operatorname{tg} \angle \text{ИТК}$ , ведем вертикальную прямую вверх и вниз до пересечения с кривыми 50 %-ного выкипания, значение которых равно 125°C. Полученные точки этих кривых проецируем на ось ординат, где и получаем процент отгона по кривой ИТК, соответствующие 0 % (НОИ) и 100% (КОИ) по ОИ.

В нашем примере: 0% (НОИ)  $\Rightarrow$  34% (ИТК);

100% (КОИ)  $\Rightarrow$  59% (ИТК).

Затем по кривой ИТК получаем температуры, отвечающие НОИ (34 % ИТК) и КОИ (59 % ИТК). Соединяя полученные точки, получаем линию ОИ фракции 120-180°C при атмосферном давлении (см. рис. 4.1):

$$t_{нк}^{ои} = 140^\circ\text{C} \text{ и } t_{кк}^{ои} = 154^\circ\text{C}.$$

Пример 2. Построение линии ОИ фракции 180-240°C (см. рис. 4.2).

$$t_{10\%}^{итк} = 186^\circ\text{C}, \quad t_{50\%}^{итк} = 209^\circ\text{C}, \quad t_{70\%}^{итк} = 222^\circ\text{C}$$

$$\operatorname{tg} \angle \text{ИТК} = \frac{222 - 186}{70 - 10} = 0,60.$$



По графику Обрядчикова-Смидович 0 % (НОИ)  $\Rightarrow$  36 % (ИТК);  
100 % (КОИ)  $\Rightarrow$  58 % (ИТК).

Строим линию ОИ фракции при атмосферном давлении и находим, что  $t_{нк}^{ou} = 201^{\circ}\text{C}$  и  $t_{кк}^{ou} = 215^{\circ}\text{C}$ .

Пример 3. Построение линии ОИ фракции 240-280 $^{\circ}\text{C}$  (рис. 4.3.)

$$t_{10\%}^{умк} = 243^{\circ}\text{C}, t_{50\%}^{умк} = 258^{\circ}\text{C}, t_{70\%}^{умк} = 263^{\circ}\text{C}$$

$$\text{tg } \angle\text{ИТК} = \frac{263 - 243}{70 - 10} = 0,33.$$

По графику Обрядчикова-Смидович 0 % (НОИ)  $\Rightarrow$  43 % (ИТК);  
100 % (КОИ)  $\Rightarrow$  54 % (ИТК).

Строим линию ОИ и находим, что  $t_{нк}^{ou} = 256^{\circ}\text{C}$  и  $t_{кк}^{ou} = 259^{\circ}\text{C}$ .

Пример 4. Построение линии ОИ фракции 280-350 $^{\circ}\text{C}$  (рис. 4.4.).

$$t_{10\%}^{умк} = 289^{\circ}\text{C}, t_{50\%}^{умк} = 315^{\circ}\text{C}, t_{70\%}^{умк} = 329^{\circ}\text{C}.$$

$$\text{tg } \angle\text{ИТК} = \frac{329 - 289}{70 - 10} = 0,67.$$

0 % (НОИ)  $\Rightarrow$  37 % (ИТК);

100 % (КОИ)  $\Rightarrow$  57 % (ИТК).

$$t_{нк}^{ou} = 305^{\circ}\text{C} \text{ и } t_{кк}^{ou} = 322^{\circ}\text{C}.$$

## 2. Сущность метода Нельсона

2.1. Метод заключается в определении температур, соответствующих началу и концу линии ОИ, в зависимости от угла наклона линии ОИ и температуры 50%-ного выкипания по линии ОИ. Эти величины находят по соответствующему графику Нельсона (см. приложение 4), зная тангенс угла наклона кривой ИТК и температуру 50%-ного выкипания по кривой ИТК.

2.2. График Нельсона не позволяет строить линии ОИ, =если тангенс угла наклона кривой ИТК менее 0,5 $^{\circ}\text{C}/\%$ .

2.3. Затем определяют температуры, соответствующие началу и концу кипения линии ОИ при атмосферном давлении по формулам Нельсона:

$$t_{нк}^{ou} = t_{50\%}^{ou} - 50 \cdot \text{tg } \angle\text{ОИ};$$

$$t_{\text{КК}}^{\text{ОИ}} = t_{50\%}^{\text{ОИ}} + 50 \cdot \text{tg } \angle \text{ОИ}.$$

По этим данным строят линию ОИ при атмосферном давлении.

Применение метода Нельсона для построения линии ОИ покажем на примере 4.

Пример 4 (рис. 4.4).

$$t_{10\%}^{\text{ИТК}} = 289^{\circ}\text{C}, \quad t_{50\%}^{\text{ИТК}} = 315^{\circ}\text{C}, \quad t_{70\%}^{\text{ИТК}} = 329^{\circ}\text{C}.$$

$$\text{tg } \angle \text{ИТК} = 0,67.$$

По графику Нельсона находим:

$$\text{tg } \angle \text{ОИ} = 0,40 \quad t_{50\%}^{\text{ОИ}} = 300^{\circ}\text{C}$$

По формулам рассчитываем температуры, соответствующие началу и концу линии ОИ при атмосферном давлении:

$$t_{\text{НК}}^{\text{ОИ}} = 300 - 50 \cdot 0,40 = 280^{\circ}\text{C};$$

$$t_{\text{КК}}^{\text{ОИ}} = 300 + 50 \cdot 0,40 = 320^{\circ}\text{C}$$

По этим данным строим линии ОИ при атмосферном давлении.

### 3. Построение линии ОИ при повышенном давлении и под вакуумом

3.1. С повышением давления наклон прямой ОИ уменьшается по сравнению с наклоном этой прямой при атмосферном давлении, а при достижении критического давления наклон становится равным нулю, т.е. прямая ОИ становится параллельна оси абсцисс.

3.2. Линию ОИ при давлении, отличающемся от атмосферного, будем строить, исходя из линии ОИ при атмосферном давлении. Способ заключается в пересчете температур соответствующих началу и концу линии ОИ при атмосферном давлении на давление, отличное от атмосферного.

3.3. Для пересчета температур на заданное давление можно пользоваться графиком Кокса, номограммами Максвелла или UOP. График Кокса построен для давлений от 1 до 100000 мм рт. ст. и температур - от 10 до 600°C. Номограмма (сетка) Максвелла построена для более широких пределов давлений и температур, поэтому ее предпочитают графикам Кокса и UOP.

Номограмма Максвелла представлена в приложении 5. Работа с номограммой сводится к следующему: отмечают точку, соответствующую температуре начала линии ОИ при атмосферном

давлении, эту точку соединяют с полюсом Максвелла. Затем на полученной линии находят температуру начала линии ОИ при соответствующем парциальном давлении фракции (нефтепродукта). Аналогичным образом находят температуру, соответствующую концу линии ОИ.

После построения линии ОИ нефтяных фракций при их парциальном давлении определяют температуры их вывода из колонн:

- за температуру вывода паров фракции, уходящей с верха колонны, принимают температуру, соответствующую концу линии однократного испарения этой фракции;

- за температуру вывода боковых погонов (жидкости) принимают температуру, соответствующую началу линии однократного испарения этой фракции.

### **Библиографический список**

6. Белянин Б.В., Эрих В.Н. Технический анализ нефтепродуктов и газа. Л.: Химия. – 1970, 1979.

7. Гуревич И.Л. Технология переработки нефти и газа. Ч.1. М.: Химия, 1972. С. 101-144, 360с.

8. Товарные нефтепродукты. Свойства и применение: Справочник / Под ред. В.М. Школьникова. М.: Химия, 1978. 472с.

9. Ахметов С.А. Технология глубокой переработки нефти и газа. Уфа, 2002.

10. Топлива и смазочные материалы, технические жидкости. Ассортимент и применение: Справочник / Под ред. В.М. Школьникова. М.: Техинформ, 1999. 595с.