

ROPA NAFTOWA GAZ ZIEMNY I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-64 <hr/> 0531-03
	Przetwory naftowe Analiza techniczna ropy naftowej	
	Zamiast RN-59/MPCh-1510	
	Grupa katalogowa II 09	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest analiza techniczna ropy naftowej.

1.2. Określenia. Analiza techniczna ropy naftowej służy do oceny własności ropy naftowej i polega na następujących oznaczeniach:

- a) oznaczeniu własności fizyko-chemicznych charakteryzujących ropę naftową,
- b) określeniu wydajności:
 - w sposobie A - benzyny silnikowej i nafty świetlnej,
 - w sposobie B - benzyny lekkiej i paliwa P-2, lub benzyny lekkiej i paliwa PSM-2, lub benzyny lekkiej i paliwa P-3,
- c) określeniu wydajności poszczególnych frakcji olejowych,
- d) oznaczeniu własności fizyko-chemicznych otrzymanej benzyny, paliw i nafty,
- e) oznaczeniu własności fizyko-chemicznych otrzymanych olejów,
- f) oznaczeniu własności fizyko-chemicznych pozostałości ropy po oddestylowaniu olejów.

1.3. Normy związane

- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczenie gęstości (masy właściwej)
- PN-65/C-04008 Przetwory naftowe. Pomiar temperatury zapłonu w tyglu otwartym metodą Marcussona
- PN-75/C-04009 Przetwory naftowe. Pomiar temperatury zapłonu w tyglu zamkniętym metodą Martensa-Pensky'ego
- PN-67/C-04010 Przetwory naftowe. Destylacja normalna. Oznaczenie składu frakcyjnego
- PN-73/C-04011 Przetwory naftowe. Oznaczenie lepkości kinematycznej i dynamicznej
- PN-73/C-04015 Przetwory naftowe. Obliczanie wskaźnika lepkości olejów
- PN-55/C-04016 Przetwory naftowe. Pomiar temperatury krzepnięcia metodą próbówkową
- PN-66/C-04017 Przetwory naftowe. Pomiar temperatury mętnienia i krystalizacji
- PN-73/C-04021 Przetwory naftowe. Oznaczenie tempera-

- tury mięknienia asfaltów metodą "Pierścień i Kula"
- PN-69/C-04027 Ropa naftowa. Oznaczenie zawartości chlorków metodą potencjometryczną
- PN/C-04028 Przetwory naftowe. Punkt anilinowy. Pomiar
- PN-72/C-04030 Przetwory naftowe. Oznaczenie liczby cetanowej metodą silnikową
- PN-75/C-04037 Przetwory naftowe. Oznaczenie barwy metodą spektrofotometryczną
- PN-70/C-04041 Przetwory naftowe. Oznaczenie zawartości żywic obecnych w paliwach silnikowych
- PN-54/C-04047 Przetwory naftowe. Oznaczenie zawartości węglowodorów aromatycznych
- PN-66/C-04064 Przetwory naftowe. Oznaczenie odczynu wyciągu wodnego
- PN-67/C-04066 Przetwory naftowe. Oznaczenie kwasowości i liczby kwasowej
- PN-67/C-04068 Przetwory naftowe. Oznaczenie liczby jodowej
- PN-68/C-04072 Przetwory naftowe. Oznaczenie zawartości asfaltów twardych
- PN-75/C-04075 Przetwory naftowe. Oznaczenie pozostałości po koksovaniu metodą Conradsona
- PN-65/C-04077 Przetwory naftowe. Oznaczenie pozostałości po spoieleniu
- PN-59/C-04087 Przetwory naftowe. Oznaczenie zawartości zanieczyszczeń i wody metodą wirówkową
- PN-55/C-04088 Przetwory naftowe. Oznaczenie siarki metodą spalania w piecu rurowym
- PN-58/C-04089 Przetwory naftowe. Oznaczenie zawartości stałych ciał obcych
- PN-66/C-04090 Przetwory naftowe. Oznaczenie siarki w lekkich produktach naftowych
- PN-62/C-04091 Przetwory naftowe. Oznaczenie siarki metodą spalania w bombie kobaltowej
- PN-55/C-04092 Przetwory naftowe. Oznaczenie siarki metodą lampkową
- PN-56/C-04093 Przetwory naftowe. Badanie działania korodującego na metale
- PN-74/C-04109 Przetwory naftowe. Oznaczenie zawartości parafiny w asfaltach i pozostałości ropnej

Instytut Technologii Nafty

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 30 stycznia 1964 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 28 października 1964 r.
(Mon. Pol. nr 72/1964 poz. 340)

- PN-73/C-04130 Przetwory naftowe. Pomiar temperatury łamliwości asfaltów
- PN-71/C-04132 Przetwory naftowe. Pomiar ciągliwości asfaltów
- PN-75/C-04134 Przetwory naftowe. Pomiar penetracji asfaltów
- PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
- PN-56/C-96022 Przetwory naftowe. Benzyna do ekstrakcji
- PN-66/C-96025 Przetwory naftowe. Paliwa silnikowe benzynowe
- PN-72/C-96026 Przetwory naftowe. Paliwa lotnicze do silników odrzutowych
- PN-58/C-96037 Przetwory naftowe. Nafta do oświetlania
- PN-67/C-96048 Przetwory naftowe. Oleje napędowe
- PN-61/C-96095 Przetwory naftowe. Oleje cylindrowe
- BN-64/0530-04 Oznaczanie liczby gudronowej
- BN-64/0531-02 Przetwory naftowe. Pobieranie próbek ropy naftowej i obliczanie zawartości zanieczyszczeń

2. ANALIZA ROPY NAFTOWEJ

2.1. Pobieranie i przechowywanie próbek. Próbki ropy naftowej należy pobierać wg BN-64/0531-02 i przechowywać nie dłużej niż miesiąc od chwili pobrania w naczyniu szczelnie zamkniętym, w pomieszczeniu o temperaturze nie przekraczającej $15 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

2.2. Oznaczanie własności fizyko-chemicznych. Przed przystąpieniem do destylacji ropy naftowej należy wykonać następujące oznaczenia:

- a) oznaczanie zawartości chlorków w przeliczeniu na NaCl wg PN-69/C-04027,
- b) oznaczanie zawartości wody wg PN-66/C-04523,
- c) oznaczanie zawartości wody i zanieczyszczeń metodą wirówkową wg PN-59/C-04087,
- d) oznaczanie pozostałości po spopieleniu wg PN-65/C-04077,
- e) jeżeli ropa zawiera powyżej 0,5% wody, to przed wykonaniem dalszych oznaczeń należy odvodnić ją jednym ze sposobów podanych w PN-67/C-04010,
- f) oznaczanie barwy - wzrokowo,
- g) oznaczanie temperatury zapłonu wg PN-75/C-04009,
- h) oznaczanie temperatury krzepnięcia wg PN-55/C-04016,
- i) oznaczanie zawartości siarki wg PN-62/C-04091 lub PN-55/C-04088,
- j) oznaczanie zawartości parafiny wg PN-74/C-04109,
- k) oznaczanie zawartości asfaltów twardych wg PN-68/C-04072,
- l) oznaczanie pozostałości po koksowaniu wg PN-75/C-04075,
- m) oznaczanie liczby kwasowej wg PN-67/C-04066,
- n) oznaczanie lepkości przy 20°C wg PN-73/C-04011,
- o) oznaczanie składu frakcyjnego wg PN-67/C-04010 z tym, że destylację należy prowadzić do 300°C , odczytując co 20°C procent otrzymanego destylatu,

p) oznaczanie temperatury krzepnięcia pozostałości po oznaczeniu składu frakcyjnego wg PN-55/C-04016.

2.3. Oznaczanie wydajności poszczególnych produktów przy zastosowaniu aparatu Gadaskina

2.3.1. Zasada oznaczania. Określenie wydajności poszczególnych destylatów, odbieranych z ropy naftowej w temperaturze nie przekraczającej 315°C , polega na oddestylowaniu ich z badanej ropy naftowej w aparacie Gadaskina.

W prowadzeniu destylacji w aparacie Gadaskina różni się dwa sposoby:

- sposób A - oddestylowanie benzyny silnikowej pod ciśnieniem atmosferycznym, a nafty pod zmniejszonym ciśnieniem,

- sposób B - w zależności od gatunku ropy i celu prowadzenia destylacji istnieją 3 możliwości:

a) oddestylowanie pod ciśnieniem atmosferycznym benzyny do końcowej temperatury wrzenia 110°C i części frakcji paliwa P-2 do końcowej temperatury wrzenia 200°C , a pod zmniejszonym ciśnieniem reszty frakcji paliwa P-2,

b) oddestylowanie pod ciśnieniem atmosferycznym benzyny do końcowej temperatury wrzenia 110°C i części frakcji paliwa PSM-2 do końcowej temperatury wrzenia 200°C , a pod zmniejszonym ciśnieniem reszty frakcji paliwa PSM-2,

c) oddestylowanie pod ciśnieniem atmosferycznym benzyny do końcowej temperatury wrzenia 60°C i części frakcji paliwa P-3 do końcowej temperatury wrzenia 200°C , a pod zmniejszonym ciśnieniem reszty frakcji paliwa P-3.

2.3.2. Aparatura, przyrządy i materiały

A) Aparat Gadaskina (rys. 1) składający się z następujących części: kociołka stalowego A pojemności $5,5 \text{ dm}^3$ (rys. 2); kolumny stalowej B (rys. 3) zaopatrzonej w płaszcz izolacyjny, nasadkę z rurką do odprowadzenia par oraz w stożek D (rys. 4) służący do podtrzymywania wypełnienia pierścieni aluminiowych lub stalowych, stanowiących wypełnienie do kolumny B (rys. 3); złączki F (rys. 5) i złączki G (rys. 4); chłodnicy wodnej lub powietrznej E (rys. 6); stojaka pod chłodnicę I (rys. 7) i stojaka pod kociołek H (rys. 8).

B) Pompa próżniowa.

C) Termometry próżniowe różnicowe.

D) Dwa termometry o zakresie pomiarowym do 400°C i działce elementarnej co 1°C .

E) Odbieralniki próżniowe (rys. 9).

F) Kolby kuliste lub stożkowe ze szkła jenajskiego, pojemności $100 \pm 1000 \text{ cm}^3$.

G) Palniki gazowe.

H) Statywy metalowe z kompletną armaturą (łapy, kółka, mufki).

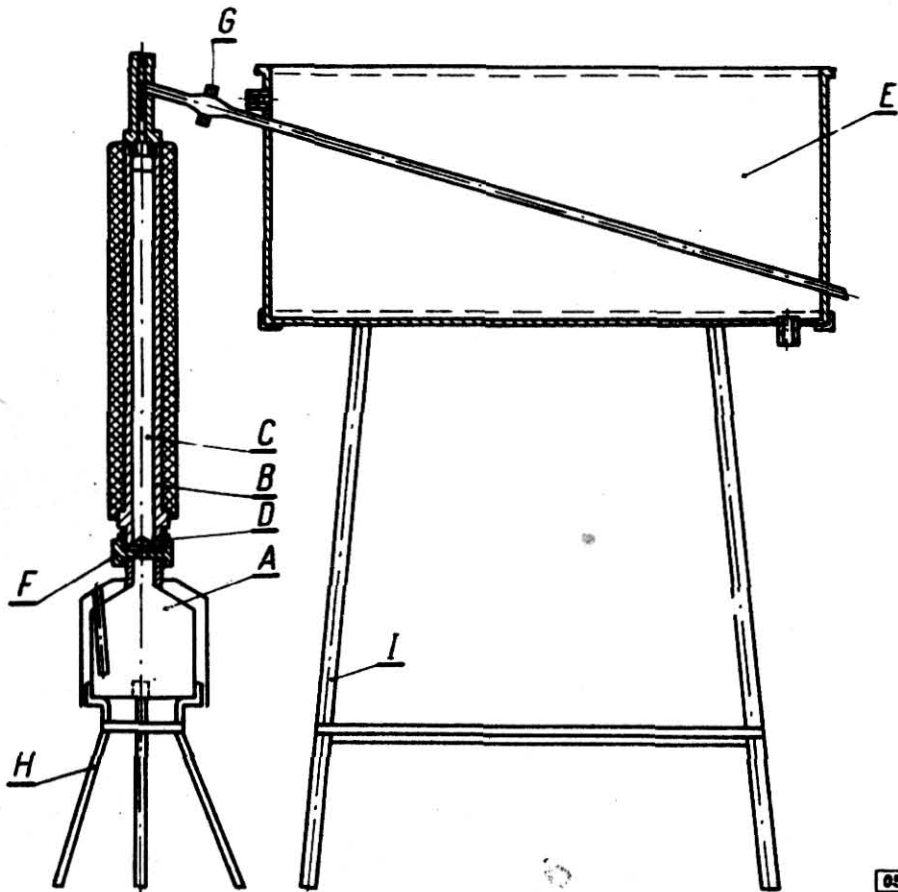
I) Płuczka z granulowanym węglem aktywnym i watą.

J) Ściskacze.

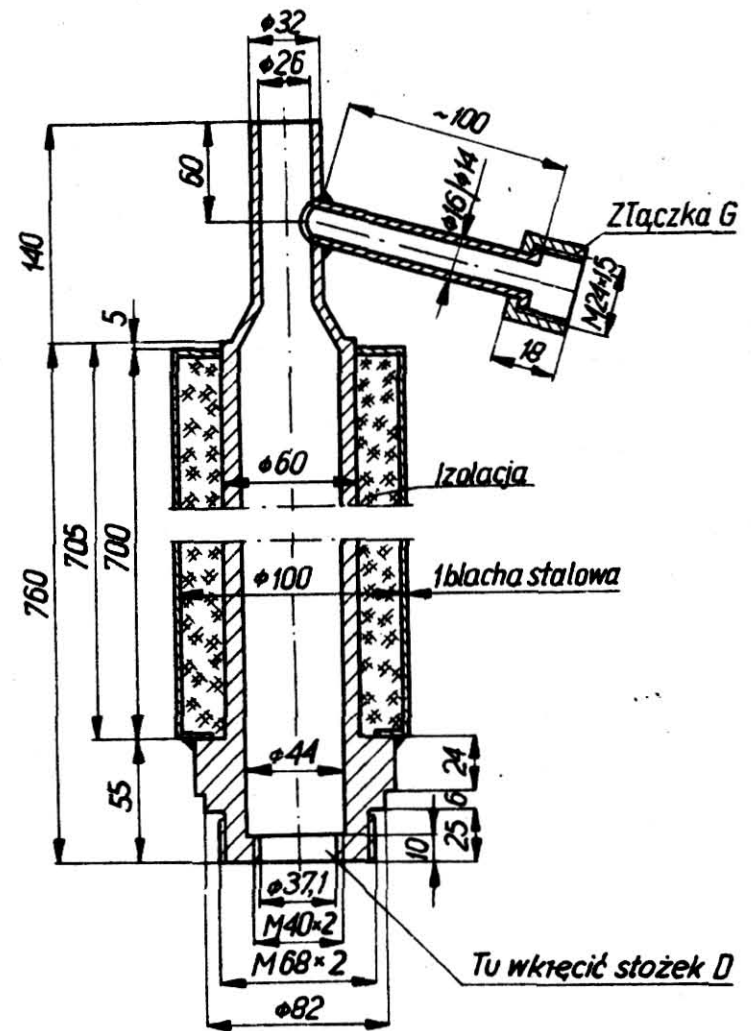
K) Klinkieryt na uszczelki.

L) Mieszanina glejty z gliceryną do uszczelnień lub szkło wodne.

- L) Materiał izolacyjny do izolacji kolumny: 85% kwaśnego węgla magnezowego i 15% długich włókien azbestowych.
- M) Osłona azbestowa do izolacji.
- N) Wąż próżniowy.
- O) Smar nierozpuszczalny w ciekłych węglowodorach.
- P) Chlorek wapniowy ziarnisty bezwodny, świeżo wysuszony.
- R) Benzyna do ekstrakcji wg PN-56/C-96022.

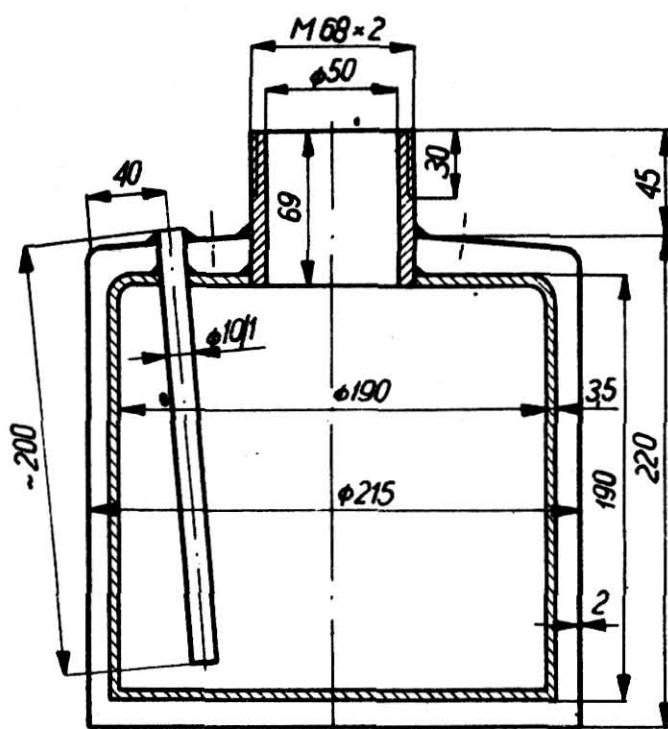


Rys. 1. Aparat Gadaskina do destylacji ropy



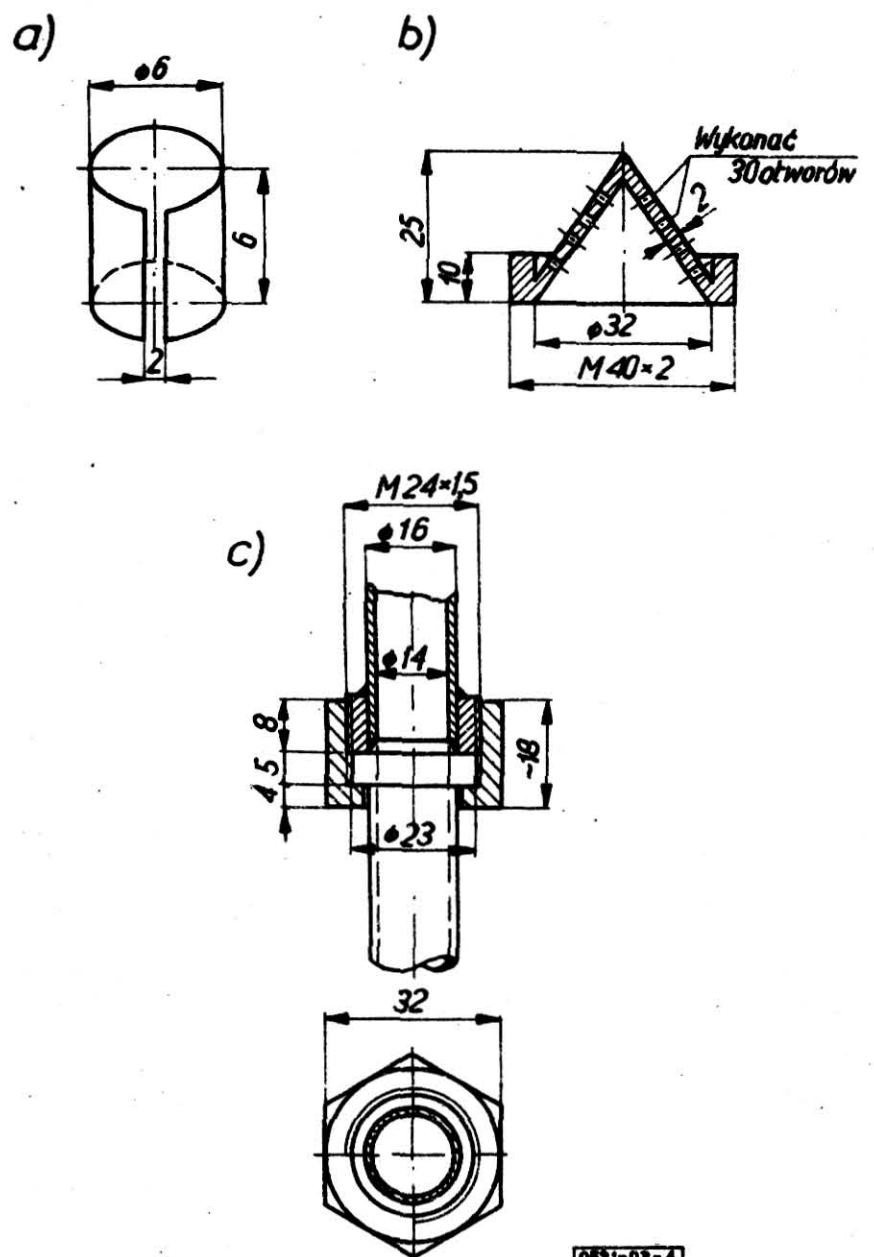
0531-03-3

Rys. 3. Kolumna destylacyjna aparatu Gadaskina (element B)



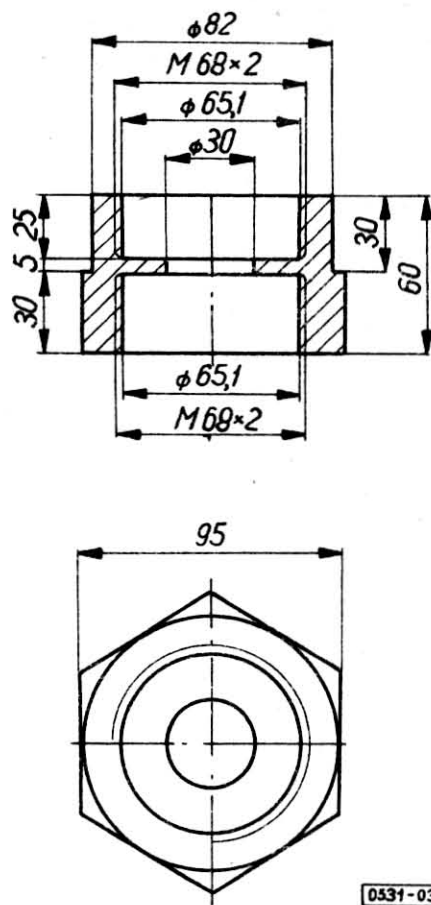
0531-03-2

Rys. 2. Kociołek aparatu Gadaskina (element A)



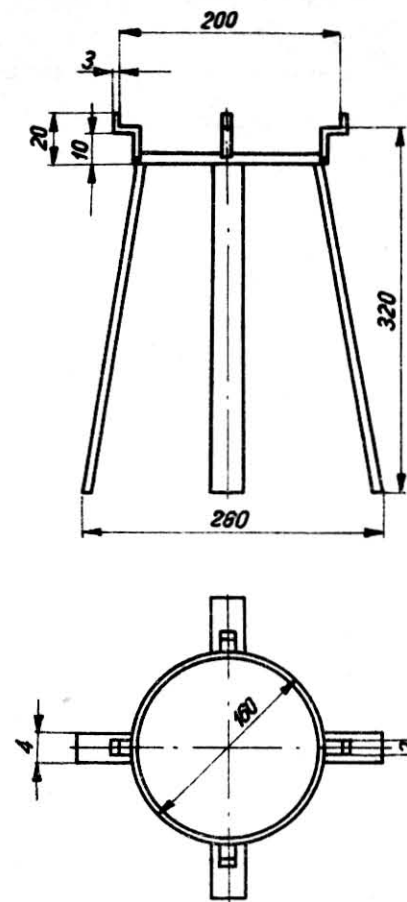
0531-03-4

Rys. 4. Elementy aparatu Gadaskina: a) element C, b) element D - stożek, c) element G - złączka kolumny z chłodnicą aparatu



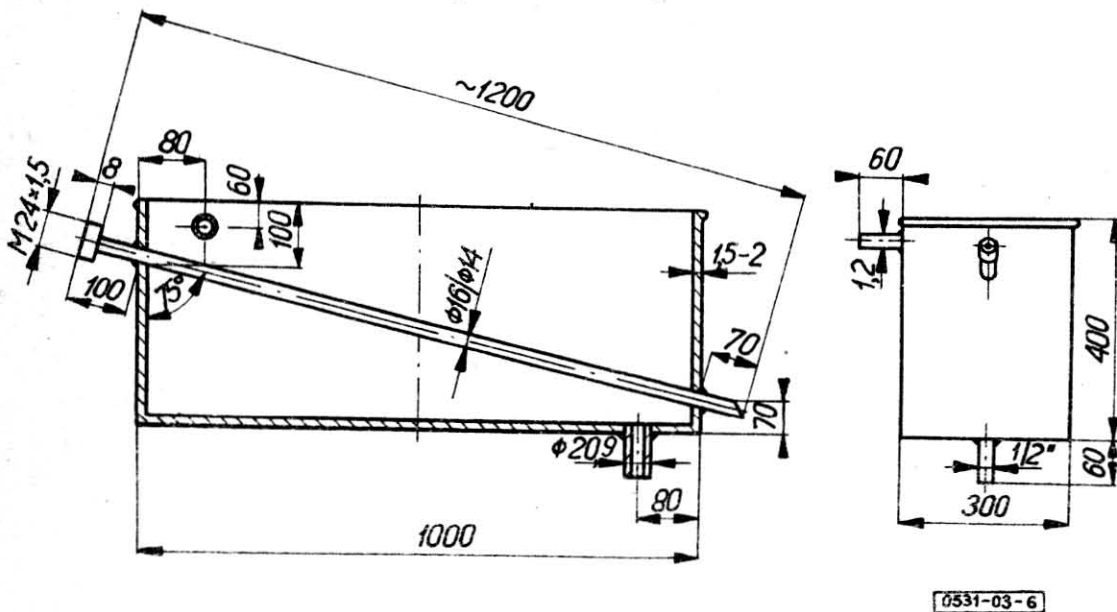
0531-03-5

Rys. 5. Złączka kociotka z kolumną destylacyjną (element F)



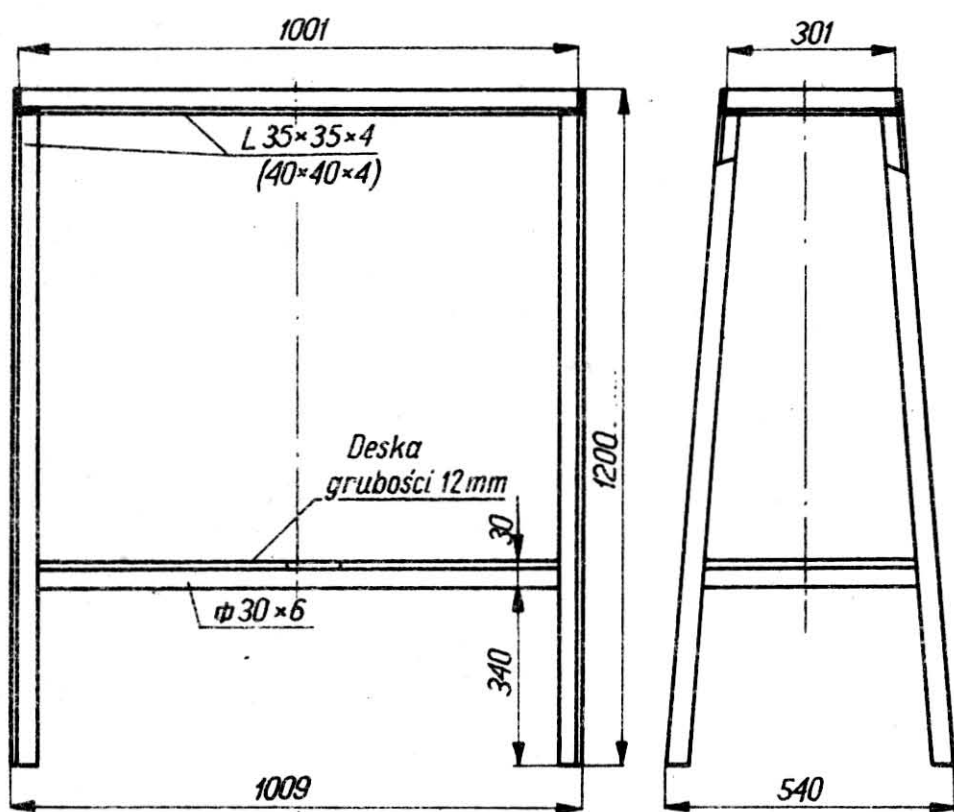
0531-03-8

Rys. 8. Stojak pod kociotek aparatu Gadaskina (element H)



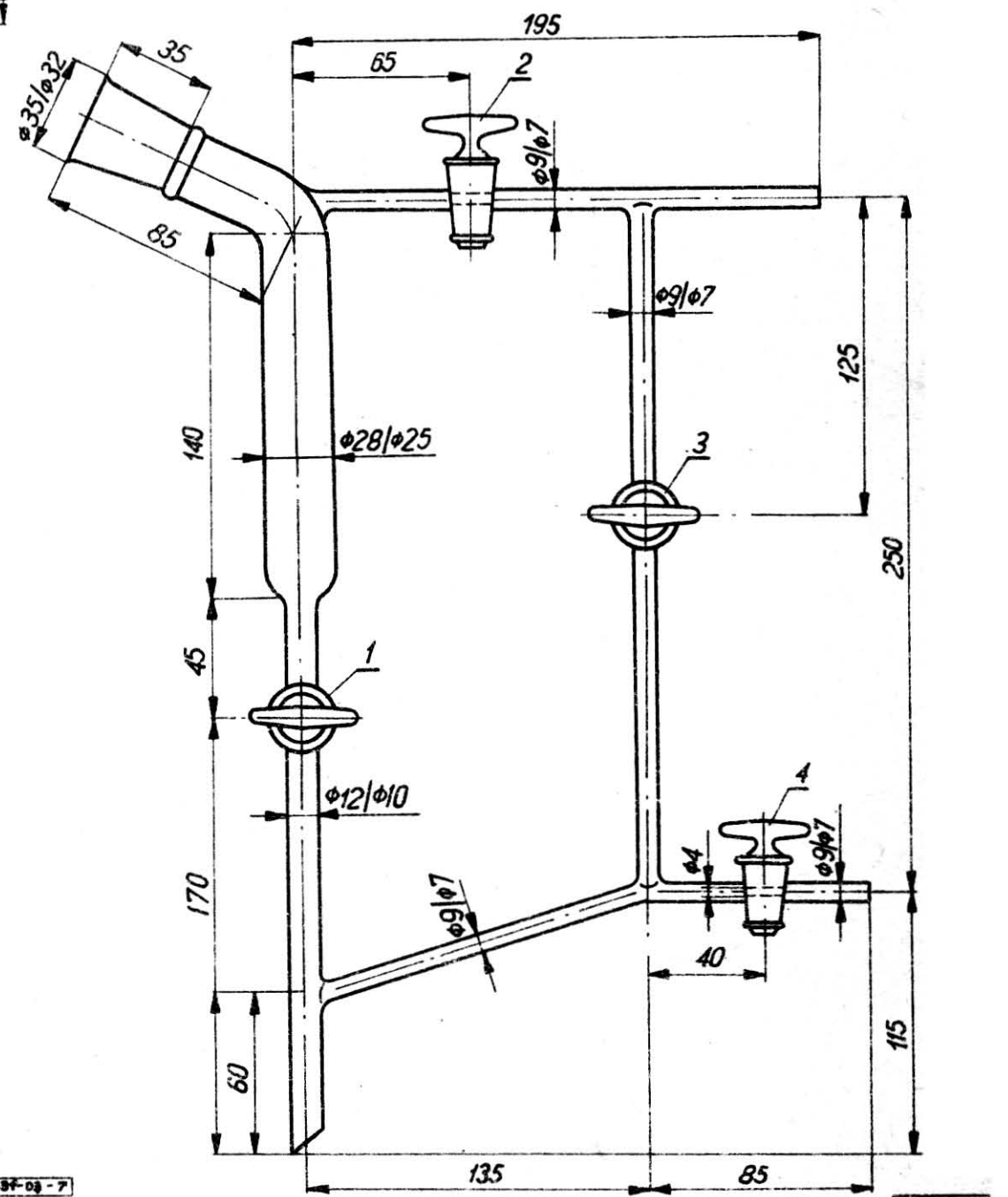
0531-03-6

Rys. 6. Chłodnica aparatu Gadaskina (element E)



0531-03-7

Rys. 7. Stojak pod chłodnicę aparatu Gadaskina (element I)



0531-03-9

Rys. 9. Odbieralnik próżniowy uproszczony

2.3.3. Przygotowanie do destylacji.

2.3.3.1. Przygotowanie próbki. W przypadku gdy zawartość wody w ropie wynosi powyżej 0,5%, należy odwozić ją za pomocą chlorku wapniowego. W tym celu należy dodać do próbki ropy 20% wag. chlorku wapniowego wg 2.3.2 P) i całość wstrząsać energicznie w szczelnie zamkniętym naczyniu przez 5 ± 10 min, po czym pozostawić do odstania na 12 h. Po odstaniu oddzielić ropę od osadu przez dekantowanie.

Ropy naftowe o temperaturze krzepnięcia powyżej 15°C odwadniać oddestylowując lekkie produkty wraz z parą wodną, destylat zbierać w rozdzielaczu pojemności 500 cm^3 , umieszczonym w mieszaninie oziębiającej o temperaturze $-5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Destylację przerwać, gdy temperatura cieczy w kolbie destylacyjnej osiągnie 150°C . Po dokładnym rozdzieleniu się warstw cieczy w rozdzielaczu spuścić warstwę wodną, a frakcję benzynową zawrócić do pozostałości w kolbie, którą przedtem należy oziębic do temperatury pokojowej $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$. Do destylacji użyć kolby destylacyjnej pojemności 3 dm^3 . Ilość ropy potrzebnej do jednej destylacji w aparacie Gadaskina odwadniać w dwóch porcjach.

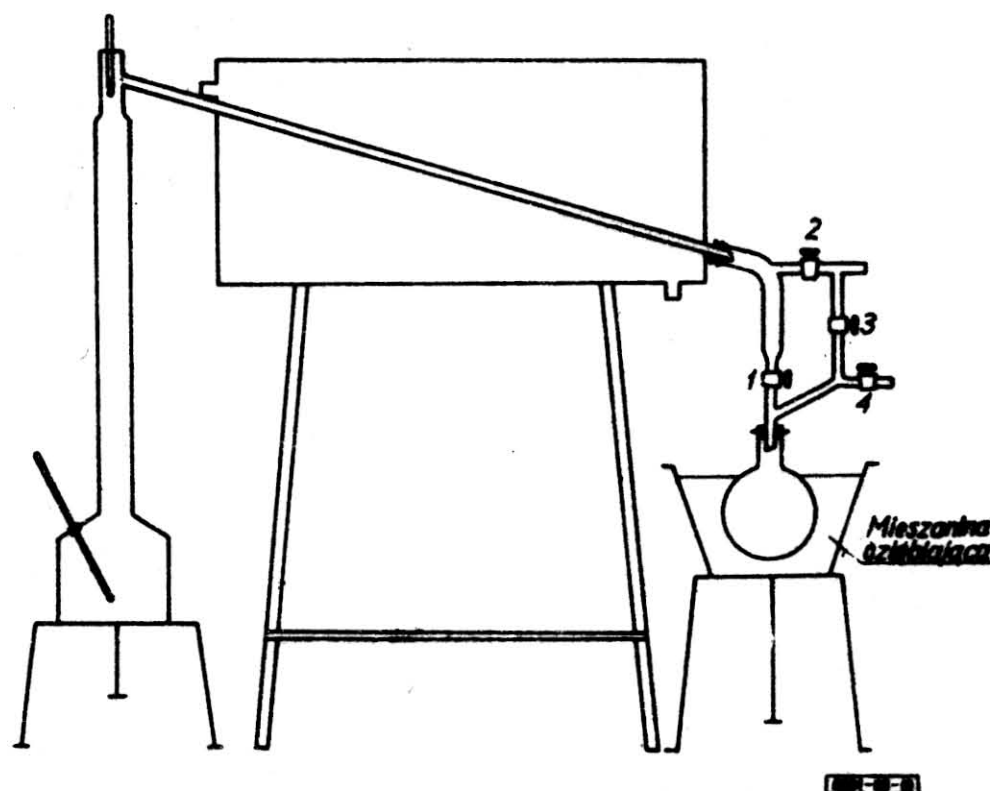
2.3.3.2. Przygotowanie przyrządów i naczyń. Przed napełnieniem kociołka należy przemyć dokładnie benzyną wg 2.3.2 R), następnie wysuszyć ogrzewając go do temperatury $60 \pm 80^{\circ}\text{C}$, po czym przedmuchać dokładnie powietrzem. Po opróżnieniu kolumny z pierścieni dokładnie przemyć benzyną wg 2.3.2 R) kolumnę i pierścienie. Przemywanie wykonywać przed przystąpieniem do analizy innego gatunku ropy.

Przy destylowaniu tego samego gatunku ropy oczyścić kolumnę i pierścienie tylko w tym przypadku, gdy w czasie destylacji nastąpi przerzut. Po oczyszczeniu dokładnie suszyć przez przedmuchiwanie powietrzem. Przed każdą destylacją wyczyścić bardzo starannie rurkę chłodnicy. W tym celu należy umocować kawałek szmatki na sztywnym drucie i drut kilkakrotnie przeciągnąć przez rurkę chłodnicy. Następnie kilka razy przepłukać rurkę benzyną wg 2.3.2 R) i przedmuchać powietrzem. Dla połączenia kotła z kolumną oraz kolumny z chłodnicą przygotować uszczelki z klinkierytu. Sprawdzić działanie pompy próżniowej pod ciśnieniem bezwzględnym około 1 mm Hg. Płuczkę napełnić do $\frac{3}{4}$ pojemności węglem aktywnym. Węgiel przykryć kawałkiem waty.

Używane termometry sprawdzać z termometrem cechowanym raz na 6 miesięcy.

2.3.4. Destylacja pod ciśnieniem atmosferycznym

2.3.4.1. Zestawienie aparatury. Aparat Gadaskina do destylacji pod ciśnieniem atmosferycznym zestawić, jak podano na rys. 10. Przygotowany wg 2.3.3.2 kociołek zważyć z dokładnością do 10 g, po czym odważyć w nim z taką samą dokładnością 3 kg ropy przygotowanej wg 2.3.3.1. Połączyć kociołek z kolumną destylacyjną, a miejsce łą-



Rys. 10. Zestaw do destylacji pod ciśnieniem atmosferycznym

czenia dokładnie uszczelnić uszczelką klinkierytową. Szczególną uwagę zwrócić na dokładne uszczelnienie kolumny destylacyjnej. W otwór nasadki u góry kolumny włożyć termometr wg 2.3.2 D) tak, aby zbiornik z rtęcią znajdował się na wysokości rurki odprowadzającej pary do chłodnicy. Drugi termometr umieścić w zamontowanej w kociołku pochwie. Połączyć kolumnę z chłodnicą wodną, zakładając w miejscu łączenia uszczelkę z klinkierytu. Wszystkie miejsca połączeń uszczelnić jeszcze dodatkowo mieszaniną gleyty z gliceryną. U wylotu rury chłodnicy ustawić odbieralnik próżniowy, jak podano na rys. 9 i połączyć go z kolbą pojemności 500 cm^3 , która stanowi odbieralnik na główną frakcję benzynową. Podczas destylacji pod ciśnieniem atmosferycznym wszystkie kurki odbieralnika próżniowego powinny być otwarte. Płaszcz chłodnicy napełnić wodą o temperaturze nie wyższej niż 5°C . Przepływ wody przez chłodnicę należy uregulować tak, aby temperatura wody wyptywającej z chłodnicy wynosiła od 0°C do $+6^{\circ}\text{C}$.

Przed rozpoczęciem destylacji należy zanotować wartość ciśnienia barometrycznego. Zapalić pod kociołkiem palnik i tak wyregulować wielkość płomienia, aby początek destylacji nastąpił po upływie 1 ± 2 h od momentu rozpoczęcia ogrzewania. W przypadku destylowania rop wyjątkowo ciężkich lub bardzo zawodnionych - w celu uniknięcia możliwych przerzutów dopuszcza się przedłużenie czasu ogrzewania do 6 h. Od chwili, gdy spadną pierwsze krople destylatu, należy uregulować ogrzewanie tak, aby destylacja przebiegała ze stałą szybkością 2 ± 3 kropli destylatu na sekundę, a różnica pomiędzy temperaturą cieczy w kotle a temperaturą par na szczycie kolumny wynosiła $80 \pm 100^{\circ}\text{C}$.

2.3.4.2. Sposób A. Odbieranie benzyny silnikowej. Przy odbieraniu benzyny silnikowej należy przy temperaturze do 190°C odbierać frakcję główną, a następnie do osobnych odbieralników co 3°C odbierać frakcje pomocnicze, które służą do nastawiania frakcji głównej tak, aby miała końcową temperaturę wrzenia nie wyższą niż 205°C. Po odebraniu ostatniej frakcji pomocniczej przerwać ogrzewanie. Odbieralnik pozostawić u wylotu rury chłodnicy aż do całkowitego ścieknięcia destylatu do odbieralnika. Następnie należy zważyć z dokładnością do 0,05 g frakcję główną i osobno każdą z frakcji pomocniczych. Dla ustalenia końcowej temperatury wrzenia benzyny silnikowej postępować w następujący sposób: główną frakcję benzynową oraz frakcje pomocnicze podzielić na połowę; z jednej połowy frakcji głównej odmierzyć 100 cm³ do destylacji normalnej, którą należy wykonać zgodnie z PN-67/C-04010; jeżeli połowa głównej frakcji benzynowej wynosi mniej niż 100 cm³, destylację normalną wykonać z 50 cm³; w przypadku gdy końcowa temperatura wrzenia głównej frakcji jest niższa niż 205°C, wówczas do połowy frakcji głównej należy dodać połowę pierwszej frakcji pomocniczej i ponownie wykonać destylację normalną; jeżeli końcowa temperatura wrzenia będzie znowu niższa niż 205°C, wtedy do mieszaniny frakcji głównej z pierwszą pomocniczą należy dodać połowę drugiej frakcji pomocniczej i znowu wykonać destylację normalną.

Czynności te należy powtarzać tak długo, aż końcowa temperatura wrzenia benzyny wyniesie 205°C. Destylat z cylindra oraz pozostałość z kolby Englera należy każdorazowo zlewać z powrotem do próbki przeznaczonej do destylacji normalnej. Wielokrotna destylacja tego samego produktu powoduje straty i nie daje właściwego obrazu przebiegu destylacji normalnej. Dlatego też należy sporządzić świeżą mieszaninę z drugiej połowy frakcji głównej z tyłoma drugimi półówkami frakcji pomocniczych, z iloma przygotowano pierwszą mieszaninę, wykazującą końcową temperaturę wrzenia nie wyższą niż 205°C. Świeżą mieszaninę poddać destylacji normalnej.

Łączna ilość frakcji głównych oraz frakcji pomocniczych o ustalonej końcowej temperaturze wrzenia nie wyższej niż 205°C stanowi wydajność benzyny silnikowej, otrzymanej z analizowanej ropy. Wydajność benzyny silnikowej (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

w którym:

G_1 – masa benzyny silnikowej o wymaganym końcu wrzenia, g,

G – masa badanej ropy pobranej do destylacji, g.

Frakcje benzynowe pomocnicze, które nie weszły w skład benzyny silnikowej – dołączyć do głównej frakcji naftowej zgodnie z 2.3.5.2.

2.3.4.3. Sposób B

a) Odbieranie benzyny lekkiej. Benzynę lekką należy odbierać jako jedną frakcję. Dla otrzymania paliwa P-2 i PSM-2 destylację prowadzić do chwili, gdy pary na szczycie kolumny osiągną temperaturę 110°C. Dla otrzymania paliwa P-3 odbierać frakcje do chwili, gdy temperatura par na szczycie kolumny osiągnie 60°C. Po osiągnięciu tej temperatury odstawić odbieralnik z benzyną lekką i założyć odbieralnik na paliwo. Odbieralnik z benzyną lekką zważyć z dokładnością do 0,05 g.

Wydajność benzyny lekkiej (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{G_2}{G} \cdot 100$$

w którym:

G_2 – masa otrzymanej benzyny lekkiej, g,

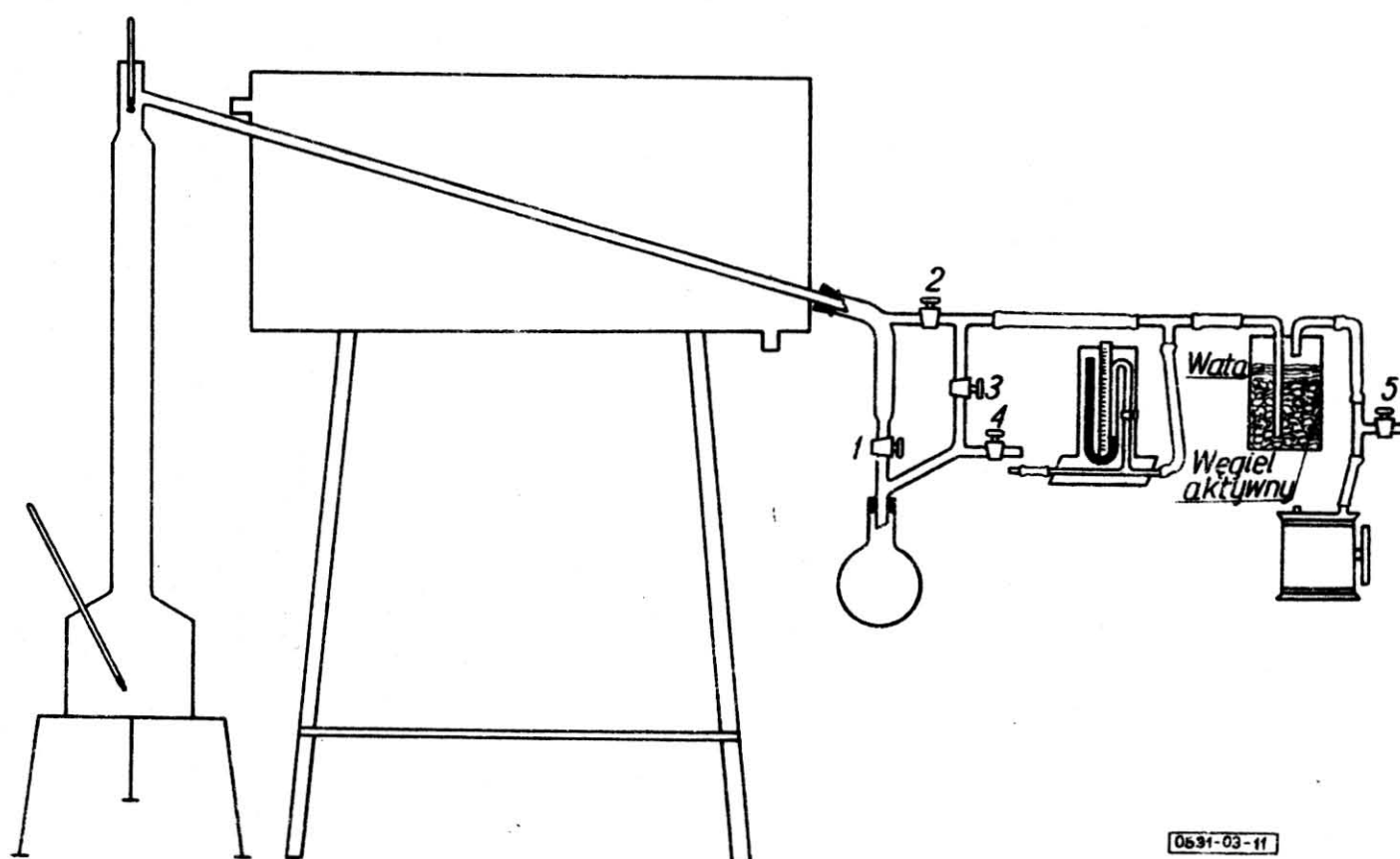
G – masa badanej ropy wziętej do destylacji, g.

b) Odbieranie części frakcji na paliwo. Frakcja destylująca o temperaturze par u szczytu kolumny w zakresie 110÷200°C lub w zakresie 60÷200°C stanowi część składową frakcji głównej paliwa i należy ją odbierać do jednego odbieralnika. Po oddestylowaniu frakcji do 200°C przerwać ogrzewanie kociołką; ochłodzić na powietrzu do 100°C i wówczas przystąpić do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem wg 2.3.5.3.

2.3.5. Destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem

2.3.5.1. Przygotowanie aparatury. Dla uniknięcia termicznego rozkładu węglowodorów frakcje wrzące w temperaturze powyżej 200°C należy odbierać pod zmniejszonym ciśnieniem. W tym celu należy połączyć za pomocą węża próżniowego odbieralnik próżniowy z pompą próżniową i manometrem. Przed pompą zamontować płuczkę o pojemności 500 ÷ 1000 cm³. Cały zestaw połączyć, jak podano na rys. 11 na str. 7.

Przed rozpoczęciem destylacji sprawdzić szczelność całej aparatury i miejsca niepewne uszczelnić mieszaniną glejty z gliceryną albo ze szkłem wodnym. Woda w płaszczu chłodnicy powinna mieć temperaturę 20 ± 2°C. Dopuszcza się użycie chłodnicy powietrznej zamiast chłodnicy wodnej. Następnie należy włączyć pompę próżniową i regulować dopływ powietrza atmosferycznego kurkiem 5 (rys. 11) tak, aby ciśnienie bezwzględne wewnątrz aparatury wynosiło 50 ÷ 80 mm Hg. Kurki 1, 2 i 3 odbieralnika próżniowego powinny być otwarte, a kurek 4 zamknięty. Zapalić palnik pod kotłem i tak regulować wielkość płomienia, aby czas ogrzewania aparatu do początku destylacji wynosił 1 ÷ 1,5 h. Od chwili, gdy spadną pierwsze krople destylatu, ogrzewanie regulować tak, by destylacja przebiegała ze stałą szybkością 2 ÷ 3 kropli destylatu na sekundę, a różnica między temperaturą cieczy w kotle a temperaturą par na szczycie kolumny wynosiła 80 ÷ 100°C.



Rys. 11. Zestaw do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem

2.3.5.2. Sposób A. Odbieranie nafty. Do temperatury 200°C (po przeliczeniu na ciśnienie atmosferyczne) należy odbierać główną frakcję naftową, a następnie, co 5°C , 4 lub 5 frakcji pomocniczych. Frakcje pomocnicze służą do nastawiania głównej frakcji naftowej tak, aby miała ona końcową temperaturę wrzenia nie wyższą niż 315°C . Przy zmianie odbieralników na poszczególne frakcje postępować następująco: zmniejszać intensywność ogrzewania kociołka, zamknąć kurek 1 i 3, aby destylat zbierał się w rozszerzonej części odbieralnika próżniowego; otworzyć kurek 4, aby powietrze mogło wejść do kolby; kolbę z odebraną frakcją szybko zdjąć i natychmiast założyć czystą kolbę na następną frakcję. Frakcje pomocnicze odbierać do kolb pojemności 100 cm^3 . Następnie zamknąć kurek 4, a powoli otworzyć kurek 3 dla wytworzenia w dolnym naczyniu takiego ciśnienia, pod jakim przeprowadza się destylację. W końcu otworzyć kurek 1. Wszystkie kurki otwierać powoli i ostrożnie.

Do głównej frakcji naftowej dołączyć niewykorzystane pomocnicze frakcje benzynowe otrzymane w 2.3.4.2. Każdą z otrzymanych frakcji naftowych ważyć osobno z dokładnością do $0,05\text{ g}$. Przy ustaleniu dla frakcji naftowej końcowej temperatury wrzenia nie wyższej niż 315°C postępować jak w 2.3.4.1, z tym, że po dołączeniu każdej frakcji pomocniczej do frakcji głównej należy oznaczyć gęstość mieszaniny zgodnie z PN-66/C-04004.

Gęstość frakcji naftowej w temperaturze 20°C o wymaganej końcowej temperaturze wrzenia nie wyższej niż 315°C nie powinna przekraczać $0,840\text{ g/cm}^3$. Niewykorzystane pomocnicze frakcje należy dołączyć do pozostałości w kotle. Łączna ilość frakcji naftowej (z niewykorzystanymi pomocniczymi frakcjami benzynowymi i wykorzystanymi pomocniczymi frakcjami naftowymi) o ustalonej końcowej tem-

peraturze wrzenia nie wyższej niż 315°C stanowi wydajność nafty.

Wydajność nafty (X_3) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{G_3}{G} \cdot 100$$

w którym:

G_3 - masa nafty, g,

G - masa badanej ropy pobranej do destylacji, g.

2.3.5.3. Sposób B. Odbieranie paliwa P-2 lub PSM-2, lub P-3. Destylację powyżej 200°C należy prowadzić pod zmniejszonym ciśnieniem. Frakcję główną na paliwo PSM-2 lub P-3 odbierać z ropy parafinowej do temperatury 235°C po przeliczeniu na ciśnienie atmosferyczne. Frakcję główną na paliwo P-2 lub P-3 odbierać z ropy bezparafinowej do temperatury 265°C . Następnie odbierać 4 + 6 frakcji pomocniczych, zmieniając odbieralniki dla każdej frakcji w sposób podany w 2.3.5.2. Do otrzymanej pod zmniejszonym ciśnieniem frakcji głównej paliwa P-2 lub PSM-2 dołączyć frakcję oddestylowaną pod ciśnieniem atmosferycznym w temperaturze $110 \pm 200^{\circ}\text{C}$, lub do otrzymanej frakcji głównej paliwa P-3 dołączyć frakcję oddestylowaną w temperaturze $60 \pm 200^{\circ}\text{C}$. Całą frakcję główną oraz każdą z frakcji pomocniczych zważyć osobno z dokładnością do $0,05\text{ g}$. Kończącą temperaturę wrzenia danego paliwa ustalić wg 2.3.4.2.

Paliwo zestawione z poszczególnych frakcji powinno wykazać nie tylko właściwy przebieg destylacji normalnej, ale również wymaganą temperaturę krystalizacji wg PN-66/C-04017 oraz lepkość wg PN-73/C-04011. Dlatego dla każdej próbki paliwa, z której wykonuje się destylację normalną, należy wykonać oznaczenie temperatury krystalizacji oraz oznaczenie lepkości.

Łączna ilość frakcji głównej danego paliwa otrzymanej pod ciśnieniem atmosferycznym, frakcji oddestylowanej pod zmniejszonym ciśnieniem oraz frakcji pomocniczych stanowi wydajność danego paliwa.

Wydajność paliwa (X_4) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{G_4}{G} \cdot 100$$

w którym:

G_4 - masa paliwa, g,

G - masa badanej ropy pobranej do destylacji, g.

2.3.6. Oznaczanie strat destylacyjnych. Po przeprowadzeniu destylacji wg 2.3.4 i 2.3.5 pozostałość w kotle należy ochłodzić do temperatury $20 \pm 3^\circ\text{C}$, dołączyć niewykorzystane frakcje pomocnicze, które nie weszły w skład nafty czy też w skład paliwa i całość zważyć z dokładnością do 10 g.

Straty destylacyjne (X_{st}) dla nafty należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{st} = \frac{G - (G_5 + G_1 + G_3)}{G} \cdot 100$$

a straty destylacyjne dla paliwa P-2, PSM-2 lub P-3 - wg wzoru

$$X_{st} = \frac{G - (G_5 - G_2 + G_4)}{G} \cdot 100$$

w których:

G, G_1, G_2, G_3, G_4 - jak w poprzednich wzorach,

G_5 - masa pozostałości po oddestylowaniu lekkich frakcji, g.

Straty destylacyjne nie mogą przekraczać 1%.

W przypadku gdy wartości destylacji normalnej dwóch sąsiednich destylatów zachodzą na siebie więcej niż 5°C , np. przy końcowej temperaturze wrzenia benzyny 199°C i początkowej temperaturze wrzenia nafty 191°C , destylację ropy w aparacie Gadaskina należy powtórzyć.

2.4. Oznaczanie wydajności poszczególnych destylatów olejowych

2.4.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie wydajności destylatów olejowych polega na oddestylowaniu pod próżnią z kolby Claisena pozostałości ropnej, otrzymanej po przeprowadzeniu destylacji na aparacie Gadaskina.

2.4.2. Przyrządy i materiały

A) Kolba Claisena pojemności 2 dm^3 (rys. 12) z osłoną. Osłona wyścielona jest wewnątrz azbestem.

B) Odbieralnik próżniowy.

C) Kolby kuliste lub stożkowe ze szkła jenajskiego pojemności 100 cm^3 .

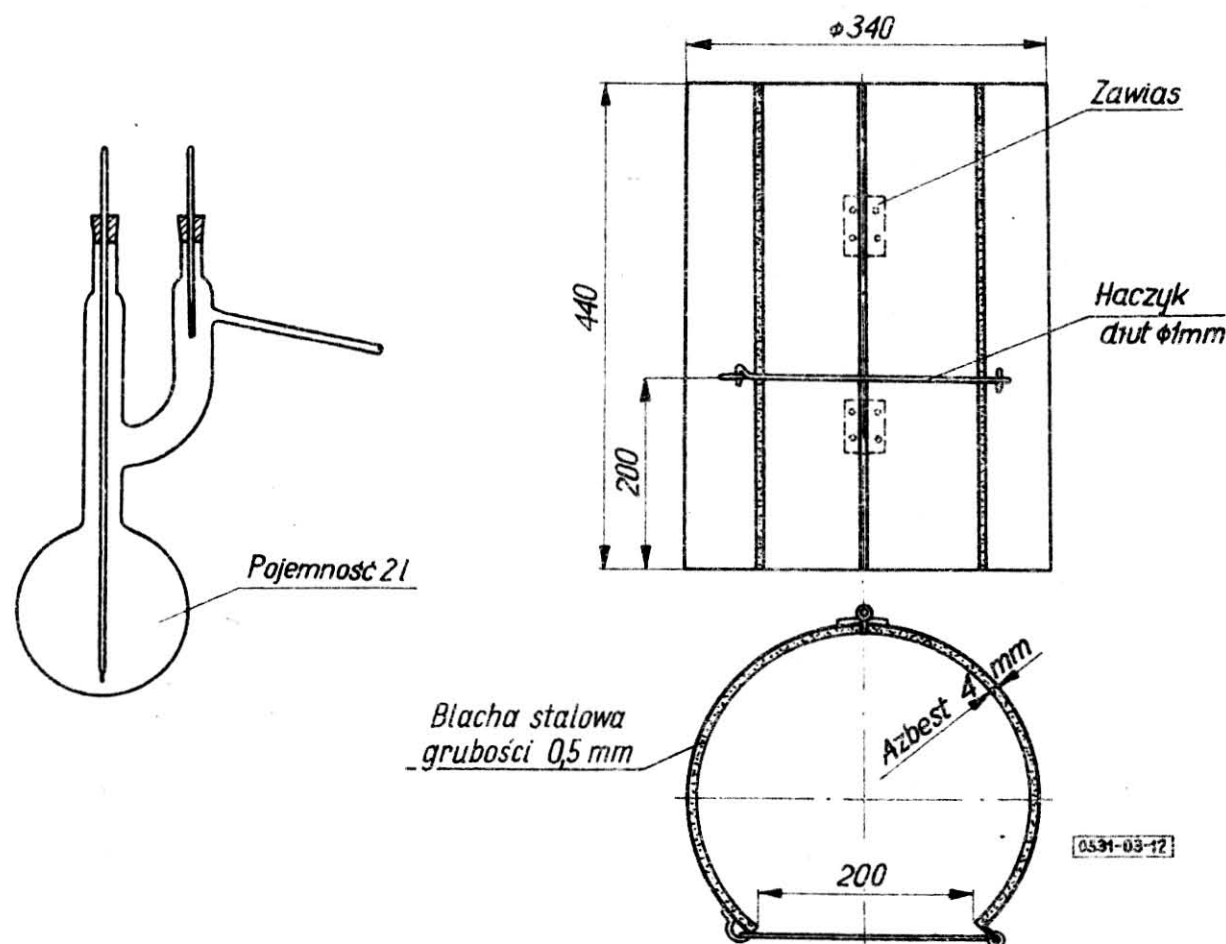
D) Wiórki stalowe do kolby Claisena.

E) Siatka srebrna.

F) Łażnia z wiórami stalowymi.

Ponadto przyrządy wymienione w 2.3.2 B) + H) i J) + P).

2.4.3. Przygotowanie do oznaczania. Kolbę Claisena do destylacji próżniowej, odbieralnik próżniowy oraz odbieralnik na frakcje olejowe należy dokładnie wymyć i wysuszyć. Po wysuszeniu odbieralnik na frakcje olejowe zważyć z dokładnością do 0,05 g, a kolbę Claisena łącznie z armaturą, tj. korkami, siatką srebrną, rurką, wiórkami stalowymi zważyć z dokładnością do 5 g. Kurki w odbieralniku próżniowym dokładnie posmarować smarem. Wiórki



Rys. 12. Kolba Claisena z osłoną

stalowe przed włożeniem do kolby wyprażyć. Sprawdzić działanie pompy próżniowej. Pompa próżniowa powinna utrzymywać wewnątrz aparatury ciśnienie bezwzględne 1 mm Hg.

2.4.4. Wykonanie oznaczania. Destylację próżniową wykonać przy użyciu kolby Claisena z osłoną. W kolbie Claisena zawierającej 20 + 25 wyprażonych wiórków stalowych odważyć, z dokładnością do 5 g, 1 kg pozostałości otrzymanej po oddestylowaniu produktów w aparacie Gadszki. Do jednego otworu włożyć rurkę wyciągniętą w kapilarę, do drugiego termometr tak, aby uchodzące pary opływały zbiornik z rtęcią.

Na rurkę wyciągniętą w kapilarę nałożyć kilka krążków siatki srebrnej, która w przypadku pienienia pozostałości ułatwia rozbicie piany i zapobiega przerzutowi. Kolbę umocować w statywie, po czym wstawić do łaźni wypełnionej stalowymi wiórkami. Całość umieścić w osłonie metalowej, izolowanej po wewnętrznej stronie azbestem. Rurę służącą do odprowadzania par połączyć z odbieralnikiem próżniowym i pompą próżniową, przed którą zamontować płuczkę z węglem aktywnym, przygotowaną wg 2.3.3.2. Odbieralnik próżniowy połączyć z kolbą pojemności 100 cm³. Zestaw do destylacji próżniowej zestawić, jak podano na rys. 13.

Następnie sprawdzić szczelność wszystkich połączeń, a po włączeniu pompy poczekać, aż ciśnienie wewnątrz aparatury ustali się. Ciśnienie to powinno wynosić 1 + 5 mm Hg. Im ciśnienie jest niższe, tym większa pewność, że proces krakowania termicznego nie nastąpi zbyt wcześnie. Po ustaleniu się ciśnienia wewnątrz aparatury rozpocząć ogrzewanie kolby. Z chwilą, gdy zawartość kolby zacznie wrzeć, ogrzewanie tak uregulować, aby destylacja odbywała się

ze stałą szybkością 2 + 3 kropli na sekundę. Z rop beza-
parafinowych odbierać 3 + 4-procentowe frakcje, zaś z rop parafinowych 5 + 6-procentowe frakcje (licząc w stosunku do ropy pobranej do analizy). Frakcje odbierać do momentu, kiedy nastąpi spadek temperatury, wywołany rozpoczynającym się procesem krakowania. Wówczas należy przerwać destylację.

Przy odbiorze poszczególnych frakcji odczytywać i notować temperaturę par i ciśnienia. Z odczytanej temperatury dla danego ciśnienia określić przy pomocy nomogramu podanego na rys. 14, temperaturę odpowiadającą 760 mm Hg.

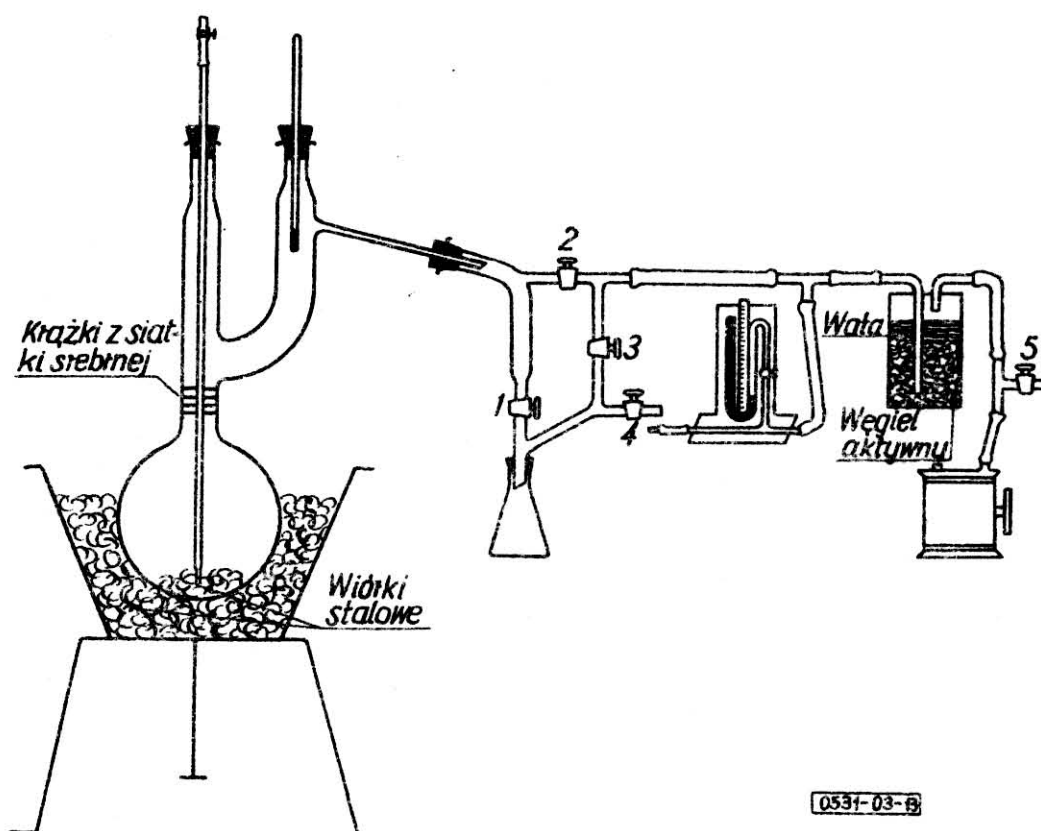
Zmianę odbieralników na poszczególne frakcje olejowe przeprowadzać w sposób opisany w 2.3.5.2. Po ochłodzeniu do temperatury 20 ± 3°C zważyć poszczególne frakcje olejowe z dokładnością do 0,05 g, a kolbę Claisena z pozostałością (asfaltem) – z dokładnością do 5 g. W celu zestawienia powyższych frakcji olejowych na odpowiednie destylaty olejowe oznaczyć lepkość każdej frakcji wg PN-73/C-04011 i zależnie od uzyskanych lepkości mieszać frakcje ze sobą w odpowiednim stosunku ilościowym, postępując się nomogramem, który podano na rys. 15.

Wydajność (X_5) poszczególnych frakcji olejowych i asfaltu należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{G_6 \cdot G_5}{G_7 \cdot G} \cdot 100$$

w którym:

- G_5 – masa pozostałości ropnej po przeprowadzonej destylacji wg 2.3.4 i 2.3.5,
- G_6 – masa danej frakcji olejowej (lub asfaltu), g,
- G_7 – masa pozostałości ropnej wziętej do destylacji pod próżnią z kolby Claisena, g,
- G – masa badanej ropy wziętej do destylacji, g.



Rys. 13. Zestaw do destylacji próżniowej

2.4.5. Straty destylacyjne (X_{st}) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{st} = \frac{\left[G_7 - \sum_{i=1}^{i=n} (G_i + G_p) \right] \cdot G_5}{G_7 \cdot G} \cdot 100$$

w którym:

G_p - masa pozostałości (asfaltu), g,

G, G_5, G_7 - jak w 2.4.4,

$\sum_{i=1}^{i=n} G_i$ - suma masy wszystkich frakcji olejowych, g.

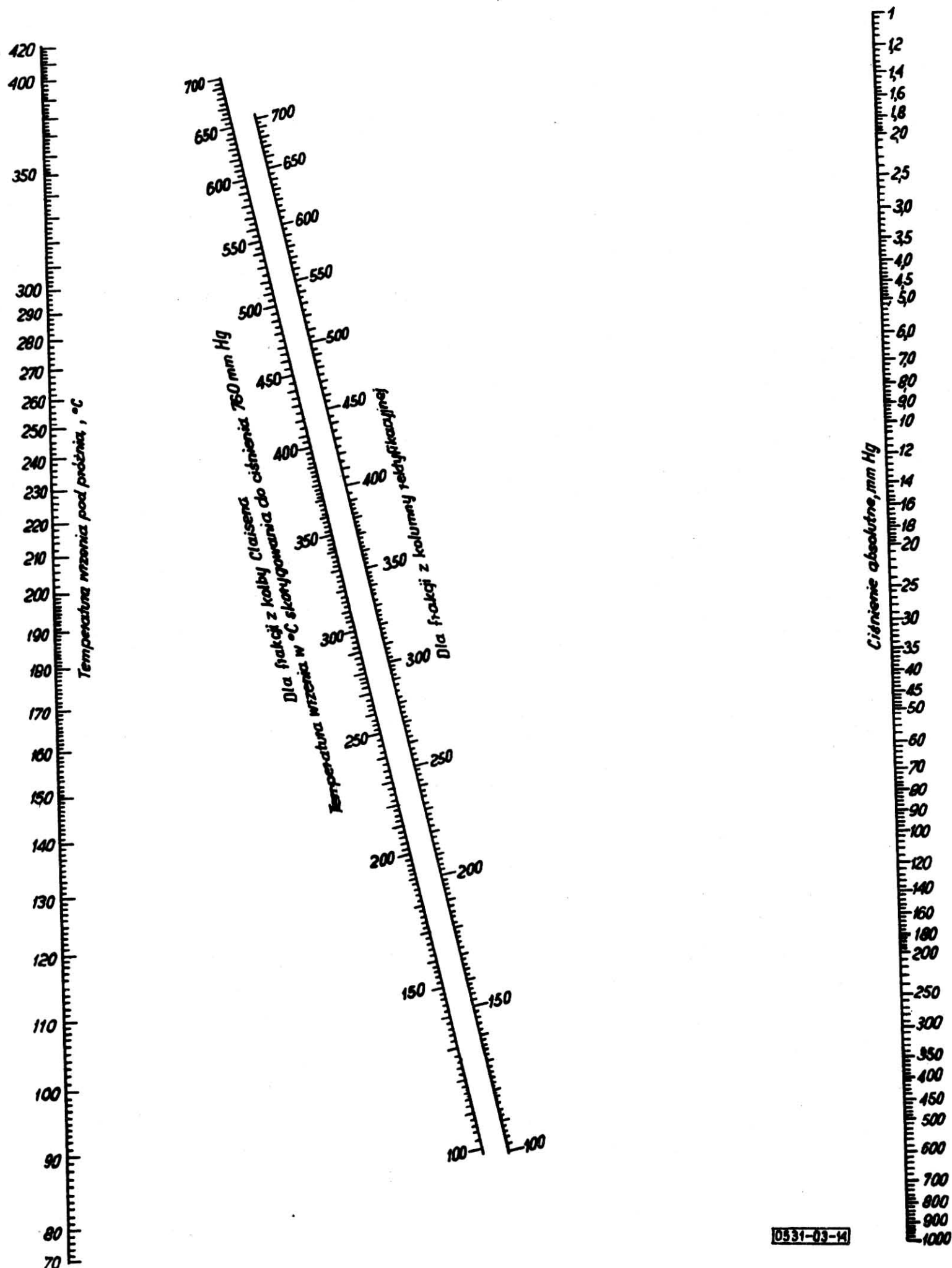
Straty przy destylacji próżniowej nie mogą przekraczać 0,5% ropy wziętej do analizy.

Jeżeli straty przekraczają tę wartość, destylację należy powtórzyć.

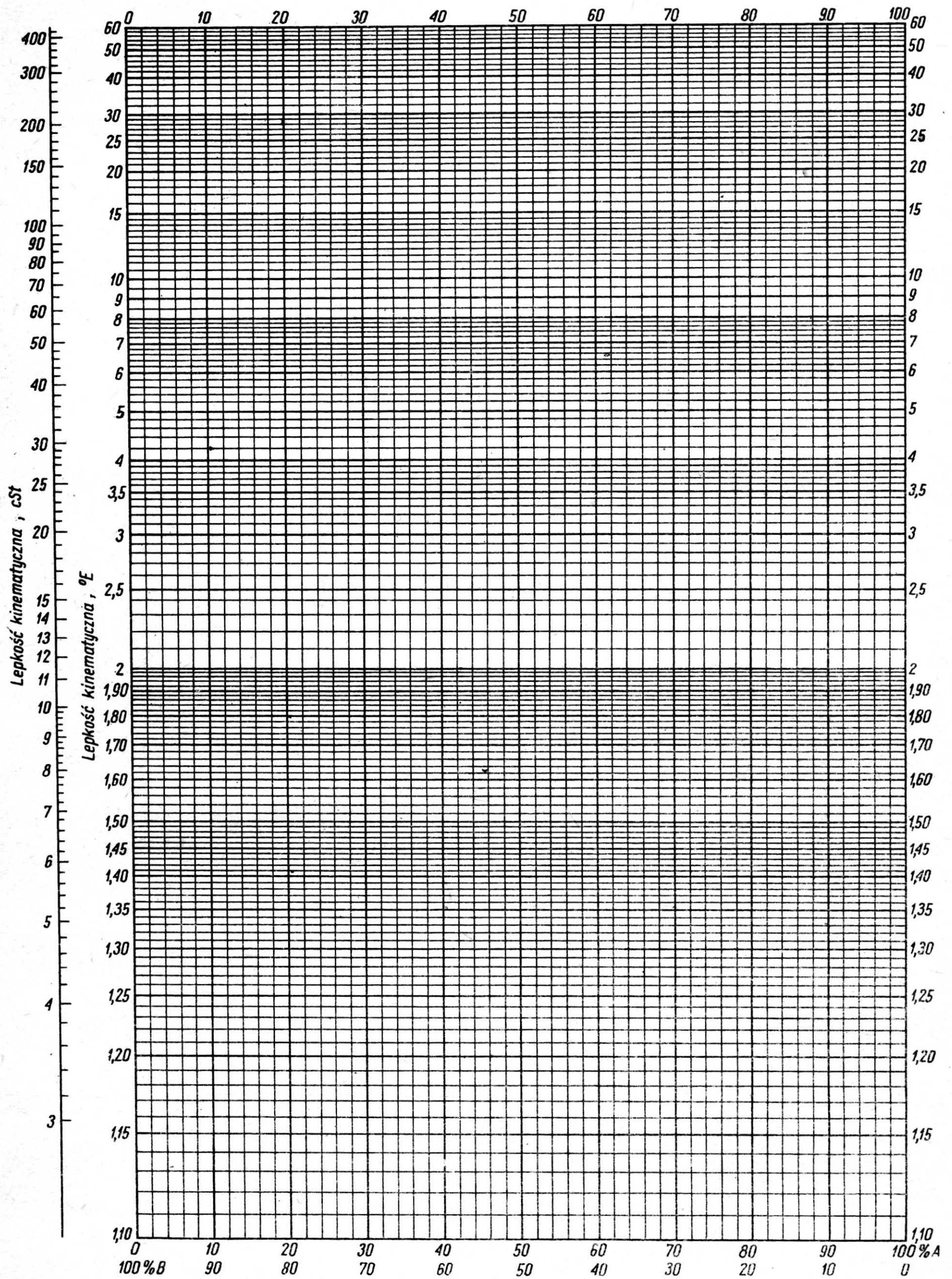
2.5. Liczba oznaczeń. Należy wykonać przynajmniej po dwie destylacje każdego z badanych rodzajów ropy.

2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą:

a) więcej niż o 0,5% wartości bezwzględnej - w przypadku benzyn silnikowych i benzyn lekkich,



Rys. 14. Nomogram do korygowania temperatur wrzenia pod zmniejszonym ciśnieniem do ciśnienia atmosferycznego



0531-03-15

Rys. 15. Nomogram do oznaczania składu procentowego mieszanin o żądanej wiskozie z dwóch składników o znanej wiskozie, oznaczonej w tej samej temperaturze

b) więcej niż o 2% wartości bezwzględnej - w przypadku nafty, paliwa P-2, PSM-2 i P-3 oraz destylatów olejowych.

2.7. Oznaczenie własności fizyko-chemicznych destylatów z ropy parafinowej i bezparafinowej otrzymanych sposobem A

2.7.1. Oznaczenie własności benzyny silnikowej - wg PN-66/C-96025.

2.7.2. Oznaczenie własności nafty - wg PN-58/C-96037.

2.8. Oznaczenie własności fizyko-chemicznych destylatów z ropy parafinowej i bezparafinowej otrzymanych sposobem B

2.8.1. Oznaczenie własności benzyny lekkiej. Należy wykonać następujące oznaczenia:

- a) oznaczenie gęstości wg PN-66/C-04004 (areometrem),
- b) oznaczenie destylacji normalnej wg PN-67/C-04010,
- c) oznaczenie punktu anilinowego wg PN/C-04028,
- d) oznaczenie zawartości węglowodorów aromatycznych wg PN-54/C-04047,
- e) oznaczenie zawartości siarki wg PN-66/C-04090,
- f) oznaczenie całkowitej zawartości siarki wg PN-55/C-04092,
- g) oznaczenie współczynnika załamania światła refraktometrem dowolnego typu,
- h) oznaczenie kwasowości wg PN-67/C-04066.

2.8.2. Oznaczenie własności paliwa P-2 wykonać wg PN-72/C-96026.

2.8.3. Oznaczenie własności paliwa P-3 wykonać wg PN-72/C-96026.

2.8.4. Oznaczenie własności paliwa PSM-2 wykonać wg PN-72/C-96026.

2.8.5. Oznaczenie własności nafty. W przypadku gdy po oddestylowaniu paliwa odbiera się dodatkowo naftę, oznaczyć jej własności wg PN-58/C-96037.

2.9. Oznaczenie własności fizyko-chemicznych destylatów olejowych z rop parafinowych otrzymanych sposobem A i B

2.9.1. Oznaczenie własności oleju napędowego wykonać wg PN-67/C-96048.

2.9.2. Oznaczenie własności oleju parafinowego I. Należy wykonać następujące oznaczenia:

- a) oznaczenie gęstości w temperaturze 20°C wg PN-66/C-04004 (piknometrem),
- b) oznaczenie zawartości parafiny wg PN-74/C-04109,
- c) oznaczenie temperatury zapłonu wg PN-65/C-04008,
- d) oznaczenie temperatury krzepnięcia wg PN-55/C-04016,

e) oznaczenie liczby kwasowej wg PN-67/C-04066,

f) oznaczenie liczby gudronowej wg BN-64/0530-04,

g) oznaczenie zawartości siarki (tylko dla olejów z rop siarkowych zawierających powyżej 0,5% siarki) wg PN-62/C-04091,

h) oznaczenie lepkości kinematycznej w temperaturze 50°C i 100°C wg PN-73/C-04011.

2.9.3. Oznaczenie własności oleju parafinowego II. Należy wykonać oznaczenia wg 2.9.2.

2.9.4. Oznaczenie własności asfaltu. Należy wykonać następujące oznaczenia:

- a) oznaczenie temperatury mięknięcia wg PN-73/C-04021,
- b) oznaczenie temperatury łamliwości wg PN-73/C-04130,
- c) oznaczenie penetracji przy 25°C wg PN-75/C-04134,
- d) oznaczenie ciągliwości w temperaturze 25°C wg PN-71/C-04132.

2.10. Oznaczenie własności fizyko-chemicznych destylatów olejowych z rop bezparafinowych otrzymanych sposobem A i B

2.10.1. Oznaczenie własności oleju napędowego wykonać wg PN-67/C-96048.

2.10.2. Oznaczenie własności destylatów. Należy wykonać następujące oznaczenia:

- a) oznaczenie gęstości wg PN-66/C-04004 (areometrem),
- b) oznaczenie temperatury zapłonu wg PN-75/C-04009,
- c) oznaczenie lepkości kinematycznej w temperaturze 20°C wg PN-73/C-04011,
- d) oznaczenie temperatury krzepnięcia wg PN-55/C-04016,
- e) oznaczenie odczynu wyciągu wodnego wg PN-66/C-04064,
- f) oznaczenie liczby kwasowej wg PN-67/C-04066,
- g) oznaczenie pozostałości po spopieleniu wg PN-65/C-04077,
- h) wskaźnik lepkości wg PN-73/C-04015,
- i) oznaczenie pozostałości po koksowaniu wg PN-75/C-04075,
- j) oznaczenie zawartości siarki wg PN-62/C-04091 (bomba kalorymetryczna),
- k) oznaczenie barwy wg PN-75/C-04037,
- l) oznaczenie zawartości stałych ciał obcych wg PN-58/C-04089,
- ł) oznaczenie zawartości wody wg PN-66/C-04523.

2.10.3. Oznaczenie własności oleju cylindrowego wg PN-61/C-96095.

2.10.4. Oznaczenie własności asfaltu wg 2.9.4.