

## Фракционная перегонка нефти

### Цели эксперимента

- Работать с сырой нефтью и исследовать ее
- Провести фракционную перегонку сырой нефти
- Изучить колонку с пузырьковым лотком
- Понять, что происходит на нефтеперерабатывающем заводе

### Введение

Сырая нефть представляет собой природную смесь веществ, состоящих из различных углеводородов. К ним относятся в основном алканы с прямой цепью и разветвленной цепью, циклоалканы и арены. Однако сырая нефть может иметь различный состав, в зависимости от того, где она находится. Поэтому нельзя сделать никакого общего заявления о его характеристиках. Вместо этого описываются характеристики различных фракций. Но даже тогда мы имеем дело со смесями веществ. На сегодняшний день обнаружено более 500 различных компонентов, в том числе органическая сера соединения и соли. Цвет сырой нефти может варьироваться от светло-желтого и светло-коричневого до угольно-черного. Кроме того, запах сырой нефти может сильно отличаться.

Сырая нефть — это ископаемое сырье, которое в основном служит источником энергии и исходным материалом для химической промышленности. Компонентами сырой нефти являются, например, исходные материалы для красок, лаков, лекарств, моющих и чистящих средств. Однако в нефтехимии только около 7% сырой нефти используется для производства товаров. Остальная часть используется для производства энергии и топлива.

Сегодня предполагается, что сырая нефть образовалась тысячи лет назад в результате разложения органического материала бактериями, ферментами и минеральными катализаторами под давлением и без доступа кислорода. Он встречается в слоях осадочных пород, таких как аргиллит, песчаник и известняк.

Перекачиваемая сырая нефть также содержит природный газ, воду и соли. После удаления этих компонентов он транспортируется по трубопроводам на нефтеперерабатывающие заводы. Здесь, среди прочих процессов, происходит фракционная дистилляция. Она включает нагрев сырой нефти до 400 °C при нормальном давлении в так называемой трубчатой печи (см. рис. 2). Большая его часть немедленно испаряется. Образующаяся здесь парожидкостная смесь поступает в первую фракционирующую колонну. Она содержит многочисленные лотки с отверстиями ("колпачки"). Испаренные фракции поднимаются вверх, охлаждаются и возвращаются в жидкое состояние на различных лотках. На каждом лотке собирается фракция, находящаяся в определенном диапазоне температур кипения. Поскольку в нижней части башни наиболее жарко, здесь скапливаются фракции с самой высокой температурой кипения. Полученные таким образом фракции могут непрерывно стекать с различных лотков. Фракции, полученные в процессе дистилляции, примерно разделены в соответствии с таблицей 1.

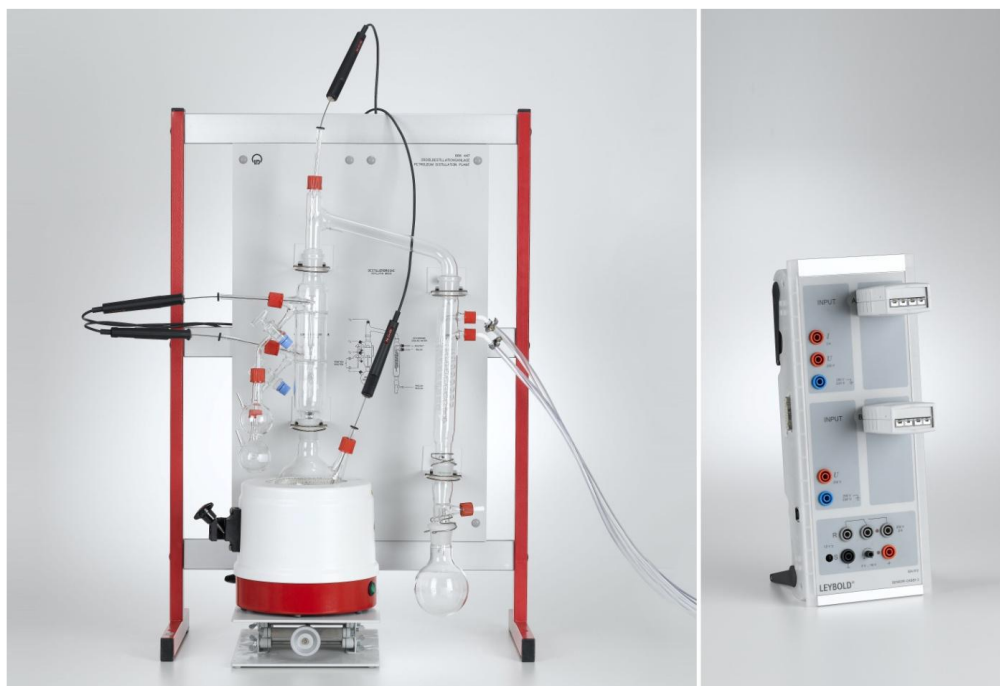


Рисунок 1 Экспериментальная установка.

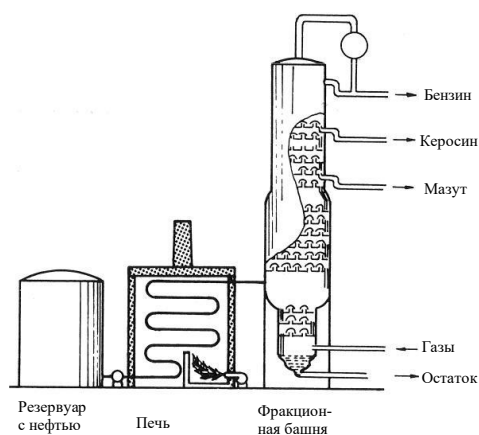


Рис. 2: Иллюстрация перегонки фракционированной сырой нефти при нормальном давлении.

При температуре 400°C не все фракции нефти могут быть полностью отделены при нормальном давлении. Однако температура также не должна превышать 400 °С, так как многие углеводороды разлагаются выше этой точки. Таким образом, остаток от первой дистилляции поступает во вторую дистилляционную колонну, которая находится под пониженным давлением. При этой вакуумной дистилляции компоненты испаряются при более низких температурах.

Таблица 1. Фракции перегонки нефти

Температура	Компонент
≤ 35 °С	Газы (метан, этан) и жидкие газы (пропан, бутан)
35 – 100 °С	Петролейный эфир
100 – 180 °С	Тяжелый бензин
180 – 250 °С	Керосин
250 – 400 °С	Мазут
400 – 550 °С	Воск
>550 °С	Вакуумный остаток

В следующем эксперименте упрощенная перегонка сырой нефти будет проводиться при нормальном давлении в колонне с пузырьковым поддоном. Колонна с пузырьковыми лотками имеет два лотка, на которых, следовательно, можно собирать две фракции. В этом случае мы получим смешанные фракции компонентов, показанных в таблице. Полученные фракции различаются по внешнему виду, вязкости, воспламеняемости и образованию сажи при сгорании. Эти свойства будут исследованы в рамках эксперимента.

### Меры предосторожности

Сырая нефть, в том числе искусственного происхождения, представляет собой смесь множества различных веществ. В их состав также входят канцерогенные вещества. Поэтому следует избегать контакта с кожей.

Подходящими перчатками являются резиновые защитные перчатки. Следует также надеть дополнительную одежду для индивидуальной защиты (защитные очки, лабораторный халат).

Устройство должно быть установлено в вытяжном шкафу. Если это невозможно, важно, чтобы образующиеся отходящие газы направлялись в вытяжной шкаф с помощью трубки. Огонь и аналогичные источники воспламенения должны быть удалены.

### Сырая нефть



Опасно

#### Факторы опасности

H225 Легковоспламеняющаяся жидкость и пар  
 H304 Может быть смертельно при проглатывании и вдыхании  
 H351 Предположительно вызывает рак  
 H411 Токсично для водных организмов с долгосрочными последствиями

#### Указания по технике безопасности

P210 Беречь от тепла/искр/открытого огня/горячих поверхностей. – Не курить.  
 P233 Держать крышку контейнера плотно закрытой.  
 P273 Не допускать попадания в окружающую среду.  
 P280 Пользоваться защитными перчатками/защитной одеждой/средствами защиты глаз/лица.  
 P303 + P361 + P353 При попадании на кожу (или волосы): Немедленно снять всю загрязнённую одежду, промыть кожу водой/под душем.  
 P370 + P378 В случае пожара: Используйте огнетушащий порошок для тушения. Не вдыхайте пары.

### Оборудование и химикаты

- 1 Установка для перегонки сырой нефти, CPS
  - 1 Панельная рама C50, двухуровневая, для CPS
  - 3 Трубка из ПВХ диаметром 7 мм, 1 м
  - 5 Хомут для шланга, 8...12 мм
  - 1 Нагревательная крышка 500 мл, регулируемая
  - 1 Лабораторный стенд
  - 4 Датчик температуры NiCr-Ni, 1,5 мм
  - 4 Втулка для датчика температуры, комплект
  - 2 Адаптера NiCr-Ni, тип K
  - 1 Датчик-Cassy 2
  - 1 Cassy lab 2
  - 1 Мерный цилиндр 250 мл
  - 1 Алюминиевая фольга, 10 м
  - 1 Защитный экран
  - 1 Пинцет, заостренный 130 мм
  - 3 Коническая колба 100 мл, SB 19
  - 3 Пробка
  - 1 Предупреждающие надписи
  - 3 Испарительная тарелка
  - 3 Деревянных поворота, из набора
  - 1 Смазка для запорного крана, 60 г
  - 1 Сырая нефть, 500 мл
  - 1 Камень кипячения 100 г
- Также требуется:
- 1 ПК с Windows XP/Vista/7/8
  - 1 Лабораторный воспламенитель

### Подготовка к эксперименту

#### Настройка оборудования

- 1. Установите оборудование для дистилляции сырой нефти CPS в раму панели.

2. Поместите стеклянную посуду в панель CPS, как описано на панели.

Убедитесь, что все стеклянные соединения и краны запорных кранов надлежащим образом смазаны консистентной смазкой для запорных кранов. Дополнительно закрепите соединения стекол с помощью соединительного зажима.

3. Также подключите охладитель воды, как описано на панели CPS. Для этого холодная вода должна течь снизу вверх.

Трубки, подсоединенные к охладителю, и трубки на водопроводном кране должны быть закреплены хомутами для шлангов, чтобы трубки не оторвались.

4. Теперь под колбу (500 мл) можно поместить лабораторный стенд и нагревательный колпак.

5. Если устройство не находится в вытяжном шкафу: присоедините трубку к боковому крану подачи и закрепите с помощью зажима для шланга, чтобы отводить отходящие газы в вытяжной шкаф (см. рис. 1).

6. Вставьте датчик температуры NiCr-Ni в защитный кожух, а затем вставьте его в устройство в отмеченном месте.

7. Теперь вставьте четыре датчика температуры в два адаптера NiCr-Ni и подключите их к входам А и В на корпусе датчика 2 (см. рис. 1).

8. Подключите датчик CASSY 2 к ПК и запустите программное обеспечение CASSY Lab 2.

9. Загрузите настройки для CASSY Lab 2. Пока не начинайте измерение.

10. Для измерения необходимо выбрать два адаптера, щелкнув по ним на рисунке. Теперь будут записаны четыре температуры.

### Приготовление

1. Чтобы определить также объемные проценты выхода отдельных фракций в конце эксперимента, 150 мл сырой нефти (синтетической) точно отмеряют в измерительном цилиндре и помещают в колбу объемом 500 мл.

2. Теперь в колбу добавляют 6-8 кипящих камней, чтобы предотвратить перегрев.

### Проведение эксперимента

1. Запустите запись температуры в Cassy lab 2 и поднимите нагревательную крышку до такой степени, чтобы колба не поднималась вверх, а была хорошо окружена.

2. Оберните верхнюю часть колбы, которая не окружена нагревательным кожухом, и начальную секцию колонны поддона для пузырьков алюминиевой фольгой. Это облегчает дистилляцию, так как поднимающийся пар не охлаждается так быстро из-за изоляции. Таким образом, он может добраться до первого лотка для пузырьков и закрепиться на нем. Оставьте небольшой глазок свободным, чтобы все еще можно было наблюдать за нефтью.

3. Еще раз проверьте водяное охлаждение, а затем включите нагревательный кожух. Здесь достаточно установки "минимум". В случае перегрева или любого другого случайного происшествия во время дистилляции нагревательную крышку можно немедленно опустить с помощью лабораторного стенда.

4. Запустите запись температуры в Cassy lab 2.

5. Через несколько минут жидкость соберется сначала на первом лотке колонны пузырьков лотков, а затем на втором лотке. Только после этого следует удалять фракции. Скорость капель при удалении фракций должна составлять около 1 капли в минуту. Благодаря охладителю Liebig также

будут собираться пары, которые не конденсируются на поддонах для пузырьков.

6. Эксперимент может быть прекращен, когда температура в колбе, температура поддона, составляет около 240 °С. При этой температуре должны были быть собраны достаточно крупные фракции.

7. Теперь отдельные фракции можно исследовать на цвет, вязкость и образование сажи при горении:

а. Качественно опишите цвет и вязкость фракций и запишите полученные результаты в таблицу.

б. Для исследования образования сажи и воспламеняемости сожгите все три фракции каждая в отдельной выпарной посуде. Для этого поместите небольшое количество фракции в испарительную посуду и подожгите ее с помощью раскаленных деревянных стержней. Запишите образование сажи и воспламеняемость в таблицу.

### Наблюдение

После включения нагревательной крышки температура в колбе повышается, и сырая нефть начинает кипеть через несколько минут. Пары поднимаются вверх, и многократно конденсируются. Первая парожидкостная смесь поступает в первый лоток примерно через 10 минут. Еще через несколько минут пары попадают во второй поддон для пузырьков, и здесь также собирается жидкость.

Часть паров не конденсируется ни на одном из пузырьков лотков. Температура этих паров измеряется в верхней части устройства, так называемая верхняя температура. Это последнее увеличение.

Фракции могут быть удалены, когда температура на обоих пузырьков лотках остается постоянной (в данном случае примерно через 25 минут).

Если дать перегонке продолжаться дольше, то можно наблюдать дальнейшее повышение температуры как пузырьков лотков, так и температуры на вершине. Только в этот момент можно будет собрать фракцию после охладителя.

### Оценка

#### Фракционная перегонка

Для исследования фракционированной дистилляции оценивается температурный профиль отдельных фракций (см. рис. 3).

Первоначально непрерывно повышается только температура поддона. Вслед за этим повышается температура первого и второго лотков. Температура на вершине повышается последней. В эти отдельные моменты времени смесь жидкости и пара достигает этих температурных датчиков, и жидкость собирается на лотках. На каждом лотке достигается равновесие между паром и жидкостью. После достижения этого равновесия эти температуры остаются постоянными в определенных пределах.

Первый поддон для пузырьков содержит фракцию с диапазоном температур кипения около 80-100 °С. Это соответствует легкому бензину с более высокой температурой кипения. Фракция на втором поддоне для пузырьков имеет температуру кипения в диапазоне 50-70 °С и также относится к легким бензинам. Фракции, которые могут быть собраны после охладителя, имеют температуру кипения 25-35 °С и могут состоять из жидких газов, таких как пропан и бутан. Жидкость на первом поддоне для пузырьков имеет температуру около 80-95 °С в равновесном состоянии, а на втором поддоне для пузырьков имеет температуру около 50-70 °С. Это диапазоны температур кипения двух фракций. Диапазон температур кипения верхней фракции определяется

верхней температурой. Эта фракция конденсируется только при хорошем охлаждении, так как ее температура кипения составляет около 35 °С.

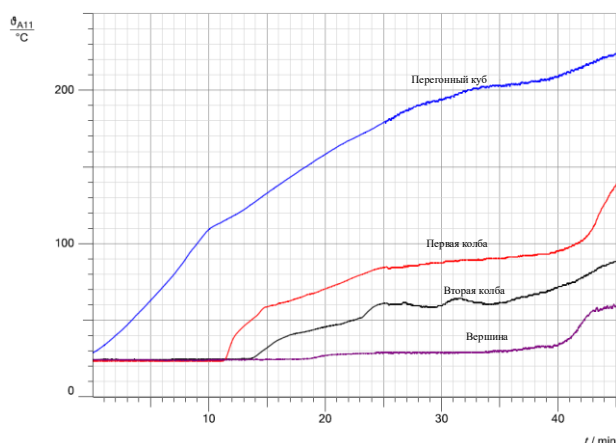


Рис.3 Температурный профиль дистилляции фракционного пузырькового лотка

### Исследование отдельных фракций

Для оценки три полученные фракции дифференцируются по цвету, вязкости, воспламеняемости и образованию сажи (см. табл. 2).

Фракция после охладителя (верхняя фракция) бесцветна и очень летуча. Фракция из второго лотка для пузырьков является нелетучей и очень вязкой. Однако он по-прежнему бесцветен. Фракция на первом лотке для пузырьков светло-желтого цвета, менее летучая и более вязкая.

Таблица 2 Различия во фракциях

	Перегонный куб	Колба 1	Колба 2	Вершина
Диапазон температур кипения [°C]	>100	80-100	50-70	<35
Цвет	Темно коричнево-желтый	Светло желтый	бесцветный	
Вязкость	высокая			низкая
Воспламеняемость	медленная			Быстрая
Сажа	много			мало

Чтобы различать фракции, берут небольшое количество каждой из них и поджигают на выпарной посуде. Это занимает все больше времени, начиная с верхней фракции и заканчивая фракцией в первом лотке для пузырьков, пока не образуется отдельная жидкость. Пламя также становится все более закопченным в том же порядке.

### Результаты

#### Фракционированная дистилляция

Равновесие многократно достигается на отдельных лотках колонны в течение всей дистилляции. На каждом лотке одинаковое количество вещества переходит в газообразное состояние и также конденсируется. По этой причине температура кипения фракции остается постоянной.

Примерно через 40 минут верхняя фракция из 150 мл сырой нефти полностью испарилась. Это проявляется в быстром повышении температуры в этот момент. Это относится аналогично к фракциям на обоих лотках. Фракция на первом лотке для пузырьков затем собирается на втором лотке, фракция второго лотка в верхней фракции.

Фракционная дистилляция сырой нефти обычно осуществляется на непрерывной основе. Здесь такому истощению фракции противодействуют с помощью подходящих технологий контроля.

#### Исследование отдельных фракций

Различные свойства отдельных фракций основаны на содержащихся в них молекулах. В целом можно сказать, что температура кипения соединения увеличивается с размером его молекул. Следовательно, фракция с высокой температурой кипения содержит молекулы с большой длиной цепи. Помимо фактического веса молекул, увеличение температуры кипения также основано на увеличении взаимодействия между отдельными молекулами. С увеличением длины цепи увеличиваются так называемые силы Ван-дер-Ваальса. Они действуют между атомами С или их электронами и вызывают притяжение молекул. Чем больше число электронов окружает молекулу, тем больше силы Ван-дер-Ваальса. Таким образом, молекулы больше не способны так легко переходить в газообразное состояние. Фракции с высокой температурой кипения имеют более высокую вязкость. Это также связано с силами Ван-дер-Ваальса. Отдельные большие молекулы могут проходить мимо друг друга только медленно, потому что они притягиваются друг к другу. Вязкость увеличивается.

Повышенное образование сажи с фракциями с высокой температурой кипения имеет иную причину. При сгорании отдельных фракций всегда имеется одинаковое количество кислорода, но количество сжигаемых атомов углерода увеличивается. Поэтому не все атомы углерода способны вступить в реакцию с кислородом. Вместо этого они становятся видимыми в виде сажи.

#### Очистка и утилизация

Храните отдельные фракции в конических колбах с пробковыми пробками для дальнейших экспериментов. Не следует использовать резиновые пробки, так как на них могут воздействовать пары отдельных фракций. Прикрепите соответствующую предупреждающую этикетку к конической колбе и храните в соответствии с техническими правилами для горючих веществ.

Химикаты и продукты, использованные в эксперименте, классифицируются как опасные отходы в соответствии с Европейским каталогом отходов (EWC). Если переработка невозможна, отходы должны утилизироваться в соответствии с правилами местных властей. Для этого соберите использованные кипящие камни в пластиковый пакет вместе с любыми загрязненными маслом бумажными полотенцами. Также соберите полностью опорожненные контейнеры, которые не высохли, а также остатки сырой нефти и утилизируйте их вместе как специальные отходы.

Грубо очистите дистилляционную колбу, если она будет использоваться для дальнейших экспериментов с сырой нефтью.