

آزمایشگاه نفت

shimiomd.blog.ir

آزمایش شماره یک

عنوان: اندازه گیری چگالی نفت

تئوری آزمایش:

نفت خام مایعی است غلیظ به رنگ سیاه یا قهوه ای تیره که اساساً از هیدروکربن ها تشکیل شده است . در مورد منشأ نفت و طرز تشکیل آن هر صاحب نظری به مقتضای تخصص و تجارب شخصی خود عقیده ای بیان نموده است که در نهایت به یکی از دو نظریه منشأ معدنی و یا منشأ آلی نفت منجر می شود.

الف – نظریه منشأ معدنی

نظریه منشأ معدنی نفت که در ابتدای قرن بیستم به وسیله اکثر شیمیدانها و زمین شناسان مورد قبول واقع شده بود، در حال حاضر رد شده است و صرفاً از نظر تاریخیچه ای ، علل مطرح شدن آن ذکر می گردد

- در ۱۸۸۹ " مندلیف" براساس یک رشته آزمایش ها و با فرض حضور کربورهای فلزی در لایه های عمیق پوسته زمین، نظریه " برتلو" را تأیید کرد .
- در ۱۹۰۱ "ساباتیه و ساندرنس" استیلن را در دمای $200-300^{\circ}\text{C}$ در حضور کاتالیزورهای نیکل و آهن احیا شده ، هیدروژن دار کردند و گستره نسبتاً کاملی از هیدروکربن های موجود در نفت خام را بدست آوردند . با آنکه نظریه معدنی بودن منشأ نفت در ابتدا به سهولت پذیرفته شده بود، طولی نکشید که با ایرادهای زیادی مواجه گشت که منجر به کنار گذاشتن آن شد . نقاط ضعف این نظریه به قرار زیر می باشند :

- فلزات قلیایی و کربورهای فلزی که در سنتز " برتلو" به کار رفته بودند ، عملاً در میان عناصر سازنده پوسته زمین شناسایی نشده اند .
- تجمع های هیدروکربنی اغلب در زمین های رسوبی و در اعماق نسبتاً اندک یافت می شوند و در این نقاط دما پائین تر از حد لازم برای سنتزهای مورد نظر است .
- در نفت خام ترکیبات نیتروژن دار و اجسام فعال نوری وجود دارند که نشان دهنده منشأ آلی آن می باشند .

ب – نظریه منشأ آلی نفت

امروزه می توان گفت که نظریه منشأ آلی برای نفت خام نسبت به هر نظریه دیگری قابل قبول تر است . این نظریه به دلایل زیر متکی است :

- نفت خام همیشه در لایه های رسوبی یافت می شود که همواره مقدار زیادی از مواد آلی نیز در این لایه وجود دارند . بقایای این مواد اعم از گیاهی و یا حیوانی محتوی مقدار زیادی کربن و هیدروژن (سازنده های اصلی نفت خام) می باشند .
- نفت های خام محتوی ماده ای به نام پورفیرین می باشند . این ماده فقط در عامل سرخی خون (همین) حیوانات و نیز در سبزینه گیاهان وجود دارد .

- اکثر نفت های خام خاصیت چرخش سطح پلاریزاسیون نور را دارند . این خاصیت مربوط به وجود کلاسترون است که ماده ای است با منشأ حیوانی یا گیاهی .
- با قبول نظریه آلی بودن منشأ نفت ، سوالات زیر مطرح می شوند :
- مواد آلی مولد نفت ، خود از کجا آمده اند ؟
- تحت چه شرایطی این مواد آلی با رسوب ها مخلوط و حفظ شده اند ؟
- روند تبدیل این مواد به هیدروکربن های نفتی چگونه بوده و چه مدت طول کشیده است ؟

در پاسخ به سوالات مطالب زیر ارائه شده اند :

الف – مواد آلی اولیه

به نظر می رسد که موجودات بسیار کوچک و بیشماری که در دریاها، دریاچه ها و مردابها زندگی می کنند و پلانکتون (فیتوپلانکتون و زئوپلانکتون) نامیده می شوند، منشأ مواد آلی مولد نفت باشند . توزیع پلانکتون ها در سطح دریاها یکنواخت نیست . این موجودات در قسمت بالای آب دریاها (عمق ۵۰ تا ۱۰۰ متری) که اشعه خورشید نفوذ می کند و نیز در مجاورت سواحل متمرکزند . تولید مثل این موجودات بسیار زیاد است و پس از نابودی در کف دریاها رسوب کرده، قسمت اعظم مواد آلی ای را تشکیل می دهند که بعداً با رسوبهای مختلف مخلوط می شوند . البته پلانکتون ها تنها منبع مواد آلی نیستند . آب رودخانه هایی که به دریا می ریزند حاوی مقداری مواد هیومیک است که ترکیبشان نزدیک به هیدروکربن هاست .

ب – شرایط رسوب کردن

تنها قسمت کوچکی از مواد آلی پلانکتونی می تواند به اعماق دریا رسیده با رسوبها مخلوط شود . بقیه اجساد پلانکتونی به هنگام سقوط به اعماق دریا به وسیله باکتری های هوازی از بین می روند و هر چه میزان اکسیژن محلول در آب بیشتر باشد ، حمله این باکتری ها شدیدتر است . مقدار مواد آلی که به اعماق آبهای فلات قاره می رسند ۵-۲٪ و در مورد اعماق اقیانوس ها ۰/۰۵٪ – ۰/۰۲٪ مقدار اولیه است . یکی از عوامل موثر در حفظ و نگهداری مواد آلی ته نشین شده در اعماق آبها، دانه بندی رسوبهای معدنی در این اعماق است . اگر این رسوبها درشت دانه بوده (شن و ماسه) و آبها نیز مقداری اکسیژن داشته باشند، مواد آلی از تأثیر مخرب باکتری های هوازی در امان نبوده، از بین می روند ولی اگر رسوبها ریزدانه باشند(رس یا آهک)، مواد آلی بسرعت مدفون شده، از اثر باکتریهای هوازی مصون می مانند .

ج – تبدیل مواد آلی به هیدروکربن ها

مواد آلی موجود در رسوبها حاوی ۳۵-۱۵٪ اکسیژن و ۱۰-۷٪ هیدروژن می باشند در حالی که مواد نفتی حداکثر ۴٪ اکسیژن و ۱۵-۱۱٪ هیدروژن دارند . بنابراین تبدیل مواد آلی به هیدروکربن ها یک پدیده احیاست که به کمک باکتری های غیرهوازی موجود در اعماق آبها صورت می گیرد . بدین ترتیب مواد آلی طی یک رشته واکنش های فساد و تجزیه میکروبی تراکم و پلیمری شدن ، به ماده هیدروکربنی بسیار غلیظی به نام کروژن تبدیل می شوند . مجموعه این تغییر و تبدیل ها را دگرگونی دیاژنتیک می نامند . این دگرگونی از لایه های یک متری آغاز شده، تا اعماق هزار

متری ادامه می یابد و مدت آن نیز ۵ تا ۱۰ هزار سال است. با ادامه رسوب گذاری، عمق لایه ها نیز زیاد می شود و در نتیجه فشار و دما افزایش می یابند. تحت چنین شرایطی ($t > 100^{\circ}\text{C}$, $P > 100$) کروژن در اثر تجزیه حرارتی به هیدروکربن های مایع سبکتر تبدیل می گردد و با ادامه رسوب گذاری، مقداری از این هیدروکربن ها در اثر شکست تبدیل به هیدروکربن های سبک و گاز متان می شود. شکل I-۱-۱ روند دگرگونی مواد آلی را تا تشکیل نفت نشان می دهد.

تشکیل معادن نفتی

پس از آنکه نفت در سنگ مادر تشکیل شد، در معرض نیروهای مختلفی نظیر وزن رسوبهای فوقانی، نیروهای مربوط به زمین شناسی ... قرار می گیرد. فشرده شدن رسوبها باعث می شود که آب و نفت از سنگ مادر خارج شده به طرف سنگ های نفوذپذیرتر (سنگ مخزن) جریان یابند. این جریان نفت معمولاً به طرف لایه های فوقانی که فشردگی کمتری دارند صورت می گیرد. حرکت نفت از سنگ مادر به سمت سنگ مخزن را هجرت اولیه می گویند. اگر در مسیر جریان نفت مانعی نباشد که آن را ننگه دارد، سرانجام نفت به سطح زمین می رسد و از بین می رود. موانعی که نفت را از حرکت باز می دارند و باعث تجمع آن در یک محل می شوند، تله یا نفتگیر نامیده می شوند. چگالی نفت خام که معمولاً برحسب درجه API بیان می شود، یکی از معیارهای قیمت گذاری آنست. معمولاً چگالی نفتهای خام در محدوده $1/000 - 0/008$ قرار دارد ولی نفتهایی نیز با چگالی پایین تر ($0/787$ در مورد نفت خام آلاسکا) و یا بالاتر ($1/028$ در مورد نفت خام کالیفرنیا) شناسایی شده اند. معمولاً نفتهای خام با توجه به چهار دسته تقسیم می شوند:

نفت خام سبک

نفت خام متوسط

نفت خام سنگین

نفت خام خیلی سنگین

شرح آزمایش:

هیدرو متر را درون استوانه مدرجی که محتوی نفت است قرار داده و عدد مربوط به s.g نفت را قرائت می کنیم. دقت آن 0.001 است. در قسمت پایین جیوه قرار دارد که مقدار جیوه آن معادل عددی است که روی آن درج شده است. اگر هیدرومتر تا آخر در سیال فرو رفت یعنی هیدرومتر از سیال سنگینتر است و مناسب نیست. از مانومتر دارای رنج 0.9 تا 0.95 استفاده می کنیم. لذا s.g نفت ما 0.867 اندازه گیری شده و s.g آب دارای ناخالصی برابر 0.997 شد.

آزمایش شماره ی دو

عنوان آزمایش: تعیین نقاط اشتغال و احتراق به روش سر باز و سر بسته

حالت سر باز:

تئوری آزمایش: (flash point fire point)

در این آزمایش ، مقدار معینی از نمونه در ظرف سر باز با سرعت ثابت گرم می شود . هنگامی که مقدار کافی از ترکیبات فرار تبخیر و در بالای نمونه جمع شده عبور یک شعله ی کوچک از روی نمونه باعث ایجاد جرقه ای می گردد . در این حال دمای نمونه نشان دهنده نقطه ی اشتغال (flash point) می باشد . اگر گرم کردن نمونه ادامه یابد به نقطه ای میرسیم که جرقه ای دیگر ایجاد شده خاموش نخواهد شد . دمای مربوط معرف نقطه ی احتراق (flash point) می باشد . به طور کلی با توجه به نوع استفاده ای که از یک نمونه ی هیدروکربن مایع در صنعت می شود می توان دمای نقطه ی احتراق را به ۲ روش بدست آورد.

روش اول : استفاده از دستگاه در باز (مربوط به این آزمایش)

روش دوم : استفاده از دستگاه در بسته

اهداف آزمایش :

- ۱) این آزمایش مشخص می نماید که میزان مواد فرار در نمونه چقدر است .
 - ۲) دانستن نقطه ی اشتغال معلوم می کند که تا چه دمایی می توان یک فرآورد را بدون ایجاد خطر گرم و یا در یک ظرف سر باز نگهداری کرد .
- وسایل و مواد مورد نیاز آزمایش :

۱) نمونه نفت خام

۲) دستگاه آزمایش (Cleveland open cup tester) که شرح آن در زیر آمده است .

شرح دستگاه آزمایش :

سنگاه آزمایش همانگونه که در شکل مربوط به آن مشاهده می کنید . به طور کل دارای اجزاء و بخش های زیر است .

گرم کن (heater) که به وسیله ی جریان الکتریکی عمل گرم کردن سیال را انجام می دهد به طوری که سیال در ظرف آن در دستگاه ریخته می شود و گرم کن زیر این ظرف قرار می گیرد

ترمومتر الکترونیکی (Thermometer) : ترمومتر یا دماسنج ، در واقع دمای درونی سیال را به ما می دهد .

نکته : توجه داشته باشید که علت عدم استفاده از دماسنج دستی آن است که

اولاً : دقت دماسنج الکترونیکی از دماسنج دستی بالا تر است .

ثانیاً: ممکن است در طی انجام آزمایش دماسنج دستی شکسته و از بین برود .
توجه کنید دمای نشان داده شده بوسیله ی دماسنج بر حسب درجه ی سانتی گراد (سلیسیوس) می باشد .
دکمه ی تنظیم درجه ی انتقال حرارت : که می توان با کمک این دکمه در واقع سرعت گرم کردن سیال درون ظرف را افزایش و یا کاهش داد .
منبع گاز و شعله : با کمک این منبع و شعله ای که بر روی ظرف تعبیه شده است . می توان جرقه ی مورد نظر را بر روی سیال هیدروکربنی مشاهده نمود .
روش آزمایش :

در این آزمایش ابتدا مقداری از سیال هیدروکربنی مورد نظر را در درون ظرف تعبیه شده در دستگاه می ریزیم سپس دستگاه آزمایش را روشن می نمائیم و با کمک دکمه ی درجه ی انتقال حرارت ، در ابتدای آزمایش درجه ی انتقال حرارت را بالا می بریم با سیال با سرعت بالاتری شروع به گرم شدن نماید آنگاه در حالی که دستگاه در حال گرم کردن نمونه ی مورد نظر است ، شیر مربوط به گاز را باز کرد و شعله ی گاز را روشن می نمائیم . هنگامی که دما شروع به بالا رفتن نمود و بخارات هیدروکربنی از روی سیال متصاعد شدند آنگاه شعله ی آتش را به آرامی بر روی نمونه ی آزمایشی برده و نگاه می کنیم که آیا جرقه ای زده خواهد شد و یا خیر . هنگامی که دما به میزان کافی بالا رفت و بخارات با سرعت بالاتری متصاعد شدند درجه ی انتقال حرارت را پائین می آوریم و مجدداً با دقت شعله را از روی سیال عبور می دهیم . هنگامی که اولین جرقه زده شد ، دما را یادداشت کرده و آن را به عنوان دمای اشتعال (flash point) گزارش می کنیم سپس دوباره اندکی صبر می کنیم تا دما به قدری بالا رود که دیگر جرقه ی زده شده خاموش نگردد آنگاه این ها همان دمای احتراق (flash point) خواهد بود .
سپس دستگاه را خاموش کرده و به آرامی شعله را خاموش می کنیم .

نتایج آزمایش :

- 1- در این آزمایش دمای نقطه ی اشتعال (flash point) ، 194 درجه ی سانتی گراد اندازه گیری گردید .
- 2- با افزایش دمای یک سیال هیدروکربنی مایع تا رسیدن به نقطه ی فشار حباب و یا همان (bubble point) و یسکوزیته کاهش می یابد و از نقطه ی حباب به بعد و یسکوزیته افزایش می یابد .

خطاهای آزمایش :

خطاهای انجام شده در این آزمایش عبارتند از :

۱- از آنجایی که ما سیال هیدروکربنی موجود در ظرف را بر هم نمی زنیم، دمایی که توسط ترمومتر نشان داده می شود از دقت کافی برخوردار نیست زیرا دمای سیال در پایین ظرف ، در نزدیکی گرم کن (heater) از دمای آن در بالای ظرف و به مراتب بیشتر است . بنابر این در صورت بر هم زدن سیال ، دمایی نشان داده شده دقیق تر می بود .

۲- خطای دید : از آنجایی که در نزدیکی نقطه ی احتراق و اشتعال دما به سرعت بالا می رود ، امکان دارد که ما به طور صحیح لحظه ای را که جرقه زده می شود نبینیم و در نتیجه دما را به درستی گزارش ننمائیم.

تعیین نقاط اشتعال و احتراق به روش سر بسته

(fire point) & (flash point)

تئوری آزمایش :

در این آزمایش مقدار معینی از نمونه در ظرف سر بسته با سرعت ثابت گرم می شود . هنگامی که مقدار کافی از ترکیبات فرار تبخیر شد و در محوطه ی بسته ی ظرف آزمایش جمع آوری گردید ، آنگاه عبور یک شعله (مربوط به دستگاه) از روی آن بخارات موجب ایجاد یک جرقه بر روی نمونه خواهد شد این جرقه در واقع نشانگر آن است که دمای مواد هیدروکربنی درون ظرف به نقطه ی اشتغال خود رسیده است . لذا ما این دما را به عنوان (flash point) در نظر می گیریم حال اگر مقداری بیشتر به هیدروکربن گرما و حرارت داده شود به دمای احتراق (flash point) خواهد رسید به طوری که دیگر شعله خاموش نخواهد شد .

اهداف آزمایش :

۱) این آزمایش اولاً می تواند میزان مواد فرار در نمونه را برای ما نشان دهد به طوری که هر چه دمای اشتعال ماده هیدروکربنی بالاتر باشد ، یعنی میزان مواد فرار موجود در نمونه کمتر خواهد بود ولی هر چه میزان مواد فرار بیشتر باشد ، مقدار آنها زودتر به آن میزانی خواهد رسید که با عبور یک شعله ی کوچک از روی آن جرقه ی لازم زده شود .

۲) دانستن این مطلب که با توجه به نقطه ی اشتغال و احتراق یک ماده هیدروکربنی ، تا چه دمایی و بدون ایجاد خطر می توان یک ماده هیدروکربنی را در یک ظرف سر بسته نگهداری نمود .

وسایل مورد نیاز در آزمایش :

۱- نمونه ای از یک نفت خام

۲- دستگاه آزمایش (PENSKEY)

شرح دستگاه آزمایش :

دستگاه مربوط به این آزمایش همانگونه که در شکل مربوط به آن مشاهده می کنید از اجزاء زیر بوجود آمده است :

۱) گرم کن (heater) : که توسط جریان الکتریکی عمل گرم کردن سیالی را بر عهده دارد که درون ظرف سر بسته ی دستگاه قرار گرفته است .

۲) همزن : به کمک همزن ، مواد هیدروکربنی موجود درون ظرف سر بسته به طور مداوم برهم زده می شود تا دمای سیال در تمامی نقاط آن یکسان گردد و لذا دماسنج دمای دقیق تری از سیال را به ما نشان دهد .

۳) ترمومتر الکتریکی (Electrical Thermometer) : ترمومتر یا دماسنج در واقع دمای سیال درون ظرف سر بسته را به ما نشان می دهد .

توجه : علت عدم استفاده از دماسنج دستی علاوه بر آنچه در آزمایش شماره ی یک شرح داده شد آن است که در این آزمایش درب ظرف به طور کامل در طول آزمایش بسته خواهد بود و ما نمی توانیم دماسنج را درون آن قرار دهیم .

۴) دکمه ی تنظیم درجه ی انتقال حرارت : به کمک آن می توان سرعت گرم کردن سیال را در طول انجام آزمایش تغییر داد . چنانچه در ابتدای آزمایش بایستی به منظور بالا بردن سرعت گرم شدن سیال دکمه را روی اعدادی چون ۱۰ یا ۹ تنظیم کرد ولی با گذشت زمان و رسیدن به نقطه ی اشتعال می بایستی این سرعت را کاهش دهیم .

۵) منبع گاز و شعله : با کمک این منبع و شعله ای که بر روی آن تعبیه شده است می توان جرقه را بر روی سیال مشاهده نمود .

۶) ظرف در بسته ای برای قرار دادن سیال نیز در این دستگاه تعبیه شده است که دارای دو سوراخ می باشد . یکی از این سوراخ ها جهت عبور دادن شعله از روی سیال هیدروکربنی می باشد و سوراخ دیگر برای دیدن جرقه و یا شعله ور شدن سیال تعبیه شده اند . همچنین یکی از علل اصلی تعبیه ی این سوراخ ها جلوگیری از تجمع بخارات درون ظرف و همچنین جلوگیری از خطر انفجار ظرف می باشد .

روش آزمایش :

در این آزمایش ابتدا مقداری از سیال (مواد هیدروکربن) مورد نظر را درون ظرف سر بسته میریزیم . سپس دستگاه آزمایش را روشن کرده و با کمک دکمه ی تنظیم درجه ی انتقال حرارت ، میزان درجه ی انتقال حرارت به سیال را تعیین می کنیم . آنگاه شعله ی گاز را روشن کرده و منتظر می مانیم . هر چند دقیقه یکبار با کمک دسته ای که بر روی دستگاه تعبیه شده است و

چرخاندن آن شعله را از روی مواد هیدروکربنی عبور داده و نگاه می کنیم که آیا جرقه ای زده می شود یا خیر .

آن قدر این عمل را انجام می دهیم تا سر انجام یک جرقه (شعله ی ناگهانی کوچک) از درون سوراخ تعبیه شده بر روی درب ظرف مشاهده گردد . آنگاه این دما را به عنوان دمای اشتعال (flash point) سیال یادداشت می نمایم . سپس درجه ی انتقال حرارت را کاهش می دهیم و چند لحظه صبر می کنیم تا دما اندکی بالاتر رود به طور که عبور شعله از روی نمونه هیدروکربنی ، جرقه ی روشن شده شعله ور گردد و دیگر خاموش نشود . در واقع این دما همان دمای احتراق (fire point) نمونه خواهد بود . آنگاه دستگاه را خاموش می کنیم و شعله ی روشن شده را نیز از بین می بریم .

نتایج آزمایش :

نتایج بدست آمده از این آزمایش به صورت زیر می باشد :

۱- در این آزمایش دمای نقطه ی اشتعال (flash point) ، ۱۹۸ درجه ی سانتی گراد اندازه گیری گردید .

۲- از مقایسه نتایج بدست آمده از این آزمایش و آزمایش شماره ی یک مشاهده می شود که دمای

اشتعال و احتراق بدست آمده از این آزمایش ، از دمای اشتعال و احتراق بدست آمده از

آزمایش ما قبل تقریباً کمتر می باشد . علت این امر آن است که در این جا چون درب ظرف

بسته می باشد ، بخارات فرار حاصل از مواد هیدروکربنی سریعتر می توانند تجمع یابند در

حالی که در روش قبل چون با هوای آزاد سر و کار داشتیم ممکن بود که بخارات ایجاد شوند

اما تحت تاثیر عواملی چون باد و ... پراکنده گردند .

خطاهای آزمایش :

۱- یکی از اصلی ترین خطاهای این روش خطای عدم تکرار آزمایش مورد نظر می باشد . زیرا

همانگونه که می دانید رنج مشخص و معینی برای دمای اشتغال و احتراق این نمونه

هیدروکربنی در اختیار نداریم . بنابراین بایستی برای بدست آوردن نتایج بدست آمده ، می

توان بهترین نتیجه را بیان نمود . حال آنکه ما فقط یک بار این آزمایش را انجام می دهیم .

۲- ممکن است در طی این واکنش ، ما زودتر از دمای بدست آمده به نقطه ی اشتعال رسیده باشیم

که به خاطر عدم دقت و یا خطای دیده دمای عنوان شده بدست آمده است .

آزمایش شماره سه

عنوان : تعیین

۱. نقطه ی ابری شدن (cloud point)

۲. نقطه ی انجماد (freezing point)

۳. نقطه ی ریزش (pour point)

تئوری آزمایش :

در این آزمایش نمونه را به آهستگی و بدون بر هم زدن آن سرد می نمائیم . همگامی که نمونه حالت کدر و شیری رنگ به خود گرفت ، دما را یادداشت می نمائیم . این دما همان دمای ابری شدن و یا دمای (cloud point) می باشد . اکنون اگر نمونه را بیشتر سرد نمائیم خواهیم دید پس از مدت زمانی نمونه سخت شده و دیگر حرکت نمی کند در این حالت که اصطلاحاً به آن منجمد شدن نمونه گویند . دما را یادداشت کرده و به عنوان دمای انجماد (freezing point) آن عنوان می کنیم . در صورتیکه پس از منجمد شدن نمونه ، آن را کمی گرم کنیم خواهیم دید که در دمای نمونه شروع به مایع شدن می نماید . لذا دمایی را که در آن اولین قطره مایع از نمونه ی منجمد شده بدست می آید ، تحت عنوان نقطه ی ریزش (pour point) بیان خواهد شد .

اهداف آزمایش :

به طور کلی اهداف اصلی این آزمایش عبارتند از :

۴. تعیین دمای نقطه ی ابری شدن (cloud point)

۵. تعیین دمای نقطه ی انجماد (freezing point)

۶. تعیین دمای نقطه ی ریزش (pour point)

۷. تعیین میزان پارافین ها در روغن و یا مقدار هیدروکربنها یی یا نقطه ی انجماد بالا در

سایر فرآورده های نفتی

وسایل و مواد مورد نیاز آزمایش :

۸. دماسنج جیوه ای

۹. روان کننده به عنوان نمونه

۱۰. دستگاه آزمایش (cloud and pour point)

۱۱. الکل (برای ریختن در دستگاه آزمایش)

۱۲. لوله ی آزمایش با درب چوب پنبه ای برای آن

شرح دستگاه آزمایش :

نام این دستگاه (cloud and pour point ASTM D97) می باشد که از قسمت ها و اجزاء زیر تشکیل شده است :

۱۳ . محفظه ی سرد کننده : این محفظه با الکل پر شده است . همانگونه که می

دانید از الکل برای انتقال حرارت بهتر استفاده می گردد .

۱۴ . دماسنج الکتریکی : این دماسنج در واقع دمای سیال (الکل) درون محفظه را به ما نشان می دهد .

۱۵ . دکمه ی تنظیم دما : (set point) : به وسیله ی این دکمه می توان حداقل

دمایی را که می خواهیم سیال داشته باشد را به دستگاه بدهیم بنابراین دمای دستگاه از

این دما پایین تر نخواهد آمد . علت استفاده از این دکمه آن است که ظروف چینی

مختلف دارای ضریب حرارتی (انبساط یا انقباض) مختلفی هستند . بنابراین ممکن

است دمای دستگاه آنقدر پایین بیاید که موجب ترک خوردن و نهایتاً شکستن ظرف

بلوری گردد .

روش آزمایش :

در این آزمایش ابتدا درون محفظه ی سرد کننده ی دستگاه مقداری الکل می ریزیم سپس درون یک لوله ی آزمایش مقداری از مواد هیدروکربنی میریزیم . سپس درب لوله ی آزمایش را بسته و آنگاه از طریق سوراخی که درون درب لوله ی آزمایش تعبیه شده است ، دماسنج جیوه ای را به داخل ظرف آزمایش می رانیم سپس لوله آزمایش را درون محفظه ی سرد کننده ی دستگاه قرار

می دهیم و آنگاه دستگاه را روشن می کنیم و دکمه ی تنظیم های آن را روی دمایی مانند ۲۵ درجه ی سانتی گراد تنظیم می نمائیم سپس در حالی که به دقت به دماسنج جیوه ای نگاه می کنیم ، هر

چند دقیقه یک بار هم لوله ی آزمایش را از محفظه ی سرد کننده بیرون می آوریم و به حالت ماده

ی روانکار درون آن توجه می کنیم که آیا حالت شیری رنگ و کدر پیدا کرده است یا خیر . این

کار را آنقدر انجام می دهیم تا سرانجام به دمایی برسیم که در آن ماده روانکار حالت شیری رنگ

یا ابری پیدا کند (دقیقاً مانند حالتی که نوشابه با باز کردن درب آن پس از سرد شدن زیاد پیدا می

کند) آنگاه این دما را یادداشت می کنیم و به عنوان دمای ابری شدن (cloud point) آن را بیان

می کنیم . سپس مجدداً لوله ی آزمایش را درون محفظه ی سرد کننده قرار می دهیم و باز هم صبر

می کنیم تا دمای پائین تر رود تا هنگامی که به ماده به طور کامل منجمد گردد و دیگر حرکت

نکند . بنابراین این دما همان دمای نقطه ی انجماد (freezing point) خواهد بود پس از تحقیق

از تعیین دماهای نقاط ابری شدن و انجماد ، دستگاه آزمایش را خاموش کرده و این بار به لوله ی

آزمایش که درون آن ماده روانکار منجمد قرار گرفته است ، اندکی حرارت می دهیم تا اینکه اولین قطره ی مایع از ماده ی روانکار بدست آید . سپس این ماده را یادداشت می کنیم و به عنوان دمای نقطه ی ریزش (pour point) آن را ذکر می نمائیم .

نتایج آزمایش :

۱. در این آزمایش دمای نقاط ابری شدن ، انجماد و ریزش به صورت زیر بدست آمد :
دمای نقطه ی ابری شدن : (-۶) درجه سانتی گراد
دمای نقطه ی انجماد : (-۱۳) درجه سانتی گراد
دمای نقطه ی ریزش : (-۱۰) درجه سانتی گراد
 ۲. همانگونه که در شکل مربوطه مشاهده می کنید در درون لوله ی آزمایش مقداری از ناخالصی ها و دیگر مواد وجود دارند که در زیر نمونه ی روانکار بصورت مایع قرار گرفته اند و این در حالی است که ماده روانکار خود به صورت جامد می باشد .
 ۳. به هنگام کاربرد فرآورده های نفتی و به ویژه برای پمپ کردن آنها در زمستان باید نقطه ی ریزش را به عنوان حداقل دمایی که می توان فرآورده را در آن دما نگه داری نمود تا منجمد نگردد و یا مشکلی برای آن پیش نیاید در نظر گرفت .
 ۴. از آنجایی که دمای نقطه ی انجماد (freezing point) ، حدوداً ۵ درجه سانتی گراد از دمای نقطه ی ریزش (pour point) کمتر است (برای یک ماده ناخالص) ، همانگونه که اشاره شد اگر بخواهیم محصولمان یخ نزند ، حداقل دمایی را که در نظر می گیریم نقطه ی ریزش (pour point) است .
 ۵. ASTM یک استاندارد آمریکایی برای آزمایشات است که برای این آزمایش (۹۷ D) می باشد .
 ۶. از آنجایی که ماده خالص با ماده مرگب متفاوت است ، در ماده خالص دمای نقطه ی ریزش با دمای نقطه ی انجماد با هم برابرند .
- خطاهای آزمایش :

۱. خطاهای آزمایش : ممکن است در این آزمایش ما در دمای بالاتری نسبت به دمای ذکر شده به نقطه ی ابری شدن برسیم ولی چون کمی دیر نمونه را نگاه کرده ایم ، دمای پائین تری را به عنوان دمای ابری شدن و یا حتی دماهای انجماد و ریزش در نظر بگیریم .
۲. خطاهای مربوط به دماسنج : ممکن است دماسنج به طور واقعی دمای سیال را نشان ندهد یعنی دمای بالاتر و یا دمای پائین تری را به ما نشان دهد .

آزمایش شماره چهار

عنوان :

تعیین مقدار آب همراه نفت

هدف آزمایش:

اندازه گیری آب همراه نفت

تئوری:

نفت خام اساساً از هیدروکربن های پارافینی، نفتی و آروماتیک تشکیل شده است . علاوه بر این، مقدار کمی ترکیبات گوگردی، نیتروژن دار، اکسیژن دار و مقدار جزئی فلزات نیز در نفت خام وجود دارد . آب و رسوب:

آبی که در نفت خام وجود دارد قسمتی به حالت محلول و قسمتی به صورت امولسیون می باشد . رسوبها عبارتند از مواد جامد نامحلول در آب و هیدروکربنها . این مواد شامل ذرات ریز ماسه، گل حفاری، گچ، فلدسپات و فلزات به صورت ترکیب معدنی یا به حالت آزاد نظیر آهن، سرب، نیکل و وانادیم می باشند . حضور این مواد بسیار نامطلوب است زیرا باعث انسداد لوله ها و آلودگی محصولات می شوند . در مدت ذخیره شدن، رسوبها همراه فاز آب جدا می شوند و با پارافینها و آسفالتها در ته مخازن به صورت لجن ضخیمی رسوب می کنند . روش اندازه گیری آب و رسوب نفت خام و فرآورده های نفتی(بوسیله سانتریفوژ مخلوط حاوی نمونه و حلال تولوئن و عامل شکننده امولسیون) بدست می آید.

شرح آزمایش :

در روش آزمایشگاهی اندازه گیری آب همراه نفت از یک دستگاه STRACTUER استفاده می کنیم. 100cc نفت خام را وارد یک بالن کرده و 50cc حلال تولوئن را نیز وارد آن می کنیم و به طور کامل مخلوط میکنیم سپس دستگاه را ماده می کنیم و بالن را در جای مناسب خود قرار می دهیم . هیترا را روشن کرده و می گذاریم تا خوب به جوش بیاید ... در این مدت چون تولوئن و آب دارای نقطه جوش پایین تر از نفت است ابتدا آنها تبخیر می شوند . و از بالن صعود می کنند و از آن خارج می شوند و وارد (Groduct ed tube) می شوند که توسط یک میرد میعان می شود. در آن جا به دلیل اختلاف دانسیته بیشتر، آب در ته آن قرار می گیرد . این آزمایش تا زمانی ادامه میدهیم تا مطمئن شویم . که کل آب از نفت خارج شده است در پایان مقدار آب درون لوله اندازه گیری شد.

آزمایش شماره پنج

عنوان: اندازه گیری میزان نمک موجود در نفت (تیتراسیون)
تئوری آزمایش:

نمک از جمله موادی است که میتواند از طریق آب شور سازند وارد نفت شود یا برداشت از نفت هر چه به مرز نفت-آب نزدیک شویم میزان نمک وارده از آب به نفت افزایش می یابد. نمک به تنهایی در نفت یافت نمی شود بلکه بصورت محلول در آب وجود دارد و اسید هایی را به سیستم می تواند وارد کند، از جمله تاثیر بر روی کارکرد پمپ ها و خراب شدن آن، ته نشین شدن و رسوب دادن و ایجاد خوردگی که این عمل در سینی های برج تقطیر بیشتر بوده و سبب میشود که جهت تعمیر جدا کننده ها یا separator چند روز متوقف شوند که هزینه های زیاد به ما تحمیل خواهد کرد. این آزمایش بر پایه خواص شیمیایی مواد و معرف ها می باشد. این آزمایش در واقع نوعی تیتراسیون بوده و $KgNO_3$ (نیترات نقره) معرف اصلی برای مشخص کردن نمک می باشد که آنرا به صورت امولسیون نمایش داده و از حالت محلول خارج می شود. از نقاطی که باید در مورد نمونه نمونه مورد آزمایش ذکر شود این است که:

نمونه گیری باید با روش گفته شده در کتاب IP انجام گیرد - نمونه گیری نباید به روش جابجا نمودن با آب انجام شود - نمونه گیری نباید فاصله زمانی زیادی با آزمایش داشته باشد - نمونه مرد نظر می بایست قبل از انجام آزمایش بشدت بهم زده شود.

میزان نمک موجود در نفت را بر حسب گرم در متر مکعب از طریق فرمول زیر محاسبه نموده و نتیجه را پس از طی مراحل ذکر شده گزارش می دهیم:

$$Gr/m^3 \text{ NaCl} = 46.75(ml \text{ AgNo}_3 - ml \text{ KSCN})$$

شرح آزمایش:

مقدار ۸۰ گرم نفت را جدا کرده و در دستگاه میریزیم و جریان برق را برقرار می کنیم. در مرحله سوم مقدار 70cc تولوئن را به لوله اضافه میکنیم. در طی سه مرحله 70cc را اضافه می کنیم. در مرحله چهارم مقدار 40cc مخلوط الکل و استون را به نسبت 25cc الکل و 15cc استون اضافه می کنیم. استون حلال است و کار تولوئن را ادامه می دهد تا آب از نفت جدا شده و خارج شود. قبل از این مرحله باید دستگاه را خاموش کرد. در مرحله ۵ دستگاه را روشن کرده و مقدار 125cc آب مقطر به نمونه اضافه می کنیم. در مرحله ۶ مدت 15min دستگاه باید کار کند و سپس 15min باید گذاشت تا خنک شود. پس از خنک شدن مقدار 100cc از مجموع آب مقطر و الکل که 160cc است (فاز پایین) جدا کرده و درون ارلن مایر می ریزیم. در مرحله ۸ سه ماده را به نمونه اضافه می کنیم:

- ۱- اسید نیتریک ۵ نرمال به مقدار 5cc تا محیط را اسیدی کرده و اگر گاز محلول H_2S در نمونه باشد جدا شود.

- ۲- ایزومیل الکل به میزان 10cc تا چربی های آب نمونه را به سطح برساند. (در این آزمایش از ایزومیل الکل استفاده نمیشود)

- ۳- فریک آلوم به میزان 3cc تا نمونه را برای تغییر رنگ در مقابل تیوسیانات پتاسیم آماده کند.

در مرحله ۹ ارلن ماير را جهت تیتراسیون ابتدا زیر بورت تیوسیانات پتاسیم برده و مقدار 0.5cc به نمونه اضافه می کنیم. (محلول قرمز رنگ می شود). در مرحله ۱۰ ارلن را زیر بورت نیترات نقره و آنقدر اضافه کرده تا محلول شیری رنگ شود. در مرحله ۱۱ مجدداً محلول را زیر تیوسیانات پتاسیم برده و آنقدر قطره قطره اضافه می کنیم تا رنگ محلول زرد اجری شود. در مرحله ۱۲ اختلاف مصرفی بین نیترات نقره و تیوسیانات پتاسیم در عدد ثابت ۴۷ ضرب شده و مقدار نمک بر حسب متر مکعب گزارش می شود.

AgNO₃ 10cc

KSCN 8cc

10-8=2*50=100 gr

Shimiomd.blog.ir

آزمایش شماره شش

موضوع آزمایش : کروماتوگرافی گازی

تئوری آزمایش :

امروزه شناسایی ترکیبات يك ماده مرکب از مهمترین بخشهای واحد های پژوهشی هر صنعت محسوب می شود روشهای زیادی نیز تا کنون برای انجام این کار ارائه شده است روشهایی که بعضاً نوع ماده مرکب، میزان، درصد و سایر اطلاعات مربوط به این ترکیبات را به آمایشگر ارائه می دهند. میزان زمان انجام آزمایش، سرعت آزمایش، دقت دستگاه یا روش و میزان هزینه بری یا همان فاکتور اقتصادی از عوامل متمایز کننده این روشها از هم می باشد.

در این آزمایش ما از روش کروماتوگرافی گازی برای شناسایی مواد مرکب يك ماده استفاده خواهیم کرد. در این دستگاه اساس جداسازی بر مبنای جدا سازی گازی بر پایه توزیع نمونه بین دو فاز استوار است. یکی از فازها بستر ساکن از ذرات ریز با سطح بسیار زیاد است و فاز دیگر گازی است که به کمک گاز حاصل از میان این بستر ساکن می گذرد. این روش برای شناسایی اجزای يك ماده گازی فرار است که با عبور دادن آن گاز از بستر ساکن حاصل می شود. فاز بستر ساکن می تواند جامد و یا مایع باشد. چنانچه فاز ساکن جامد باشد، آنرا کروماتوگرافی گاز – جامد یا GSC می نامند. و اگر فاز ساکن مایع باشد آنرا کروماتوگرافی گاز – مایع یا GFC میگویند. در حالت اول مواد جامد می توانند سیلیکاژن یا زغال باشند. در حالت دوم مایع به عنوان فاز ساکن به صورت فیلمی نازک بر روی جسم جامد بیاتر پخش می شود و اساس جدا سازی بر مبنای تقسیم نمونه به درون و بیرون این فاز مایع است. کروماتوگرافی برای اولین بار در سال ۱۹۰۵ برای جدا سازی مخلوطهایی از گازها مورد استفاده قرار گرفت. واژه رنگارنگی را به عنوان معنای تحت الفظی کلمه کروماتوگرافی آورده اند.

مواد مورد آزمایش بسته به جرم ملکولی آنها بشکل نوارهای مجزایی در گاز حامل حمل شده و بسته به سرعت حرکت گاز حامل این مواد از ستون کروماتوگرافی که وظیفه جداسازی اجزا را بر عهده

دارد بیرون می آیند و سپس توسط يك آشکار ساز بصورت تابعی از زمان آشکار شده و آن را می توان توسط يك ثبت کننده که وظیفه ثبت نتایج را بر عهده دارد مشاهده کرد.
از مزایای کار کروموتوگرافی گازی می توان به ۳ مورد زیر اشاره کرد:
۱) سرعت بالای این روش

۲) تجزیه کمی که توسط این روش صورت می گیرد

۳) حساسیت بالای این روش که میزان دقت نتایج حاصله را بالا می برد
حال به تشریح چند عبارت مهم می پردازیم:

a) گاز حامل:

يك سيلندر گاز با فشار بالا می تواند با عنوان مبدأ گاز حامل بکار رود. گاز حامل ما در این آزمایش گاز نیتروژن است که از يك سيلندر گاز نیتروژن پر فشار تأمین می شود.
مهمترین ویژگی های يك گاز حامل عبارتند از :

۱) بی اثر باشد تا از هر گونه تأثیر بر روی نمونه جلوگیری شود.

۲) نفوذ گاز را به کمترین مقدار خود برساند

۳) خالص و به آسانی در دسترس باشد

۴) ارزان باشد

۵) برای آشکار ساز مناسب باشد

b) ستون :

ستون را می توان از جنس مس ، فولاد زد زنگ ، آلومینیوم و یا شیشه و در حالت های مستقیم و یا مایل ساخت. از آنجایی که اجزای برخی از ترکیبات مانند آسترین ها با مس واکنش می دهند و یا ممکن است جذب مس شوند از استفاده از ستون مس در برخی موارد جلوگیری می کند.
فاز ساکن یا همان بستر ساکن درون ستون قرار دارد. این مواد می بایست بطور یکنواخت درون ستون قرار گیرند. بهمین دلیل ابتدا ستون را در حالت مستقیم از این مواد پر می کنیم و سپس آن را به حالت پیچیده در می آورند.

c) آشکار سازها:

آشکار سازها بر دو نوع دیفرانسیلی و انتگرالی هستند. از قسمت ثبت کننده ها پاسخ آشکار سازها بر حسب زمان رسم می شود. مساحت زیر منحنی نشان دهنده مقدار ماده در مخلوط است.
شرح دستگاه :

يك دستگاه کروموتوگرافی گازی شامل اجزای زیر است :

۱) گاز حامل یا CARREIR

۲) کنترل کننده سرعت و جریان گاز

۳) سیستم نمونه گیری ، در این آزمایش ما از يك عدد سرنگ نمونه گیری مخصوص مایعات استفاده کردیم. سرنگ نمونه گیری گازها در اندازه با سرنگ نمونه گیری مایعات متفاوت است.

۴) ستون

۵) آشکار ساز با مدار های الکترونیکی DETECTOR

۶) سرد کننده یا RECORDER که در آزمایش کا يك نرم افزار کامپیوتری است

۷) سیستم تولید و کنترل و تنظیم دما

ستون:

رامی توان مس فولاد ضد زنگ یا آلومینیم و یا شیشه بصورت مستقیم یا مار پیچ ساخت . مس ممکن است در برخی نمونه ها مناسب نباشد زیرا برخی از اجزا نمونه ممکن است با آواکنش نشان دهند و یا جذب آب شود برای اینکه مواد موجود در داخل ستون به طور یکنواخت پر شود ابتدا ستون را در حالت مستقیم پر کرده و سپس آن را به حالت مارپیچ در می آوردمان سپری (زمان ماند) فاکتور مهمی برای مشخص شدن نوع گاز است. زیرا هر نوع گاز بعد از گذشت زمان خاصی از درون سیستم خارج می شود به علت خراب بودن برنامه نرم افزاری، آزمایش انجام نشد.

Shimi-eng.blogfa.com