 

 ***ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΠΕΡΙΒΑΛΟΝΤΙΚΗΣ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ***  *-* **ΟΡΓΑΝΙΚΗ –Ι**

**ΤΙΤΛΟΣ ΑΣΚΗΣΗΣ : ΑΠΟΣΤΑΞΗ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ ΠΕΤΡΕΛΑΙΟΥ.**

**ΕΙΣΑΓΩΓΗ.**

Τα χαρακτηριστικά μεγέθη της απόσταξης των κλασμάτων πετρελαίου είναι ενδεικτικά της συμπεριφοράς τους ως καύσιμα. Στα περισσότερα, από τα προϊόντα του πετρελαίου τα όρια απόσταξης συμπεριλαμβάνονται στις προδιαγραφές καθόσον βεβαιώνουν ότι το προϊόν έχει την κατάλληλη πτητικότητα.

Η μέθοδος που εφαρμόζουμε περιλαμβάνει την απόσταξη της νάφθας, βενζινών, καυσίμων αεριω­θουμένων, DIESEL και παρόμοιων προϊόντα»ν πετρελαίου. Η γνώση των χαρακτηριστικών απόσταξης (πτητικότητας) συμβάλλει στην ασφαλή και αποδοτική χρήση των καυσίμων και διαλυτών. Η πτητικότητα προσδιορίζει κυρίως την τάση των υδρογονανθράκων να παράγουν εκρηκτικούς ατμούς. Η πτητικότητα των καυσίμων επηρεάζει το ξεκίνημα την προθέρμανση και την τάση δημιουργίας θύλακος ατμών των κινητήρων σε υψηλές θερμοκρασίες και υψόμετρα ή και τα δύο. Η παρουσία κλασμάτων υψηλού σημείου ζέσεως επηρεάζει σημαντικά την τάση σχηματισμού στερεών υπολειμμάτων καύσεως.

Η πτητικότητα καθώς επηρεάζει το ρυθμό εξατμίσεως είναι κριτήριο για τη χρήση των διαλυτών στα χρώματα. Οι προδιαγραφές των προϊόντων γενικά συμπεριλαμβάνουν όρια απόσταξης που βεβαιώνουν ότι τα προϊόντα εξασφαλίζουν την απαιτούμενη πτητικότητα.

Για την καλύτερη κατανόηση της διαδικασίας απόσταξης είναι χρήσιμο να αναφερθούν οι παρακάτω ορισμοί.

Αρχικό Σημείο Ζέσεως (Initial Boiling Point): H ένδειξη του θερμομέτρου που παρατηρείται τη στιγμή που πέφτει η πρώτη σταγόνα του συμπυκνώματος στο άκρο του ψυκτήρα.

Τελικό Σημείο Ζέσεως (Final Boiling Point ή End Point): Η μέγιστη ένδειξη του θερμο­μέτρου που παρατηρείται στη διάρκεια της δοκιμής. Αυτή συνήθως συμβαίνει μετά την εξάτμιση όλου του υγρού από τον πυθμένα του κλασματήρα.

 % Ανάκτηση αποστάγματος: Είναι ο συνολικός όγκος σε ml του αποστάγματος που παρατηρείται στον κύλινδρο και ανακτήθηκε σε σύγκριση με το αρχικό δείγμα, συνοδεύεται από ταυτόχρονη λήψη της θερμοκρασίας.

 % Υπόλειμμα.: Είναι το υγρό που παραμένει στον κλασματήρα. όταν κρυώσει, .όσο μεγαλύτερο είναι το ποσοστό αυτό τόσο περισσότερες είναι οι προσμίξεις βαρύτερων κλασμάτων.

% Συνολική ανάκτηση: Είναι το άθροισμα {% ανάκτηση + % υπόλειμμα }.

% Απώλειες απόσταξης: υπολογίζεται αφαιρώντας από το 100% του καυσίμου την συνολική ανάκτηση % και είναι το ποσοστό που εξατμίστηκε χωρίς να ξανά συμπυκνωθεί στο απόσταγμα 100 % της ολικής ανάκτησης.

Μέσο σημείο απόσταξης: είναι η θερμοκρασία που αντιστοιχεί στο 50% του αποστάγματος.

Θερμοκρασία απόσταξης : Eίναι η θερμοκρασία των ατμών για υγρό απόσταγμα 5%, 10%,20%, 30%, 40%, 50%,60%, 70%, 80%,90%, 95% του αρχικού καυσίμου.

 Στην ανάλυση ένα δείγμα 100 ml αποστάζει, ανάλογα με τη φύση του, κάτω από ορισμένες συνθήκες, που καθορίζονται από τη φύση του καυσίμου. Γίνονται συστηματικές παρατηρήσεις των θερμομετρικών αναγνώσεων και των αντίστοιχων όγκων του αποστάγματος και από αυτά τα δεδομένα υπολογίζεται η καμπύλη απόσταξης του δείγματος.

**ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΤΑΞΗ.**

* Η Συσκευή για την απόσταξη προϊόντων πετρελαίου , αποτελείται από τα εξής βασικά τμήματα:.
* Φιάλη απόσταξης (κλασματήρας) 125 ml: Η φιάλη στην οποία εισάγεται το καύσιμο.
* Ψυκτήρας και λουτρό ψύξης: Το μέσο ψύξης των ατμών του καυσίμου.
* Στήριγμα φιάλης απόσταξης.
* Κύλινδρος μέτρησης: Βάση κυλίνδρου, Ογκομετρικός κύλινδρος βαθμονομημένος (100 ml, ο κύλινδρος που δέχεται το αποσταχθέν καύσιμο).
* Θερμόμετρα ASTM 7οC, ASTM 8οC: Δηλώνουν την θερμοκρασία των αποσταγμάτων.
* Κεντρικός Διακόπτης - Διακόπτης θέρμανσης.
* Δείκτης επιπέδου μπάνιου: Για την γνωστοποίηση της στάθμης του υγρού ψύξης.
* Όλα τα τμήματα της συσκευής πρέπει να πληρούν τις προδιαγραφές της μεθόδου ASTM Ε 133 όπως φαίνεται παρακάτω:

**Εικόνα 1.Σχηματική διάταξη της συσκευής για την απόσταξη προϊόντων πετρελαίου.**



Δείγματα υλικών που προφανώς περιέχουν νερό δεν είναι κατάλληλα για ανάλυση. Αν το δείγμα δεν είναι ξηρό και το αρχικό σημείο ζέσης είναι χαμηλότερο από 66°C χρησι­μοποιούμε άλλο δείγμα που είναι απαλλαγμένο από νερό.

Αν το αρχικό σημείο ζέσεως είναι μεγαλύτερο από 66°C ανακινούμε το δείγμα με άνυδρο Na2S04 ή άλλο κατάλληλο ξηραντικό μέσο και στη συνέχεια το διαχωρίζουμε από το ξηραντικό μέσο με διήθηση.

**ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ– ΑΝΑΦΟΡΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ.**

Έχοντας υπόψη την σχηματική διάταξη της συσκευής απόσταξης, επιλέγουμε τη φιάλη, το στήριγμα της φιάλης, το θερμόμετρο και τα όργανα που χρειάζονται για το συγκεκριμένο δείγμα ώστε να γίνει η ανάλυση. Γεμίζουμε το λουτρό ψύξης μέχρι που να καλυφθεί ο σωλήνας συμπύκνωσης με οποιοδήποτε μη αναφλέξιμο ψυκτικό για τις θερμοκρασίες που απαιτούνται, όπως κομμάτια πάγου, νερού ή διαλύματος γλυκερίνης.

Μετρούμε 100 ml του δείγματος σε ογκομετρικό κύλινδρο των 100 ml και μεταφέρουμε όλη την ποσότητα, όσο είναι δυνατόν πρακτικά, στον κλασματήρα προσέχοντας να μη διαρρεύσει το υγρό στον σωλήνα του ατμού. Προσαρμόζουμε το θερμόμετρο, εφοδιασμένο με κατάλληλα προσαρτημένο φελλό, μέσα στον λαιμό της φιάλης έτσι ώστε ο βολβός να βρίσκεται στο κέντρο του λαιμού και το κατώτερο άκρο του τριχοειδούς να είναι στο ίδιο επίπεδο με το εσωτερικό τοίχωμα του σωλήνα εξόδου των ατμών.

Τοποθετούμε τον κλασματήρα με το δείγμα στο στήριγμά του και με τον φελλό (διαμέσου του οποίου έχει περάσει το στέλεχος εξόδου των ατμών) συνδέουμε τον κλασματήρα με τον ψυκτήρα.

Τοποθετούμε τον κλασματήρα έτσι ώστε να είναι σε μια κάθετη θέση και ο σωλήνας εξάτμισης να καταλήγει μέσα στον ψυκτήρα σε απόσταση 2.5-5 cm.

Τοποθετούμε το βαθμολογημένο κύλινδρο, που χρησιμοποιείται για μέτρηση του όγκου, κάτω από το χαμηλότερο άκρο του ψυκτήρα.

* Ξεκινάμε την θέρμανση του κλασματήρα που περιέχει το δείγμα καυσίμουόγκου 100ml. Η αρχική θερμοκρασία του κλασματήρα με το καύσιμο πρέπει να είναι μεταξύ 13-18°C.

Ο ρυθμός θέρμανσης στο στάδιο αυτό πρέπει να είναι έτσι ρυθμισμένος ώστε ο χρόνος που μεσολαβεί μεταξύ της πρώτης εφαρμογής θερμότητας και του αρχικού σημείου ζέσης να είναι μέσα στα όρια 5-10 min.

 Αμέσως μετά την παρατήρηση του αρχικού σημείου ζέσης, μετακινούμε τον κύλινδρο έτσι ώστε η άκρη του ψυκτήρα να αγγίζει το εσωτερικό του τοίχωμα. Συνεχίζουμε τη ρύθμιση της θερμοκρασίας έτσι ώστε ο ρυθμός της απόσταξης να είναι ομοιόμορφος και μέσα στα χρονικά όρια (60-75 sec από το αρχικό σημείο ζέσεως έως το 5% του αποστάγματος).

* Στο διάστημα μεταξύ του αρχικού σημείου ζέσης και τους τέλους της απόσταξης, παρατηρούμε και καταγράφουμε οποιαδήποτε δεδομένα είναι αναγκαία για τον υπολογισμό και την έκφραση των αποτελεσμάτων. Αυτές οι παρατηρήσεις μπορούν να περιλαμβάνουν θερμομετρικές αναγνώσεις σε ορισμένες εκατοστιαίες συστάσεις ανακτηθείσης ποσότητας ή ανακτηθείσες ποσότητες (συμπύκνωμα) σε καθορισμένες θερμομετρικές αναγνώσεις ή και τα δύο. Καταγράφουμε όλους τους μετρούμενους όγκους στον κύλινδρο με προσέγγιση 0.5 ml και όλες τις θερμομετρικές αναγνώσεις με προσέγγιση 0.5 °C.
* Όταν το καύσιμο που απομένει μέσα στον κλασματήρα είναι περίπου 5 ml, κάνουμε μια τελική (αύξηση) της θερμοκρασίας, αν είναι αναγκαίο, έτσι ώστε ο χρόνος από τα 5 ml του υπολείμματος (υγρού) μέχρι το τελικό σημείο ζέσεως να είναι από 3-5 min. Αν αυτή η συνθήκη δεν ικα­νοποιείται, επαναλαμβάνουμε το πείραμα με κατάλληλη τροποποίηση της τελικής ρύθμισης της θερμοκρασίας.
* Παρατηρούμε και καταγράφουμε το τελικό σημείο όπως απαιτείται και διακό­πτουμε τη θέρμανση. Αν συνεχίζει να στάζει το απόσταγμα μέσα στον κύλινδρο, παρατηρούμε τον όγκο του συμπυκνώματος σε διάστημα 2 min, μέχρι να συμπίπτουν 2 συνεχείς μετρήσεις. Μετρούμε αυτό τον όγκο ακριβώς με προσέγγιση 0.5 ml και τον καταγράφουμε ως % ανάκτηση.
* Όταν ο κλασματήρας κρυώσει, χύνουμε το περιεχόμενο του, στο συμπύκνωμα που βρίσκεται στον ογκομετρικό κύλινδρο και αφήνουμε να στραγγίξει μέχρις ότου να μη παρατηρείται αξιοσημείωτη αύξηση του όγκου του υγρού στον ογκομετρικό κύλινδρο. Καταγράφουμε αυτό τον όγκο με προσέγγιση 0.5 ml, σαν % συνολική ανάκτηση (total recovery). Οι απώλειες % υπολογίζονται από τη διαφορά 100 - % συνολική ανάκτηση.
* Ο μέσος ρυθμός λήψης του αποστάγματος από τη στιγμή που παρατηρείται το 5% του αποστάγματος έως τη χρονική στιγμή που θα έχουμε 5% υπόλειμμα στον κλασματήρα πρέπει να είναι 4-5 ml/min.

Με βάση τις μετρήσεις που προσδιορίστηκαν παρουσιάζουμε τα αποτελέσματα με προσέγγιση 0.5 οC για τις θερμοκρασίες και 0.5% για τα % αναχθέντα και παρουσιάζονται οι παρακάτω μετρήσεις.

Αρχικό σημείο ζέσεως, τελικό σημείο ζέσεως, θερμοκρασίες αποστάξεως, % ανακτηθέν.

Για να υπολογίσουμε το % αποσταχθέν σε ορισμένη θερμοκρασία προσθέτουμε την απώλεια % στο ανακτηθέν % στην θερμοκρασία αυτή.

Τα αποτελέσματα πρέπει να αναφέρονται σε βαρομετρική πίεση 760 mm Hg. Διαφορετικά, η διόρθωση των αποτελεσμάτων των θερμοκρασιών γίνεται με την βοήθεια του παρακάτω πίνακα.

**Πίνακας 1. Οι τιμές που πρέπει να προστεθούν ή να αφαιρεθούν όταν η βαρομετρική πίεση είναι κάτω ή πάνω από 760 mmHg αντίστοιχα.**

|  |  |
| --- | --- |
| **Όρια θερμοκρασίας****απόσταξης** | **Διόρθωση ανά 10 mm Hg****στην διαφορά πίεσης** |
| **oC** | **oC** |
| **10-30** | **0.35** |
| **30-05** | **0.38** |
| **50-70** | **0.40** |
| **70-90** | **0.42** |
| **90-110** | **0.54** |
| **110-130** | **0.47** |
| **130-150** | **0.50** |
| **150-170** | **0.52** |
| **170-190** | **0.54** |
| **190-210** | **0.57** |
| **210-230** | **0.59** |
| **230-250** | **0.62** |
| **250-270** | **0.64** |
| **270-290** | **0.66** |
| **290-310** | **0.69** |
| **310-330** | **0.71** |
| **330-350** | **0.74** |
| **350-370** | **0.76** |
| **370-390** | **0.78** |
| **390-410** | **0.81** |

**ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟ ΦΥΛΟ**

ΟΝΟΜΑΤΑ: ΗΜΕΡΟΜΗΝΙΑ:

ΤΙΤΛΟΣ ΑΣΚΗΣΗΣ.

**ΕΝΟΤΗΤΑ ΠΡΩΤΗ.**

ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΙ.

Είδος καυσίμου :

Όγκος καυσίμου :

Βαρομετρική πίεση:

% Ανάκτηση αποστάγματος:

% Υπόλειμμα:

% Συνολική ανάκτηση :

% Απώλειες απόσταξης :

Μέσο σημείο απόσταξης:

Να προσδιοριστεί το μέσο σημείο ζέσεως του καυσίμου με βάση τη σχέση:

**Εξίσωση 1.Υπολογισμός μέσου σημείου ζέσεως.**



όπου Τ (10), Τ (20),Τ (50), Τ (90), οι αντίστοιχες θερμοκρασίες απόσταξης

**Πίνακας 2. Πίνακας Απόσταξης.**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Όγκος** | **Θερμοκρασία** | **Διόρθωση Θερμοκρασίας σε 760mm Hg** |
| **Αρχικό σημείο ζέσεως (πρώτη σταγόνα)** |  |  |
|  **5% αποστάγματος** **10% »****20% »****30% »****40% »****50% »****60% »****70% »****80% »****90% »****95% »** |  |  |
| **Τελικό σημείο ζέσεως** |  |  |

1. Να παρουσιαστεί η καμπύλη απόσταξης.
2. Ποια η ένδειξη για την καταλληλότητα του καυσίμου.
* Με βάση τα παραπάνω δεδομένα να προσδιοριστεί το μέσο σημείο ζέσεως, η % ανάκτηση του αποστάγματος, οι % απώλειες και το % υπόλειμμα.
* Με βάση την παραπάνω καμπύλη απόσταξης να δώσετε τις πιθανές οργανικές ενώσεις που υπάρχουν στα αποστάγματα ανά 10 ml.

**ΕΝΟΤΗΤΑ ΔΕΥΤΕΡΗ.**

ΕΡΩΤΗΣΕΙΣ - ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ

* Η απόσταξη είναι ένα μέτρο της πτητικότητας του καυσίμου.
* Σωστό.
* Λάθος.
* Ποια η διαφορά μεταξύ των ποσοτήτων, % απόσταξη και % ανάκτηση.
* Δώστε τον ορισμό για το % ανακτηθέν.
* Ποια είναι η σημασία της 1ης σταγόνας κατά την απόσταξη.
* Όταν το αρχικό σημείο βρασμού κατά την απόσταξη της βενζίνης είναι ψηλότερο από αυτό που αναμένεται βάσει προδιαγραφών, τότε υπάρχει πρόσμιξη με συστατικά ‘βαρύτερα’ της βενζίνης όπως το diesel.
* Σωστό.
* Λάθος.
* Τι ονομάζουμε καμπύλη απόσταξης; Τι πληροφορίες μας δίνε.
* Δώστε τον ορισμό για τις % απώλειες.
* Μπορεί, μέσω της απόσταξης, να αποδειχθεί η καταλληλότητα ενός καυσίμου.
* Όταν το αρχικό σημείο βρασμού κατά την απόσταξη της βενζίνης είναι χαμηλότερο από αυτό που αναμένεται βάσει προδιαγραφών, τότε υπάρχει πρόσμιξη με συστατικά ‘βαρύτερα’ της βενζίνης όπως το diesel.
* Σωστό.
* Λάθος.
* Γιατί προσδιορίζουμε το υπόλειμμα της απόσταξης.
* Περιγράψτε τη συσκευή απόσταξης.
* Όταν το αρχικό σημείο βρασμού κατά την απόσταξη της βενζίνης είναι ψηλότερο από αυτό που αναμένεται βάσει προδιαγραφών, τότε υπάρχει πρόσμιξη με συστατικά ‘ελαφρύτερα’ της βενζίνης όπως το οινόπνευμα.
* Σωστό.
* Λάθος.