

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное бюджетное образование учреждение
высшего профессионального образования

«Российский государственный университет
нефти и газа имени И.М. Губкина»

Кафедра разработки и эксплуатации нефтяных месторождений
Учебное пособие по программе подготовки бакалавров
«НЕФТЕГАЗОВОЕ ДЕЛО»

И.В. ЯЗЫНИНА Е.В. ШЕЛЯГО

**РУКОВОДСТВО К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО
ФИЗИКЕ НЕФТЯНОГО ПЛАСТА**

**Издательский центр
РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина
Москва - 2014**

ББК 74.58

И 65

Рецензенты:

А.И. Ермолаев

Язынина И.В., Шеляго Е.В.

Руководство к выполнению лабораторных работ по физике пласта. Учебное пособие. – М.: Издательский центр РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина, 2014. – 88 с.

В данном пособии рассматриваются вопросы экспериментального изучения горных пород-коллекторов нефти и газа и пластовых флюидов, даны инструкции для выполнения практических заданий по дисциплине «Физика нефтяного пласта.

Учебное пособие предназначено для бакалавров, обучающихся по программе - «Нефтегазовое дело».

Данное издание является собственностью РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина и его репродуцирование (воспроизведение) любыми способами без согласия университета запрещается

© РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина, 2014

© И.В. Язынина, Е.В. Шеляго, 2014

© _____ – оформление серии, 2014

Содержание

Введение.....	4
Лабораторная работа 1. Определение вязкости жидкостей.....	5
Лабораторная работа 2. Определение давления насыщения нефти газом.....	23
Лабораторная работа 3. Определение температуры насыщения нефти парафином и температуры застывания нефти.....	34
Лабораторная работа 4. Определение температуропроводности пород.....	47
Лабораторная работа 5. Определение теплопроводности горных пород.....	59
Лабораторная работа 6. Определение коэффициента светопоглощения нефти.....	70
Лабораторная работа 7. Определение поверхностного натяжения на границе раздела жидкостей методом счета капель.....	79

Введение

Данный сборник лабораторных работ посвящен изучению методик определения параметров горных пород и содержащихся в них флюидов, необходимых при проектировании и осуществлении разработки нефтяных и газовых месторождений. Эти параметры включают в себя фильтрационно-емкостные свойства горных пород, их гранулометрический состав, реологические свойства пластовых флюидов и т.д. Для их измерения применяется много разнообразных методик и приборов. Они основаны на использовании различных принципов, применяемых в таких дисциплинах, как физика пласта, механика процессов в околоскважинных зонах, физическая и коллоидная химия. Лабораторные работы рассчитаны на изучение физических и физико-химических основ добычи нефти и газа

В каждой работе настоящего сборника кратко рассматривается одна из методик, дается ее теоретическое описание, описывается подготовка к эксперименту, а также принципы работы прибора, непосредственно осуществляющего измерения.

При подготовке к лабораторной работе студент должен ознакомиться с теоретическим материалом, а также последовательностью работы с измерительным оборудованием. Необходимо помнить, что при проведении лабораторных работ приходится иметь дело с легковоспламеняющимися и агрессивными жидкостями, а также приборами, работающими при высоких давлениях. Поэтому перед началом занятий студент должен подробно ознакомиться с правилами техники безопасности и строго соблюдать их при проведении лабораторных работ.

Лабораторная работа 1

Определение вязкости жидкостей

Цель работы. Вязкость нефти, характеризующая степень ее подвижности, имеет большое значение при разработке и эксплуатации месторождений, поскольку является одним из свойств, определяющих выбор способа разработки. Залежи с высоковязкими нефтями относятся к категории трудноизвлекаемых запасов и разрабатываются тепловыми методами.

Вязкость нефтей в пластовых условиях изменяется от десятых долей мПа·с до сотен мПа·с. Вязкость нефти зависит от ее состава, количества растворенных газов, температуры и давления. Наличие в нефти асфальто-смолистых и парафиновых компонентов делает ее коллоидной системой. Чем больше в нефти содержание асфальто-смолистых веществ, тем больше ее вязкость. Вязкость высокосмолистых нефтей в пластовых условиях может достигать 2-3 тыс. мПа·с (например, нефти Ярегского, Ашальчинского месторождений). Вязкость нефти понижается с увеличением количества растворенного газа, с повышением температуры и может быть меньше вязкости воды (вязкость чистой воды равна 1 мПа·с при температуре 20 °С, а пластовые воды имеют вязкость 0,5-2 мПа·с). Увеличение вязкости нефти с ростом давления заметно лишь при $P > P_{нас}$. В области ниже $P_{нас}$ вязкость понижается с ростом давления.

Вязкость сепарированной (дегазированной) нефти всегда больше вязкости пластовой нефти.

Если при фильтрации ньютоновской жидкости справедлив закон Дарси, то фильтрация нефти с вязкопластичными свойствами характеризуется аналогом закона Дарси с начальным градиентом давления:

$$V = -\frac{k}{\mu}(\text{grad}P - g_0),$$

где:

g_o - начальный градиент давления;

при $|gradP| \leq g_o V=0$;

при $|gradP| > g_o V > 0$.

С увеличением вязкости нефти, увеличивается остаточная нефтенасыщенность и уменьшается коэффициент нефтеотдачи.

Вязкость или внутреннее трение - это свойство жидкости (а также газа или твердого тела) оказывать сопротивление течению (или деформации), вызванному внешними силами. Вискозиметры - приборы для определения вязкости, измеряют степень этого трения и являются реологическим инструментом.

Реология - наука о деформации и течении материалов (от греческого *rheos* – течение). Деформация - относительное смещение точек системы, при котором не нарушается сплошность тела. Деформации делят на упругие и остаточные. При упругой деформации структура тела полностью восстанавливается после снятия нагрузки. Упругие деформации делятся на объемные, сдвиговые и деформации кручения. Остаточная деформация необратима - изменения в системе остаются и после снятия нагрузки. Остаточная деформация без разрушения тела называется пластической.

Деформации сдвига определяются относительным сдвигом (Рис.1.1):

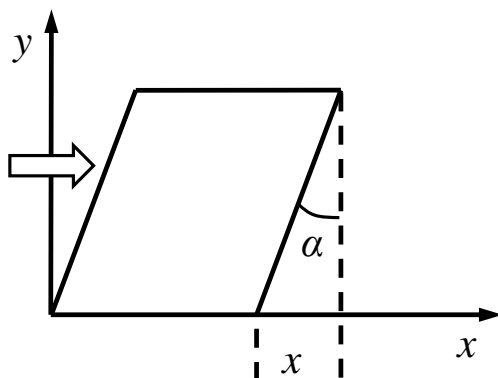


Рис.1.1. Относительный сдвиг

$$\gamma = \frac{x}{y} = \operatorname{tg} \alpha \quad \text{или} \quad \gamma = \frac{dx}{dy}.$$

Идеальные жидкости и газы, движущиеся без трения, вязкостью не обладают.

Рассмотрим вывод уравнения Ньютона для вязкого течения (Рис.1.2). Пусть две плоские пластины А и В помещены в жидкость и пластина В перемещается относительно неподвижной пластины А со скоростью V в направлении x . Слой жидкости, находящийся в контакте с пластиной В (при $y=0$) из-за адгезии начнет двигаться вместе с пластиной и приобретет импульс (количество движения) $m \cdot V$. Этот импульс передается следующим слоям, которые будут двигаться в направлении x со скоростью $V_x(y,t)$, убывающей с увеличением расстояния y от В. Скорость течения на неподвижной стенке А равна нулю. После начала движения распределение скоростей в жидкости является функцией времени. При ламинарном течении это распределение быстро становится стационарным, т.е. скорость жидкости не зависит от времени $V_x = V_x(y)$. Таким образом, при течении жидкости происходит передача импульса, возникает поток импульса направленный от слоев с большой скоростью к слоям с меньшей скоростью. Медленно движущиеся слои тормозят быстро движущиеся слои. Силы внутреннего трения, которые возникают при этом, направлены по касательной к поверхности соприкосновения слоев.

По закону Ньютона для вязкого течения, тангенциальная сила $f_{x,y}$, необходимая, чтобы два слоя жидкости единичной площади S , находящиеся на расстоянии dy , двигались в направлении x с относительной скоростью dV_x , равна:

$$f_{x,y} = -\mu \cdot S \cdot \frac{dV_x}{dy} \quad \text{или} \quad \frac{f_{x,y}}{S} = -\mu \cdot \frac{dV_x}{dy}.$$

Знак минус поставлен потому, что сила трения и градиент скорости направлены в разные стороны.

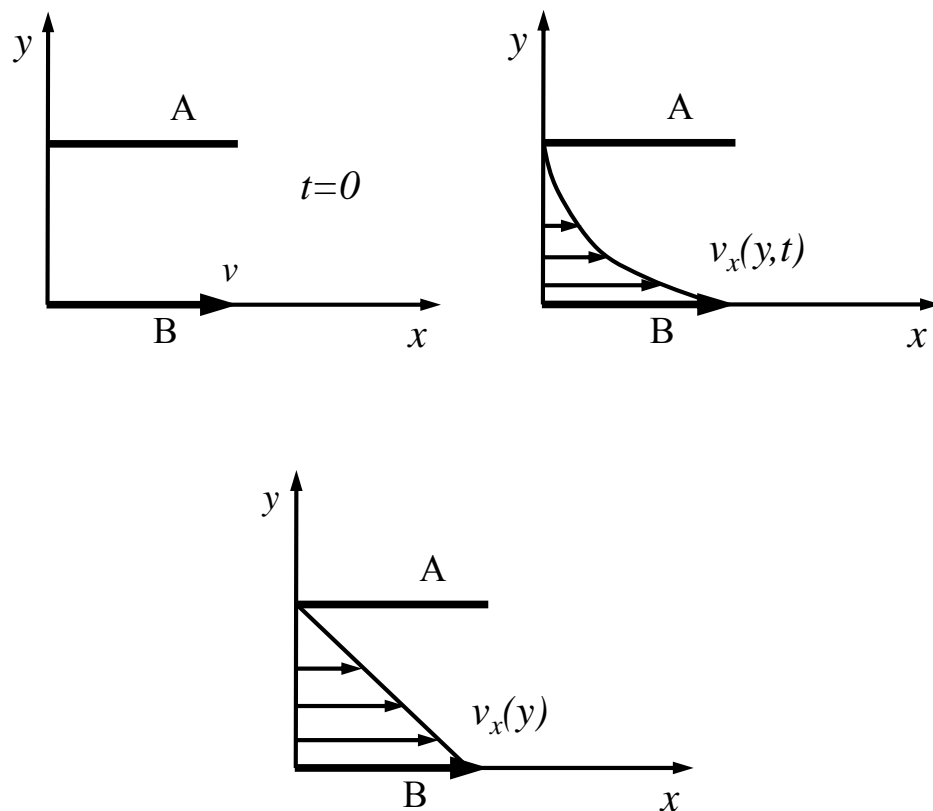


Рис.1.2. К выводу уравнения Ньютона для вязкого течения

Коэффициент пропорциональности в этом уравнении называется динамической вязкостью и имеет размерность: $\left[\frac{H \cdot сек}{м^2} \right]$, или $\left[\frac{дин \cdot сек}{см^2} \right]$, или $[мПа \cdot сек]$ или $[сПз]$. Эти единицы связаны между собой следующими соотношениями:

$$[\mu] = [Па \cdot сек] = \left[\frac{H \cdot сек}{м^2} \right] = \left[\frac{10 \cdot дин \cdot сек}{см^2} \right];$$

$$[Пз] = \left[\frac{10^{-1} \cdot H \cdot сек}{м^2} \right];$$

$$[сПз] = \left[\frac{10^{-3} \cdot H \cdot сек}{м^2} \right] = [мПа сек] = \left[\frac{10^{-2} \cdot дин \cdot сек}{см^2} \right].$$

Закон Ньютона в скалярной форме можно записать: напряжение сдвига τ при ламинарном течении жидкости с вязкостью μ пропорционально градиенту скорости:

$$\tau = \mu \frac{dV_x}{dy}.$$

Если скорость движения слоев жидкости обозначить как $V_x = dx/dt$ и учесть, что координата y и время t являются независимыми переменными, то:

$$\frac{dV_x}{dy} = \frac{d^2x}{dy \cdot dt} = \frac{d\gamma}{dt} = \dot{\gamma}.$$

Где $\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt}$ - скорость сдвига.

Таким образом, по закону Ньютона напряжение сдвига пропорционально скорости сдвига:

$$\tau = \mu \cdot \dot{\gamma}.$$

Жидкости, подчиняющиеся закону Ньютона, называются ньютоновскими жидкостями.

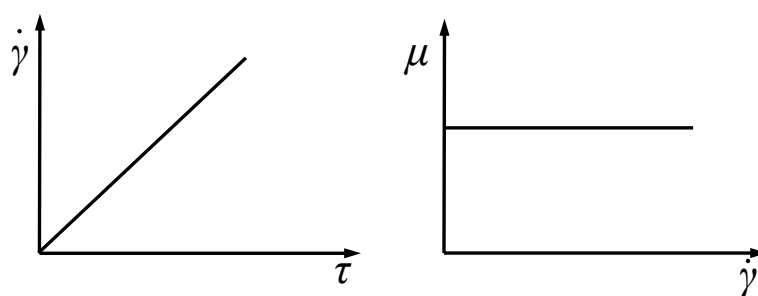


Рис.1.3. Зависимостей скорости сдвига от напряжения сдвига и вязкости от скорости сдвига для ньютоновской жидкости

Для них график зависимости напряжения сдвига от скорости сдвига представляет собой прямую, выходящую из начала координат, котангенс угла наклона которой к оси напряжений τ определяет вязкость жидкости. Для ньютоновских жидкостей вязкость не зависит от скорости сдвига (Рис.1.3). Типичными ньютоновскими жидкостями являются вода, моторное масло.

Отметим, что в реологических свойствах жидкостей и твердых тел нет принципиальной разницы. И те и другие представляют конденсированное состояние вещества с высокой плотностью упаковки молекул и низкой сжимаемостью.

Неньтоновские жидкости

Для неньютоновских жидкостей изменение напряжения сдвига τ не вызывает пропорционального изменения скорости сдвига $\dot{\gamma}$. Существует различные типы неньютоновского течения, отличающиеся по характеру зависимости вязкости от скорости сдвига.

Одна из них - модель вязкости Бингама (модель вязкопластичного тела) (Рис.1.4). В этой модели при малых напряжениях развиваются только упругие (обратимые) деформации, а при достижении предела текучести, развивается пластическая деформация. Уравнение Бингама имеет вид:

$$\tau - \tau_T = \mu_{\text{пластич}} \cdot \dot{\gamma},$$

Где τ_T - предел текучести или динамическое напряжение сдвига.

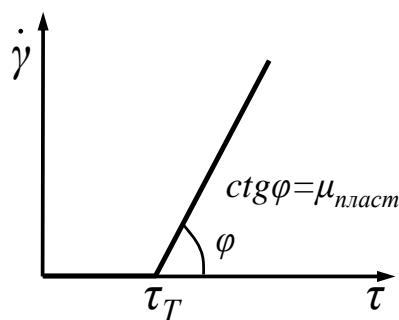


Рис.1.4. Модель вязко-пластичного тела Бингама-Шведова

Классификация тел по реологическим свойствам

Поскольку жидкости, применяемые в процессе бурения и разработки, а также добываемые нефти и водонефтяные эмульсии являются коллоидными системами, приведем классификацию тел по реологическим свойствам, принятую в коллоидной химии.

Все тела делятся на жидкообразные (предел текучести $\tau_T=0$) и твердообразные ($\tau_T>0$). Жидкообразные - на ньютоновские и неньютоновские.

Неньютоновские делятся на стационарные (их вязкость не зависит от времени) и нестационарные (их вязкость зависит от времени).

Эксперименты показали, что течение стационарных неньютоновских систем часто описывается в виде степенной функции (так называемая модель Оствальда):

$$\tau = k \cdot \left(\frac{d\gamma}{dt} \right)^n,$$

где:

n - индекс течения;

k – показатель консистенции.

Модель Оствальда можно переписать в виде:

$$\tau = k \cdot \left(\frac{d\gamma}{dt} \right)^{n-1} \cdot \left(\frac{d\gamma}{dt} \right),$$

где:

$k \cdot \left(\frac{d\gamma}{dt} \right)^{n-1}$ - кажущаяся или эффективная вязкость;

$\left(\frac{d\gamma}{dt} \right)$ - скорость сдвига $\dot{\gamma}$.

Если $n=1$, то жидкость **ньютоновская** и константа k - ньютоновская вязкость. При $n>1$ (Рис.1.5, 1.6) вязкость растет с увеличением скорости сдвига, и такие жидкости называются **дилатантными**. Такое поведение наблюдается у дисперсных систем с большим содержанием твердой фазы. При малых нагрузках жидкая среда при течении системы играет роль смазки, уменьшая силу трения и вязкость. С увеличением нагрузки, твердые частицы вступают в контакт и вязкость возрастает.

При $n<1$ (Рис.1.5, 1.7) - вязкость понижается с ростом скорости сдвига, и такие жидкости называются **псевдопластичными**. К этому типу относятся краски, эмульсии и дисперсии разного рода. Упрощенно можно представить, что при сдвиге разрушается структура жидкости, так что ее частицы ориентируются параллельно направлению сдвига. Чем больше скорость сдвига, тем больше разрушается структура и меньше вязкость.

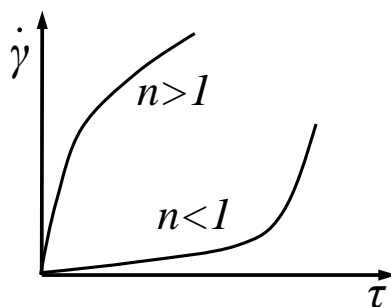


Рис.1.5. Зависимость напряжения сдвига от скорости сдвига для неньютоновских стационарных жидкостей

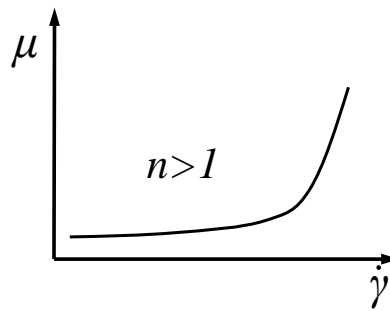


Рис.1.6. Зависимость вязкости от скорости сдвига для дилатантных жидкостей

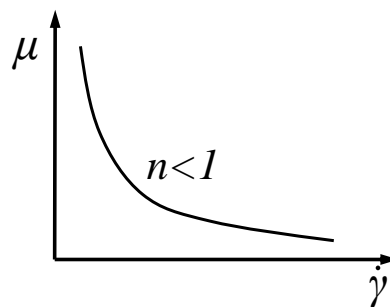


Рис.1.7. Зависимость вязкости от скорости сдвига для псевдопластических жидкостей

Среди нестационарных систем известны:

Тиксотропные. Для таких флюидов характерно уменьшение вязкости со временем при постоянной скорости сдвига $\dot{\gamma} = const$ (Рис.1.8). Глинистые буровые растворы являются тиксотропными системами.

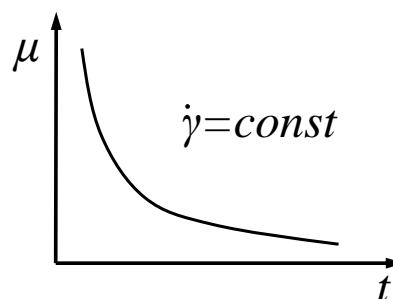


Рис.1.8. Зависимость вязкости от времени для тиксотропных жидкостей

Реопексные. Вязкость увеличивается со временем при постоянной скорости сдвига $\dot{\gamma} = const$ (Рис.1.9).

Оба варианта могут совмещаться с любым типом течения - псевдопластичным, дилатантным, пластичным. Зависимость от времени может быть разной, некоторые жидкости достигают конечной вязкости за несколько секунд, некоторым может потребоваться несколько дней.

Тиксотропные флюиды встречаются гораздо чаще, чем реопексные.

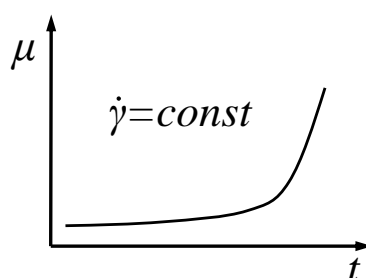


Рис.1.9. Зависимость вязкости от времени для реопексных жидкостей

Твердообразные системы делятся на бингамовые и небингамовые.

Их поведение описывается общим уравнением:

$$\tau - \tau_T = \mu_{нлст} \cdot \dot{\gamma}^n.$$

При $n=1$ - бингамовое тело;

$n>1$ - пластическое дилатантное тело;

$n<1$ - псевдопластическое твердое тело.

Влияние концентрации на вязкость растворов

Чаще всего жидкости, применяемые для повышения нефтеотдачи, представляют собой суспензии.

Предполагая, что дисперсная фаза представляет собой шары удаленные и не влияющие друг на друга, общий объем шаров мал по

сравнению с объемом жидкости, Эйнштейн получил формулу, описывающую вязкость суспензий и неструктурированных жидкостей:

$$\mu = \mu_0 \cdot (1 + k \cdot \varphi),$$

где:

μ - вязкость суспензий;

μ_0 - вязкость чистой дисперсной среды;

$\varphi = \frac{V_d}{V}$ - объемная доля дисперсной фазы в (V_d) в общем объеме

системы (V) (или объемная концентрация);

k - коэффициент, зависящий от формы частиц дисперсной фазы (2.5 для частиц сферической формы).

Физический смысл этого закона заключается в том, что для неструктурированных жидкостей увеличение вязкости прямо пропорционально концентрации дисперсной фазы (Рис.1.10).

Экспериментальные данные для бесструктурных жидкостей типа глицерина, подтверждают линейный характер зависимости вязкости от φ (кривая I). Для структурированных коллоидных систем, величина вязкости возрастает с ростом объемной доли значительно сильнее (кривая II).

Методы измерения реологических характеристик

Для измерения вязкости применяют ряд экспериментальных методов, основанных на различных принципах. Каждый метод имеет свои границы применимости. Независимо от метода для корректных измерений вязкости необходимо соблюдение следующих требований:

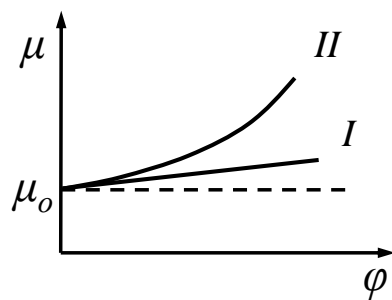


Рис.1.10. Зависимость вязкости от объемной доли дисперсной фазы для бесструктурного (I) и структурированного золь (II)

- результат измерения не должен зависеть от линейных размеров рабочих элементов вискозиметра;
- не должно иметь место пристеночное скольжение в жидкости;
- поток жидкости в вискозиметре должен быть ламинарным.

Абсолютное измерение вязкости гарантируют капиллярный, ротационный и метод падающего шарика. В остальных случаях прибегают к калибровочным жидкостям с известными значениями вязкости.

Устройство вискозиметра

Наиболее распространенным в настоящее время является ротационный метод измерения вязкости. Из всех установленных систем контроля вязкости около 80% приходятся на ротационные вискозиметры. Метод основан на решении уравнения Навье-Стокса для вращающегося цилиндра в бесконечной, вязкой среде.

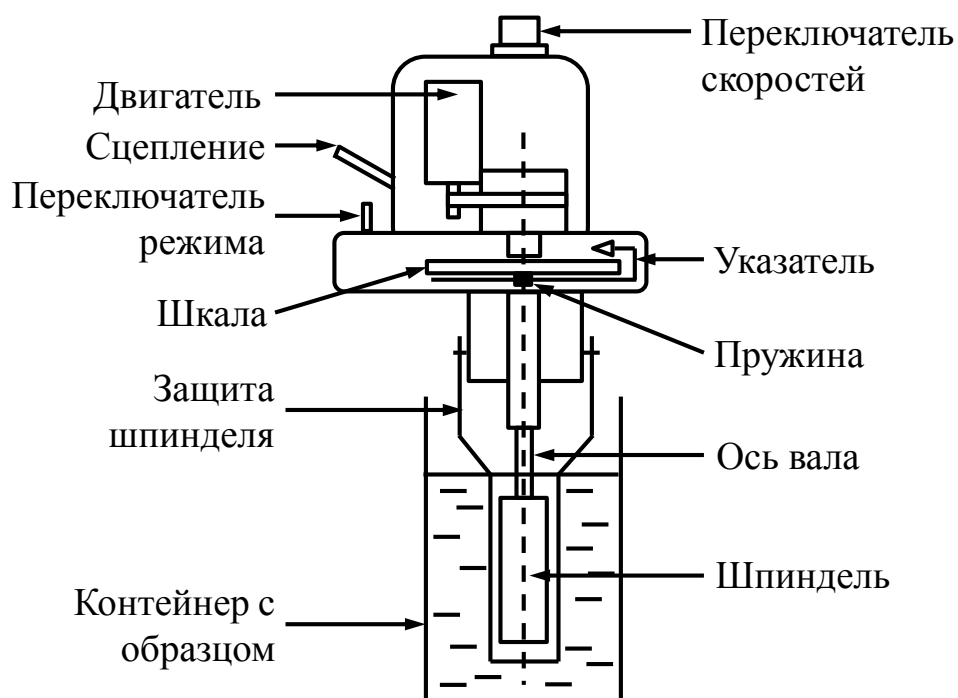


Рис.1.11. Схема вискозиметра

Принцип работы вискозиметра Brookfield (Рис.1.11) основан на вращении измерительного цилиндра, называемого шпинделем (нем. *Spindel* — веретено), погруженного в исследуемую жидкость, электродвигателем прибора. Крутящий момент передается от двигателя на шпиндель через калиброванную бериллиево-медную пружину с известным предельным моментом закручивания $M_{пруж}=637,7$ [дин·см]. Калиброванная пружина одним концом присоединена к оси вала двигателя, а другим — к указателю шкалы прибора. Шкала прибора вращается вместе с валом двигателя. На нижнем конце оси расположено резьбовое соединение, на которое накручивается шпиндель.

При вращении шпинделя с постоянной скоростью, вращающий момент передается жидкости. В результате вязкого трения жидкости о шпиндель этот момент уменьшается до какого-то значения M , пропорционального вязкости.

Этот момент передается назад, на ось вала двигателя и через пружину, на указатель шкалы прибора. Красная стрелка указателя шкалы

показывает угол закручивания пружины φ , определяемый как относительный крутящий момент (в %) от предельного момента закручивания калиброванной пружины.

$$\varphi = M_{отн} \% = \frac{M}{M_{пруж}} \cdot 100\% \quad - \text{относительный крутящий момент.}$$

Непосредственно измеряемыми величинами являются:

- относительный крутящий момент $M_{отн}$ в %;
- угловая скорость шпинделя ω .

Для цилиндрического шпинделя, решения уравнений Навье-Стокса определяют напряжение сдвига:

$$\tau = \frac{M}{2\pi \cdot R_{ш}^2 \cdot L} \quad \left[\frac{\text{дин}}{\text{см}^2} \right];$$

и скорость сдвига:

$$\dot{\gamma} = \frac{2R_c^2 \cdot R_{ш}^2}{x^2 \cdot (R_c^2 - R_{ш}^2)} \cdot \omega \quad \left[\frac{1}{\text{с}} \right],$$

где:

ω - угловая скорость вращения шпинделя (рад/сек);

R_c - радиус сосуда (см);

$R_{ш}$ - радиус шпинделя (см) (= 0,9421 см);

x - радиус, для которого рассчитывается скорость сдвига (см);

M - крутящий момент (дин·см);

L - эффективная длина шпинделя (= 7,493 см).

Задавая угловую скорость вращения ω , по красному указателю на аналоговой шкале снимают показания относительного момента $M_{отн}$ [%]. Для преобразования относительного момента в значение вязкости (сПз), необходимо умножить полученное значение на фактор, соответствующий используемому шпинделю и применяемой скорости вращения:

$$\mu = M_{отн} \% \cdot \text{фактор.}$$

Фактор представляет собой отношение напряжения сдвига к скорости сдвига, без учета влияния вязкого трения жидкости о шпиндель. Он определяется лишь геометрическими размерами шпинделя, моментом пружины и рассчитан для каждого значения угловой скорости.

$$\text{фактор} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\frac{M_{\text{пруж}}}{2\pi \cdot R_{\text{ш}}^2 \cdot L}}{\frac{2R_c^2 \cdot R_{\text{ш}}^2}{x^2 \cdot (R_c^2 - R_{\text{ш}}^2)} \cdot \omega} \left[\frac{\text{дин} \cdot \text{с}}{\text{см}^2} \right].$$

И поскольку $M[\%] = M_{\text{пруж}} \cdot M_{\text{отн}}[\%]$, то:

$$\mu = M_{\text{отн}}\% \cdot \text{фактор} \quad [\text{сПз}].$$

Т.к. $\text{сПз} = 10^{-2} \text{ [дин} \cdot \text{сек/см}^2]$, то измеряя относительный момент в %, сразу получаем вязкость в сПз.

Напряжение сдвига τ для шпинделя №1 рассчитывается по формуле:

$$\tau = 0,1614 \cdot M_{\text{отн}}\% = \left[\frac{\text{дин}}{\text{см}^2} \right].$$

Скорость сдвига $\dot{\gamma}$ для шпинделя №1 рассчитывается по формуле:

$$\dot{\gamma} = 0,267(\text{безразм}) \cdot \omega(\text{об/мин}) = \frac{1}{\text{сек}}.$$

При проведении измерений вязкости следует учитывать два момента, относящихся к нижнему пределу измерения:

1. При любой комбинации шпиндель/скорость отсчеты по шкале должны приниматься, когда они лежат в диапазоне от 10 до 100%. В некоторых случаях можно работать при крутящем моменте <10%, помня об уменьшении точности измерения.

2. Измерения должны проводиться только при ламинарном потоке. Установленная фирмой Brookfield точка перехода в турбулентный режим для данной модели вискозиметра соответствует $\mu = 15 \text{ сПз}$ на скорости 60 (1/мин).

Методика работы с вискозиметром

1. Вискозиметр ориентирован на невысокие скорости сдвига - не выше 100 сек^{-1} .

2. В качестве сосуда рекомендуется использовать сосуды с внутренним диаметром 83 мм и более. Традиционно используют химический стакан Гриффины емкостью 600 мл.

3. ВНИМАНИЕ! Шпиндели имеют **левую** резьбу. Т.е. шпиндель накручивается по часовой стрелке и откручивается против часовой стрелки.

4. Защитная рамка защищает шпиндель от повреждений. Рекомендуется работать с установленной защитной рамкой.

5. Величина определяемого крутящего момента должна быть в пределах от 10 до 100%. Чем ближе показания к 100%, тем выше точность измерения. При крутящем моменте $>100\%$ используют меньший шпиндель и/или уменьшают скорость вращения. При крутящем моменте $<10\%$ используют больший шпиндель и/или увеличивают скорость вращения.

6. Малые вязкости измеряют большими шпинделями на высокой скорости вращения, а большие - малыми шпинделями на малых скоростях вращения.

7. Точность измерения вязкости составляет $\pm 1\%$ полной шкалы прибора. Полная шкала определяется максимальной величиной вязкости, измеряемой при данной скорости. Вязкость равна фактору, соответствующему данной скорости, умноженному на 100%. Например, при факторе 20, максимально измеряемая вязкость равна $20 \cdot 100\% = 2000$ сПз. Т.О. точность измерения (в сПз) численно равна фактору и в данном случае составляет ± 20 сПз

8. Проба должна быть свободна от пузырьков воздуха. Пузырьки удаляют постукиванием по сосуду или вакуумированием.

9. Шпиндель следует погружать до середины метки на его валу.

10. Перед началом работы прибор надежно закрепляют на стойке и выставляют по уровню.

11. Выбранный шпиндель закрепляют и опускают в исследуемую жидкость.

12. Для лучшей повторяемости результатов, показания снимают после фиксированного числа оборотов или через равные промежутки времени.

Черный переключатель на корпусе прибора служит для управления двигателем и имеет 3 положения:

- **верхнее** - выключение двигателя и блокировка шпинделя
- **среднее** - включение двигателя и вращение шпинделя с выбранной скоростью
- **нижнее** - выключение двигателя без блокировки шпинделя

Металлический рычаг сцепления, находящийся на корпусе прибора, в нажатом (нижнем) положении, обеспечивает поднятие шкалы к красному указателю и фиксацию показаний вискозиметра.

Порядок выполнения работы

1. В стакан наливают 800 мл тестируемой жидкости.
2. Прикручивают выбранный шпиндель к валу вискозиметра, опускают шпиндель в исследуемую жидкость.
3. Верхним переключателем устанавливают выбранную скорость вращения шпинделя.

4. Черный переключатель устанавливают в среднее положение. При этом включается двигатель и происходит вращение шпинделя с выбранной скоростью.

5. Для снятия показаний вискозиметра нажимают на рычаг сцепления и удерживают его в нижнем положении. Сразу после этого устанавливают переключатель двигателя в положение OFF (верхнее). Положение шкалы регулируют так, чтобы красный указатель появился в окне вискозиметра.

6. При изменении скорости вращения, замене шпинделя или пробы, двигатель прибора выключают.

Задание

1. Измерить вязкости исследуемых систем при разных скоростях сдвига.

2. Данные внести в Таблицу 1.1.

Таблица 1.1. Результаты измерений

Исследуемая жидкость	Скорость вращения ω , об/мин	Фактор	$M_{отн.}\%$	Скорость сдвига, 1/сек	Напряжение сдвига, дин/см ²	μ , сПз
1	2	3	4	5	6	7

3. Построить зависимости вязкости от скорости сдвига.

4. Построить зависимости напряжения сдвига от скорости сдвига.

5. Определить реологическую модель течения каждой системы.

6. Определить является ли вязкость аддитивным свойством.

Лабораторная работа 2

Определение давления насыщения нефти газом

Давлением насыщения пластовой нефти называют то максимальное давление, при котором из нефти начинает выделяться газ при ее изотермическом расширении (увеличении объема при постоянной температуре) в условиях термодинамического равновесия.

Т.е. это давление, которое соответствует переходу нефти из однофазного состояния в двухфазное.

Давление насыщения - важнейшая характеристика пластовой нефти, в значительной степени определяющая режим разработки. Соотношение пластового давления и давления насыщения определяет источник пластовой энергии, двигающей углеводороды по пласту к забоям скважин и т.о. режим разработки.

- При $P_{пл} > P_{нас}$ - режим разработки водонапорный, упруго-водонапорный или замкнутый упругий. Коэффициент нефтеотдачи не превышает 0,8.
- При $P_{пл} = P_{нас}$ - режим разработки газонапорный. Коэффициент нефтеотдачи не превышает 0,4.
- При $P_{пл} < P_{нас}$ - режим растворенного газа. Коэффициент нефтеотдачи не превышает 0,2.

Таким образом, давление насыщения нефти газом показывает ту величину давления, ниже которого нежелательно опускать пластовое давление, чтоб не выйти на режим растворенного газа с наименьшим коэффициентом нефтеотдачи.

Давление насыщения пластовых нефтей изменяется от 2 до 30 МПа и выше. Оно зависит от соотношения объемов нефти и растворенного в ней газа, их состава и пластовой температуры. Давление насыщения

увеличивается с ростом температуры, молекулярной массы нефти и количества плохо растворимых в нефти газов (например, азота).

Если в природных условиях давление насыщения равно пластовому давлению, то такая нефть называется полностью насыщенной газом. Если давление насыщения меньше пластового давления, такая нефть называется недонасыщенной газом. Пластовое давление может быть значительно выше давления насыщения, что характерно для залежей с аномально высоким пластовым давлением (АВПД). Так на месторождении Тенгиз разница между пластовым давлением и давлением насыщения составляет более 50 МПа ($P_{пл}=80$ МПа, $P_{нас}=25,5$ МПа). Разность между пластовым давлением и давлением насыщения может колебаться в широких пределах - от десятых долей до десятков МПа.

При разработке в продуктивном пласте постоянно меняется соотношение углеводородов, давление, температура. Это сопровождается переходом углеводородов из одной фазы в другую, т.е. фазовыми переходами или фазовыми превращениями.

Фазой называется гомогенная часть гетерогенной системы, имеющая во всех точках одинаковые значения экстенсивных параметров, которые скачком меняются на границе раздела фаз.

Экстенсивными параметрами являются параметры, зависящие от массы или количества вещества (объем, масса, теплоемкость, внутренняя энергия, энтальпия, энтропия и т.д.).

Интенсивными называются такие параметры, которые не зависят от массы и которые выравниваются на границе систем (температура, давление, плотность, концентрация).

Фазовым переходом называется переход вещества от одной фазы в другую. Фазовыми равновесиями называют равновесия в гетерогенных системах, в которых имеют место только фазовые переходы и отсутствуют химические взаимодействия между компонентами.

Фазовыми переходами первого рода называются переходы, сопровождающиеся скачкообразным изменением внутренней энергии и плотности. Фазовые переходы первого рода всегда связаны с выделением или поглощением теплоты, называемой теплотой фазового перехода. Примерами таких переходов служит – испарение/конденсация (обратный процесс), плавление/кристаллизация, сублимация/десублимация.

Состояние системы в процессе фазового перехода описывается *правилом фаз Гиббса*: если N компонентная система находится в состоянии термодинамического равновесия под действием двух интенсивных параметров (давления и температуры) и число фаз равно m , то число независимых переменных, характеризующих эту систему, при изменении которых число фаз не меняется, называется вариантностью или числом степеней свободы системы и определяется по формуле:

$$r = N + 2 - m,$$

где N - число компонент, m - число фаз системы.

Минимальное число фаз $m=1$, поэтому максимальное число степеней свободы или максимальное число переменных, необходимых для полного описания системы равно $(N+1)$.

Например, если мы имеем однокомпонентную $N=1$ систему (чистое вещество) и рассматриваем парожидкостное равновесие ($m=2$), то система однозначно описывается двумя параметрами ($N+1=2$): давлением и температурой, а вариантность $r=1$. Это значит, что фиксированному значению давления (температуры) отвечает фиксированное значение температуры (давления). Если произвольно менять давление, то для сохранения числа фаз системы, температуру также необходимо менять.

Если система двухкомпонентная, то для ее описания необходимо три интенсивных параметра ($N+1=3$): давление, температура, молярная или массовая концентрация. При этом система двухвариантна ($r=2$). Это означает: если определены два параметра, то определен и третий. Или же:

если определен один параметр, то между двумя остальными существует зависимость.

При наличии границы раздела фаз жидкости и газа происходит испарение жидкости. Если система закрыта, испарившиеся молекулы накапливаются в газовой фазе и при увеличении концентрации пара начинается обратный процесс - конденсация пара. Когда процессы испарения и конденсации идут с одинаковой скоростью, устанавливается состояние равновесия. Пар, находящийся в равновесии с жидкостью, называется насыщенным паром.

При данной температуре, равновесию отвечает фиксированная концентрация насыщенного пара.

Давление пара, находящегося в равновесии с жидкостью, называется давлением насыщенного пара. Давление насыщенного пара зависит лишь от температуры. Зависимости давления насыщенного пара от температуры выражаются линиями для каждого однокомпонентного (однородного) вещества (Рис.2.1).

Переход из жидкости в пар называется парообразованием. Различают две формы этого процесса. Испарение - когда парообразование происходит с поверхности жидкости. Оно осуществляется при любых температурах. Кипение - когда парообразование происходит изнутри жидкости, путем образования пузырьков и их выделения. Кипение происходит только при тех температурах, при которых давление насыщенного пара равно или больше внешнего давления.

Таким образом, зависимости давления насыщенного пара от температуры являются одновременно зависимостями температур кипения от внешнего давления.

Повышение внешнего давления всегда повышает температуру кипения, и, наоборот, при пониженном давлении жидкости кипят при более низкой температуре.

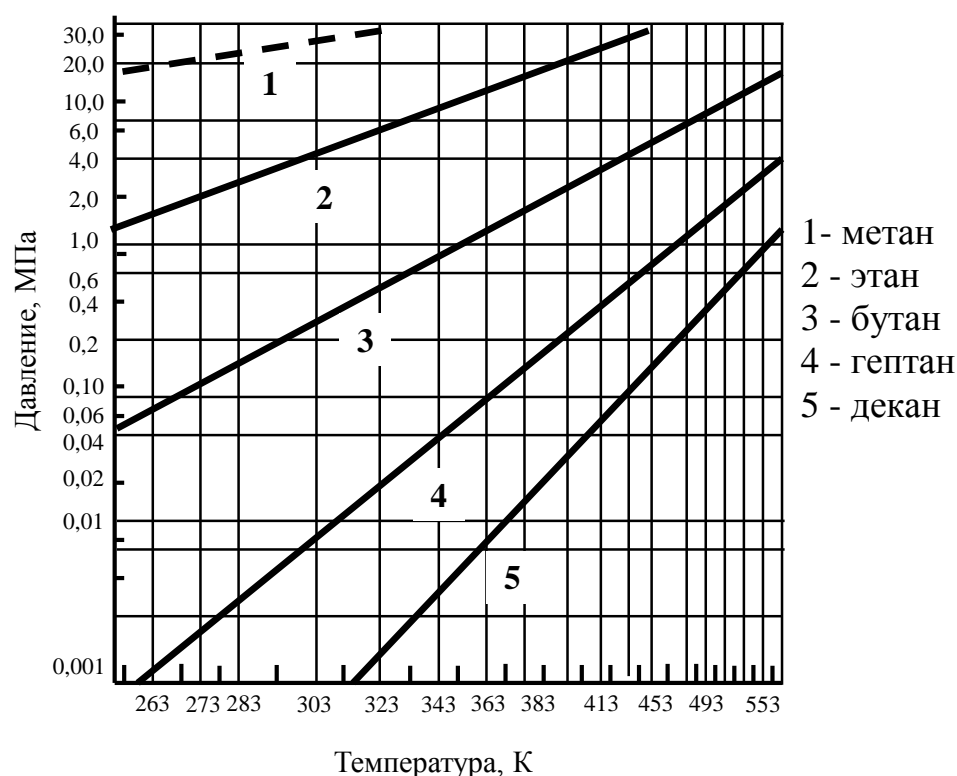


Рис.2.1. Зависимость давления насыщенного пара углеводородов от температуры

Для однокомпонентного вещества зависимость давления насыщенного пара от температуры - она же зависимость температур кипения от внешнего давления - имеет вид линии, начинающейся в тройной точке, и оканчивающейся в критической точке С. В правой верхней области система находится в жидком состоянии (Рис 2.2).

При любых давлениях меньше давления насыщенного пара при данной температуре, вещество находится в паровой (газовой) фазе (в термодинамике понятия пар и газ являются синонимами).

Двухфазному состоянию соответствует линия одновременного существования жидкости и пара, ограниченная критической точкой С.

На фазовой диаграмме однокомпонентной системы в координатах « P - удельный объем вещества (см^3 газа/ г жидкости)» изотермы состоят из 3-х участков (Рис.2.3).

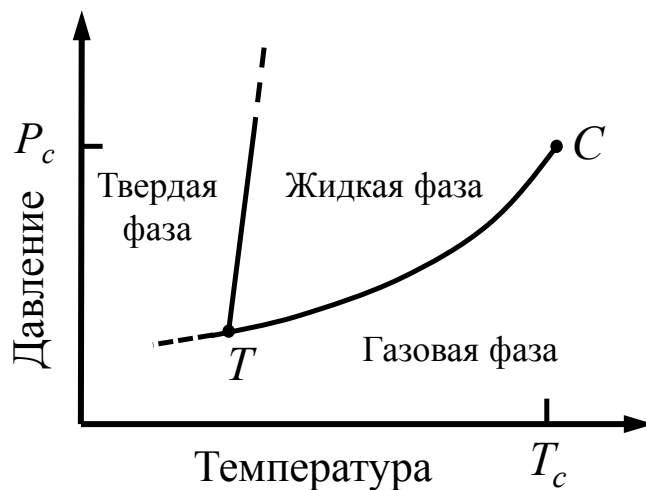


Рис.2.2. Фазовая диаграмма чистого вещества

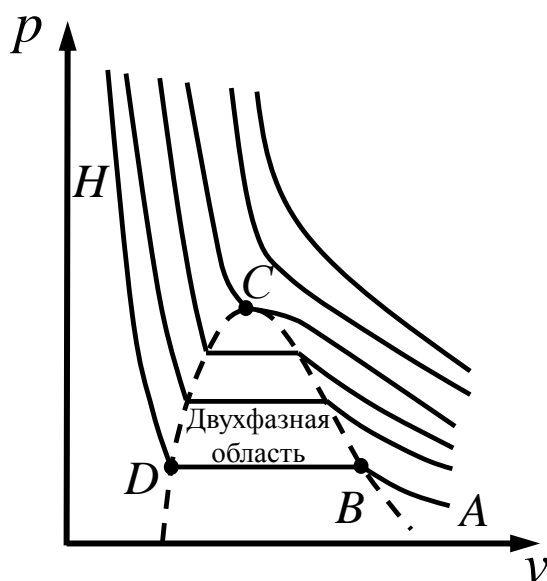


Рис.2.3. Фазовая диаграмма однокомпонентной системы

На участке кривой от A до B уменьшение удельного объема системы сопровождается увеличением давления. В т. B при давлении равном

давлению насыщенного пара при данной температуре, появляется первая капля жидкости - она называется точкой росы (или конденсации).

При дальнейшем сжатии системы начинается процесс конденсации - участок BD . В соответствии с правилом фаз Гиббса (здесь область 2-х фазного состояния и $r=1$), давление остается постоянным и равным давлению насыщенного пара, пока весь пар не сконденсируется в жидкость. В т. D в жидкости (если идти со стороны понижения давления) образуется первый пузырек пара, поэтому она называется точкой парообразования или кипения. Кривая DH показывает сжимаемость чистой жидкости.

Для двухкомпонентных систем в двухфазной области давление не остается постоянным, как в однокомпонентной системе (рис.2.4). Поскольку система двухвариантна, в двухфазной области при постоянной температуре изменяются давление и концентрация компонент. При меньших давлениях конденсируются более тяжелые компоненты, а для конденсации легких компонент давление нужно повышать. Давление начала конденсации всегда меньше давления начала кипения. На P - V диаграмме давление насыщения отвечает точке начала кипения.

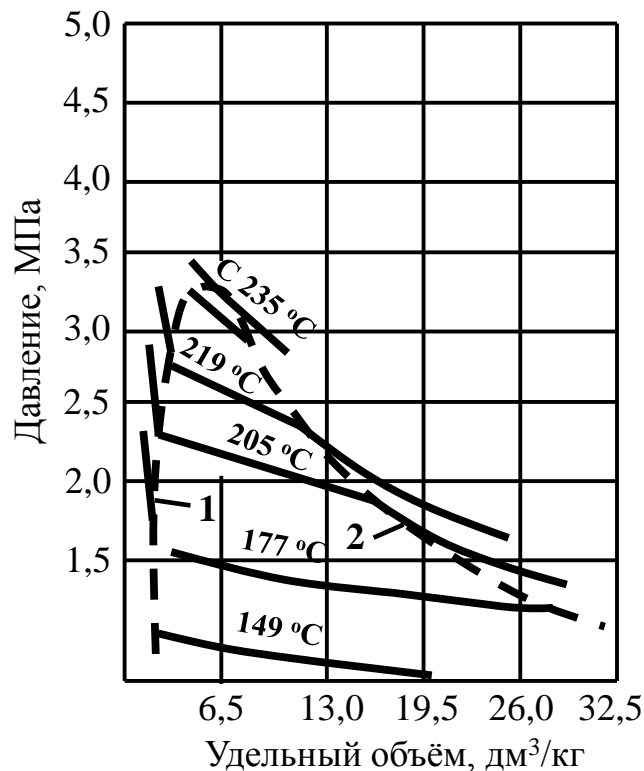


Рис.2.4. Фазовая диаграмма двухкомпонентной системы н-пентан и н-гептан

Для измерения давления насыщения пластовых нефтей наибольшее распространение получил объемный метод, который основан на получении изотермы ($T=const$) PV -зависимости по данным экспериментальных исследований.

Проведение эксперимента заключается в постепенном увеличении объема сосуда, в котором находится проба нефти при постоянной температуре. При этом давление уменьшается. Давление насыщения на PV -зависимости определяется как давление, соответствующее точке перегиба кривой $P = P(V)$ (Рис.2.5).

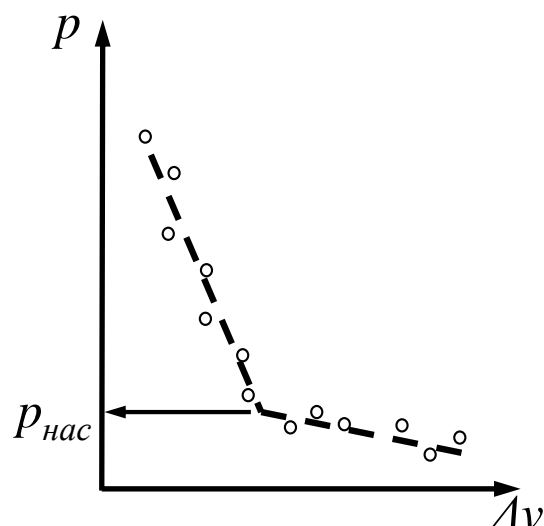


Рис.2.5. Зависимость давления от изменения объема.

Однако, для нефтей с высоким газосодержанием и при высоких пластовых температурах (например, месторождений Тенгиз ($T_{пл}=107^{\circ}\text{C}$, $\Gamma=600 \text{ м}^3/\text{т}$), Карачаганак ($T_{пл}=84^{\circ}\text{C}$, $\Gamma=623 \text{ м}^3/\text{т}$), четкой границы на зависимости давления от удельного объема нефти для однофазного и двухфазного состояния не существует. Для таких нефтей применяется визуальный метод определения давления насыщения.

Таким образом, по P - V диаграмме можно с уверенностью определить $P_{нас}$ как точку перегиба, лишь для нефти с небольшим газосодержанием (например, до $100 \text{ м}^3/\text{т}$).

Описание установки

Для определения давления насыщения нефти газом применяется установка АСМ-400 (рис.2.6). Через систему вентилях 1 производят вакуумирование установки и заполнение ее пластовой системой. Температура в полости установки (бомбе PVT) 5 поддерживается с помощью термостата 8. Для установления фазового равновесия предусмотрена складывающаяся мешалка в виде плоской пружины 4,

которая одним концом подсоединена к ротору 3, а другим с помощью шарнирного соединения к поршню 6. Поскольку пружина является плоской и имеет малые размеры в сложенном состоянии, она не мешает свободному перемещению поршня 6 в бомбе 5. Положение поршня определяет объем бомбы с газонефтяной смесью и измеряется посредством лазерных датчиков по шкале 7. Давление в бомбе измеряется с помощью аналогового и пьезометрического манометров. Значения давления, объема бомбы и температуры в ней фиксируются с помощью компьютера. Программа установки позволяет управлять положением поршня, работой мешалки и термостата.

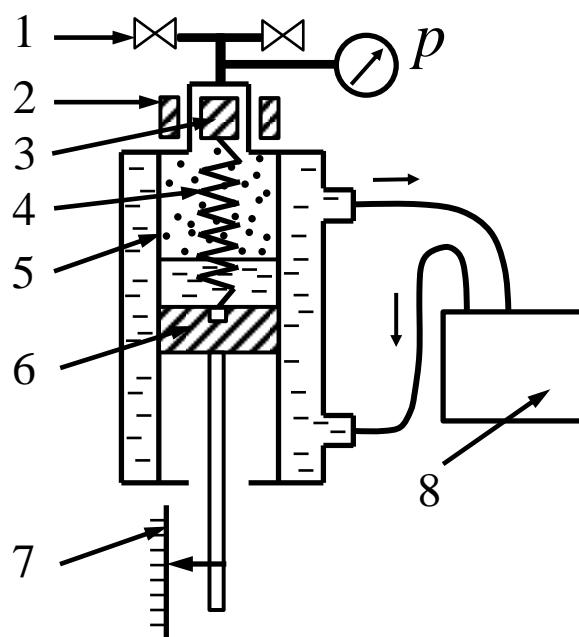


Рис.2.6. Схема установки АСМ-400

Порядок выполнения работы

1. Сжимая объем газожидкостной смеси перемещением поршня вверх, устанавливают начальный объем $V_{нач}$ бомбы.

2. Начальное давление $P_{нач}$ (МПа), отвечающее $V_{нач}$, снимают по показаниям пьезометрического манометра на экране компьютера. Это начальное давление считают пластовым давлением.

3. Для нахождения $P_{нас}$ снимают показания текущего давления P_i в зависимости от изменения объема системы, т.е от $\Delta V = (V_i - V_{нач})$, в каждой точке равновесного существования газожидкостной смеси. Для этого последовательно увеличивают объем газожидкостной смеси ΔV передвижением поршня на 1 см^3 , записывают соответствующие значения P_i .

4. При каждом изменении объёма бомбы ожидают стабилизации давления. Для сокращения времени ожидания включают мешалку, что ускоряет установление равновесия в бомбе.

Задание

1. Заполнить таблицу и построить график $P_i = P_i(\Delta V)$. По графику определить $P_{нас}$.

2. По соотношению $P_{пл}$ и $P_{нас}$ определить тип системы: насыщенная или недонасыщенная газом.

№	Давление, МПа	Объем бомбы, см^3	Приращение объема, см^3	Примечание
1	2	3	4	5

Лабораторная работа 3

Определение температуры насыщения нефти парафином и температуры застывания нефти

В процессе разработки и эксплуатации месторождений нефти и газа часто сталкиваются с образованием твердой фазы в результате выпадения парафинов, асфальто-смолистых веществ, входящих в состав нефти при ее охлаждении.

Твердая фаза отлагается в порах породы, призабойной зоне скважины, стволе скважины, на деталях насосов, наземных аппаратах, что ведет к закупориванию труб, поломке агрегатов, уменьшению дебитов скважин. Борьба с отложениями парафинов требует применения дорогостоящих химических реагентов, проведения закачки пара или горячей нефти, специальных ремонтных работ, что в свою очередь удорожает добычу нефти.

Температура насыщения нефти парафином является одним из промысловых параметров, который определяют на этапе проектирования разработки нефтяного месторождения. Технологию добычи, транспортировки и переработки нефти подбирают таким образом, чтобы ее температура оставалась выше температуры насыщения нефти парафином. Кроме того, если мы знаем температуру насыщения нефти парафином и нам известно распределение температуры по стволу скважины, то можно точно определить на какую глубину надо закачивать теплоноситель или химические реагенты для предотвращения образования твердой фазы.

Твердая фаза, образующаяся при охлаждении нефти, представляет собой смесь различного состава и строения, состоящую преимущественно из алканов (парафинов) нормального строения C_nH_{2n+2} с $n > 16$. Выпадающий твердый осадок включает в себя также другие компоненты

нефти – асфальтены и смолы. Образующиеся отложения называют асфальто-смоло-парафиновыми (АСПО).

Н-алканы в твёрдом состоянии имеют кристаллическую структуру. При кристаллизации (фазовый переход первого рода) в процессе охлаждения н-алканы образуют кристаллическую фазу гексагональной или орторомбической структуры. Характерной особенностью фазовых переходов первого рода является выделение или поглощение тепла, которое расходуется на стабилизацию температуры образца (Рис.3.1). При кристаллизации это объясняется тем, что молекулы теряют подвижность и выделяемая при этом энергия идет на поддержание температуры системы. При плавлении происходит разрушение кристаллической решетки, на что тратится подводимая к системе энергия, и температура также стабилизируется.

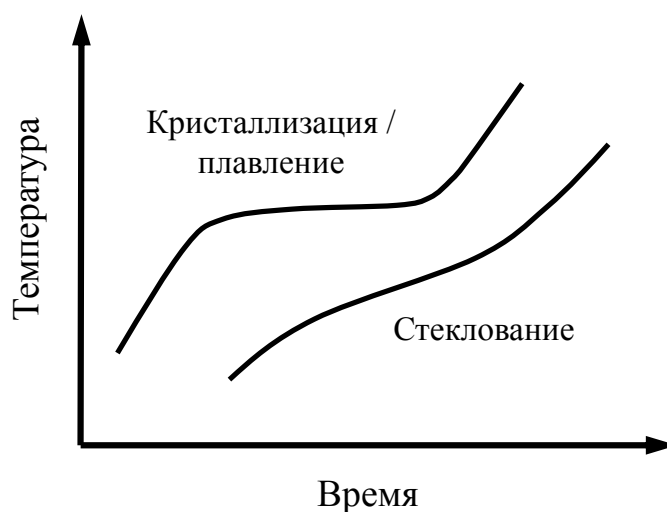


Рис.3.1. Температурная кривая при плавлении кристаллического и аморфного тела

Асфальто-смолистые вещества, входящие в состав нефти, при ее охлаждении также образуют твердую фазу. Но молекулы этих соединений имеют нерегулярное строение и большие размеры, что мешает

образованию упорядоченной кристаллической структуры. Таким образом, при охлаждении нефтяной системы, содержащей значительное количество асфальтенов и смол, образуется неупорядоченная (аморфная) структура, рост кристаллов нарушается. Такой тип образования твёрдой фазы называется стеклованием.

Стеклование не имеет определенной температуры фазового перехода, ее значение зависит от темпа охлаждения. При быстром снижении температуры массивные молекулы не успевают занять места в узлах кристаллической решетки. Кроме того, при нескольких циклах охлаждения и нагревания твёрдая фаза в стеклующейся нефтяной системе может образовываться при разных температурах, отличающихся на несколько градусов.

Температуру образования твёрдой фазы в нефти часто характеризуют параметром «температура насыщения нефти парафином».

Температурой насыщения нефти парафином называется та максимальная температура, при которой из нефти начинают выпадать кристаллы парафина в процессе ее изобарического охлаждения. Если нефть изобарически нагревается, то температурой насыщения нефти парафином называется та максимальная температура, при которой заканчивается процесс растворения кристаллов парафина в нефти. Эти температуры совпадают, если процессы происходят в равновесных условиях.

Определение температуры насыщения нефти парафином описывает образование твёрдой фазы как фазовый переход кристаллизации. Но, как было показано выше, образование твёрдой фазы в нефтях, содержащих значительное количество асфальто-смолистых компонентов, может протекать по типу стеклования. Для таких нефтей целесообразно определять параметр «температура застывания», учитывающий протекание как кристаллизации, так и стеклования.

Температура застывания является технологическим параметром, который используют при переработке нефтей и нефтепродуктов. По ГОСТ 20287-91 за температуру застывания принимают условно ту температуру, при которой налитый в пробирку стандартных размеров нефтепродукт при охлаждении застывает настолько, что при наклоне ее на 45° уровень жидкости остается неподвижным в течение 1 мин.

В нефтях при снижении температуры одновременно происходят и кристаллизация, и стеклование. В высоковязких нефтях при снижении температуры стеклование опережает кристаллизацию, в маловязких нефтях - наоборот. При определенных условиях процесс кристаллизации может не начаться, если все компоненты окажутся вовлечены в процесс стеклования. Для таких нефтей параметр температура насыщения нефти парафином теряет свой смысл, поскольку он "привязан" к процессу кристаллизации. В таких случаях момент образования твердой фазы определяется по температуре застывания. Т.о., температура насыщения нефти парафином во многих случаях не позволяет корректно охарактеризовать процесс образования твердой фазы в нефтях, поэтому в рамках данной лабораторной работы процесс кристаллизации будет рассматриваться на примере индивидуальных n-алканов.

Метод исследования

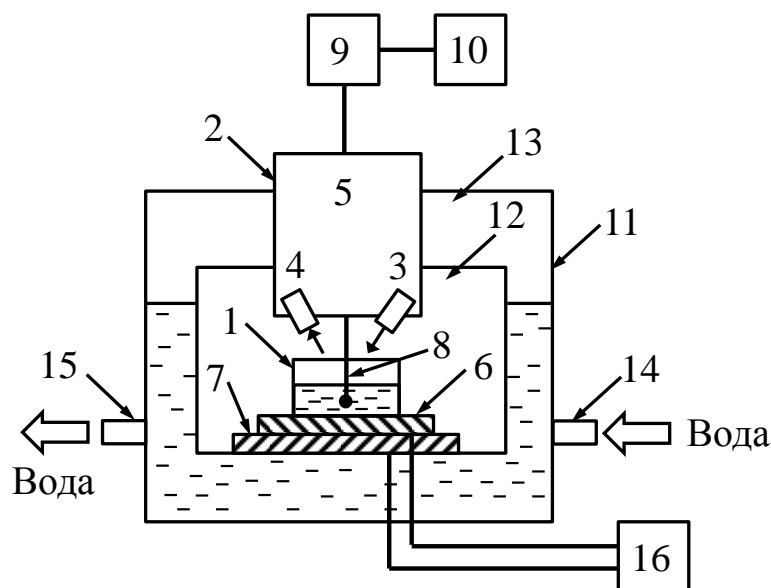
В работе используют термофотометрический метод, основанный на одновременной регистрации температуры образца и интенсивности отраженного от него света. При протекании в образце процессов фазообразования изменяются его оптические свойства. Например, при охлаждении парафина, свет хорошо отражается от гладкой поверхности жидкого образца. В процессе кристаллизации поверхность становится шероховатой, падающий свет рассеивается, что приводит к снижению

интенсивности отраженного света. При плавлении интенсивность наоборот увеличивается. Дополнительную информацию о протекании процесса кристаллизации дает регистрация температуры образца. Термофотометрический метод также удобен для определения температуры застывания в соответствии с требованиями ГОСТ.

Описание конструкции прибора

Описанный метод реализован в приборе "Фазафот" (Рис.3.2). Прибор включает следующие основные узлы: оптический датчик (фотометр отражения), термостат, электронный блок управления нагревом/охлаждением и сбором данных, компьютер с программой для обработки данных. Оптический датчик выполнен в форме цилиндрического тубуса. В его нижней части имеется держатель исследуемого образца. От крышки фотометра отходит кабель для подключения фотометра к измерительной схеме прибора.

На рис.3.2 показано схематичное изображение прибора. Кювету (1) с образцом помещают в рабочую камеру термостата. Сверху размещают фотометр (2) с источником (светодиод (3)) и приемником (фотодиод (4)) света. В качестве источника используют красный светодиод, работающий на длине волны 660 нм, в качестве приемника отраженного света – фототранзистор, включенный в мостовую схему (5), предназначенную для вычисления степени изменения сигнала.



1 - кювета с образцом, 2 - фотометр, 3 - светодиод (источник),
 4 - фотодиод (приемник), 5 - мостовая схема,
 6,7 - термоэлектрические модули(элементы Пельтье),
 8 - термопара, 9 - блок сопряжения, 10 - компьютер,
 11 - корпус, 12 - рабочая камера, 13 - крышка термостата,
 14,15 - подводящий и отводящий штуцеры, 16 - регулятор нагрева

Рис.3.2. Схематическое изображение термостата в сборе с фотометром и чашкой-держателем образца

Изменение температуры в термостате осуществляют при помощи термоэлектрических модулей (элементов Пельтье) (6,7). В основе работы термоэлектрического охлаждающего модуля лежит эффект, открытый французским часовщиком Жаном Пельтье, который в 1834 г. обнаружил, что при протекании постоянного электрического тока в цепи, состоящей из разнородных проводников, в местах контактов (спаях) проводников поглощается или выделяется, в зависимости от направления тока, тепло. При этом количество тепла пропорционально току, проходящему через контакт проводников. Наиболее сильно эффект Пельтье проявляется на контактах полупроводников с различным типом проводимости (р- или n-). При работе элемента одна его сторона нагревается, вторая охлаждается. Для охлаждения горячей стороны в камере термостата предусмотрено

водяное охлаждение. Для создания большей разницы температуры совмещают несколько модулей (в данном случае используется два модуля).

Изменение температуры образца регистрируют при помощи термопары (8). Спай термопары располагают как можно ближе к месту падения луча светодиода на поверхность образца.

Данные, полученные от мостовой схемы (оптические свойства образца) и термопары (температура образца) совмещаются при помощи блока сопряжения (9) и поступают в компьютер (10). При помощи компьютера на этапе подготовки эксперимента задают режим охлаждения.

Температура кристаллизации парафина

Описанный метод позволяет однозначно фиксировать фазовые переходы первого рода (кристаллизация и плавление) по стабилизации температуры в момент перехода. На рис.3.3 представлены экспериментальные кривые, полученные для эйкозана $C_{20}H_{42}$.

Кривая (1) является кривой интенсивности отраженного света (ИОС), а кривая (2) – температурной кривой. По оси ординат отложены значения температуры. Значения ИОС измеряются вольтами, однако для удобства восприятия график автоматически масштабируется по оси ординат. Обе кривые согласуют друг с другом по горизонтальной оси времени. Это осуществляют следующим образом: выбирают точку на кривой ИОС, вертикально опускают перпендикуляр на температурную кривую, от точки пересечения проводят горизонтальную линию до пересечения с осью ординат.

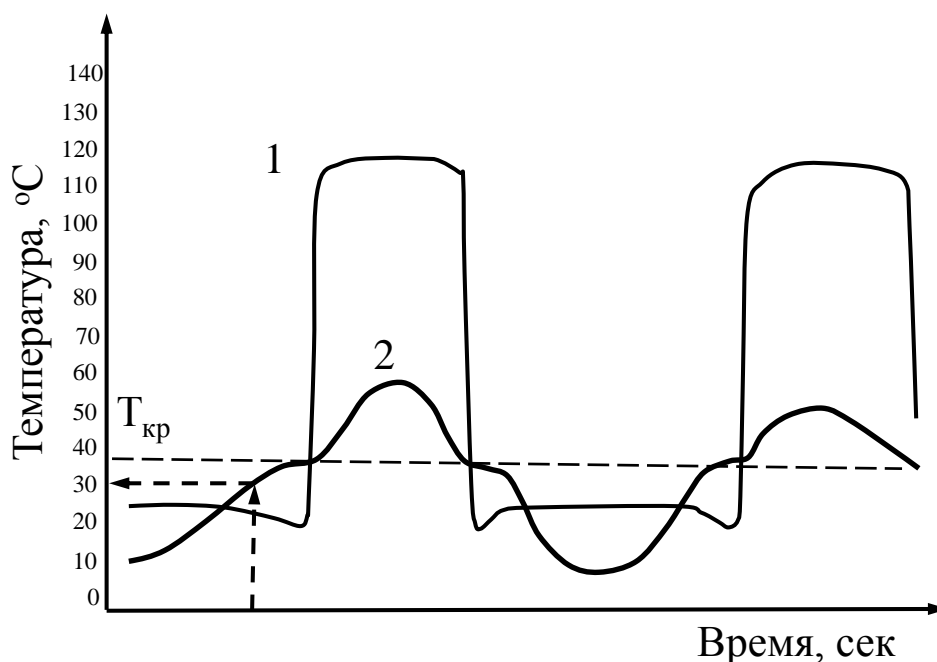


Рис.3.3. Кривые интенсивности отраженного света (1) и температуры (2) для н-алкана $C_{20}H_{42}$ (эйкозан)

На рис.3.3 показано, что температурная кривая имеет три участка: на первом образец нагревают от 14 до 50 °С, на втором охлаждают от 50 до 12 °С, и на третьем снова нагревают от -12 до 50 °С. Изначально эйкозан находился в твердом состоянии, и ИОС имела малые значения. При повышении температуры образец плавится, оптическая плотность уменьшается, поверхность образца становится гладкой, что приводит к увеличению ИОС. При охлаждении процесс повторяется в обратном порядке.

Согласно литературным данным, температура плавления чистого эйкозана $T_{пл}=36,6$ °С. Видно, что на кривых интенсивности отраженного света при указанной температуре наблюдается резкое изменение интенсивности как при нагревании (плавлении), так и охлаждении (кристаллизации), а на температурной кривой видны горизонтальные площадки, что однозначно свидетельствует о наличии фазового перехода первого рода.

Температура застывания нефти или нефтепродукта

Нефть является сложной системой и при ее охлаждении происходит серия фазовых превращений кристаллизации и стеклования. Кривые интенсивности отраженного света и температуры в данном случае неинформативны, т.к. не позволяют сделать однозначные выводы о происходящих процессах и определить температуру образования твердой фазы. На рис.3.4 представлены экспериментальные кривые, полученные для нефти месторождения Ащисай. На кривой интенсивности отраженного света виден характерный спад, но однозначно охарактеризовать его как момент образования твердой фазы нельзя. Также отсутствуют какие-либо особенности температурной кривой, что не позволяет выделить фазовые переходы кристаллизации.

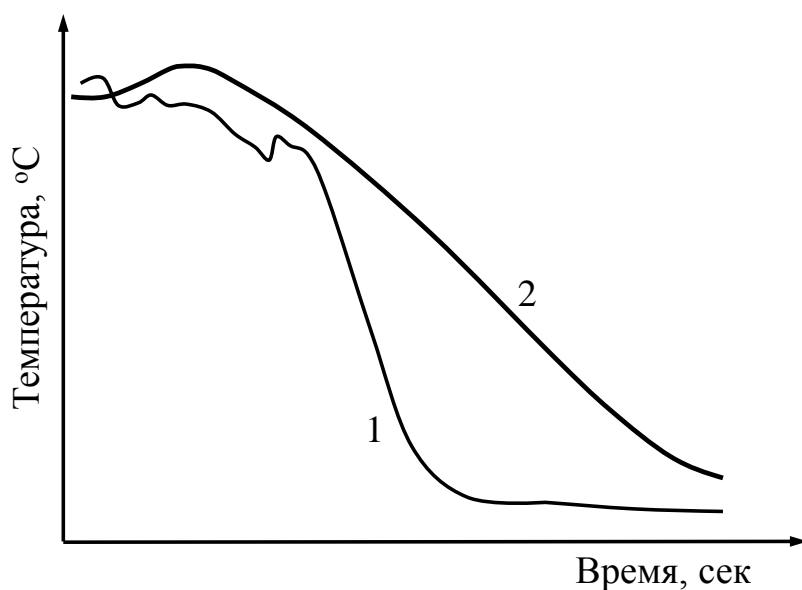


Рис.3.4. Кривые интенсивности отраженного света (1) и температуры (2) для нефти месторождения Ащисай

Как уже говорилось ранее, для описания нефтей удобно использовать параметр температуры застывания, т.к. он однозначно определяется экспериментальным методом.

Определение температуры застывания нефти или нефтепродукта основано на том, что конструкция термофотометра позволяет наклонять рабочую камеру с образцом в процессе проведения эксперимента. Эта функция воспроизводит метод, описанный в ГОСТ 20287-91, за тем исключением, что позволяет получать непрерывную температурную кривую, а не набор дискретных точек. Результаты подобного эксперимента представлены на рис.3.5.

Изначально нефть находилась в жидком агрегатном состоянии, поэтому при качании рабочей камеры мениск нефти в кювете перемещался, стремясь оставаться в горизонтальном положении. Фотометр неподвижно закреплен в рабочей камере, поэтому при наклонах угол падения света на жидкий образец меняется и интенсивность падает. Когда температура опустилась ниже температуры застывания, показания кривой интенсивности отраженного света стабилизировались при температуре и 20 °C.

Проведение эксперимента

1. Включают водяное охлаждение прибора, убеждаются в отсутствии протечек.

2. Включают прибор и компьютер, запускают программу "Термо".

3. Выбирают температурный режим эксперимента.

В меню программы выбирают: Эксперимент → Проведение опытов
→ Управление нагревом.

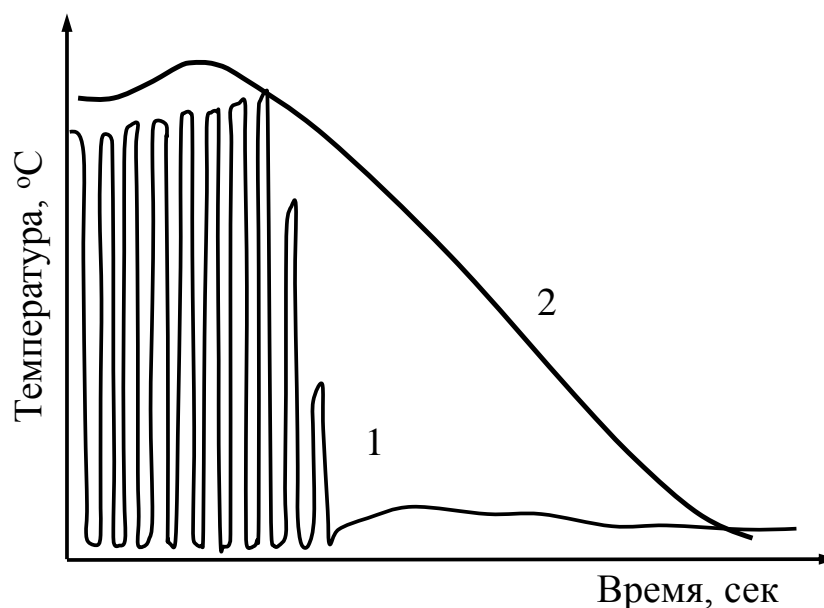


Рис.3.5. Кривые интенсивности отраженного света (1) и температуры (2) для нефти месторождения Ащисай при изменении положения образца в пространстве

Появится окно настройки параметров управления термостатом. Нажатие кнопки "Чтение констант режимов" позволяет отобразить таблицу параметров режимов охлаждения/нагрева, уже загруженных в память прибора. Редактировать можно первые четыре столбца таблицы. Это соответственно время нагрева и интенсивность нагрева, а также время охлаждения и интенсивность охлаждения. Один эксперимент включает в себя первый цикл нагрева, цикл охлаждения и второй цикл нагрева. Отредактировав соответствующие значения параметров, загружают их в память прибора нажатием кнопки "Запись констант режимов". Следует помнить, что номер нужного для данного эксперимента режима в таблице соответствует номеру режима, выставяемого при помощи тумблера на лицевой стороне прибора. Менять режим в процессе проведения эксперимента невозможно.

4. Подготавливают образец для исследования.

Если при комнатной температуре образец парафина находится в жидком агрегатном состоянии, то при помощи дозатора наливают 0,3-0,4 мл жидкого парафина в кювету. Если при комнатной температуре образец парафина находится в твердом агрегатном состоянии, то взвешивают около 0,5 г парафина и заполняют кювету как можно более ровным слоем.

Далее кювету с образцом закрепляют в термофотометре при помощи игл, и опускают в рабочую камеру термостата. После этого ждут, пока температура образца и кюветы стабилизируется. Для этого на лицевой панели прибора имеется дисплей, куда выводятся показания термопары. Также на дисплей выводится текущее значение интенсивности отраженного света. При помощи винтов регулировки, расположенных на верхней стороне цилиндра термофотометра можно регулировать значение этого параметра. Если образец является твердым, и в процессе эксперимента он будет плавиться, то значение интенсивности должно составлять порядка 0,3-0,5 В. Если образец является жидким, и в процессе эксперимента он будет кристаллизироваться, то значение интенсивности должно составлять порядка 4,5-5 В. При таких настройках экспериментальные кривые будут наиболее удобны для восприятия.

5. Проведение эксперимента.

Для начала эксперимента нажимают кнопку "Старт" в окне регистрации данных опыта. На экране компьютера можно наблюдать текущие значения температуры образца и интенсивности отраженного от него света.

а) Если необходимо измерить температуру кристаллизации парафина, то после завершения циклов нагревания/охлаждения прибор автоматически выключится, и на экране появятся экспериментальные кривые.

б) Если необходимо измерить температуру застывания, то в процессе эксперимента прибор наклоняют на 45 градусов, желательно через равные промежутки времени (5 или 10 секунд). После завершения циклов нагревания/охлаждения прибор автоматически выключится, и на экране появятся экспериментальные кривые.

6. После завершения работы с прибором выключают водяное охлаждение.

7. Экспериментальные данные можно сохранять, как в графическом, так и в текстовом виде с целью дальнейшего использования и редактирования. Для этого используют инструменты вкладки "Графики и расчеты".

Задание

1. Определить температуру кристаллизации индивидуального н-алкана.

2. Определить температуру застывания нефти.

Лабораторная работа 4

Определение температуропроводности пород

При разработке и эксплуатации месторождений для решения ряда геологических и технических задач - изучения пород по их тепловым свойствам, выявления пластов, содержащих полезные ископаемые, изучения состояния скважин и обсадных колонн - применяют термические методы исследования скважин. Для повышения нефтеотдачи существует ряд методов теплового воздействия на пласт: обработка скважин горячей водой, нефтью, паром, создание очагов внутрипластового горения.

Поэтому при изучении количественных закономерностей процессов переноса тепла в жидкостях и породах, необходимо знать их теплофизические характеристики.

К теплофизическим характеристикам относятся: теплопроводность λ , температуропроводность a и теплоемкость C .

Теплопроводность λ характеризует способность материала проводить тепло, и, по уравнению Фурье, определяет количество тепла Q , проходящее в секунду через 1 м^2 слоя вещества толщиной 1 м при разности температур в 1 К . Для одномерного стационарного температурного поля уравнение Фурье имеет вид:

$$dQ = -\lambda \frac{dT}{dx} dS dt$$

("—" т.к. тепло переносится в сторону уменьшения температуры);

$$[\lambda] = \frac{dQ}{\frac{dT}{dx} dS dt} = \left[\frac{\text{Дж}}{\text{м} \cdot \text{с} \cdot \text{К}} \right] = \left[\frac{\text{Вт} \cdot \text{м}}{\text{м} \cdot \text{К}} \right].$$

Уравнение Фурье описывает теплообмен кондукцией или теплопроводностью. Для стационарного трехмерного температурного поля его можно записать

$$q = \frac{Q}{S \cdot t} = -\lambda \cdot \text{grad} T,$$

где q – интенсивность теплового потока, $\left[\frac{\text{Дж}}{\text{м}^2 \cdot \text{с}} \right] = \left[\frac{\text{Вт}}{\text{м}^2} \right]$.

Интенсивность теплового потока численно равна количеству теплоты Q , передаваемой через 1 м^2 поверхности тела за единицу времени.

Количество теплоты Q , т.е. изменение внутренней энергии, можно измерять в тех же единицах, что и механическую энергию, т.е. в Дж. Теплопроводность металлов, выше, чем диэлектриков:

λ латунь	110 Вт/м·К
λ стекло	0,8 Вт/м·К
λ вода	0,582 Вт/м·К
λ нефть	0,139 Вт/м·К
λ воздух	0,025 Вт/м·К

Отсюда видно, что воздух является большим теплоизолятором, чем металлы и диэлектрики.

Теплоемкость C есть первая производная от внутренней энергии тела:

$$C = \frac{dQ}{dT} = \left[\frac{\text{Дж}}{\text{кг} \cdot \text{К}} \right] - \text{массовая и} \left[\frac{\text{Дж}}{\text{м}^3 \cdot \text{К}} \right] - \text{объемная},$$

и характеризуют тепловую инерцию, т.е. сколько тепла надо сообщить телу для нагревания его на 1°C : $dQ = C_m \cdot m \cdot dT$; $dQ = C_v \cdot V \cdot dT$

Причем, $C_v = C_m \cdot \rho$.

C_m латунь	0,39 кДж/кг·К
C_m воздух	1 кДж/кг·К
C_m нефть	2 кДж/кг·К
C_m вода	4 кДж/кг·К

Коэффициент температуропроводности a [$\text{м}^2/\text{с}$] характеризует температурную инерцию тела, т.е. способность тела менять температуру в данной точке под действием изменившейся температуры в соседней точке. Фурье предположил, что закон, связывающий передачу тепла и изменение температуры справедлив как для стационарных, так и для нестационарных тепловых полей. Применяя уравнение неразрывности теплового потока:

$$\frac{\partial Q}{\partial t} = -\text{div} \vec{q} = -\left(\frac{\partial q_x}{\partial x} + \frac{\partial q_y}{\partial y} + \frac{\partial q_z}{\partial z}\right),$$

И закон Фурье, для нестационарного 3-х мерного теплового потока получаем:

$$C_v \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \cdot \Delta T + \omega \quad (\text{при } \lambda \text{ не зависящем от температуры})$$

где ΔT - оператор Лапласа:

$$\Delta T = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \text{div}(\text{grad} T)$$

- можно обозначить как $\nabla^2 T$

$$\omega = \left[\frac{\text{Дж}}{\text{м}^3 \cdot \text{с}} \right] - \text{мощность внутренних источников тепла};$$

$$C_v = \left[\frac{\text{Дж}}{\text{м}^3 \cdot \text{К}} \right] - \text{объемная теплоемкость}.$$

Если в теле нет внутренних источников тепла и $\omega = 0$, то уравнение приводят к виду:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \cdot \Delta T, \quad (4.1)$$

где $a = \frac{\lambda}{C_v} = \left[\frac{\text{м}^2}{\text{с}} \right]$ называется коэффициентом температуропроводности.

Таким образом, стоит только обнулить левую часть, т.е. взять стационарный процесс и коэффициент температуропроводности исчезнет.

Т.е. коэффициент температуропроводности работает исключительно в нестационарных процессах и характеризует неустановившийся тепловой поток. Теплопроводность λ работает при стационарном процессе и характеризует установившийся тепловой поток.

Коэффициент температуропроводности для горных пород имеет порядок $a=(2,5-20,5) \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$. Для воды $a=(0,9-1,2) \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, для нефти $a=(0,56-0,86) \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$. Он зависит от пористости, водонасыщенности, от температуры. Температуропроводность понижается с увеличением пористости (воздух является теплоизолятором) и уменьшением водонасыщенности. В нефтенасыщенных породах a ниже, чем в водонасыщенных, т.к. температуропроводность нефти ниже.

Теплофизические характеристики связаны между собой соотношением:

$$\lambda = a \cdot C_v = a \cdot C_m \cdot \rho.$$

Внутренняя энергия может изменяться при двух процессах: совершении работы и передаче теплоты.

Теплопередача - процесс, при котором внутренняя энергия одних тел уменьшается, а других увеличивается, причем механическая энергия не изменяется и работа не совершается. Теплопередача совершается в форме кондукции (теплопроводностью), конвекции, радиации (Солнце-Земля), фазовых переходов.

Теплопроводность и температуропроводность обычно определяют долю тепла, переносимого теплопроводностью.

Конвективный теплообмен между жидкостью и твердыми телами называется теплоотдачей и характеризуется коэффициентом теплоотдачи α . Конвективный теплообмен описывается уравнением Ньютона $q = \alpha \cdot \Delta T$ (конвективным теплообменом называется передача теплоты между неравномерно нагретыми частями жидкости или жидкостью и твердыми

талами в результате движения макроскопических частей жидкости относительно друг друга или по отношению к твердым талам.)

Коэффициентом теплоотдачи называется величина, равная отношению:

$$\alpha = \frac{q}{\Delta T_{cp_и_поверхности}} \left[\frac{Дж}{с \cdot м^2 \cdot К} \right] = \left[\frac{Вт}{м^2 \cdot К} \right],$$

где q – интенсивность теплового потока;

ΔT – разность температур между внешней средой и поверхностью тала. Интенсивный теплообмен определяется условием $\alpha \rightarrow \infty$.

Теория метода

Для определения теплофизических характеристик используют разные методики, в основе которых лежат уравнения теплопроводности при определенных краевых условиях.

Все методы подразделяются на стационарные и нестационарные.

В основе стационарных методов лежат решения уравнения теплопроводности при граничных условиях:

- I рода: заданы и поддерживаются постоянными температура на поверхности породы $T=const$;
- II рода: заданы и поддерживаются постоянными интенсивность теплового потока на поверхности породы $q=const$.

В нестационарных методах определения проводят в условиях меняющегося во времени температурного поля. Они подразделяются на:

- чисто нестационарные, когда начальное распределение температур влияет на теплоперенос и на теплоотдачу α ;
- квазистационарные – процесс переноса тепла изучается в той стадии, когда начальное распределение температур уже не играет роли и

температура в любой точке образца изменяется во времени с постоянной скоростью. К квазистационарным относятся методы регулярного режима.

Мы будем рассматривать:

1. Простое охлаждение – нагревание. Это когда температура окружающей среды T_c и коэффициент теплоотдачи α на поверхности породы остаются постоянными: $T_c, \alpha = \text{const}$. В этом случае изменение температуры между средой и породой описывается формулами:

$$\begin{aligned} \text{при охлаждении, когда } T_n > T_c \quad \Delta T = T_n - T_c &= A \cdot e^{-m\tau}; \\ \text{при нагревании, когда } T_c > T_n \quad \Delta T = T_c - T_n &= A \cdot e^{-m\tau}, \end{aligned} \quad (4.2)$$

где τ – время, m – постоянная процесса теплообмена, называемая "темпом охлаждения" (нагревания), имеющая размерность [1/сек].

Кривые охлаждения - нагревания имеют вид:

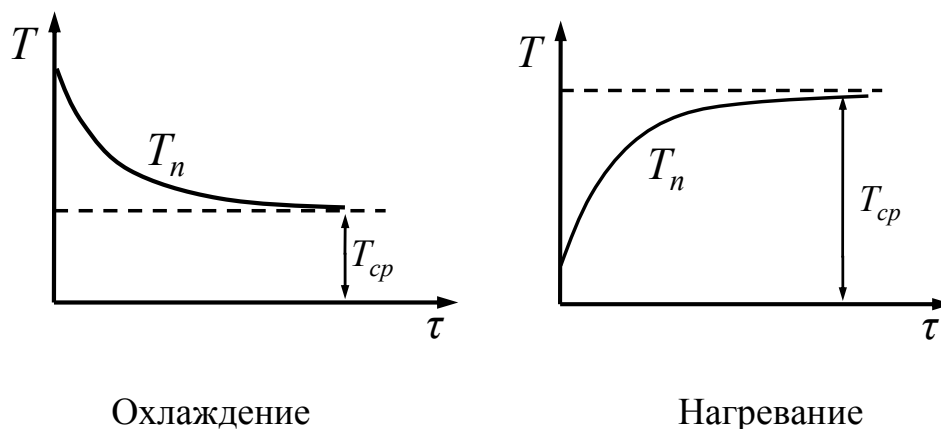


Рис. 4.1. Изменение температуры образца во времени при простом нагревании, охлаждении

2. Регулярный режим: когда при простом нагревании, скорость изменения температуры одинакова во всех точках системы и не зависит от координат и времени τ (рис.4.2):

$$\ln \Delta T = -m \cdot \tau + C(x, y, z), \quad \text{т.е.} \quad \frac{\partial}{\partial \tau} (\ln \Delta T) = -m.$$

3. Отсутствие внутренних источников тепла в твердом однородном теле (например, чтоб не было фазовых переходов).

Величина m не зависит от координаты и времени и определяется условиями теплообмена на поверхности образца породы, его геометрией и теплофизическими характеристиками. Темп охлаждения–нагрева m является мерой инерционности температурного поля при интенсивном теплообмене (когда коэффициент теплоотдачи $\alpha \rightarrow \infty$) (рис.4.3) и связан с коэффициентом температуропроводности a соотношением:

$$a = m_{\infty} \cdot k \quad (4.3)$$

где k – постоянная, зависящая от формы образца, имеющая размерность площади $[m^2]$.

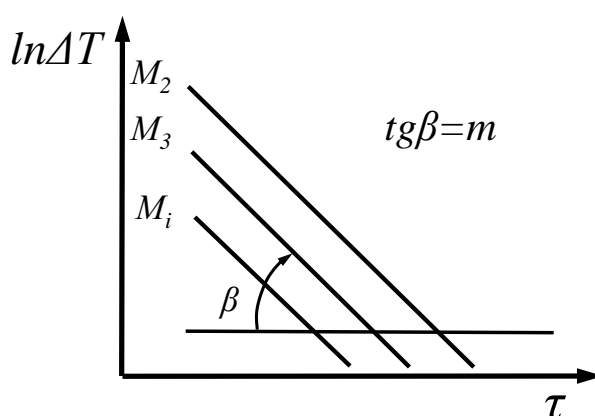


Рис.4.2. Температурное поле системы при ее регулярном охлаждении или нагревании в полулогарифмических координатах:

$(M_1), (M_2), (M_3), \dots$ - параллельные прямые для точек системы, угловой коэффициент которых равен m

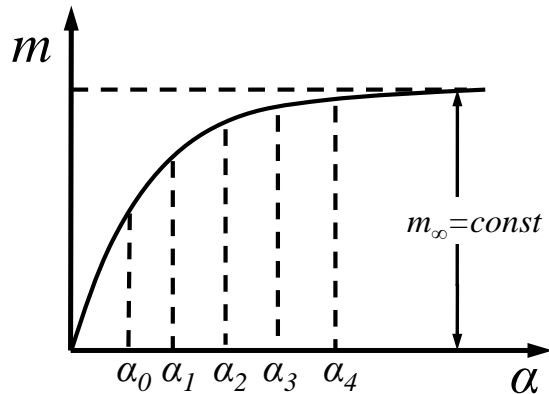


Рис.4.3. Асимптотический закон возрастания темпа m регулярного охлаждения системы с беспредельным возрастанием коэффициента теплоотдачи α

Для цилиндра

$$k = \frac{1}{\left(\frac{2 \cdot 2,4048}{d}\right)^2 + \left(\frac{\pi}{h}\right)^2}, \quad (4.4)$$

$$h = 4,2 \cdot 10^{-2} \text{ м};$$

$$d = 2,2 \cdot 10^{-2} \text{ м};$$

где 2,4048 – наименьший корень функции Бесселя.

Достоинство метода: быстрота и простота методики определения.

Недостатки: невозможность оценки свойств анизотропных пород, невысокая точность $\pm 10\%$.

Порядок выполнения работы

На рис.4.4 изображена схема установки.

1. Термостат (1) нагревают до заданной температуры (60-80 °С);
2. Образец (3) помещают в калориметр (2) – бронзовый или латунный стаканчик, чтобы обеспечить интенсивный теплообмен, т.е. большую интенсивность теплового потока q ,

3. Образец с калориметром помещают в термостат.

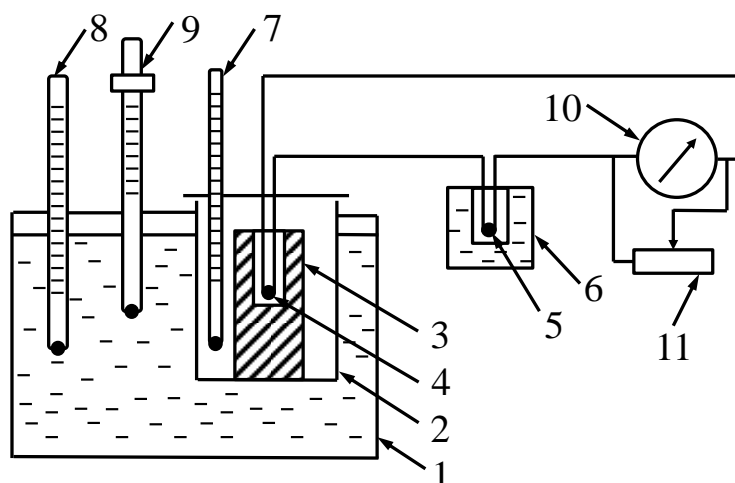
После установления регулярного режима разность температур образца и среды будет меняться по (4.2).

Измеряя в разные моменты времени τ_1 и τ_2 соответствующие значения перепада температур между средой и породой ΔT_i из (4.2) имеем:

$$\Delta T_1 = T_{cp} - T_{n1} = A \cdot e^{-m\tau_1};$$

$$\Delta T_2 = T_{cp} - T_{n2} = A \cdot e^{-m\tau_2}.$$

Разделим одно уравнение на другое и прологарифмируем.



- 1 - термостат, 2 - калориметр, 3 - образец, 4 - горячий спай термопары, 5 -
холодный спай термопары, 6 - нуль-термостат, 7, 8 - термометры,
9 - контактный термометр, 10 - микроамперметр,
11 - многопредельный шунт

Рис.4.4. Схема установки для определения температуропроводности
горных пород

Поскольку $\ln(\Delta T)$ можно заменить на $\ln(T_n)$, если $T_{cp} = const$, а темп нагревания физически положительная и возрастающая величина:

$$\ln \Delta T_1 - \ln \Delta T_2 = \ln T_{n2} - \ln T_{n1} = m \cdot \tau_2 - m \cdot \tau_1.$$

Получаем

$$m = \frac{\ln T_{n2} - \ln T_{n1}}{\tau_2 - \tau_1}. \quad (4.5)$$

Температуры T_{n1} и T_{n2} измеряют с помощью дифференциальной термопары, горячий спай которой помещен в образец (4), а холодный (5) – в 0-термостат (6). Т.е. разница температур между спаями Δt численно равна температуре горячего спая или температуре породы:

$$\Delta t = T_{II}.$$

Перед проведением работы термопару градуируют, снимая зависимость разности температур Δt между спаями и соответствующие им показания микроамперметра (10). Для регулировки тока в схему включен многопредельный шунт.

Физическая основа градуировки: термоЭДС пропорциональна разности температур спаев (Рис.4.5).

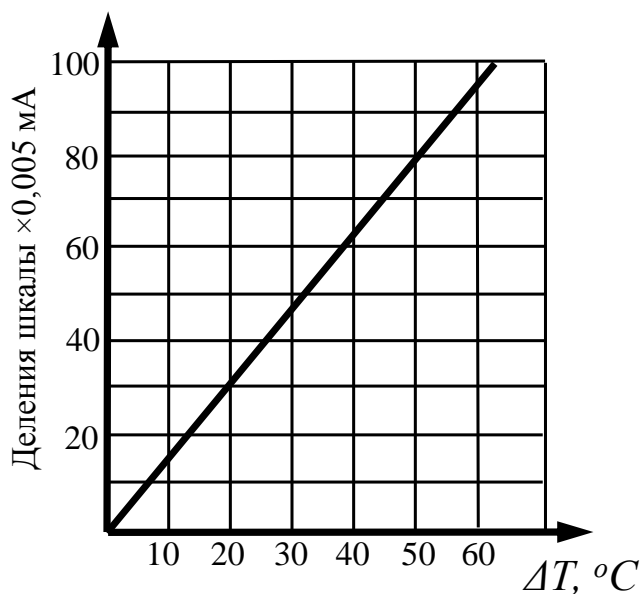


Рис.4.5. Градуировочный график

T_{n1} – температура породы в начальный момент $\tau_1 = 0$, которую измеряют при комнатной температуре до помещения образца в термостат. T_{n1} это Δt_1 с градуировочного графика.

T_{ni} – температура в последующий момент времени, которую измеряют после помещения образца в термостат в процессе его нагревания до температуры $i = 60-80^\circ\text{C}$

Величина темпа нагревания m достигает максимума и далее не меняется при достижении регулярного режима. Темп нагревания m может быть найден графическим путем (рис.4.6) как тангенс угла наклона прямой, построенной в координатах $\ln(T_n) = f(\tau_i)$, или рассчитан по формуле (4.5).

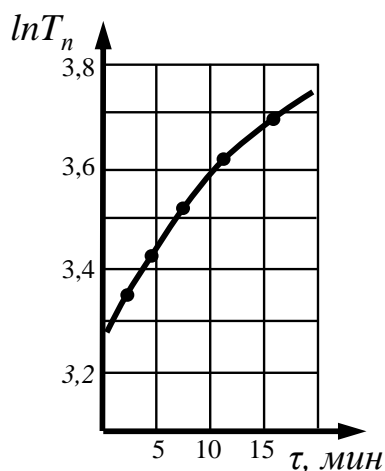


Рис.4.6. Динамика нагрева образца породы

Задание

1. Рассчитать коэффициент формы при параметрах образца $h = 4,2 \cdot 10^{-2} \text{ м}$; $d = 2,2 \cdot 10^{-2} \text{ м}$ по (4.4).
2. Данные свести в таблицу:

№ п/п	Время с начала отсчета		Показания микроамперметра в момент измерения, мкА	Разность температур Δt , °C	$\ln \Delta t$
	мин	сек			
1					
2					

Время с начала отсчета в 1-й строке соответствует $\tau_1 = 0$ сек. В последующих строках записать τ_i , снятое по секундомеру в [сек]. В процессе нагревания образца регистрировать показания микроамперметра через 5 делений. Температуру породы T_{ni} в соответствующий момент времени определить по градуировочному графику в соответствии с показаниями микроамперметра. Рассчитать $\ln T_{ni}$ для соответствующих моментов времени τ_i

3. Построить график 4.6.

4. Рассчитать темп нагревания m [1/сек] и коэффициент температуропроводности a [м²/с] при разных $(\tau_{i+1} - \tau_i)$ и соответствующих $(\ln \Delta T_{ni+1} - \ln \Delta T_{ni})$ по (4.4) и (4.2).

Лабораторная работа 5

Определение теплопроводности горных пород

Теплопроводные свойства горных пород как многокомпонентных систем определяются не только теплопроводностью различных компонентов и их количественным соотношением, но и структурой пород. Наличие микро- и макротрещиноватости и пористости приводит к уменьшению теплопроводности. Теплопроводность является неаддитивным и анизотропным свойством. Например, теплопроводность кристалла кварца различна в разных кристаллографических направлениях и составляет $\lambda_c=10,7$ Вт/м·К, $\lambda_a=6,05$ Вт/м·К, $\lambda_{эф}=7,6$ Вт/м·К. В то же время плотный кварцевый песчаник характеризуется теплопроводностью 1,3-3 Вт/м·К. Увеличение плотности горных пород как правило приводит к увеличению их теплопроводности λ (Рис.5.1).

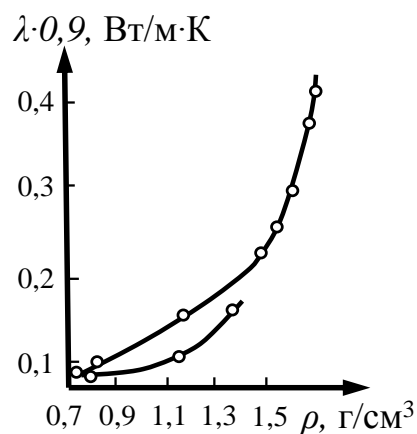


Рис.5.1. Зависимость теплопроводности от плотности скелета

1 - песчаная порода, 2 - глинистая порода

Уравнение Фурье выведено для случая стационарного температурного поля, когда теплопроводность величина постоянная.

Однако, опыты показали, что теплопроводность всех материалов зависит от температуры:

$$\lambda = f(T) = \lambda_o \cdot (1 + \beta T),$$

где β - температурный коэффициент, имеющий порядок 10^{-3} 1/K , а λ_o не зависит от температуры.

Для ряда технических диэлектриков, плохо проводящих тепло, $\beta > 0$ и теплопроводность возрастает с повышением температуры.

Для кристаллических материалов и горных пород $\beta < 0$ и λ убывает с возрастанием температуры.

Для водо-нефтенасыщенных горных пород может отмечаться нелинейный характер зависимости $\lambda = f(T)$, обусловленный фазовыми переходами воды и углеводородов. Теплопроводность горных пород зависит от давления (рис. 5.2).

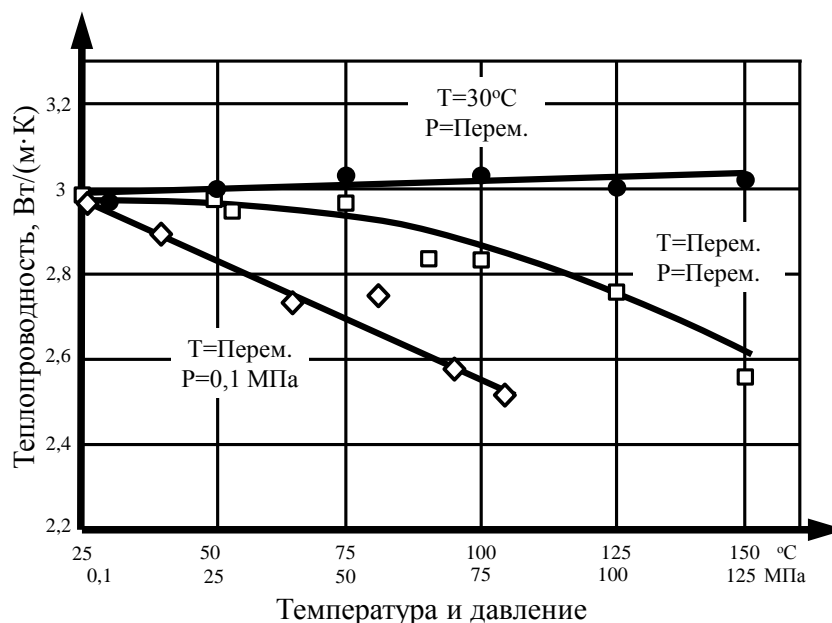


Рис.5.2. Экспериментальные данные зависимости теплопроводности от давления и температуры

В общем случае, когда λ зависит от температуры, формула Фурье сохраняет ту же форму, но вместо λ подставляют λ_{cp} :

$$\lambda_{cp} = \lambda_0 \cdot (1 + \beta \cdot T_{cp}),$$

где $T_{cp} = \frac{T_1 + T_2}{2}$ средняя арифметическая между T_1 и T_2 в предположении, что $\beta = const$, что в реальных случаях не всегда имеет место.

Этим соображением часто пользуются при тепловых расчетах стационарных тепловых режимов и при испытании материалов на теплопроводность.

Закон Фурье и вытекающее из него уравнение теплового потока:

$$q = \frac{Q}{S \cdot t} = -\lambda_{cp} \cdot gradT = \lambda_{cp} \cdot \frac{T_1 - T_2}{X (= H)},$$

где $X=H$ – толщина слоя, через который протекает тепловой поток, ($T_1 > T_2$) можно записать по аналогии с законом Ома:

$$J = \frac{U_1 - U_2}{R},$$

где U - напряжение, следующим образом:

$$q = \frac{T_1 - T_2}{R},$$

где $R = \frac{H}{\lambda}$ - называется термическим сопротивлением $\left[\frac{m^2 \cdot K}{Bm} \right]$;

H - толщина стенки, проводящей тепло.

Если мы имеем дело со сложным слоем, состоящем из n слоев с коэффициентами теплопроводности λ_i , то эквивалентное тепловое сопротивление, преодолеваемое тепловым потоком при течении от горячей к холодной стенке аддитивно складывается (Рис.5.3).

$$R_{обп} = \sum_{i=1}^n R_i, \quad R_i = \frac{h_i}{\lambda_i}$$

Если твердая стенка (простая или сложная) разделяет две среды с разными температурами, теплопередача через нее осуществляется конвективно-кондуктивным путем (рис.5.4).

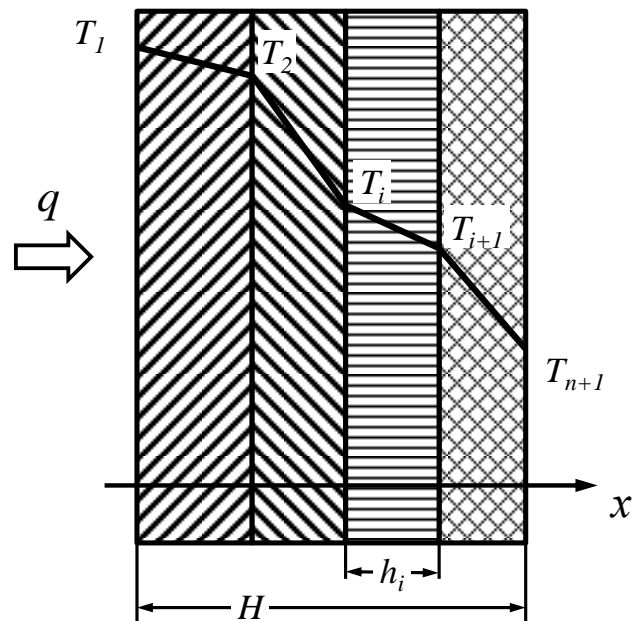


Рис.5.3. Передача тепла через сложную плоскую стенку: T_1, T_2, \dots, T_{n+1} - температурная кривая

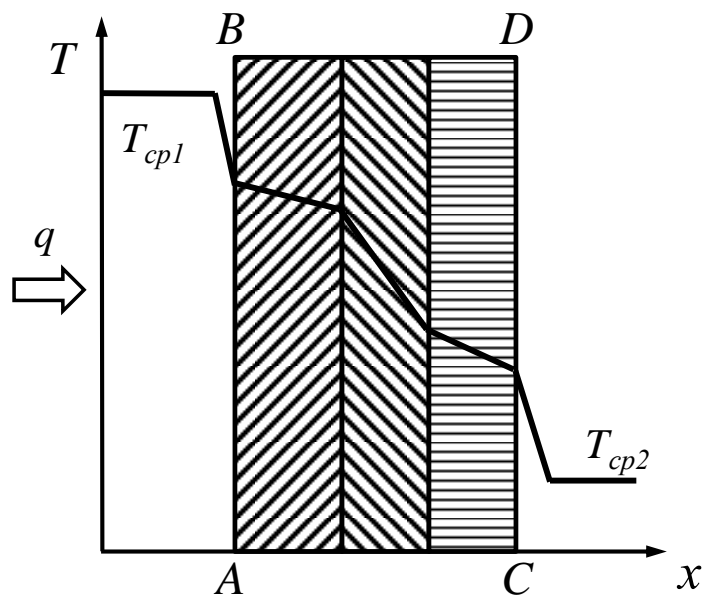


Рис.5.4. Теплообмен между двумя средами через сложную стенку

Для этого случая суммарное тепловое сопротивление между средами 1 и 2:

$$R_{\text{сум}} = R_k^1 + R_{\text{обр}} + R_k^2,$$

где R_k^1 и R_k^2 - “поверхностные” термические сопротивления:

$$R_k^1 = \frac{1}{\alpha^1}, \quad [\alpha] = \left[\frac{Bm}{m^2 \cdot K} \right],$$

где α^1 - коэффициент теплоотдачи между средой и поверхностью твердой стенки учитывает конвективный механизм передачи тепла.

В случае равенства $R_k^1 = R_k^2 = R_k$, термическое сопротивление самого образца:

$$R_{\text{обр}} = R_{\text{сум}} - 2R_k.$$

Стационарные методы позволяют определять только коэффициент теплопроводности. К стационарным методам относится метод одной пластинки с охранным кольцом.

Метод основан на стационарном тепловом режиме для твердого тела простой формы, например, пластины с параллельными плоскостями (рис.5.4).

На одной стороне пластины расположен нагреватель постоянной мощности, а на другой - холодильник, который отнимает одно и то же количество тепла с единицы площади поверхности в единицу времени.

При установлении стационарного теплового потока:

$$q = \lambda_{cp} \cdot \frac{T_n - T_x}{H} \left[\frac{Bm}{m^2} \right].$$

Прибор определяет:

$$\lambda_{cp} = \frac{q \cdot H}{T_n - T_x}, \quad [\lambda] = \left[\frac{Bm}{m \cdot K} \right].$$

И термическое сопротивление образца:

$$R_{обp} = \frac{T_n - T_x}{q} - 2R_k, \quad \left[\frac{m^2 \cdot K}{Bm} \right],$$

где R_k - “поверхностное” термическое сопротивление между лицевой гранью образца и рабочей поверхностью нагревателя и холодильника учтено при калибровке прибора;

H - толщина образца, м;

T_n - температура горячей лицевой грани испытываемого образца, К;

T_x - температура холодной лицевой грани испытываемого образца, К.

Описание прибора

Основные конструкционные элементы прибора для измерения теплопроводности представлены на рис.5.5.

Прибор состоит из 2-х блоков:

1. Электронного (Рис.5.5., А);
2. Установки для нагревания (охлаждения) образца с блоком управления (Рис.5.5., Б).

Принцип работы прибора заключается в создании стационарного теплового потока, проходящего через плоский образец толщиной H и направленного перпендикулярно к лицевым граням образца, измерении толщины образца, интенсивности (плотности) теплового потока q и температуры противоположных лицевых граней.

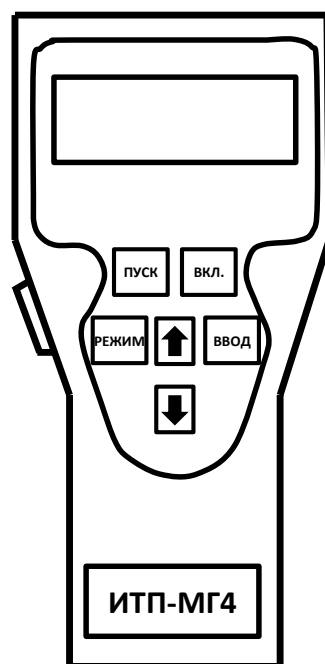
Диапазон регулирования температуры:

$$T_x = (10 - 25) \pm 0,1^\circ\text{C};$$

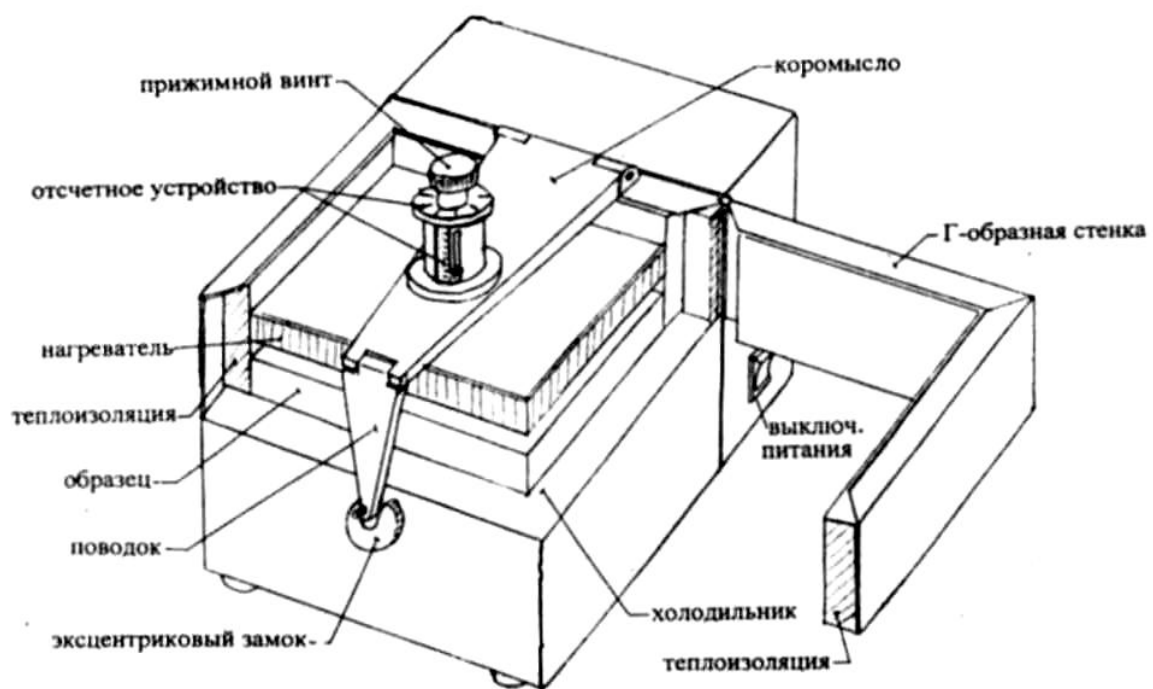
$$T_n = (25 - 60) \pm 0,1^\circ\text{C};$$

Средняя температура образца $T_{cp} = 12,5 - 42,5^\circ\text{C}$.

Нагревательная установка прибора включает блок управления нагревателем и холодильником, а также источник питания.



А



Б

Рис.5.5. Общий вид прибора для измерения теплопроводности

В верхней части установки размещен прижимной винт, снабженный отсчетным устройством для измерения толщины образца и динамометрическое устройство с трещёткой для создания постоянного усилия прижатия испытываемого образца.

Электронный блок включает схемы измерения, контроля и регулирования.

На лицевой панели электронного блока размещен графический ЖК индикатор и клавиатура, состоящая из шести кнопок: **ВКЛ**, **РЕЖИМ**, **ВВОД**, **↑**, **↓** и **ПУСК**.

Прибор может работать в четырех различных режимах:

1. Режим “Измерение”

При включении прибора на индикаторе электронного блока высвечивается экран “Выбор режима” с индикацией всех 4-х режимов и мигающим значением “Измерение”. Нажатие кнопки **ВВОД** активирует режим “Измерение”.

2. Режим “Архив”. В этом режиме осуществляется просмотр записанных в память результатов измерений, выполненных ранее. Для перевода прибора в режим “Архив” необходимо из экрана “Выбор режима” кнопками **↑** (**↓**) переместить мигание на “Архив” и кнопкой **ВВОД** активировать режим.

3. Режим “Установка часов”. В этом режиме осуществляется установка даты и часов реального времени.

4. Режим “ПК”. В этом режиме производится передача данных, записанных в “Архив” на компьютер.

Возврат прибора из режимов 1, 2, 3, 4 к экрану “Выбор режима” производится нажатием кнопки **РЕЖИМ**.

Порядок выполнения работы

1. Открыть нагревательную установку, для чего:
 - ослабить прижимной микрометрический винт
 - повернуть против часовой стрелки эксцентриковый замок, освободив поводок коромысла (паз замка направлен вверх)
 - поднять поводок и отвести на 90° подвижную Г-образную стенку установки
 - поднять коромысло с закрепленной на нем плитой нагревателя
 - чистой ветошью протереть поверхности нагревателя и термометра, прилегающие к образцу
2. Поместить образец в установку и закрыть Г-образную стенку.
3. Опустить поводок в паз эксцентрикового замка и, повернув его по часовой стрелке, закрепить поводок.
4. Вращая микрометрический винт по часовой стрелке, зажать образец до срабатывания трещетки динамометрического устройства. При этом давление, создаваемое на испытываемый образец, составляет 2,5 кПа.
5. Включить питание электронного блока. Запрещается включать в сеть прибор со снятыми плитами холодильника и нагревателя. На индикаторе кратковременно высвечивается тип прибора, после чего индикатор имеет вид:

- Выбор режима -		
измерение	архив	(5.1)
часы	ПК	

с мигающим режимом “Измерение”.
6. Нажатием кнопки **ВВОД** активировать режим “Измерение”, индикатор имеет вид:

Введите: $H = 15,0$ мм

$$T_x = \quad ^\circ\text{C} \quad (5.2)$$

$$T_n = \quad ^\circ\text{C}$$

с мигающим значением толщины образца $H = 15,0$ мм.

7. Кнопками \uparrow и \downarrow установите фактическую толщину образца, например 21,2 мм и зафиксировать кнопкой **ВВОД**.

Индикатор принимает вид:

Введите: $H = 21,2$ мм

$$T_x = 15,0 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (5.3)$$

$$T_n = \quad ^\circ\text{C}$$

с мигающим значением температуры холодильника $T_x = 15,0$ °C.

8. Кнопками \uparrow и \downarrow установить требуемую температуру, например, 22,0 °C и зафиксировать кнопкой **ВВОД**.

Мигание перемещается на значение температуры нагревателя $T_n = 25,0$ °C:

Введите: $H = 21,2$

$$T_x = 22,0 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (5.4)$$

$$T_n = 25,0 \text{ } ^\circ\text{C}$$

9. Установить температуру нагревателя, например 25 °C, выполнив операции аналогично п.8, после чего индикатор имеет вид:

Установите образец

Нажмите “Пуск” (5.5)

10. Нажать кнопку “Пуск”, запустив прибор в работу. На индикаторе высветиться информация:

Идет измерение ...

$$T_x = 22,0 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (5.6)$$

$$T_n = 25,0 \text{ } ^\circ\text{C} \quad 0000 \leftarrow \text{Таймер}$$

В дальнейшем программное устройство устанавливает на поверхности образца заданные температуры T_n и T_x , и поддерживает их с

точностью $\pm 0,1$ °C до тех пор, пока тепловой поток, проходящий через образец, не стабилизируется.

11. Наблюдение за тепловым потоком осуществляется прибором автоматически. Таймер в нижней строке индикатора отсчитывает время наблюдения - 1800 сек (30 мин), по истечении которого производится автоматическое вычисление определяемых значений λ и R и запись результатов в архив, о чем свидетельствует звуковой сигнал.

Индикатор имеет вид:

$$\lambda = 0,294 \frac{Вт}{м \cdot К}$$
$$R = 0,072 \frac{м^2 \cdot К}{Вт} \quad (13.7)$$
$$H = 21,2 \text{ мм}$$

12. Для повторного испытания образца необходимо нажатием кнопки **РЕЖИМ** перевести прибор в экран (5.1) и выполнить операции по п.п. 6-10. Значения H , T_x и T_n , установленные ранее, сохраняются в памяти прибора.

В случае ошибочного ввода значений H , T_x или T_n , необходимо нажать кнопку **РЕЖИМ** и повторить ввод.

Задание

1. Измерить теплопроводность образца и его термическое сопротивление.
2. Рассчитать: q - интенсивность теплового потока и α - коэффициент теплоотдачи.
3. Принять $\alpha_1 = \alpha/10$ и рассчитать λ .

Лабораторная работа 6

Определение коэффициента светопоглощения нефти

Выбор способа разработки зависит от состава и свойств нефти, а наблюдение за изменением ее состава и свойств помогают уточнить такие данные, как направление движения нефти в пласте, приток нефти из отдельных пластов, проверка качества ремонтно-изоляционных работ.

Для целей разработки контролировать состав нефти лучше по ее свойствам, мало зависящим от условий разработки. К таким свойствам относится *светопоглощение* нефти, поскольку оно обусловлено присутствием в нефти красящих асфальто-смолистых веществ. На концентрацию этих веществ не влияют процессы, происходящие в призабойной зоне и в самой скважине, а влияет лишь газосодержание, которое можно учитывать. Коэффициент светопоглощения - удобный параметр для контроля за разработкой и эксплуатацией скважин.

Нефть представляет собой смесь углеводородов различного состава. До 25% в нефтях содержатся высокомолекулярные соединения - смолы и асфальтены. Если молекулярная масса нефти составляет 200-300 углеродных единиц, то молекулярная масса асфальто-смолистых соединений >700 (до 2000 - 3000), а их плотность более 1000 кг/м^3 .

Состав и свойства нефти меняются в пределах одного месторождения.

С увеличением возраста и глубины залегания (т.н. закон глубины) для платформенных резервуаров наблюдается:

1. Уменьшение содержания асфальто-смолистых компонент и, следовательно, уменьшение молекулярной массы нефти.
2. Увеличение содержания легких фракций и, следовательно, увеличение ее газонасыщенности.

3. Т.е. с глубиной происходит снижение плотности и вязкости нефти обусловленное ее деструкцией при повышении температуры и давления.

В пределах одного месторождения по простиранию пласта от свода к крыльям (к ВНК) содержание смол и асфальтенов увеличивается. Уменьшается газосодержание, увеличиваются вязкость и плотность нефти. Краевые и подошвенные воды оказывают на нефть окисляющее действие, что увеличивает смолистость, плотность и вязкость нефти. Т.о. по изменению колориметрических свойств нефти можно судить об изменении плотности и вязкости нефти.

Прохождение света через дисперсную систему сопровождается различными оптическими явлениями, такими как отражение, рассеивание и поглощение.

Отражение света происходит по законам геометрической оптики, когда диаметр частиц больше длины волны падающего света. Для видимого света ($\lambda \sim 0,38 \div 0,75 \mu\text{м}$) это справедливо для грубодисперсных систем.

Рассеянием света называется преобразование света веществом, сопровождающееся изменением направления распространения света и проявляющееся как несобственное свечение. Классическим примером рассеяния света является эффект Тиндаля, заключающийся в том, что при освещении прозрачных коллоидных растворов сбоку наблюдается опалесценция. Рассеяние происходит из-за дифракции света на микронеоднородностях дисперсной системы.

Рассеяние света свойственно любой дисперсной среде, но наиболее интенсивно, когда между диаметром частиц и длиной волны падающего света соблюдается соотношение: $d < 0,1\lambda$. Классическая теория рассеяния была создана Релеем. Закон Релея применим для любого света, к дисперсным системам, не поглощающим свет.

При рассеянии света веществом спектральный состав выходящего светового потока не меняется.

Поглощение света - это уменьшение энергии световой волны при ее распространении в веществе. Часть энергии волны превращается в тепло или во вторичное излучение - люминисценцию. Люминисценция из-за действия света называется флюоресценцией. Поглощение света средой описывается законом Бугера-Ламберта-Бера. Он справедлив для окрашенных растворов в видимой части спектра. При поглощении света спектральный состав выходящего светового потока изменяется.

Оптические методы исследования нефтей.

Для изучения поглощения и рассеяния света применяют фотометрические методы, в которых измеряют количества света, поглощенного или рассеянного частицами растворенного или взвешенного вещества.

В *колориметрических* методах обычно используется весь световой поток (полихроматический белый свет). Визуально регистрируют изменение интенсивности окраски раствора, по которой определяют концентрацию окрашенного соединения.

В *спектрофотометрических* методах измерения проводят с помощью фотокалориметров и спектрофотометров, в которых стоят стеклянные светофильтры, пропускающие свет определенной длины волны - монохроматический свет. Регистрацию ведут с помощью фотоэлементов.

Лучи различных длин волн в различной степени отражаются от частиц вещества. Часть лучей рассеивается во все стороны, другая часть проходит в первоначальном направлении. В нефелометрических методах (б) измеряют интенсивность рассеянного света. В турбидиметрических (а) – интенсивность прошедшего света (Рис.6.1).

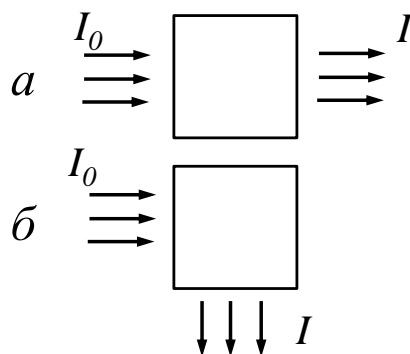


Рис.6.1. Турбидиметрический и нефелометрический методы

Основным законом поглощения света является закон Бугера-Ламберта-Бера, который справедлив:

- 1) только для монохроматического излучения;
- 2) в предположении, что поглощение происходит всеми молекулами одинаково;
- 3) растворитель прозрачен.

Через раствор проходит поток излучения в направлении оси x с длиной волны λ интенсивностью J . Выделим в растворе слой глубиной dx единичного сечения $S=1$, т.е. объем слоя равен $1 \cdot dx$. Концентрация в нем поглощающего вещества равна C .

Число поглощенных квантов $-dJ_x$ (знак "-" указывает на уменьшение светового потока) пропорционально числу имеющихся квантов J_x и числу встреченных на пути света молекул $C \cdot dx$:

$$-dJ_x = K_{cn} \cdot J_x \cdot C \cdot dx \quad (6.1)$$

где K_{cn} - коэффициент пропорциональности, называемый в нефтепромысловой практике коэффициентом светопоглощения.

Разделив переменные и проинтегрировав J_x от J_0 до J и x от 0 до L , получим:

$$\int_{J_0}^J \frac{dJ_x}{J_x} = - \int_0^L K_{cn} C dx, \quad (6.2)$$

откуда

$$\ln \frac{J}{J_0} = -K_{cn} CL, \quad (6.3)$$

или

$$J = J_0 e^{-K_{cn} CL}.$$

Откуда выражение для коэффициента светопоглощения:

$$K_{cn} = \frac{\ln \frac{J_0}{J}}{CL} = \frac{\lg \frac{J_0}{J}}{0,434 CL}; \quad K_{cn} \approx \frac{1}{\lambda}. \quad (6.4)$$

Если концентрация (C) поглощающего вещества выражена в объемных или массовых долях, т.е. величина безразмерная, $L = 1$ [см], $J_0/J=e$, то $[K_{cn}]$ имеет размерность [1/см].

Т.е коэффициент светопоглощения характеризуется толщиной слоя вещества, при прохождении через который монохроматического излучения длиной волны λ интенсивность этого излучения уменьшается в e раз.

Величину $\lg(J_0/J)$ называют оптической плотностью D или светопоглощением:

$$D = \lg \frac{J_0}{J} = 0,4343 K_{cn} CL. \quad (6.5)$$

K_{cn} можно представить как оптическую плотность D , отнесенную к единице толщины слоя и единице концентрации.

Величину $T=J/J_0$ называют светопропусканием ($T \cdot 100\%$ = коэффициент светопропускания), откуда $D = -\lg T$.

Величина D показывает степень поглощение светового потока при его прохождении через раствор. Если свет не поглощается раствором $J_0=J$, то $D=0$. Если свет поглощается полностью $J=0$, то $D=\infty$.

Разница между поглощением и пропусканием:

$$D = 0,434 \cdot K_{cn} CL; \quad -\lg T = 0,434 \cdot K_{cn} CL.$$

Т.к. величина поглощения D линейно зависит от концентрации, ею чаще пользуются при определениях.

Размерность K_{cn} зависит от единиц, в которых выражена концентрация поглощающего вещества. Если концентрация выражена в массовых или объемных долях, т.е. величина безразмерная, то K_{cn} имеет размерность $[1/L]$. В системе СИ $K_{cn} = [1/м]$, в системе СГС $K_{cn} = [1/см]$.

Если концентрация выражена в объемно-весовых долях $C_0 = [\text{г вещества} / 1 \text{ см}^3 \text{ раствора}]$, и L в $[см]$, то K_{cn} имеет размерность $[см^2/г]$. В таких единицах часто выражают K_{cn} .

Соотношение между K_{cn} в различных единицах имеет вид:

$$K_{cn}[1/см] = K_{cn} [см^2/г] \cdot \rho_{\text{получаемого раствора}} [г/см^3].$$

Допустим, $D=0,4$, $C_0=0,005$ [мл нефти/мл раствора] или $C=0,5\%$, $L = 1,3$ см, то:

$$K_{cn} = \frac{0,4}{0,434 \cdot 0,005 \cdot 1,3} = 141,8 [1/см] = 14180 [1/м].$$

Величина D - экстенсивная величина, т.е. зависящая от количества вещества, а K_{cn} - интенсивная величина, не зависящая от его количества и характеризующая поглощающую способность вещества в данном растворителе для данной длины волны. D и K_{cn} зависят от длины волны. С увеличением длины волны D и K_{cn} уменьшаются.

Описание прибора

Прибор работает в двух режимах и позволяет измерять интенсивность прошедшего и рассеянного света.

В первом случае он работает как фотокolorиметр и мы определяем коэффициент пропускания T и оптическую плотность D .

Во втором случае он работает как флуориметр/нефелометр и мы определяем люминесценцию и рассеяние в видимой области спектра.

Схема прибора представлена на рис.6.2.

В левой части корпуса находится мультивольтметр (мультиметр). Тумблером 1 в положении " $V_{изм}$ " он подключается к измерительной схеме

прибора. В положении "V, mA" он отключается от измерительной схемы и подключается к разъему 2, на который подключается рефлектометр, позволяющий получать спектры диффузного отражения.

В правой верхней части прибора расположен оптический узел 3, являющийся одновременно держателем пробирки. Внизу оптического узла размещены источники излучения - фотодиоды и фотоприемники - "оптопары". Свет от источника проходит через пробирку с раствором и падает на фотоприемник, который генерирует сигнал, пропорциональный освещенности. Этот сигнал в виде напряжения индуцируется на дисплее 4.

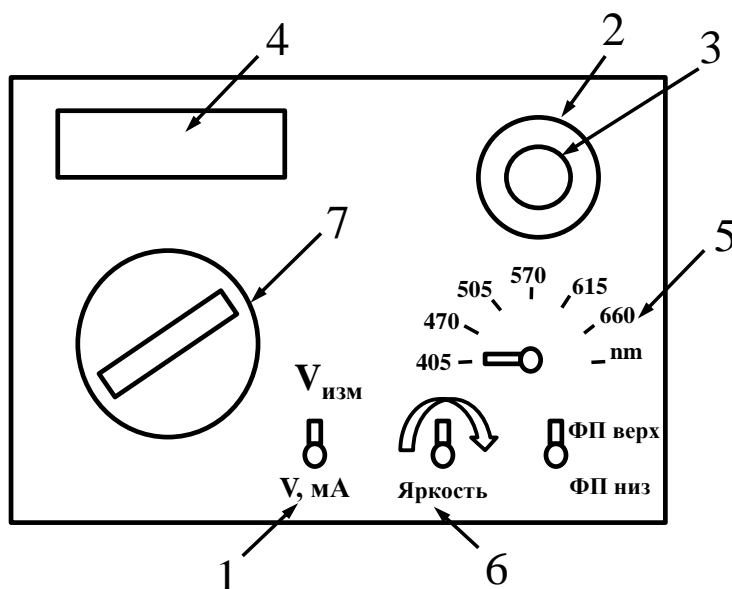


Рис.6.2. Схема прибора

Изменение длины волны падающего света осуществляется переключателем светодиодов 5. Яркость источников света регулируется резистором 6. Диапазон измеряемых значений регулируется с помощью ручки мультиметра 7.

Переключение режима работы прибора осуществляется тумблером "ФП верх - ФП низ". В положении "ФП низ" подключаются нижние фотопары, и прибор работает в режиме пропускания. В положении "ФП

верх" подключается верхний внешний приемник, и прибор работает в режиме флуориметра, т.е. позволяет измерить интенсивность флуоресценции. Принцип работы основан на измерении отношения потока флуоресценции анализируемого вещества к опорному световому потоку.

Порядок измерения оптической плотности D и $K_{сн}$

1. Фотоприемник ставят в положение "ФП низ" и подключают мультиметр, выставляя переключатель в положение " $V_{изм}$ ". Устанавливают диапазон измерений 20 В на шкалу. Устанавливают минимальную яркость источников света.

2. Вставляют пробирку с 0-раствором (бензол) и снимают показания V_0 прибора на всех длинах волн. Диаметр пробирки $L=1,3$ см, объем жидкости 1,5 мл.

3. Заменяют 0-раствор на исследуемый раствор нефти. Снимают показания V для всех длин волн.

Задание

1. Заполнить таблицу:

λ , нм	Бензол	Нефть №1	Нефть №2	$T_{н1}$	$T_{н2}$	$D_{н1}$	$D_{н2}$	$K_{сн н1}$	$K_{сн н2}$

2. Рассчитать коэффициент пропускания T :

$$T = \frac{V}{V_0}.$$

3. Рассчитать оптическую плотность:

$$D = \lg \frac{1}{T} = \lg \frac{V_0}{V}.$$

4. Рассчитать K_{cn} :

$$K_{cn} = \frac{D}{0,434 \cdot CL \left[\frac{1}{\text{см}} \right]},$$

где L - толщина слоя вещества, равная 1,3 см, при указанной концентрации.

5. Построить график зависимости $D=f(\lambda)$.

На рис.6.3 представлен пример экспериментальных кривых для двух нефтей.

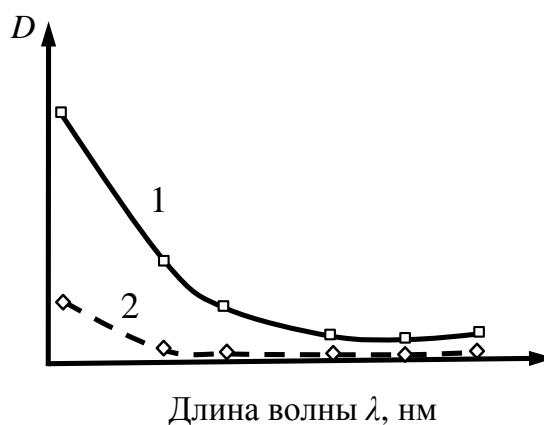


Рис.6.3. Пример экспериментальных кривых

6. Сравнить исследованные нефти по плотности и вязкости.

Лабораторная работа 7

Измерение поверхностного натяжения на границе раздела жидкостей методом счета капель

Для увеличения нефтеотдачи пластов применяют различные группы методов: тепловые, газовые, физические, гидродинамические др. К их числу относятся и химические методы: вытеснение нефти растворами ПАВ, щелочными растворами, растворами полимеров и др.

Действие растворов щелочей основано на их способности понижать поверхностное натяжение на границе с нефтью, быть разрушителями водонефтяных эмульсий (прочность эмульсий тем выше, чем больше $\sigma \cdot \cos\theta$), т.е. улучшать моющие свойства воды.

Поверхностное натяжение имеет силовое и энергетическое определения.

Силовое определение дано Юнгом: как силы, стягивающей пленку лежащую на поверхности жидкости и противодействующую ее растяжению. Это сила, действующая на единицу длины контура, ограничивающего поверхность и направлена перпендикулярно к контуру.

$$\sigma = \frac{F}{2L} \left[\frac{\partial n}{\partial m} \right] = \left[10^{-3} \cdot \frac{н}{м} \right].$$

Для одинарной поверхности раздела $\sigma = F/L$.

Для двусторонних пленок $2\sigma = F/L$.

С развитием термодинамики, Гиббсом было дано энергетическое определение поверхностного натяжения.

При образовании единицы поверхности, молекулы из объемной фазы выходят на поверхность, совершая работу против молекулярных сил.

Как было показано Гиббсом, эта работа в изотермических условиях идет на увеличение свободной поверхностной энергии. Возникает избыток

свободной энергии частиц в поверхностном слое, по сравнению со свободной энергией частиц в объеме:

$$E_s - E_v = dE,$$

где E_s - свободная энергия на поверхности, E_v - свободная энергия в объеме.

Избыточная свободная энергия, приходящаяся на единицу площади S поверхности раздела фаз называется поверхностным натяжением. Поверхностное натяжение можно представить и как работу W изменения площади поверхности на 1 в изотермическом обратимом процессе:

$$\sigma = \frac{dE}{dS} = \frac{dW}{dS} \left[10^{-3} \frac{\text{Дж}}{\text{м}^2} \right] = \left[\frac{\text{эрг}}{\text{см}^2} \right].$$

Причем
$$\left[\frac{\text{эрг}}{\text{см}^2} \right] = \left[\frac{\text{дн} \cdot \text{см}}{\text{см}^2} \right] = \left[\frac{\text{дн}}{\text{см}} \right].$$

Энергия, необходимая для создания поверхности, называется свободной поверхностной энергией

$$G = \frac{dE}{dS} \cdot S = \sigma \cdot S.$$

Отсюда вытекает определение поверхностного натяжения как удельной поверхностной энергии.

По второму закону термодинамики, процессы, сопровождающиеся уменьшением поверхностной энергии должны идти самопроизвольно. Это возможно двумя путями - за счет сокращения площади поверхности или уменьшения поверхностного натяжения.

Поверхностное натяжение важная молекулярная константа, характеризующая полярность жидкости. В первом приближении, чем больше полярность, тем больше поверхностное натяжение (хотя есть и отклонения от этого правила: например ртуть имеет $\sigma=473,5$ эрг/см², но не полярна).

Полярными являются молекулы и связи с несимметричным распределением электрического заряда, их дипольный момент отличен от нуля.

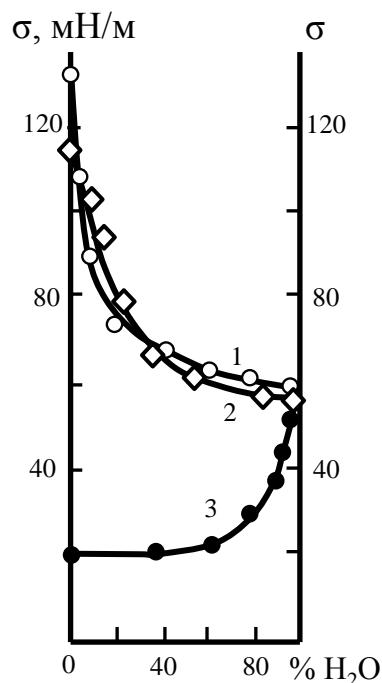
Поверхностное натяжение уменьшается с повышением температуры. Вода имеет поверхностное натяжение на границе с воздухом $72,75 \text{ эрг/см}^2$ при 20°C и 72 эрг/см^2 при 25°C .

Углеводороды имеют поверхностное натяжение на границе с воздухом $(17 - 28) \text{ эрг/см}^2$. На границе с водой межфазное натяжение нефти составляет $22-30 \text{ эрг/см}^2$, керосина - 48 эрг/см^2 , бензола - 33 эрг/см^2 . Величины поверхностного натяжения на границе σ_{m-g} и $\sigma_{m-ж}$ для большинства твердых тел превышают величины $\sigma_{ж-g}$ и $\sigma_{ж-ж}$, т.к. интенсивность силового поля в твердых телах больше, чем в жидких. Оценки показывают, что σ_{m-g} имеет порядок тысяч эрг при комнатной температуре.

Вещества, снижающие при растворении поверхностное натяжение растворителя, называются поверхностно-активными веществами. Сюда относится большая часть растворимых в воде органических соединений - органические кислоты и их соли, спирты, амины. Поэтому концентрация ПАВ в поверхностном слое оказывается выше, чем в объемной фазе.

Вещества, повышающие поверхностное натяжение растворителя при растворении называются поверхностно-инактивными веществами. Сюда относятся неорганические соединения: соли, кислоты, щелочи. Например, ионы Na^+ и Cl^- будут втягиваться в объемную фазу, поскольку ион-дипольные взаимодействия $\text{Na} - \text{H}_2\text{O}$ больше, чем диполь-дипольные $\text{H}_2\text{O} - \text{H}_2\text{O}$. В результате поверхностный слой будет обедняться электролитом, что отражается в незначительном увеличении поверхностного натяжения с ростом концентрации неорганических соединений.

В зависимости от концентрации вещества в воде изотермы поверхностного натяжения растворимых в воде активных и неактивных веществ на границе с воздухом имеют различный характер (Рис.7.1).



1,2 - поверхностно-инактивное вещество, 3 - поверхностно-активное вещество

Рис.7.1. Изотермы поверхностного натяжения поверхностно-активных и поверхностно-инактивных веществ

В растворах соли повышение поверхностного натяжения очень незначительно - всего на 1 мДж/м^2 для одномолярного раствора. Это обусловлено тем, что толщина поверхностного слоя воды, обедненного ионами соли соответствует толщине гидратных слоев вокруг ионов, т.е. нескольким диаметрам молекулы воды. Поэтому их назвали поверхностно-инактивными веществами, а не отрицательно поверхностно-активными веществами, как предполагали вначале.

По правилу уравнивания полярности на границе раздела 2-х несмешивающихся веществ с различной полярностью - т.е. с различным поверхностным натяжением, будет концентрироваться 3-й компонент, сглаживающий скачок полярности этих фаз, т.е. имеющий промежуточное

значение поверхностного натяжения. Таковы, например, ПАВы, состоящие из полярной группы и неполярной углеводородной цепи.

В состав нефти входят полярные соединения. Например, нафтеновые кислоты состава $C_nH_{2n-1}COOH$. При их взаимодействии с щелочными водами, образуются органические соли, которые являются водорастворимыми ПАВ, снижающими σ на границе нефть-раствор щелочи.

При контакте нефти с хлоркальциевым раствором $CaCl_2$, на границе раздела фаз будет находиться вода. Таким образом, поверхностные натяжения рассматриваемых систем должно соотноситься:

$$\sigma_{\text{нефть-р-р щелочи}} < \sigma_{\text{нефть-вода}} \leq \sigma_{\text{нефть-р-р соли}}$$

Поэтому для уменьшения поверхностного натяжения нефти на ее границе с водой, в воду надо добавлять щелочь, а не соль.

Для определения поверхностного натяжения жидкостей на границе с воздухом или другими жидкостями используют разные методы: статические - метод капиллярного поднятия, метод висящей капли; динамические - методы капиллярных волн и колеблющейся струи; и полустатические - сталагмометрический метод, методы отрыва кольца и втягивания пластины (метод Вильгельми). Исторически первым был разработан метод отрыва кольца, поэтому многие приводимые в литературе значения поверхностного и межфазного натяжения являются результатом измерений методом кольца.

Метод основан на том, что сила, необходимая для отрыва кольца или пластины от поверхности жидкости пропорциональна поверхностному натяжению.

В лабораторной работе используется сталагмометрический метод или как его называют метод счета капель.

Метод основан на том, что сила F_a , удерживающая каплю от отрыва на конце капилляра, пропорциональна поверхностному натяжению на границе капли с окружающей средой:

$$F_z = a \cdot \sigma, \quad (7.1)$$

где a - постоянная капилляра, пропорциональная его радиусу $a = 0,35 \cdot 10^{-3}$ м.

Прибор, изображенный на рис.7.2, называется сталагмометром. В него набирается нефть. Если набираемая в сталагмометр жидкость 2 имеет меньшую плотность ρ , чем жидкость 1 в которой образуется капля: $\rho_2 < \rho_1$, то конец сталагмометра должен быть загнут вверх. При $\rho_2 > \rho_1$ используется сталагмометр с прямым вытянутым концом. Поскольку плотность нефти $\rho = 900$ кг/м³, плотность воды $\rho = 1000$ кг/м³, плотность раствора соли $\rho = 1150$ кг/м³, плотность раствора щелочи $\rho = 1050$ кг/м³, кончик пипетки загнут вверх.

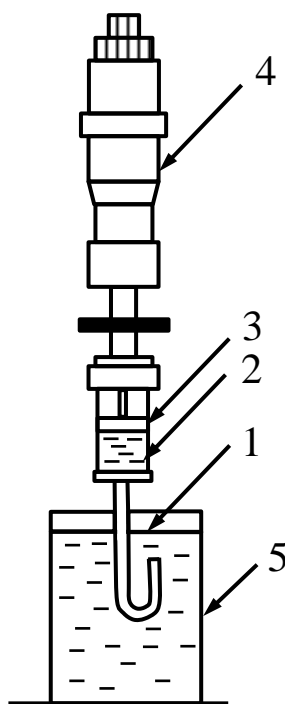


Рис.7.2. Схема прибора

С помощью микрометрического винта 4, один оборот которого соответствует продвижению поршня на $h=0,5$ мм, из шприца 3 выдавливаются каплями нефть. Отсчитываем число образовавшихся капель n .

Поверхностно-активные вещества концентрируются на границе раздела жидкостей в течение первых минут. Поэтому время образования капли до ее отрыва должно быть больше 1 мин.

Выпущенный объем жидкости V ($0,5-1$ см³ это 2-3 капли) определяют с помощью микрометрического винта по показаниям, нанесенным на винт. На рис.7.3 показана схема сил, действующих на каплю в момент ее отрыва от капилляра:

$$C+F_z=A, \quad (7.2)$$

откуда

$$F_z=F-C, \quad (7.3)$$

где F_z - проекция сил поверхностного натяжения капли на вертикальную ось;

C, A - сила тяжести капли, архимедова сила, соответственно.

Заменив левую часть (7.3) выражением (7.1) и выразив члены, входящие в правую часть, через значения объема капли и плотностей капли и окружающей среды, получим:

$$a \cdot \sigma = V(\rho_{cp} - \rho_{\kappa})g; \quad (7.4)$$

$$\sigma = \frac{Vg(\rho_{cp} - \rho_{\kappa})}{an}. \quad (7.5)$$

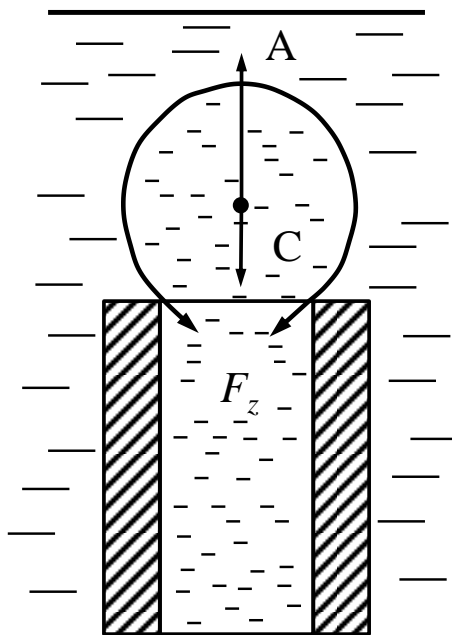


Рис.7.3. Схема сил, действующих на каплю

В формуле 7.5:

V - суммарный объем капель, равный объему участка цилиндрического поршня ($V = \pi \frac{d^2}{4} h$);

h - расстояние, на которое продвинулся поршень;

d - внутренний диаметр поршня ($d = 1 \text{ см} = 10^{-2} \text{ [м]}$);

n - число выпущенных капель;

a - постоянная капилляра, пропорциональная его радиусу;

($a = 0,35 \text{ мм} = 0,35 \cdot 10^{-3} \text{ м}$);

$g = 9,8 \text{ [м/с}^2\text{]}$;

$$\sigma = \frac{\pi \frac{d^2}{4} h g (\rho_{cp} - \rho_k)}{an} = \left[\frac{\text{м}^2 \cdot \text{м} \cdot \text{м} / \text{сек}^2 \cdot \text{кг} / \text{м}^3}{\text{м}} \right] = \left[\frac{\text{Дж}}{\text{м}^2} \right]. \quad (7.6)$$

$$\left[10^{-3} \frac{\text{Дж}}{\text{м}^2} \right] = \left[\frac{\text{эрг}}{\text{см}^2} \right]$$

Задание

1. Записать $h_{\text{нач.пок-я}} [\text{мм}] - h_{\text{кон.пок-я}} [\text{мм}] = h [\text{мм}]$ для следующих веществ:

- вода
- соль
- щелочь

2. Сосчитать n - число выпущенных капель.

3. Рассчитать $\sigma_{\text{н-в}}$, $\sigma_{\text{н-с}}$, $\sigma_{\text{н-щ}}$ по формуле 7.5 или 7.6.

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

**ЯЗЫНИНА ИРЭНА ВИКТОРОВНА
ШЕЛЯГО ЕВГЕНИЙ ВЛАДИМИРОВИЧ**

**РУКОВОДСТВО К ВЫПОЛНЕНИЮ
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО ФИЗИКЕ
НЕФТЯНОГО ПЛАСТА**

Редактор _____

Художник-график _____

Технический редактор _____

Корректор _____

Компьютерная верстка _____

Подписано в печать _____. Формат 60х90/16. Усл. п.л. 5,5.
Гарнитура «Таймс». Печать офсетная. Тираж 200 экз. Заказ №231

Издательский центр
РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина
119991, Москва, Ленинский проспект, 65
Тел./факс: _____