



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 17475—2020  
代替 GB/T 17475—1998

---

## 重烃类混合物蒸馏试验 真空釜式蒸馏法

Standard test method for distillation of heavy hydrocarbon mixtures—  
Vacuum potstill method

2020-03-31 发布

2020-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

目 次

前言 ..... III

引言 ..... IV

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 方法概要 ..... 2

5 仪器 ..... 3

6 取样..... 10

7 仪器准备..... 10

8 试验步骤..... 10

9 计算..... 14

10 报告 ..... 14

11 精密度和偏差 ..... 17

附录 A（规范性附录） 温度响应时间的测定方法 ..... 18

附录 B（规范性附录） 传感器的校正方法 ..... 19

附录 C（规范性附录） 含水油样的脱水试验 ..... 24

附录 D（规范性附录） 减压蒸气观察温度与常压温度(AET)的换算方法 ..... 26

附录 E（规范性附录） 净滞留量的测定方法 ..... 29

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17475—1998《重烃类混合物蒸馏试验方法(真空釜式蒸馏法)》。本标准与 GB/T 17475—1998 相比,除编辑性修改外,主要变化如下:

- 增加了关于温度传感器的精度、类型和校正规则等要求(见 5.5.4);
- 增加了的内容,描述试验过程中可以使用的压力传感器类型和压力传感器的校正要求(见 5.5.6);
- 增加了描述的动态压力降低方案(见 8.12);
- 增加了一种阶梯式压力降低方案(见 8.6, 8.18);
- 增加了蒸馏需要立刻停止的情况说明(见 8.20);
- 修改了附录 B 关于温度和压力传感器的校正内容(见附录 B 的 B.2、B.3, 1998 年版附录 B、附录 C);
- 修改了图 B.1 中部分标注内容(见图 B.1, 1998 年版图 B.1);
- 修改了附录 D 中式(D.1)、式(D.2)、式(D.3)、式(D.4)、式(D.5)关于减压下观察温度转化成常压下相应温度的内容及附录 D 中式(D.6)的内容,并且修改式(D.6)中  $D$  的定义(见附录 D, 1998 年版附录 E)。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、大庆油田工程有限公司、中石化炼化工程(集团)股份有限公司洛阳技术研发中心、中国海洋石油集团有限公司炼油化工科学研究院、中国石油化工股份有限公司天津分公司、中国石油燃料油有限责任公司研究院。

本标准主要起草人:朱新宇、范登利、宋守国、余庆龙、胡艳芳、黄少凯、钟广文、段永生。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 17475—1998。

## 引 言

本标准是指导炼油厂或贸易商表征重烃类混合物特性的试验方法之一，它提供了估算不同沸点范围馏分收率的方法。

本标准得到的馏分可以单独或和其他馏分配制成供分析研究和质量评定用的试样。



库七七 www.k99w.com 提供下载

# 重烃类混合物蒸馏试验 真空釜式蒸馏法

**警示——**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准的使用可能涉及某些有危险的材料、设备和操作,本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了真空釜式蒸馏法重烃类混合物蒸馏试验的方法概要、仪器、取样、仪器准备、试验步骤、结果计算、报告、精密度和偏差。

本标准适用于初馏点高于 150 ℃,终馏点低于 565 ℃的重烃类混合物如重质原油、石油馏分、渣油及合成油的蒸馏过程。制备粗柴油和润滑油馏分试样可参照本标准执行。本标准也可用于制备生产沥青用的渣油,但不总是适宜的,本试验中发生的长时间的热裂化可能改变其某些性质。

注 1: 最高切割温度与试样的加热极限有关。对于大多数样品,565 ℃是能够达到的最高切割温度,但是对于热敏感样品,最高切割温度会明显低于 565 ℃,同样,对于热不敏感样品,最高切割温度可以稍微高于 565 ℃。

注 2: 切割点在 400 ℃之前原油的蒸馏也可使用 GB/T 17280 规定的试验方法。但与采用本标准得到的蒸馏曲线和馏分性质不可直接比较。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)

GB/T 1885 石油计量表

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 13377 原油和液体或固体石油产品 密度或相对密度的测定 毛细管塞比重瓶和带刻度双毛细管比重瓶法

GB/T 17280 原油蒸馏标准试验方法 15-理论塔板蒸馏柱

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**蒸发速率 boil-up rate**

单位时间进入蒸馏头的蒸气量。

注: 蒸发速率大约与馏出速率相等,差值是由热损失造成的。蒸发速率在给定蒸馏头内径时,一般用每小时的毫升数(mL/h)表示,有时为了便于比较,也用每平方厘米每小时的毫升数[mL/(h·cm<sup>2</sup>)]表示。

### 3.2

**冷凝器 condense**

与蒸馏头的出口连接,馏出物在此处冷凝的装置。

3.3

**蒸馏釜 distillation flask**

由玻璃或金属制造,试样在其内部沸腾的容器。

注:蒸馏釜有时被称为蒸馏烧瓶或蒸馏罐。

3.4

**蒸馏头 distillation head**

内置雾沫分离器,直接与蒸馏釜相连接的部件。

3.5

**操作压力 operating pressure**

蒸馏压力 distillation pressure

蒸馏头与接收器连接处的压力。

3.6

**蒸气温度 vapor temperature**

蒸馏温度 distillation temperature

蒸馏头内测量点处的温度。

3.7

**装料量 loading**

与蒸馏釜颈部横截面积有关的装料体积。

3.8

**压力降 pressure drop**

操作真空压力与蒸馏釜真空压力之间的差值。

注:压力降是由于蒸气通过系统产生摩擦造成的,单位为千帕(kPa)或毫米汞柱(mmHg)。

3.9

**溢流点 spillover point**

蒸馏头内雾沫分离器之上蒸气能够移向冷凝部位的位置。

3.10

**静滞留量 static held-up**

附着量 wettag

蒸馏过程完成后,残留并附着在蒸馏仪内壁上的液体物质的量。

注:在本试验方法中,使用钢质蒸馏釜时,其静滞留量包含釜内的附着物;使用玻璃质蒸馏釜时,在蒸馏完成后扣除釜内的附着物。

3.11

**馏出速率 take-off rate**

单位时间馏出物的量。

注:大约与蒸发速率相等,差别在于蒸馏头的附加热损失。

## 4 方法概要

4.1 将一定体积的试样在绝对压力为 6.6 kPa~0.013 kPa(50 mmHg~0.1 mmHg)和规定的蒸馏速率下进行蒸馏,并按预选温度切割馏分。记录蒸馏过程中每个切割点的蒸气温度、操作压力和其他变量。

4.2 称取每个馏分的质量,并根据每个馏分的质量和总回收质量计算出每个馏分的质量收率。

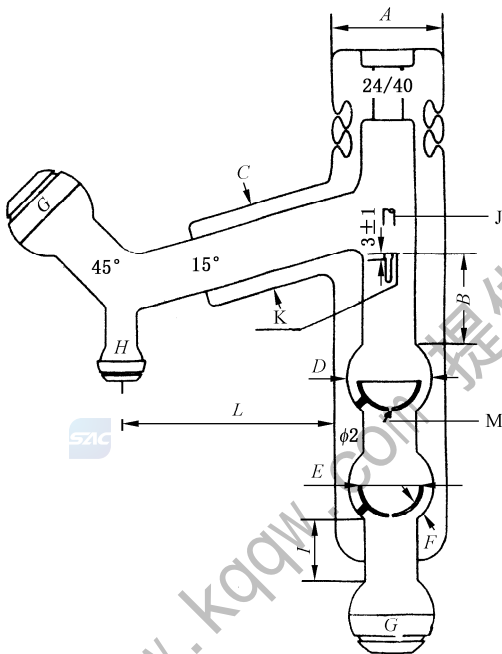
4.3 测定每个馏分的密度,计算出每个馏分在 15 °C 或 20 °C 时的体积,并计算出每个馏分的体积收率。

4.4 根据 4.2 和 4.3 的计算结果,绘制出切割温度对馏分的质量百分收率或体积百分收率,或二者兼有的蒸馏曲线。

5 仪器

5.1 概述

5.1.1 本标准涉及许多相互制约变量的复杂步骤。新仪器在第一次使用之前,其部件应按附录 A、附录 B 详述的方法进行校验,且其蒸气温度传感器在蒸馏头中的位置应按 5.5.3、图 1 和表 1 进行核查。  
单位为毫米



- 说明:
- A —— 蒸馏头真空夹套外径;

B —— 雾沫分离器顶端与溢流点间距;

C —— 蒸馏头馏分馏出管夹套外径;

D —— 雾沫分离器外球内径;

E —— 雾沫分离器内球外径;

F —— 雾沫分离器外球内壁与内半球外壁间距;

G —— 公球型磨口最大外径/最小内径;

H —— 蒸馏头馏分出口公球型磨口最大外径/最小内径;

I —— 雾沫分离器底端与蒸馏头底公球型磨口顶端间距;

J —— 蒸气温度传感器;

K —— 溢流点;

L —— 可安装接收系统的距离;

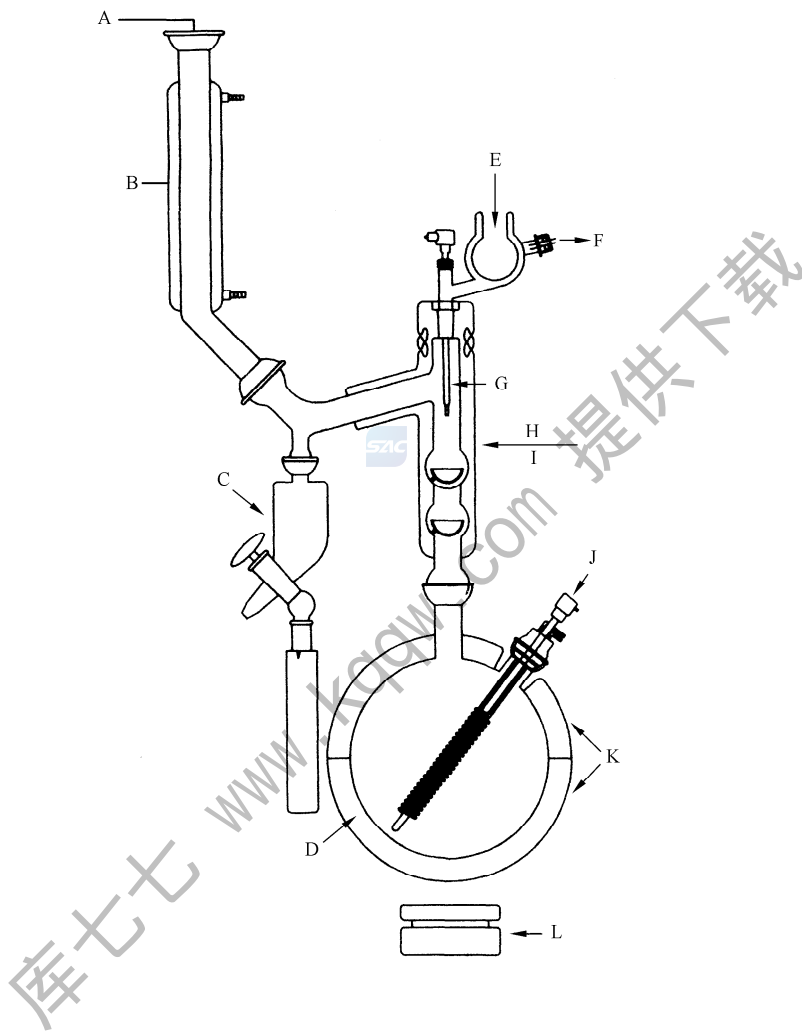
M —— 孔。

图 1 蒸馏头示意图

表 1 蒸馏头尺寸表  
单位为毫米

蒸馏头 内径	各部位尺寸								
	A	B	C	D	E	F	G <sup>a</sup>	H <sup>b</sup>	L
25	85	75	64	47(内径)	40(外径)	4~5	35/25	28/15	35
36	90	75	64	68(内径)	57(外径)	5~6	65/40	35/25	35
50	110	100	75	94(内径)	79(外径)	7~9	75/50	35/25	45
70	140	100	100	131(内径)	111(外径)	10~11	102/75	50/30	70
<sup>a</sup> 公球型磨口(G)最大外径/最小内径。									
<sup>b</sup> 蒸馏头馏分出口公球型磨口(H)最大外径/最小内径。									

5.1.2 根据蒸馏头的内径(25 mm,36 mm,50 mm,70 mm)可确定 4 种尺寸的仪器。仪器主体由蒸馏釜和内部带有雾沫分离器、外包保温套、上部带有冷凝器的蒸馏头组成,此外还包括蒸气温度传感器、真空规连接器、冷凝器、馏分流出管线,一组馏分接收器和真空泵管线以及真空泵。各个部件连接在一起并密封固紧,而且操作应灵活方便(见图 2)。



- 说明:
- |              |               |                   |
|--------------|---------------|-------------------|
| A —— 接真空泵管线; | E —— 蒸馏头冷阱;   | I —— 蒸馏头热补偿罩(未画); |
| B —— 冷凝管;    | F —— 接真空规;    | J —— 烧瓶温度传感器;     |
| C —— 真空适配器;  | G —— 蒸气温度传感器; | K —— 烧瓶加热套;       |
| D —— 蒸馏烧瓶;   | H —— 蒸馏头;     | L —— 磁力搅拌器。       |

图 2 仪器主体示意图

5.2 蒸馏釜

5.2.1 蒸馏釜的容积至少应比装料体积大 50%,以便为打破泡沫提供足够的空间。每个蒸馏釜的尺寸均应根据负荷因子算出。推荐的负荷因子为每平方厘米蒸馏头颈部横截面积相当于 200 mL~400 mL 的装料量。表 2 是推荐的各种不同尺寸仪器的装料体积。

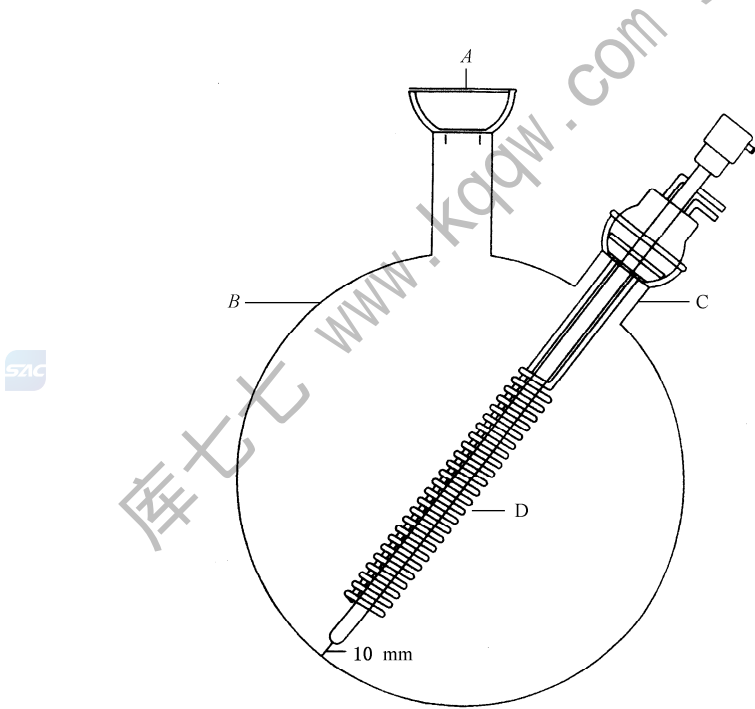


表 2 标准装料量和蒸馏釜尺寸

蒸馏头内径 mm	颈部横截面积 cm <sup>2</sup>	装料量 L	蒸馏釜容积 L
25	5	1~2	2~3
36	10	2~4	3~6
50	20	4~8	6~12
70	40	8~16	12~24

5.2.2 蒸馏釜由硬质硼硅玻璃制造。为确保安全,容积大于 10 L 的蒸馏釜应用不锈钢制造。

5.2.3 蒸馏釜和一个距其底部 6 mm 的热电偶套管装配在一起,并应偏离中心以避免搅拌子。蒸馏釜底部略平,以便磁性搅拌子旋转。不锈钢蒸馏釜应配一个冷却螺旋管,以便紧急时迅速冷却。蒸馏釜结构详见图 3,其尺寸要求如表 3 所示。



说明：  
A —— 蒸馏釜球型母磨口最大处内径/最小处内径；  
B —— 蒸馏釜的容积；  
C —— 温度传感器；  
D —— 冷却盘管。

图 3 蒸馏釜示意图

表 3 蒸馏釜尺寸

蒸馏头内径 mm	A mm	B L
25	35/25	3
36	65/40	6
50	75/50	12
70	102/75	24

### 5.3 搅拌系统

对于玻璃蒸馏釜,磁性搅拌子的直径应为 3 mm,长度应为 20 mm;对于不锈钢质蒸馏釜,磁性搅拌子的直径应为 6 mm,长度为 50 mm。磁性搅拌子的边缘应圆滑,避免磨损蒸馏釜内壁。外部磁力驱动器应能转动蒸馏釜底部的搅拌子,而且下部应紧靠加热套。驱动器、加热套和支承机构可做成一体。

### 5.4 加热系统

5.4.1 蒸馏釜由位于其下半部,带加强筋石英玻璃纤维织成的加热套加热,并维持  $150 \text{ mL/h} \cdot \text{cm}^2$  颈部截面积的蒸发速率,加热密度为  $0.5 \text{ W/cm}^2$ 。通常使用两组以上的加热炉丝。

5.4.2 温度传感器安放在蒸馏釜与加热套之间,以控制加热速率。

5.4.3 蒸馏釜上半部覆盖一个补偿其热损失的加热罩,其加热密度为  $0.2 \text{ W/cm}^2$ 。

### 5.5 蒸馏头

5.5.1 蒸馏头规格如图 1 所示,由硬质硼硅玻璃制造,并且外包真空镀银夹套,夹套内真空度应达到  $0.000 1 \text{ kPa}(0.000 75 \text{ mmHg})$ 。

5.5.2 用一个玻璃纤维织成的绝热加热罩维持蒸馏头的真空夹套外壁温度比中心蒸气温度低  $5^\circ\text{C}$ 。为此,应在真空夹套外壁和绝热加热罩之间放置一个温度传感器,其位置与蒸气温度传感器位置相对。

5.5.3 用一个适配器将蒸气温度传感器安放在蒸馏头颈部中心,具体安放位置为传感器敏感端顶端的溢流点之下  $3 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$  处。该距离可以用下面的方法测量:取出蒸气温度传感器,插入一条底部折弯的铜丝,触到溢流点后,可测知其距适配器距离,然后按此距离安放蒸气温度传感器。

5.5.4 蒸气温度传感器可采用铂电阻,也可采用一个带套管的热电偶,或者其他能够满足蒸气温度传感器要求的设备。蒸气温度传感器应按照附录 A 所述的具有小于 60 s 的响应时间。

蒸气温度传感器的其他要求如下:

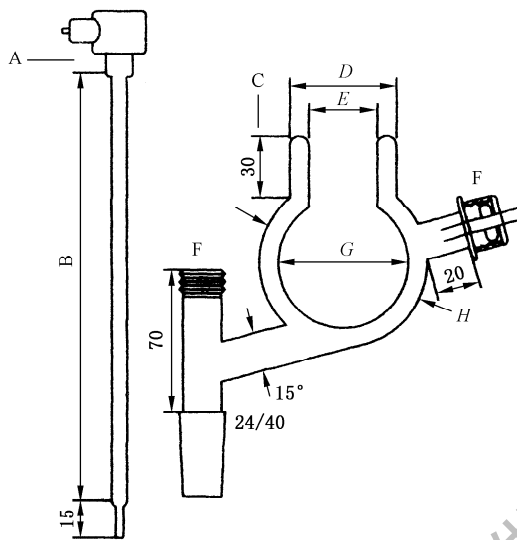
- 读数准确度应至少达到  $0.5^\circ\text{C}$ ,并且读数分辨率至少达到  $0.1^\circ\text{C}$ ;
- 应在第一次使用时应对其及附属设备进行有效温度的全量程校正,并且至少每年按照 B.2.2 进行一次校正;也可以使用有证的传感器,但这些传感器及附属的记录设备应能够追溯到原始温度标准;当传感器或者附属设备进行修理或维护之后,应进行重新校正;

**警示——蒸气温度传感器是影响蒸馏数据的两个重要来源之一。**

- 至少应一个月校正一次,校正可通过准确的电阻法或按照 B.2.3 所述的蒸馏已知准确沸点的纯化合物完成。

5.5.5 图 4 所示的是能与真空传感器相连的安装在蒸馏头上部的冷阱和温度传感器件,在整个蒸馏过程中冷阱内部应充满碎干冰。

单位为毫米



说明：

- A —— 温度传感器；
- B —— 长度适宜；
- C —— 蒸馏头冷阱；
- D —— 外径 51 mm；

- E —— 外径 35 mm；
- F —— GL-20；
- G —— 外径 62 mm；
- H —— 外径 80 mm。

图 4 蒸馏头冷阱和温度传感器件

5.5.6 真空传感器应连接在冷阱支管上，并应能测定小于或等于 0.001 33 kPa (0.01 mmHg) 的压力。可使用非倾斜麦氏真空规或者其他基准仪器。当测量压力只降到大约 1 kPa 时，可以用水银压力计校准，但应用一个基于一套带游标的光学系统，可很准确测定水平高度的测高仪读数。除此之外，也可使用隔膜式电子传感器，但不宜使用基于热线圈、放射物或者电导率检测器的传感器。

真空传感器的其他要求如下：

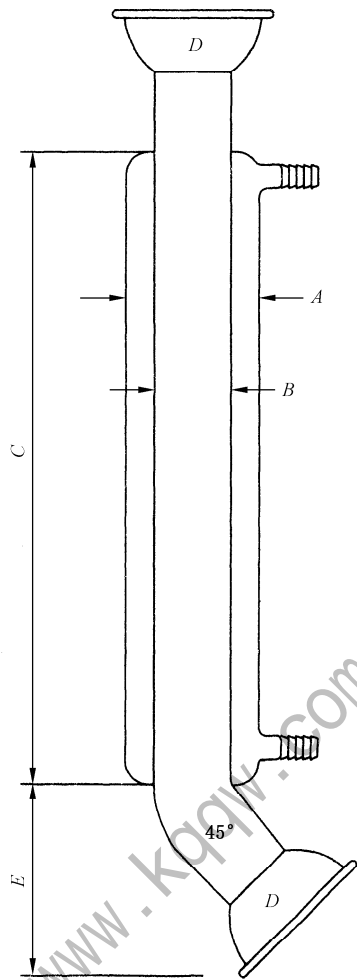
- a) 非倾斜麦氏真空规、水银压力计或其他符合基准压力的测定仪器，在妥善使用和保养的情况下，不必进行校正；可使用可追溯到基准压力标准的气体压力计或者有证的电子传感器；  
**警示——**汞已经被许多监督机构指定为有毒试剂，它能造成中枢神经系统、肾脏以及肝脏的损伤。汞以及汞的蒸气损害人身健康，并且腐蚀材料。操作汞或者含汞的物品时一定要注意防护。
- b) 没有证的传感器应使用非倾斜麦氏真空规、其他基准仪器或者可追溯到基准的次级电子传感器进行校正，基本校正步骤见 B.3；修理或维护的传感器应重新校正；
- c) 压力传感器至少应每周核查一次；核查应当按照 B.3 要求或基于一个被验证过的标准体系进行。

**警示——**真空（操作压力）的测定是影响蒸馏误差的两个重要来源之一，因而压力传感器的校正和核查工作是非常重要的，应认真按照基本规则进行。

5.6 冷凝器

冷凝器由硬质硼硅玻璃制造，与蒸馏头支管出口相连，其示意图见图 5，尺寸见表 4。冷凝器内部应有足够的容积以便将所有应冷凝的蒸气冷凝下来，其冷凝液温度应能达到 70 ℃，以防蜡在此凝固。

单位为毫米



说明：  
A —— 冷凝器冷却水套管外径；  
B —— 冷凝器内管外径；  
C —— 冷凝器冷却水套管长度；  
D —— 冷凝器球型母磨口最大处内径/最小处内径；  
E —— 此距离尽可能短。

图 5 冷凝器示意图

表 4 冷凝器尺寸表

单位为毫米

蒸馏头内径	A	B	C	D <sup>a</sup>
25	51	28	300	35/25
36	75	45	300	65/40
50	80	54	400	75/50
70	120	80	400	102/75
<sup>a</sup> 冷凝器球型母磨口(D)最大处内径/最小处内径。				

5.7 真空泵管线

- 5.7.1 真空泵管线从冷凝器出口连接到真空泵,可采用厚壁橡胶管或轻金属管,其内径至少应等于冷凝器内径的一半,长度应不超过 2 m。
- 5.7.2 真空泵管线中靠近真空泵的地方应连接一个缓冲罐,其容积至少应和烧瓶容积相等。缓冲罐前应放置一个冷阱,蒸馏时用干冰冷却。
- 5.7.3 缓冲罐和真空泵之间应安装一个隔离阀,其内径至少应等于管线的内径。
- 5.7.4 在蒸馏头上部和真空传感器之间放置一个如图 4 所示的硬质硼硅玻璃蒸馏头冷阱。在整个蒸馏过程中,冷阱内应装满碎干冰,保护真空系统不受残余蒸气污染。

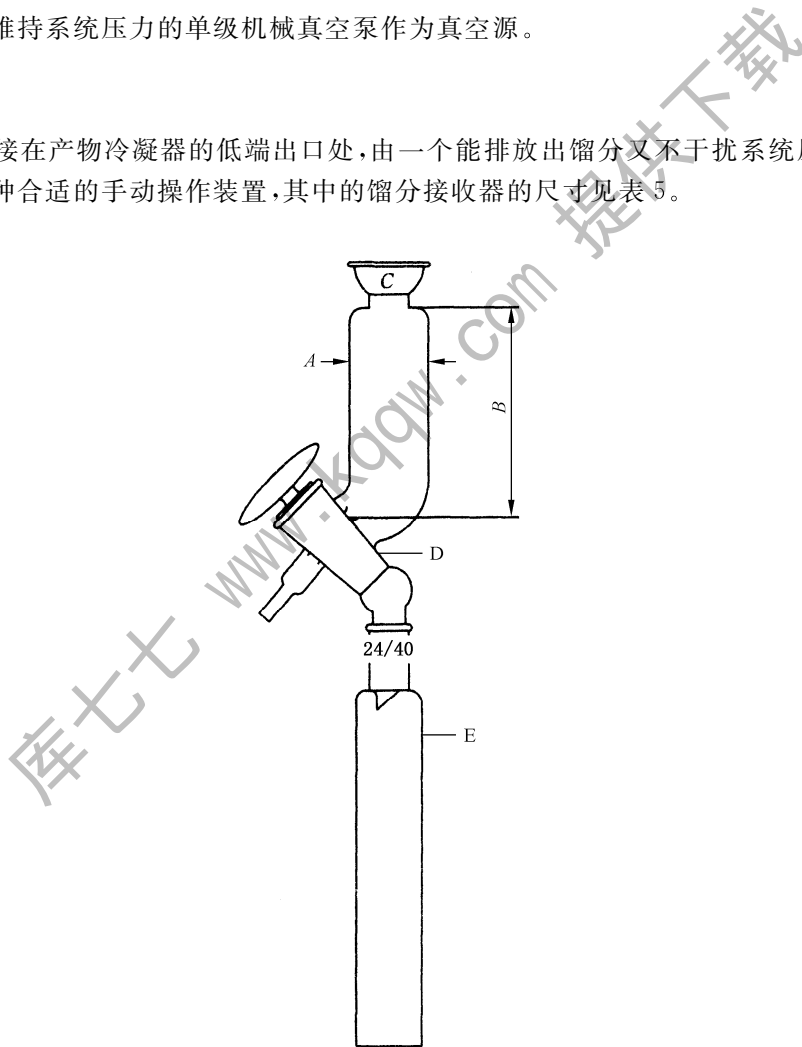
5.8 真空源

应使用能稳定维持系统压力的单级机械真空泵作为真空源。

5.9 接收系统

- 5.9.1 接收系统连接在产物冷凝器的低端出口处,由一个能排放出馏分又不干扰系统压力的真空适配器组成。图 6 为一种合适的手动操作装置,其中的馏分接收器的尺寸见表 5。

单位为毫米



- 说明：
- A —— 馏分接收真空适配器管外径；
- B —— 馏分接收真空适配器管长度；
- C —— 馏分接收真空适配器母磨口最大处内径/最小处内径；
- D —— 10 mm 活塞；
- E —— 带刻度接收器。

图 6 手动操作接收系统示意图

表 5 馏分接收器尺寸表

单位为毫米

蒸馏头内径	A	B	C <sup>a</sup>
25	45	120	35/25
36	51	120	35/25
50	64	150	50/30
70	75	150	50/30
<sup>a</sup> 馏分接收真空适配器母磨口(C)最大处内径/最小处内径。			

5.9.2 可使用能够分步或同时收集馏分的装置,但其应能使系统操作压力在整个蒸馏过程中保持稳定。如果要使产物保持液态,应配备加热装置。

5.9.3 馏分接收器由硬质硼硅玻璃制造,其总容积应和待接收组分相当,从底部开始其刻度应校准至满刻度的1%。

**警示——**这套仪器在高真空和高温下操作,所以宜将这些釜和罐覆盖起来,以免在爆裂时操作者被碎片伤害。但是,为了控制和操作方便,前部的保护装置应是透明和容易打开的,因此要小一些。对于自动操作的仪器,应配备自动灭火器、冷却水和报警系统。

## 6 取样

6.1 可按 GB/T 4756 取样,也可从 GB/T 17280 试验中获取试样。

6.2 接收试样时,试样应封装在密闭的容器内,不应有泄漏。

6.3 如果试样结蜡或者凝固,应将其加热成液体,以确保在使用前混合均匀。

6.4 如果发现试样含水,应按附录 C 所述方法进行预蒸馏,脱去水分。

## 7 仪器准备

7.1 清洗并干燥仪器的所有玻璃部件,在接口处涂抹真空脂,然后按图 2 所示,将其组装到一起。对于球形磨口,应涂抹适量的真空脂形成一层薄膜,但过量的真空脂会形成缝隙,采用氟橡胶或硅橡胶衬垫时仅需稍微润滑即可。

7.2 称量接收器皮重准确至其装料量的 0.1%。

7.3 按以下方法试漏:用真空泵将系统压力抽空至 0.05 kPa(0.4 mmHg),切断真空源,若在 1 min 内系统压力上升幅度不大于 0.01 kPa(0.075 mmHg),则认为系统密封良好;若在 1 min 之内系统压力的上升幅度大于 0.01 kPa(0.075 mmHg),则应对真空规进行校验,并在此之前弥补缝隙。

7.4 按附录 B 对温度和压力传感器进行校验。

## 8 试验步骤

8.1 按 GB/T 13377 或者 GB/T 1884 试验方法测定试样密度,并按 GB/T 1885 将密度修正成为 15 °C 或 20 °C 的密度。

8.2 放入搅拌子。

8.3 根据表 2,查到可装试样的体积,根据将要装入试样的体积和密度计算出试样的质量。

8.4 称量试样准确至装料量的 0.1%。蒸馏釜太大时,可将蒸馏釜放下,用 90 kPa~95 kPa 的正压力

将试样压入蒸馏釜(称量转移管的质量),若试样黏稠或凝固,可适当加热,以改善其流动性,其质量可用差减法算出。

8.5 将蒸馏釜安装在蒸馏柱上(指小型蒸馏釜),扣上所有加热套,在恰当的位置放置搅拌装置并将其开动。

8.6 本标准可以通过以下两种方法进行连续切割:一种是在蒸馏过程中逐渐降低压力(动态),另一种是做阶梯式降压,通过放缓(或停止)馏出速度进行降压操作,从而达到终切点。上述两种情况下均应避免由减小馏出速度导致的馏出物停止,也应避免由于过快降压导致的馏分夹带。

8.7 加热蒸馏釜使试样的温度快速上升,但不应超过  $300\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ ,蒸馏釜表面的温度不应超过  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,否则,靠近蒸馏釜壁的试样将会发生裂化。

**警示——有些烃类混合物不能长时间承受  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  的高温,此时应降低其表面温度。**

8.8 给蒸馏头补偿加热罩加电,维持蒸馏头外壁温度比蒸馏釜内液体温度约低  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

8.9 逐渐减压至某个适当的起始压力。根据图 7 和表 6,选择与预期初馏点相一致的最高压力以及与预期终馏点相一致的最低压力,对于初馏点为  $343\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右的试样,比如从 GB/T 17280 试验得到的渣油,宜选择  $0.133\text{ kPa}(1.0\text{ mmHg})$  的压力。

**注:**有时在真正蒸馏开始之前试样会发生很明显的脱气现象,这种现象的特征是起泡但不产生可冷凝蒸气。

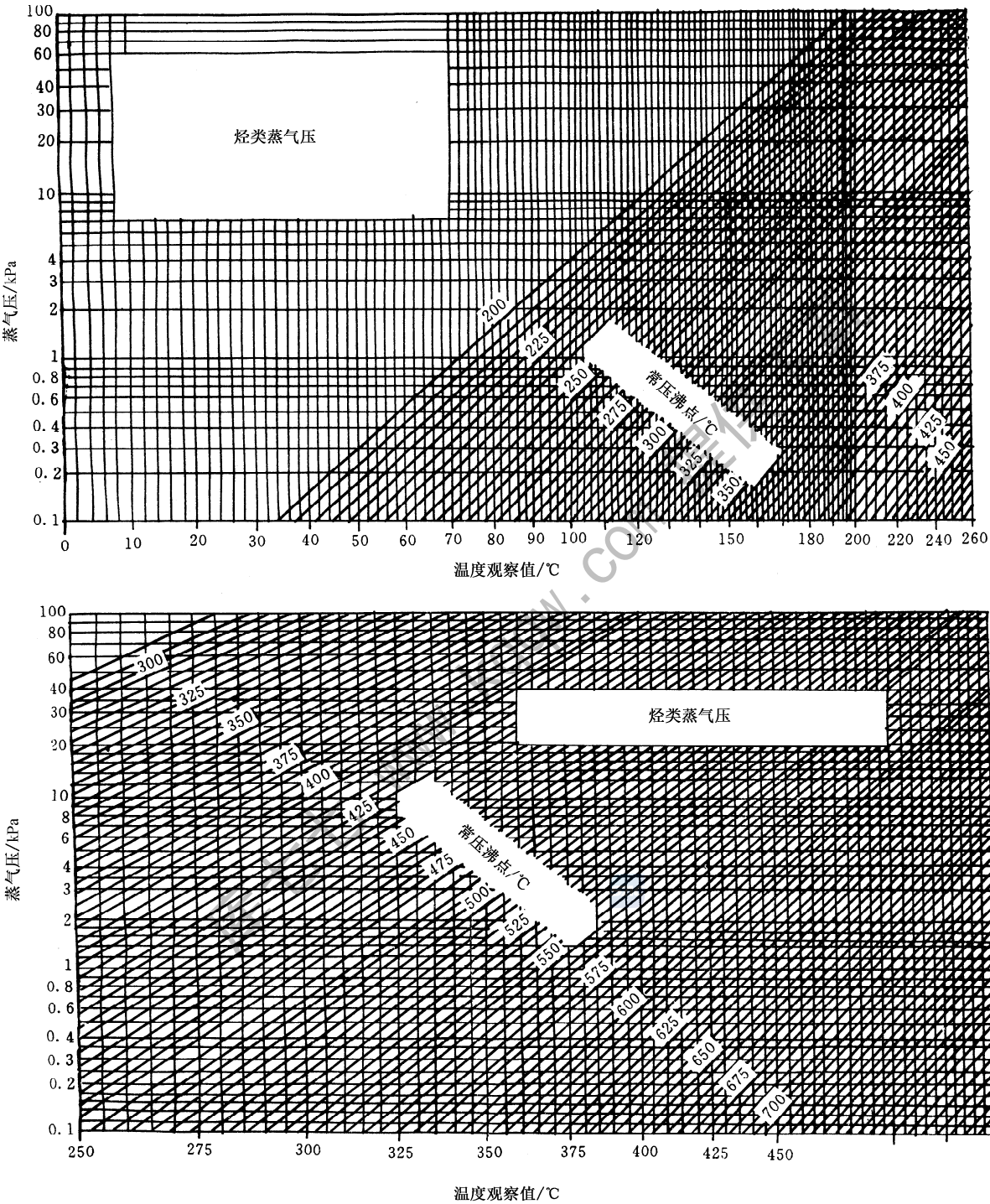


图 7 不同压力温度换算图



表 6 操作压力和蒸馏速率

操作压力 kPa(mmHg)	蒸发速率 mL/(h·cm <sup>2</sup> )	馏出速率 mL/h			
		25 mm	36 mm	50 mm	70 mm
6.7(50)	90~150	450~750	900~1 500	1 800~3 000	3 600~6 000
1.3(10)	75~125	375~625	750~1 250	1 500~2 500	3 000~5 000
0.33(1)	45~75	225~375	450~750	900~1 500	1 800~3 000
0.040 0(0.3)	30~50	150~250	300~500	600~1 000	1 200~2 000
0.013 3(0.1)	10~20	50~100	100~200	200~400	400~800

8.10 当蒸馏开始,可看到蒸气进入蒸馏釜颈部。将加热量减少至一定值,维持表 6 所选择的蒸馏速率,调节补偿加热器,维持蒸馏头玻璃夹套外壁的温度比蒸气的温度低 5℃。

注:虽然蒸馏速率允许在某一范围内,但推荐最大允许值的 80%。

8.11 当观察到的初始蒸气温度低于或达到 150℃时,开动制冷机冷却第一个馏分接收器,确保回收。如果接收器壁上有固体蜡出现,为了读数准确,可用红外灯或电吹风机加热接收器使馏分液化。对于自动化操作的仪器,应将接收器加热至足够使馏分液化的温度,但不能太高,以避免轻馏分挥发。

8.12 当用动态法降低压力时,应根据操作压力与温度差值测算终馏点温度,此处的温度差值为蒸气和釜内温度之差。假设蒸气和釜内温度差保持相对恒定,判断在保证釜内温度不超限的情况下,最终蒸气温度是否能在当前的操作压力下达到终切点(见 8.17)。如果在起始压力下蒸气温度达不到终切点温度,则应将压力逐渐降低至能够达到终切点的压力。降压过程中,应注意保证合适的馏出速度(见表 6)和釜温的设限值。压力应降至足够低以保证馏出速度稍微增加,同时操作人员应注意避免蒸馏过程出现馏分夹带。蒸馏速度应符合表 6 中的规定,并且应保证在达到切割点之前至少稳定 2 min。经验显示,通常在 0.133 kPa 压力下,原油样品馏出量在运行良好的情况下可以达到最初装样体积的 25%~30%。按照上述操作,继续降低压力可以达到满意的结果。重复上述操作蒸馏剩余的试样,直到获得满足蒸馏终切点温度的操作压力,同时应注意整个蒸馏装置的温度不应超过最大值,以及釜温不应超过温度和时间限制(见 8.17)。

8.13 如果馏分充满接收器,或达到切割温度,移去接收器或切换接收器。仪器的操作如下:  
——对于手动操作的仪器,使用真空适配器切割馏分,放空后用另一空接收器替换,将新接收器抽空至接近系统压力后,再与系统接通;  
——对自动化操作的仪器,由于接收器转换是自动的,所以不必特别注意。

8.14 记录下列观察值:  
——时间,单位为小时(h)或分(min);  
——馏出物的体积,单位为毫升(mL);  
——蒸气温度,精确至 0.5℃;  
——蒸馏釜内液体的温度,单位为摄氏度(℃);  
——蒸馏压力,准确至 1%;  
——根据附录 D 计算的常压下的温度。

8.15 前进至 8.19。

8.16 或者,选择阶梯式降压的方法,可通过初始化蒸馏和在蒸馏稳定的压力下操作实现(见 8.9)。继续馏出产物直到终切点,或者蒸馏釜中液体的温度达到大约 290℃。

8.17 如果预计到达终切点时蒸馏釜中液相温度超过 320℃,则减缓直至停止加热,直至蒸馏速率减慢

或者停止,这个过程取决于蒸馏釜中试样的量,需要 2 min~10 min。然后,缓慢降低压力直至能够产生适量的馏出物,降低 1/5 或 1/6 的压力可使柱头产生适量的馏出物。

8.18 恢复原有加热速率的 90%,调节蒸馏速率在较低的水平(见表 6),在此速率下压力稳定后 2 min 内不应切割馏分。重复 8.16 和 8.17 的操作,直至压力达到可在液体温度 320 °C 之前蒸馏到达终切点。

8.19 若未发现有试样开始裂化的迹象,继续蒸馏,仔细对蒸馏釜加热以维持馏分的流出速率。当蒸馏釜中液体温度到达 310 °C 以上时,应在 1 h 内到达最终切割点。

8.20 当观察到有开始裂化的迹象时,立刻停止蒸馏。

注 1: 裂化对切割馏分和蒸馏釜中残余物性质影响很大,例如,裂化产品的密度和黏度较未裂化产品明显降低。

注 2: 初期裂化的标志通常是观察到明显并且持久的压力上升(例如,超过压力设定值的 10%),或者观察到真空泵的工作负荷增大。但是自动真空控制器有时会掩盖开始裂化时压力初步上升现象。其他初期裂化的标志有薄的黑的沉积物聚集在蒸馏柱上,或者冷凝之后的系统内出现烟状的蒸气。

8.21 当到达最终切割点时,或者蒸出试样体积分数的 90%后,或者出现初期裂化,停止蒸馏。不再继续加热,缓慢上升压力,继续搅拌,使蒸馏釜中残余物冷却。

注: 如果馏出物超过试样体积分数的 90%,则蒸馏釜接近蒸干不利于安全。

8.22 打开蒸馏釜绝热罩,对于不锈钢蒸馏釜,在冷却盘管中通入空气。

8.23 当蒸馏釜中残余物温度降 150 °C 时,取下并称量蒸馏釜,计算残余物的质量。对于较大的蒸馏釜,使用约 10 kPa 的正压力从装油管压出残余物。

8.24 称量所有馏分,精确到试样质量的 0.1%。

8.25 根据 GB/T 1884 或 GB/T 13377 测定所有馏分的密度,并使用 GB/T 1885 换算出 15 °C 或 20 °C 的密度。

8.26 对于小型蒸馏釜,用另外的蒸馏釜和溶剂如甲苯进行蒸馏,以洗涤蒸馏头和冷凝管;然后用空气吹干溶剂,测定附着物的量。该附着物可以单独作为一个馏分处理,这样要估计其密度;也可以将其混入残余物。如果残余物除了需要测定密度外,还需要分析其他性质,则应将附着物混入到残余物中。对于大型蒸馏釜,则应按附录 E 求附着量。注意大型蒸馏釜的附着物包括蒸馏头和蒸馏釜两部分附着物,应将这些附着物作为单独馏分,并且测定其密度。

## 9 计算

9.1 计算所有馏分和附着量之和,由此算出占试样的比例。所得结果的质量分数应介于 99.6%~100.1% 之间。在报告中表明实际损失和损失在总馏分中占的比例。

9.2 根据每个馏分的相对密度和质量计算每个馏分的体积。

## 10 报告

10.1 报告应包括下列内容:

- 试样的质量,单位为克(g);
- 试样在 15 °C 或 20 °C 的密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>),保留四位有效数字;
- 试样在 15 °C 或 20 °C 的体积,单位为毫升(mL);
- 总体积的增溢或损失,精确至 0.1%;
- 依据馏分的沸点列表,将残余物排在最后;
- 求出的质量和体积累积百分比。

10.2 将 8.14 所述的各项观察记录数据列成第二张表附上。图 8 和图 9 为蒸馏报告和蒸馏记录的表格示例。

蒸馏报告

试验单位：

操作说明		基本资料	
试样名称		试样密度(15 ℃或20 ℃)/(g/cm <sup>3</sup> )	
试验日期		装料量/g	
仪器名称		含水量/g	
操作者		净重/g	
试验目的		体积/mL	

试验情况简介和注释

试验结果

沸点范围/℃	质量/g	质量收率/%	累积质量收率/%	体积/mL	体积收率/%	累积体积收率/%	API 重度/°API	密度(15 ℃或20 ℃)/(g/cm <sup>3</sup> )	备注
总计									
损失									

图 8 蒸馏报告示例

蒸馏记录														
试样名称试样质量蒸馏次数蒸馏日期														
馏分号	时间	体积观察值/mL	累积体积/mL	累积体积分数/%	温度观察值/℃	温度校正值/℃	蒸气实际温度/℃	压力观察值/kPa	压力校正值/kPa	绝对压力/kPa	相对于常压温度/℃	蒸馏速率/(mL/min)	柱保温温度/℃	釜底温度/℃
1														
2														
3														
4														
5														
6														
7														
8														
9														
10														
11														
12														
13														
14														
15														
16														
17														
18														
19														
20														
21														
22														
23														
24														
25														
26														
27														
28														
29														
30														
31														
32														
33														
34														
35														
36														
37														
38														
39														
40														

图 9 蒸馏记录示例

10.3 以切割温度(AET,℃)作为纵坐标,质量和体积收率作为横坐标,平滑绘出蒸馏曲线。

11 精密度和偏差

11.1 精密度

11.1.1 按下述规定判定结果的可靠性(95%置信水平)。

注：下列精密度数据是从1986年统一操作实验(6个试样,5个实验室)、1988年统一操作实验(3个试样,4个实验室)以及单个实验室对不同试样操作实验(5个试样,3个实验室)所获得的数据研究而得。虽然这些数据资料不完全符合精密度确定的统计试验要求,但是由于涉及时间和经费,近期不会发起另外的操作试验。

11.1.2 重复性——同一位操作者,使用同一台仪器,对同一试样进行测定,所得两次试验结果之差不应大于表7中所列数值。

11.1.3 再现性——不同的操作者,在不同实验室,使用不同仪器,对同一试样进行测定,所得两个单一、独立结果之差不应大于表7中所列数值。

表 7 重复性和再现性要求

蒸出液体的体积分数(LV) %	重复性 ℃	再现性 ℃
10	6.1	16.9
20	4.5	12.8
30	6.1	13.5
40	4.9	11.2
50	5.7	14.2
60	4.1	8.4
70	4.8	11.4
80	4.9	5.1
90	4.4	4.4

11.2 偏差

因为没有适合测定偏差的相应样品,所以没有进行本方法的偏差试验。

附 录 A  
(规范性附录)  
温度响应时间的测定方法

A.1 原理

本附录对温度响应时间的测定以在规定的时间和条件下传感器的冷却速率为基础。

A.2 方法应用

A.2.1 本附录确保在温度快速上升时传感器能以足够快的速率响应温度的变化,不因滞后产生误差。

A.2.2 当在真空条件下蒸气的热焓最小的时候,执行本附录更加重要。

A.3 操作步骤

A.3.1 在平板加热器上放置一个容量为 1 L 装水的烧杯,在水中垂直放置一个玻璃加热套管,维持水温在  $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.2 传感器宜与温度读数精度可达  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  的数字式仪表相连,也可与内插温度可达  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  的条形纸记录器相连,设定走纸速率为  $30\text{ cm/h}$ 。

A.3.3 将温度传感器插入一个封闭纸盒的一边的中央孔中,纸盒边长约  $30\text{ cm}$ ,纸盒孔的大小应与传感器紧密吻合,使传感器温度达到平衡,待稳定后记录温度。

A.3.4 将温度传感器插入水中热套管内,当传感器温度达到  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,将其取出并立即插入纸盒中,用秒表或条形纸记录器记录传感器从  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  冷至比 A.3.3 观测的温度高  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  时所用的时间。

A.3.5 如果时间超过  $60\text{ s}$ ,则不应使用此传感器。

A.4 精密度和偏差

本附录在叙述测定温度响应时间时,未涉及方法的精密度和偏差,这是因为本附录的测定结果仅被用于确定传感器温度响应时间是否适合上述规范的要求。

**附 录 B**  
**(规范性附录)**  
**传感器的校正方法**

**B.1 原理**

- B.1.1** 本附录用于校正温度传感器和真空传感器以及与之相连的显示或记录仪表。
- B.1.2** 利用纯金属的熔点、纯化合物或共熔混合物的沸点对温度传感器和与之相连的显示或记录仪表进行校正。
- B.1.3** 利用麦氏真空规或者被认证的基准测量仪器对真空传感器和与之相连的设备进行全量程操作压力校正。

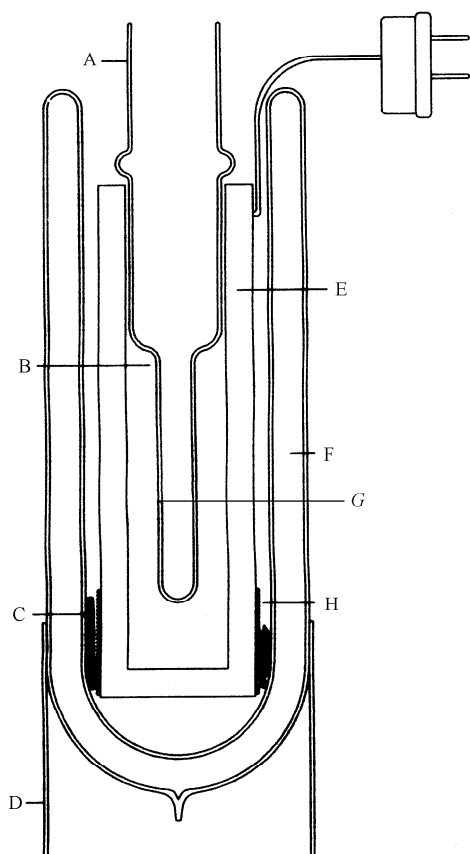
**B.2 温度传感器**

**B.2.1 仪器**

按照图 B.1 组装用于测量基准物质温度的合适仪器。在杜瓦瓶中装入碎冰和水,可以测量水的冰点。使用气液平衡釜、沸点测定器或者气体压力计(见图 B.2)或者其他可以测定气液平衡的仪器来测定水的沸点。

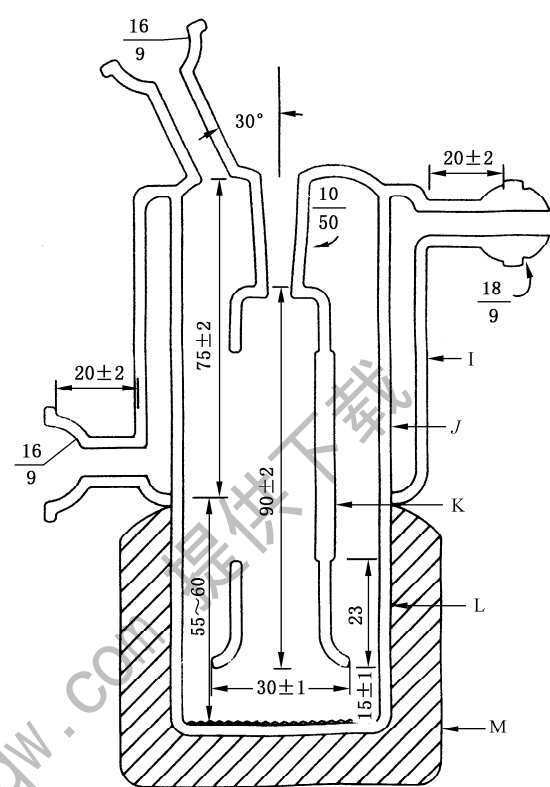


单位为毫米



- 说明：
- A —— 套管；
  - B —— 充满金属的位置；
  - C —— 用玻璃布胶带缠绕石墨套固定在杜瓦瓶内；
  - D —— 金属座；
  - E —— 纯石墨套，直径 25 mm×300 mm；
  - F —— 标准杜瓦瓶；
  - G —— 内径 8 mm；
  - H —— 电加热器，100 W；

图 B.1 标准温度金属熔点浴图



- 说明：
- I —— 水夹套，外径 70 mm；
  - J —— 外径 50 mm；
  - K —— 由三条直径 3 mm 圆柱支撑喇叭口形圆环；
  - L —— 沸腾器，外径 54 mm；
  - M —— 玻璃纤维加热套，150 W。

图 B.2 蒸气压力计

B.2.2 步骤 A——通过熔点校正蒸气温度传感器

B.2.2.1 从表 B.1 中选择合适熔点的金属，在热套管底部放入 0.5 mL 的硅油或者其他惰性液体。插入一支或多支传感器，并与各自的仪表连接。



表 B.1 基准物质温度(熔点)

基准物质	温度 ℃
锡铅镉合金(质量比例为 50 : 32 : 18)	145.0
锡	231.9
铅	327.4

- B.2.2.2 加热熔点浴至金属熔点之上 10 ℃,并至少保持 5 min,以保证所有金属熔化。
- B.2.2.3 停止对熔点浴加热,观察并记录熔点浴冷却曲线,当曲线出现超过 1 min 不变的平台时,此平台代表的温度即为校正温度。如果平台太短,可在冷却期间略微加热,延长平台长度;但是,如果需要过量加热才能支撑平台,表明熔点浴已被污染或氧化,此时应更换金属。
- B.2.2.4 记录表 B.1 所示的每个温度点的校正温度,精确至 0.1 ℃。
- B.2.2.5 做一张表格,列出每个温度点的校正值、观察温度和真实温度;用校正值对观察温度绘制一条平滑的曲线,该曲线即为日常工作曲线。

B.2.3 步骤 B——通过沸点校正蒸气温度传感器

- B.2.3.1 此操作不是校正温度传感器的基准方法,但它可用于校正温度传感器。
- B.2.3.2 按制造商的说明安装可以测定气液平衡的仪器。使用纯度达到 99.9%以上并已知准确沸点的纯净液体作为基准物质(见表 B.2)。
- 注: 气体压力计是一种方便测定气液平衡的仪器。
- B.2.3.3 获取表 B.2 所示的每一基准物质常压沸点的校正温度,精确至 0.1 ℃。

表 B.2 基准物质常压沸点

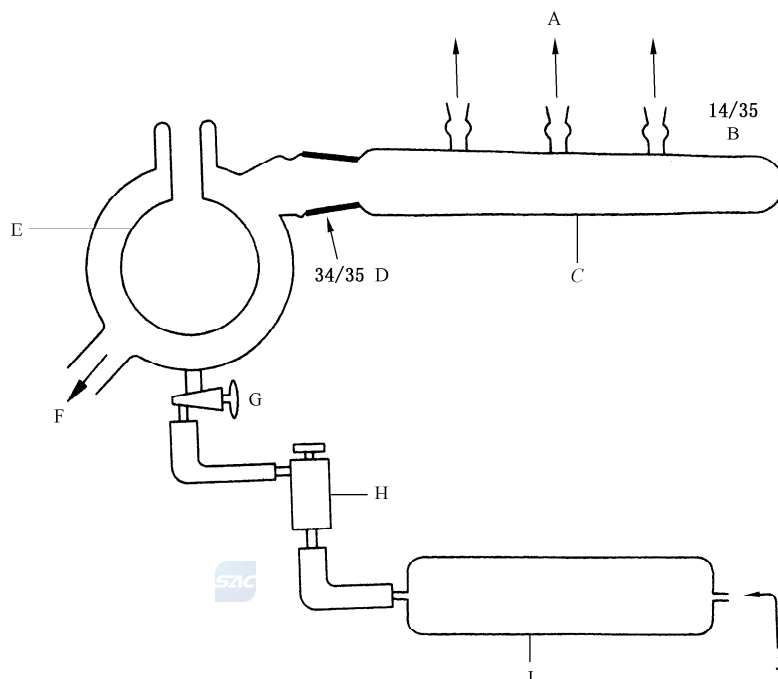
基准物质	常压沸点 ℃
水	100.0
正庚烷	98.5
四氯化碳	207.2
正十四烷	252.5

- B.2.3.4 做一张表格,列出每一个校正点的校正值、观察温度和真实温度。若温度偏差大于 0.4 ℃,则应检测系统控制状况,重新校准温度传感器以及附属设备。

B.3 真空传感器

B.3.1 仪器

- B.3.1.1 按照图 B.3 组装真空集合管,其应能在需要的压力范围内保证压力稳定在 1%之内。



说明：

A——接标准真空规和被测真空规；

B——锥形磨口接头；

C——管径 35 mm~40 mm；

D——锥形磨口接头；

E——500 mL 干冰冷阱；

F——接真空泵；

G——真空活塞；

H——真空自动控制阀；

I——干燥器；

J——氮气。

图 B.3 真空压力计校正装置

**B.3.1.2** 非倾斜式麦氏真空规或者其他基准仪器在测定绝对压力小于 13.3 kPa 时,应根据设备尺寸的测量进行校准。

注：建造麦氏真空规或者其他基础参考仪器的基本原理是成熟的。这类仪器的尺寸和允许限量不在本试验方法的规定范围内。

**B.3.1.3** 选择麦氏真空规,使需要校正的压力值在整个量程的 10%~90%之内。在重填汞之前,在 250 °C、压力低于 10 Pa(0.075 mmHg)的条件下,至少加热空的麦氏真空规 30 min。之后,小心保护基准压力表,防止其与潮湿空气接触。推荐选择两个压力范围不同的基准麦氏真空规。如果符合测定压力,说明系统没有水分和其他凝结物。

**警示——汞蒸气是有毒的,如果吸入或咽下对身体有害甚至致命。**

**B.3.1.4** 也可采用经过认证的次级压力计,比如电子或者其他类型,其应能追溯到基准。次级压力计应按规则定期,至少每年一次,进行重新认证。

### B.3.2 操作步骤

**B.3.2.1** 按照图 B.3 安装测试支管。应确保支管洁净、干燥、无泄漏,并且在需要的压力下可稳定保持。将系统抽空至 0.01 kPa,切断真空源并截止放空阀,至少使压力稳定 2 min。如果系统压力在第二个 2 min 内上升幅度超过 10%,则应检查漏气,调整后重新进行检测。

**B.3.2.2** 在支管上连接基础真空规和待测真空规,真空规的量程应满足需要校正的压力在其 10%~90%范围。在支管和真空泵之间加入一个干冰冷阱。调整压力至需要的测试压力,之后按照 B.3.2.1 进行漏气检测。

**B.3.2.3** 在测试稳定至少 3 min 后,读取所有真空规的读数,并且与基准真空规做比较。

**B.3.2.4** 在其他需要的压力下重复上述操作。每个待测真空规应在其量程 10%~90%范围内进行至少 3 个压力值的测定。

**B.3.2.5** 做一张表格,列举出每个待测真空规的每个压力下的校正值。如果需要,这个表格可用于进行内插计算。有误差校正功能的电子真空规可调节读数消除误差。

## 附 录 C

### (规范性附录)

#### 含水油样的脱水试验

#### C.1 范围

本附录用于减压蒸馏之前的含水油样(>0.1%水)的脱水和测定水含量。

#### C.2 原理

用足够数量的试样,在常压下蒸馏至 150 °C,将除去水分的馏分油与塔底油合并,可计算水的百分含量。

#### C.3 方法应用

为了使蒸馏过程平稳进行,脱水是很重要的。

#### C.4 仪器

含水试样脱水过程对仪器的要求如图 2 所示,在蒸馏釜内装一根毛细管,并将氮气通入液体。

#### C.5 操作步骤

C.5.1 倾倒入存在的沉降水,称量包括搅拌子的蒸馏釜重量和含水试样加蒸馏釜的重量,求出试样重量,精确至 1 g。

C.5.2 将蒸馏釜与蒸馏头安装好,并由毛细管通入氮气(8 cm<sup>3</sup>/s),用干冰将冷凝器出口冷阱温度降至 -70 °C。

C.5.3 加热蒸馏釜,调节至一个合适的速率,缓缓蒸出馏出物,直至水停止流出后继续加热额外蒸出馏分的 3%~5%。

C.5.4 关闭加热系统,将蒸馏釜冷却至 175 °C 以下。

C.5.5 称量馏出物和釜底油。

C.5.6 将切得的馏出物在 -5 °C 以下分出馏分,称量水的质量。

C.5.7 拆除蒸馏头和冷凝器,并用乙醇或丙酮清洗粘附的水珠,干燥后重新安装。

C.5.8 将切出的馏分与釜底油混合。注意不要损失。如果还在原来蒸馏釜中混合,则可继续按常规蒸馏。冷阱中的馏分不再混入。

C.5.9 记录脱水之后油的质量。

#### C.6 计算

水的质量分数按式(C.1)计算:

$$w = A/B \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

$A$  ——收集到的水的质量，单位为克(g)；

$B$  ——试样的质量，单位为克(g)；

$w$  ——水的质量分数。

### C.7 精密度和偏差

本附录对水的质量分数没有涉及精密度和偏差，这是因为本附录仅用于为本标准的试验方法提供试样。



## 附 录 D (规范性附录)

### 减压蒸气观察温度与常压温度(AET)的换算方法

#### D.1 范围

本附录叙述了蒸馏过程中基于 Maxwell 和 Bonnell 方程进行减压下的温度与常压下相应温度转换的方法。

#### D.2 方法应用

通过计算可以得到常压下相应温度的最终数据。图 7 仅提供了估算蒸馏过程中切割点温度的方法。

#### D.3 计算

D.3.1 按式(D.1)计算减压下观察温度转化成常压下相应的温度(AET):

$$AET = \frac{748.1A}{\frac{1}{T + 273.15} + 0.3861A - 0.00051606} - 273.15 \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

AET ——常压下相应的温度,单位为摄氏度(℃);

T ——观察蒸气温度,单位为摄氏度(℃);

A ——计算因子,计算方法如下。

a) 如果操作压力大于或等于 0.266 kPa( $\geq 2$  mmHg),则 A 按式(D.2)或式(D.3)计算:

$$A = \frac{5.143222 - 0.972546 \lg p}{2579.329 - 95.76 \lg p} \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

p ——操作压力,单位为千帕(kPa)。

$$A = \frac{5.994295 - 0.972546 \lg p}{2663.129 - 95.76 \lg p} \quad \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

p ——操作压力,单位为毫米汞柱(mmHg)。

b) 如果操作压力小于 0.266 kPa( $< 2$  mmHg),则 A 按式(D.4)或式(D.5)计算:

$$A = \frac{5.897249 - 0.987672 \lg p}{2962.909 - 43.00 \lg p} \quad \dots\dots\dots (D.4)$$

式中:

p ——操作压力,单位为千帕(kPa)。

$$A = \frac{6.761559 - 0.987672 \lg p}{3000.538 - 43.00 \lg p} \quad \dots\dots\dots (D.5)$$

式中:

p ——操作压力,单位为毫米汞柱(mmHg)。

D.3.2 上述公式在馏分的 Watson K 值是  $12.0 \pm 0.2$  时是可以使用的。或在双方均认可的情况下 K 值的影响可以忽略。

D.3.3 如果需要校正,则 K 值按式(D.6)计算:

$$K = \frac{\sqrt[3]{1.8(B + 273.15)}}{D}$$

.....( D.6 )

式中：  
B ——中平均沸点,单位为摄氏度(℃)；  
D ——15.6 ℃相对密度。

由于习惯,馏分蒸气的中点温度或气相色谱蒸馏的中点温度可作为中平均沸点,但用时应说明。  
图 D.1 可用于估算 K 值。

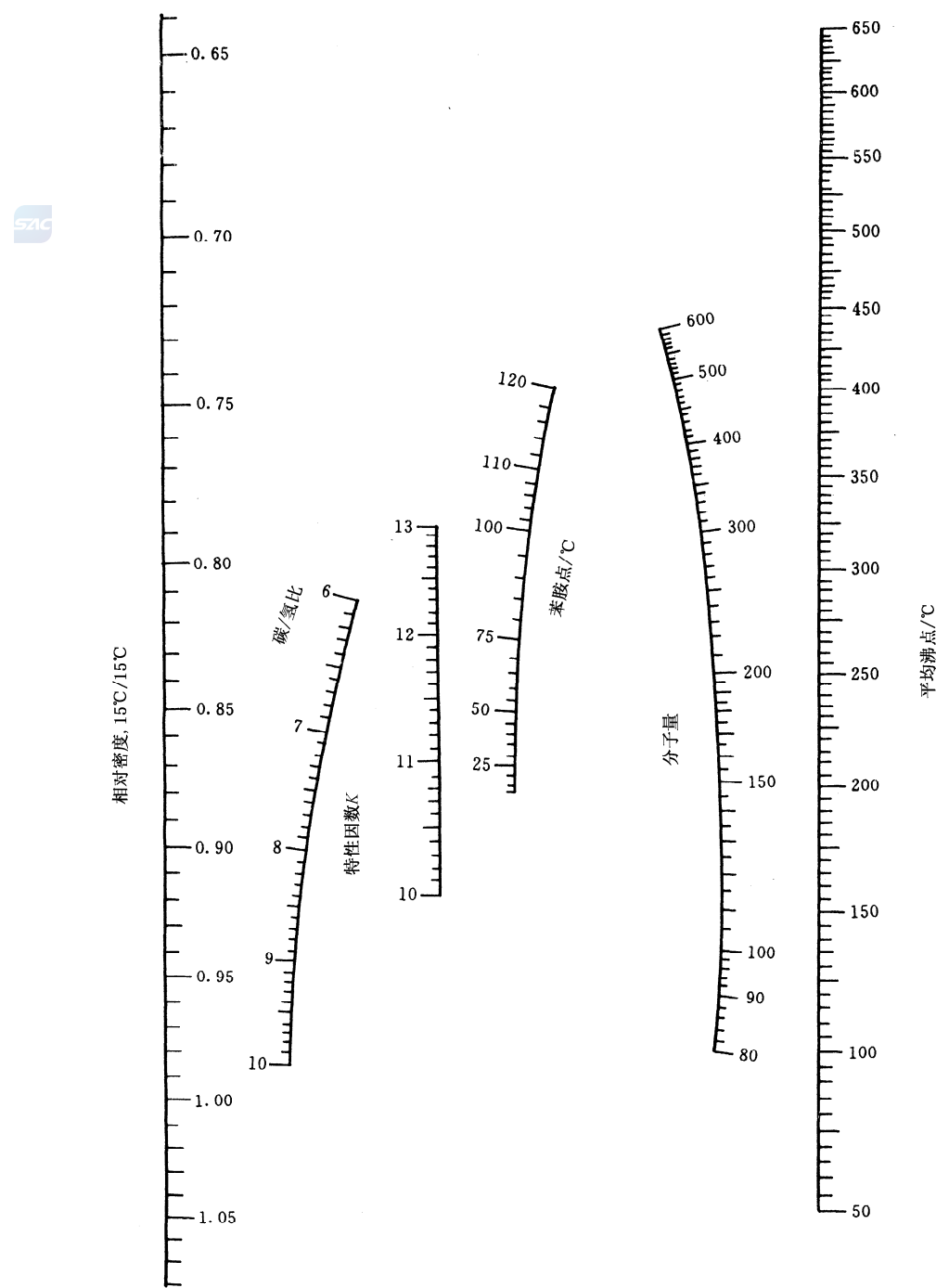


图 D.1 石油馏分特性因数(K 值)图

D.3.4 常压温度修正值用式(D.7)计算：

$$t = -1.4[K - 12][\lg(p_a/p_0)] \quad \text{.....( D.7 )}$$

式中：

$t$  ——修正值；

$p_a$  ——常压压力，单位为千帕(kPa)；

$p_0$  ——观察压力，单位为千帕(kPa)。

图 D.2 可用于估算常压温度修正值。

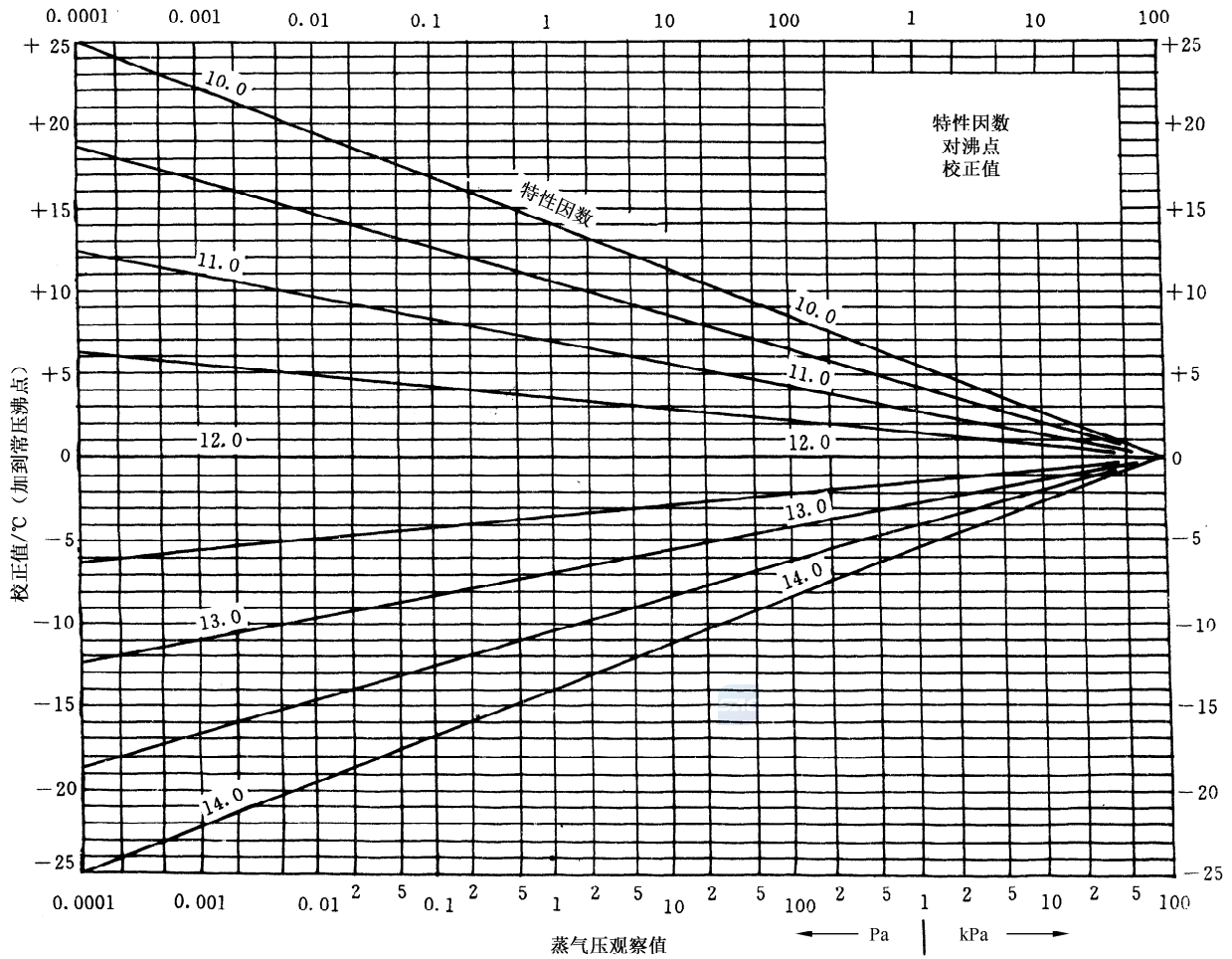


图 D.2 K 值对沸点的校正图



附 录 E  
(规范性附录)  
净滞留量的测定方法

E.1 范围

本附录用于测量蒸馏过程完成后仍然附着在仪器内壁上的物质。主要用于不容易拆除的大容积蒸馏釜,小型蒸馏釜也可以使用。

E.2 原理

蒸馏过程完成之后,在不清洗的情况下,再蒸馏少量溶剂,倒出残液,去除溶剂回收滞留量。

E.3 方法应用

E.3.1 在蒸馏过程完成后,蒸馏仪内壁残留量大于 0.5%。

E.3.2 因为蒸馏釜不再进行单独处理,所以静滞留量包括蒸馏釜内的附着物。

E.4 操作步骤

E.4.1 装入相当于正常装料量 10%~20%的甲苯。

E.4.2 加热至沸腾,洗涤所有部件(约 3 min),然后停止加热。

E.4.3 蒸馏瓶冷却后,在通风柜内回收蒸馏釜内和蒸馏出的溶剂,通入缓和的空气吹净最后的痕量溶剂。

E.4.4 称量静滞留量并测定其密度。

E.4.5 作为一个单独的馏分处理静滞留量。

E.5 精密度和偏差

本附录对静滞留量测定的精密度和偏差没有叙述,这是因为其结果仅用于本标准正文的试验方法中。



---