

中华人民共和国国家标准

GB/T 2282—2000

焦化轻油类产品馏程的测定

Coking light oil products
—Determination of distillation range

2000-04-11 发布

2000-11-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
焦化轻油类产品馏程的测定
GB/T 2282—2000

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 15 千字
2000年9月第一版 2000年9月第一次印刷
印数 1—1 200

*

书号: 155066·1-16929 定价 8.00 元

*

标 目 420—10

前 言

本标准是在原 GB/T 2282—1980《酚类产品蒸馏试验方法》、YB/T 2304—1980《重苯馏程测定方法》、GB/T 3146—1982《苯类产品馏程测定方法》、YB/T 5023—1993《粗苯馏程的测定方法》、YB/T 5024—1993《精重苯馏程的测定方法》、YB/T 5073—1993《吡啶类产品馏程测定方法》、YB/T 5081—1993《粗酚馏程测定方法》、ZB G18 003—1990《工业喹啉馏程测定方法》8 项标准基础上进行修订的。修订时将粗苯、重苯、精重苯、粗酚、酚类、吡啶类、工业喹啉的 7 项馏程测定方法合并为一项标准。并将 GB/T 3146—1982 中适合焦化苯类产品馏程测定的内容也纳入本标准。

本标准统一了试验用蒸馏瓶、灯罩、牛角管等仪器装置。

本标准对编写方法、技术要素作了相应的修改。

本标准与原标准相比更加统一、合理。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 2282—1980。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由冶金信息标准研究院归口。

本标准起草单位:本溪钢铁(集团)有限责任公司、冶金信息标准研究院。

本标准主要起草人:李静怡、康 伟、邓爱芹、孙 颖、孙 伟。

本标准 1980 年 12 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

焦化轻油类产品馏程的测定

GB/T 2282—2000

代替 GB/T 2282—1980

Coking light oil products
—Determination of distillation range

1 范围

本标准规定了焦化轻油类产品馏程测定的原理、试剂、仪器、试验步骤、结果计算和精密度。
本标准适用于焦化苯类、酚类、吡啶类及喹啉类产品馏程的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效,所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1999—1980 焦化产品轻油类取样方法

YB/T 2305—1987 焦化产品试验用玻璃温度计

3 原理

在规定的条件下,蒸馏 100 mL 试样,观察温度计读数和馏出液的体积,并根据所得数据,通过计算得到被测样品的馏程。

4 试样的采取

按 GB/T 1999 的规定采取试样。

5 试剂

5.1 氢氧化钾或氢氧化钠:化学纯。

5.2 无水氯化钙:化学纯。

6 仪器设备

6.1 蒸馏瓶

6.1.1 I 型:用硬质玻璃烧制成,容积 150 mL,瓶颈为 $\phi 24/29$ 的标准磨口。见图 1。

6.1.2 II 型:用硬质玻璃烧制成,容积 200 mL。见图 2。

6.2 单球分馏管:管的下部为 $\phi 24/29$ 的标准磨口。见图 3。

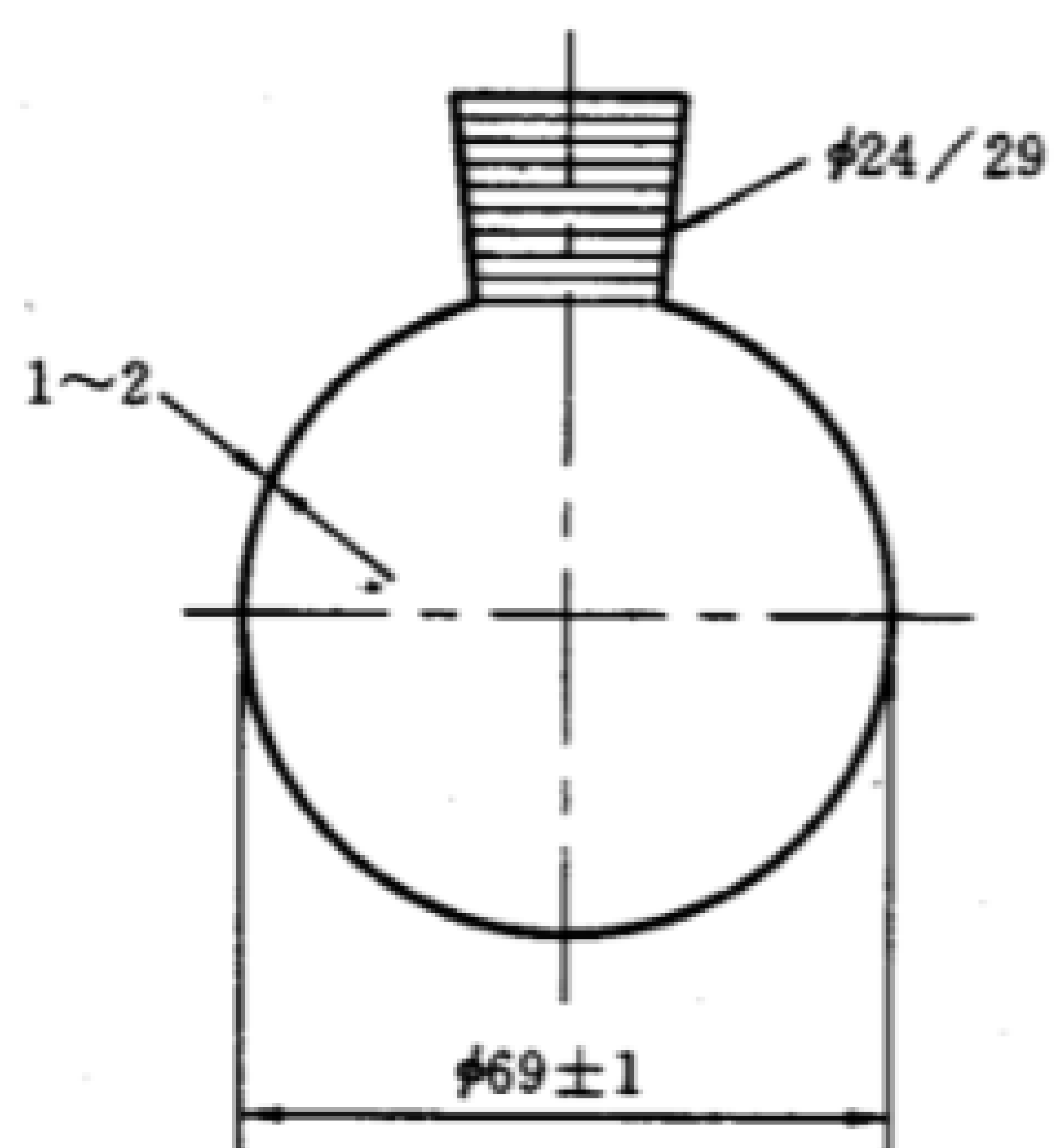


图 1 蒸馏瓶 I 型

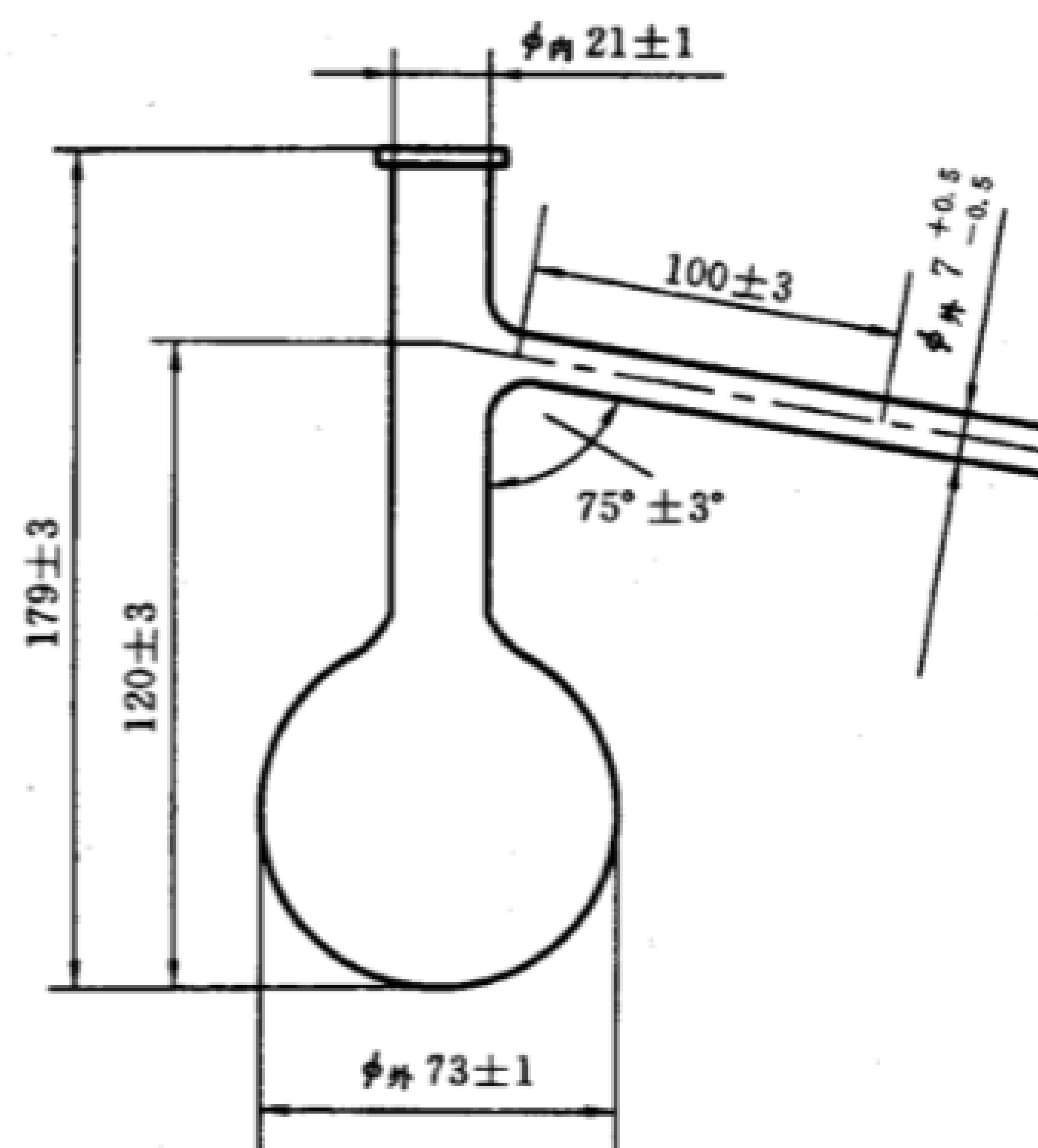


图 2 蒸馏瓶 I 型

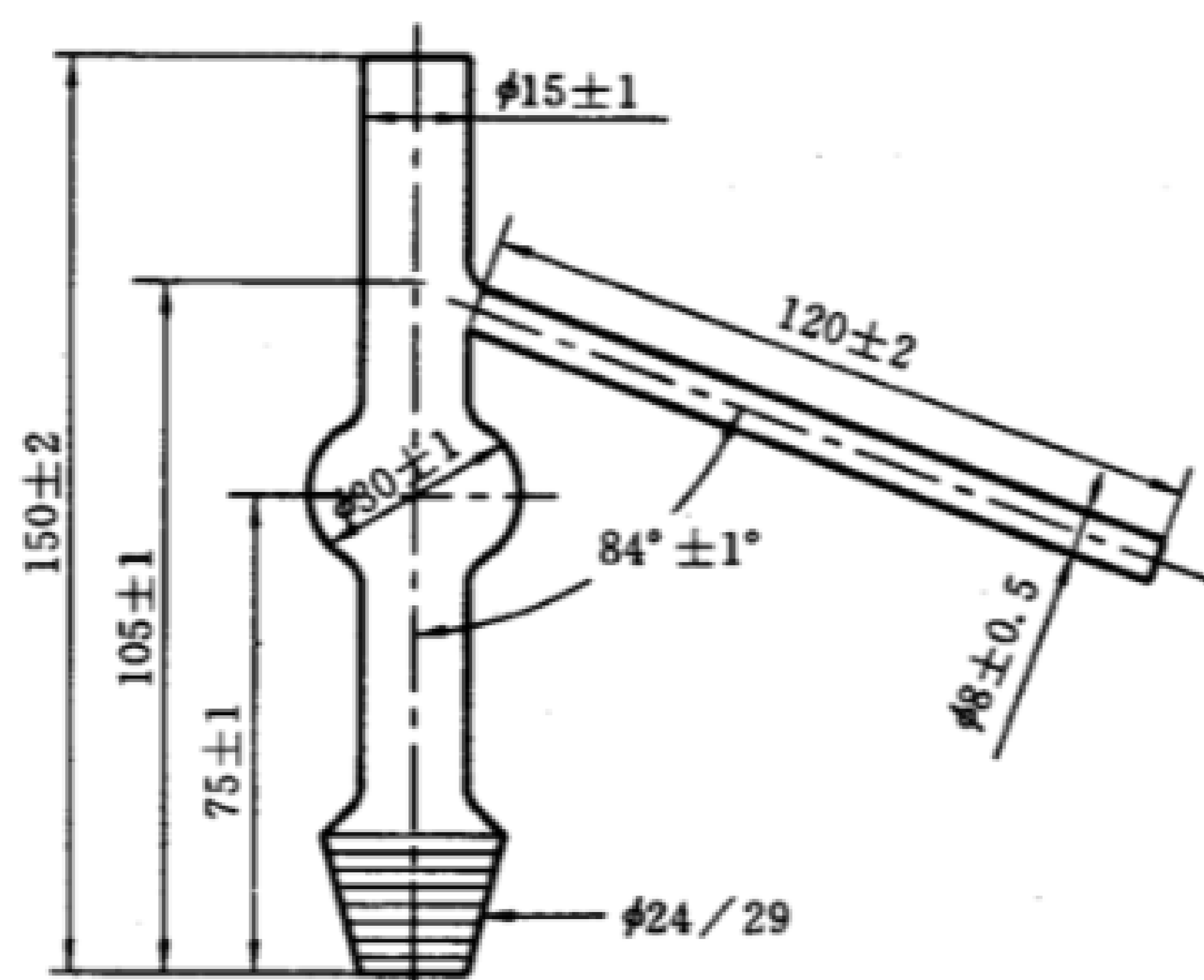


图 3 单球分馏管

6.3 异径量筒

6.3.1 上异径量筒：容积 100 mL，90 mL 以下分格值为 1 mL，90 mL 以上分格值为 0.2 mL，应在所读毫升处进行校正。见图 4。

6.3.2 下异径量筒：容积 100 mL，10 mL 以上，分格值为 1 mL，10 mL 以下，分格值为 0.2 mL，应在所读毫升处进行校正，见图 5。

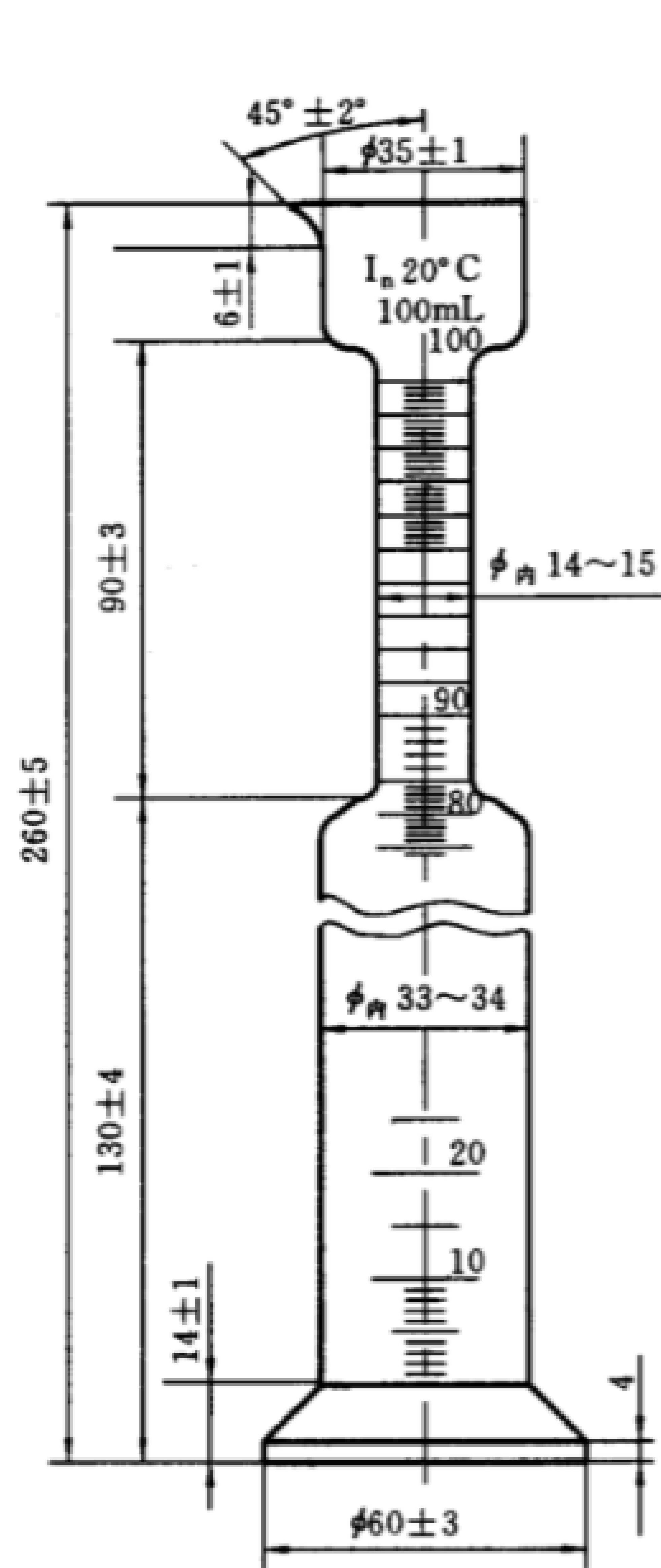


图 4 上异径量筒

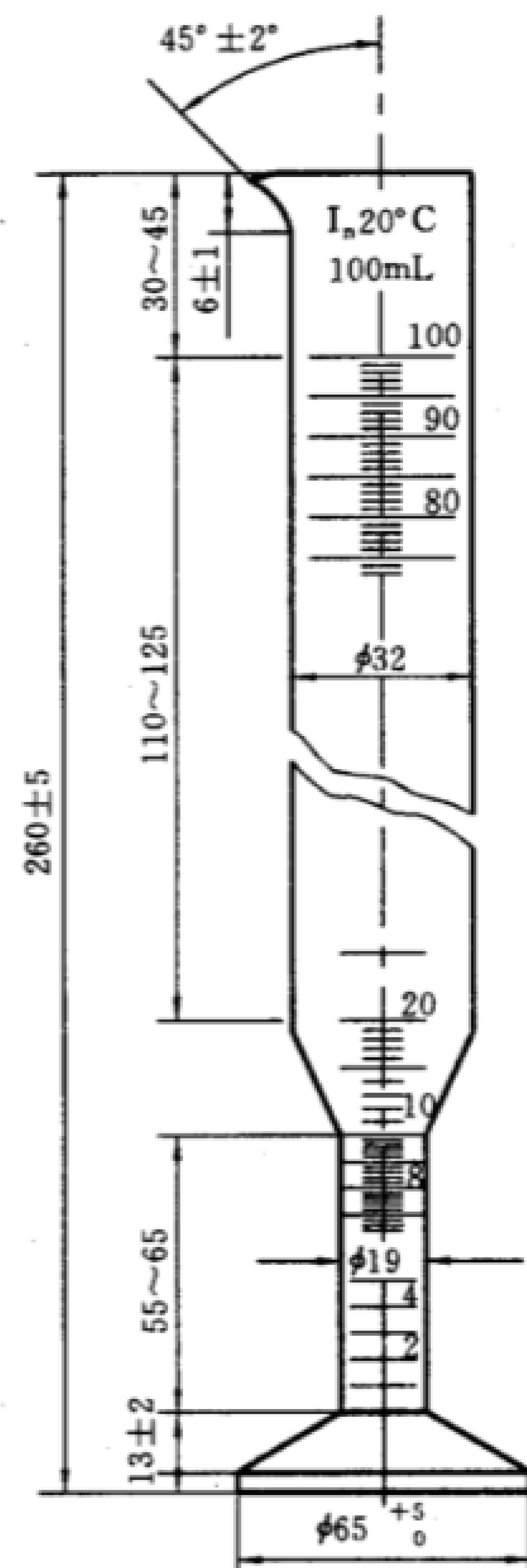


图 5 下异径量筒

6.4 冷凝管

6.4.1 水冷凝管：用硬质玻璃烧制，壁厚 1.0~1.5 mm，见图 6。

6.4.2 空气冷凝管：用硬质玻璃烧制，壁厚 1.0~1.5 mm，见图 7。

6.5 牛角管：见图 8。

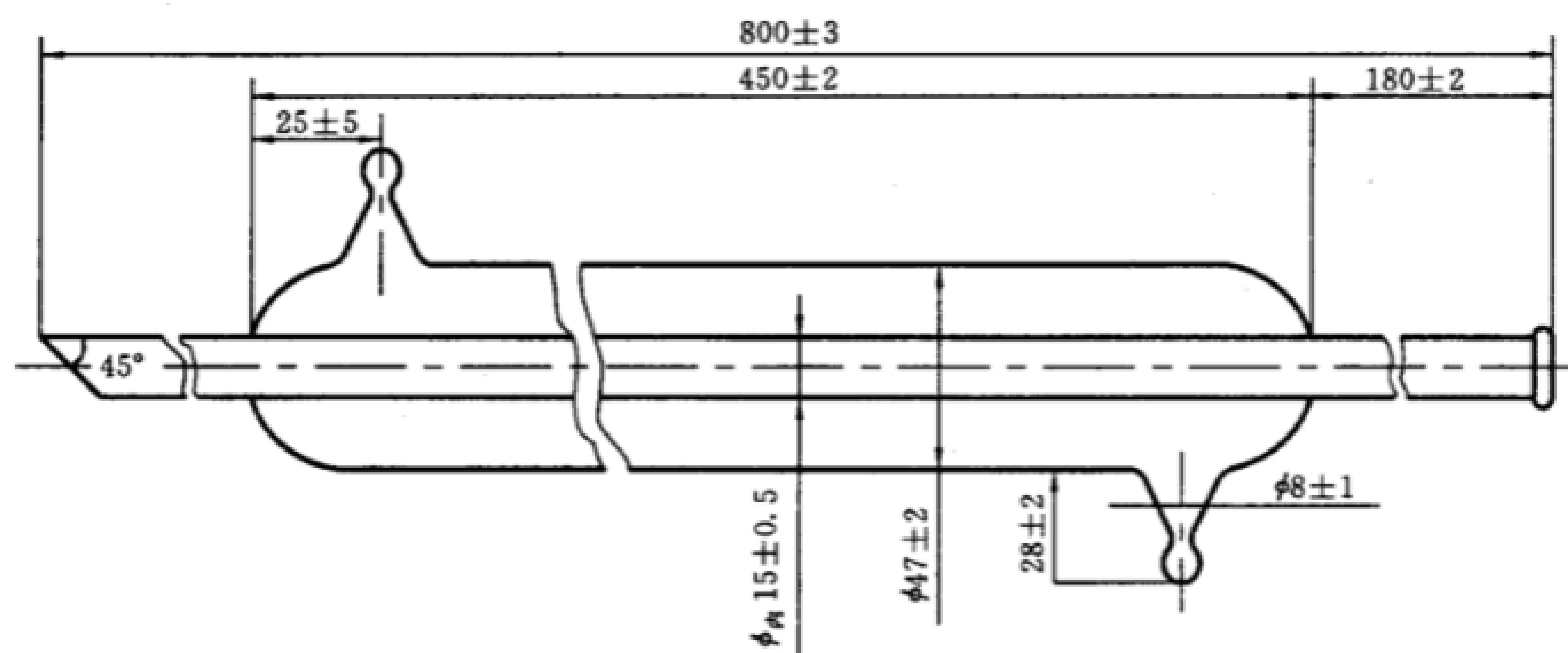


图 6 水冷凝管

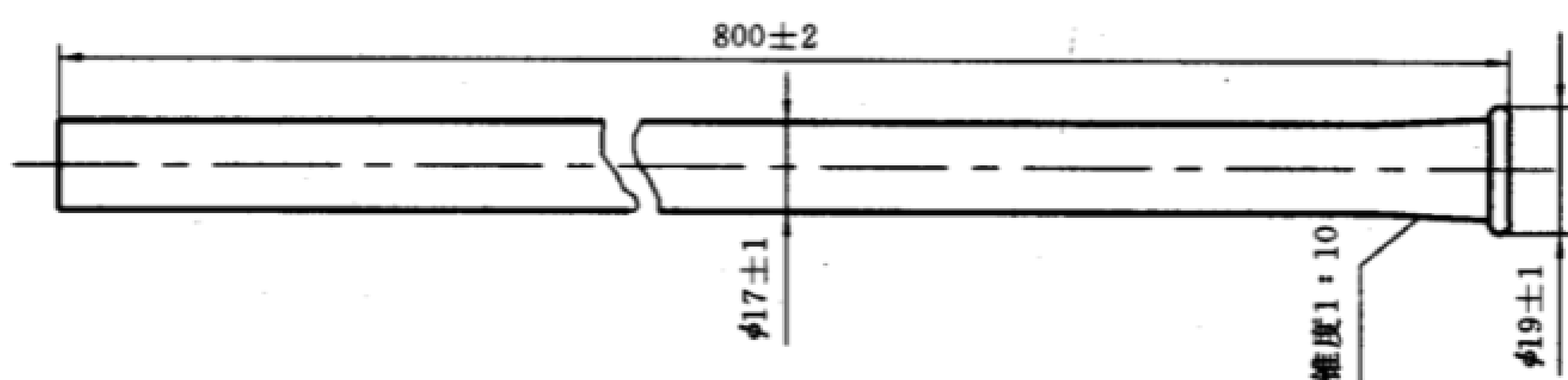


图 7 空气冷凝管

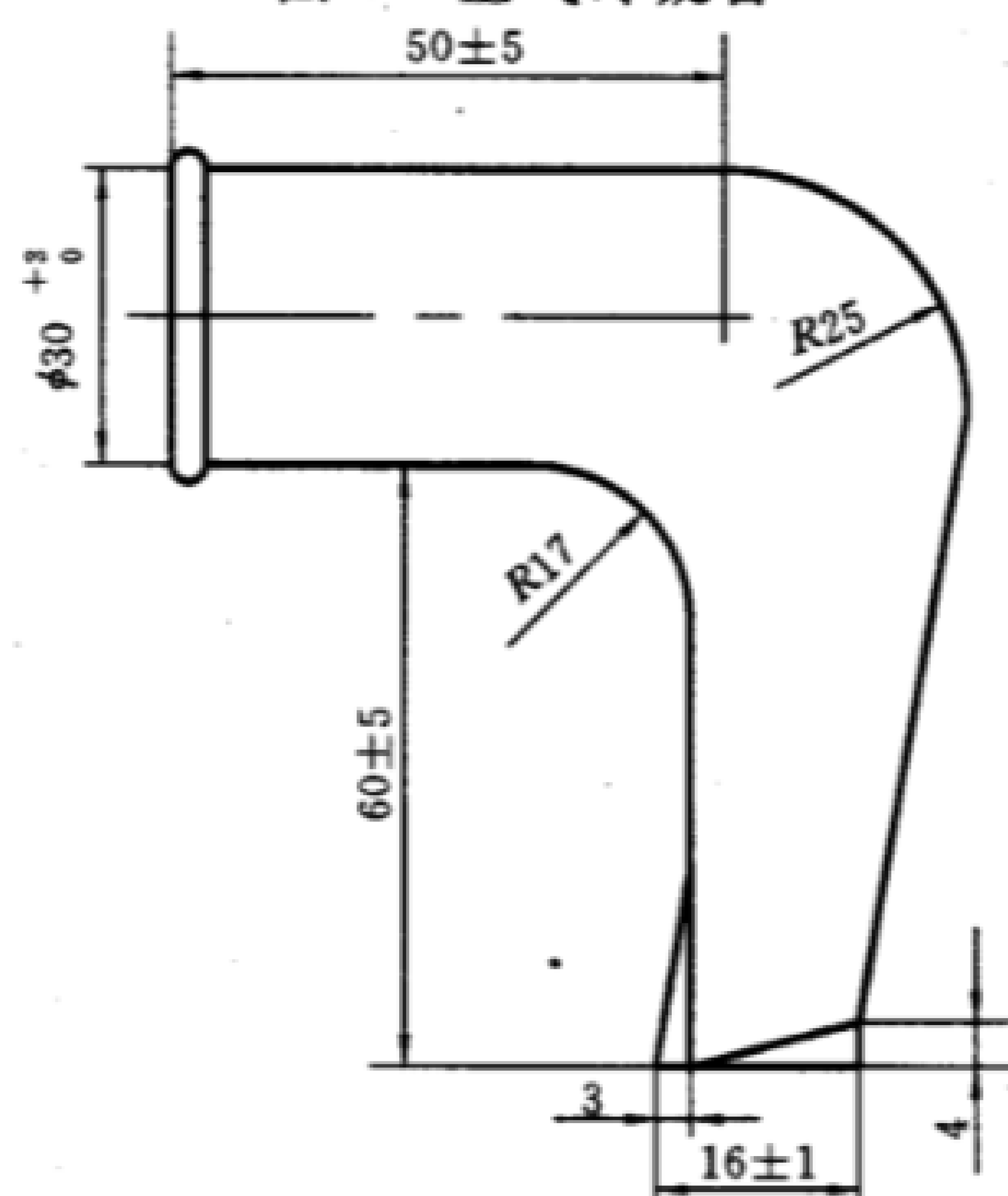


图 8 牛角管

6.6 温度计:温度计规格型号见表 1,其技术性能应符合 YB/T 2305 的规定。

6.7 石棉环:外径 $170\text{ mm} \pm 10\text{ mm}$,孔径 $50\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$,厚 3 mm 。

6.8 灯罩:圆筒型铁皮制,有小门为放入煤气灯之用,顶和近底沿周各有 6 孔,为空气、废气进出口,罩顶焊有圆圈,其内径为 $50\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$,厚 3 mm 。见图 9。

6.9 保温罩:用金属或石棉板涂刷水玻璃制成圆筒型,并附有对开的石棉盖。见图 10。

6.10 煤气灯或带无极可调电炉。

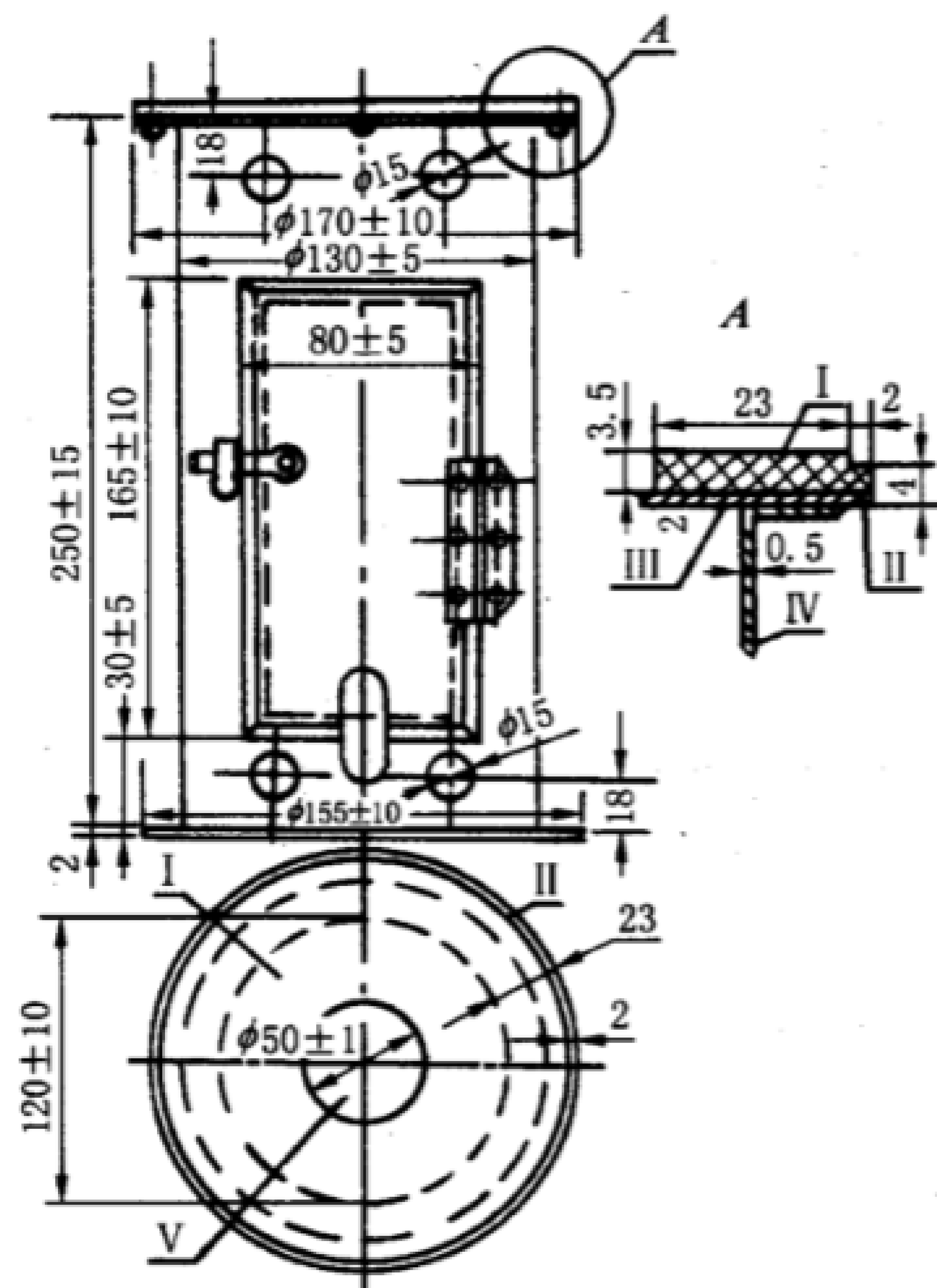


图 9 灯罩

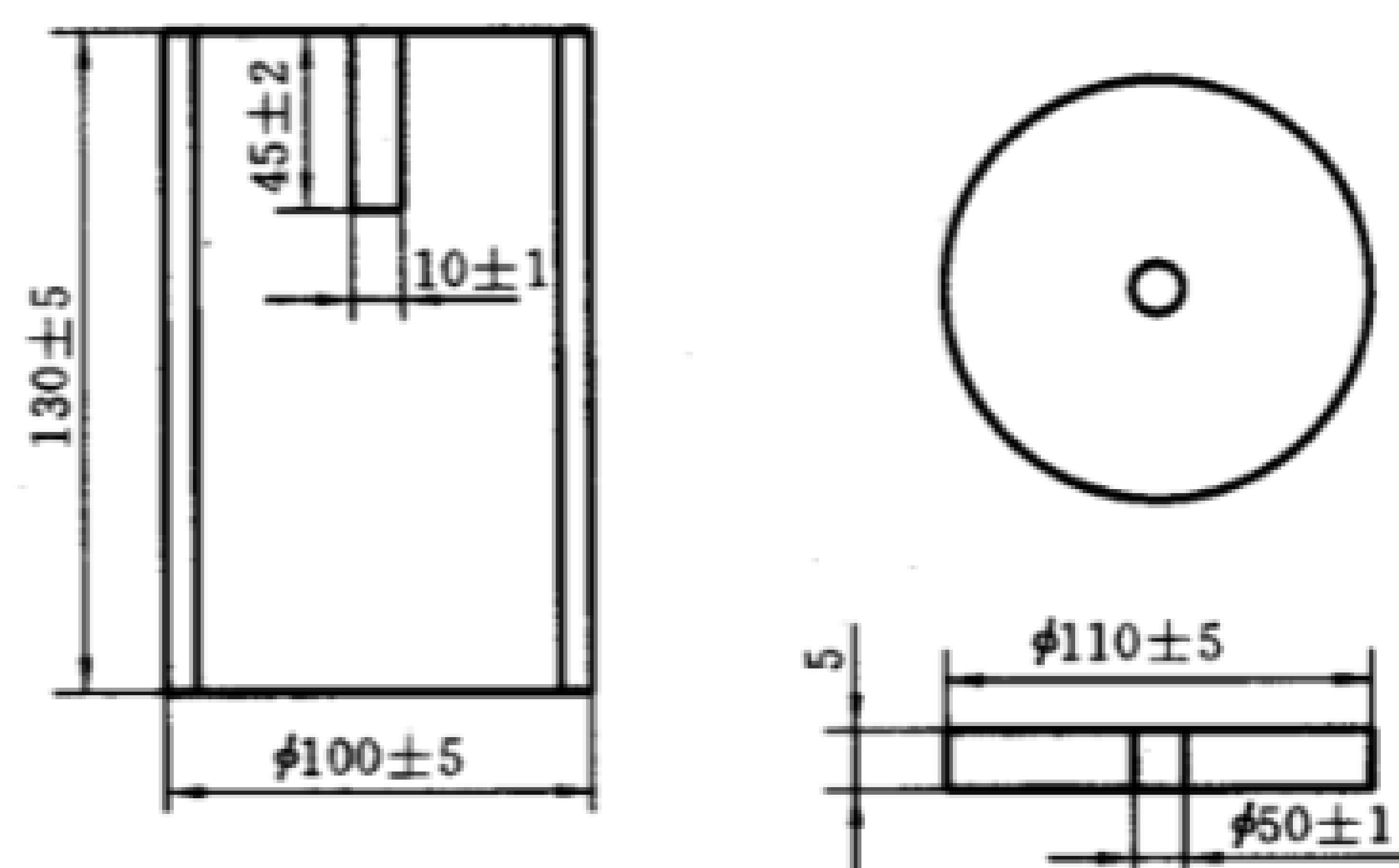


图 10 保温罩

表 1 温度计规格型号

型 号	温度计名称	测量范围 ℃	分格值 ℃	全 长 mm	浸没深度 mm
COK 7C	酚类产品用温度计	180~230	0.1	400±10	全浸
COK 13C	喹啉类用温度计	225~245	0.1	300±10	全浸
COK 21C	粗、轻苯用温度计	50~210	0.5	330±10	全浸
COK 22C	粗酚、重苯类用温度计	100~250	0.5	320±10	全浸
COK 23C	外露补正用温度计	0~50	1	180±10	全浸
	纯吡啶用温度计	100~120	0.1	300±10	全浸
	α -甲基吡啶、 β -甲基吡啶馏分、 吡啶溶剂等用温度计	100~150	1	300±10	全浸

6.11 气压计

7 准备工作

7.1 试样的脱水

7.1.1 苯类试样以氢氧化钾(或氢氧化钠)脱水不少于 5 min 或以颗粒无水氯化钙脱水不少于 20 min (重苯脱水不少于 30 min)。

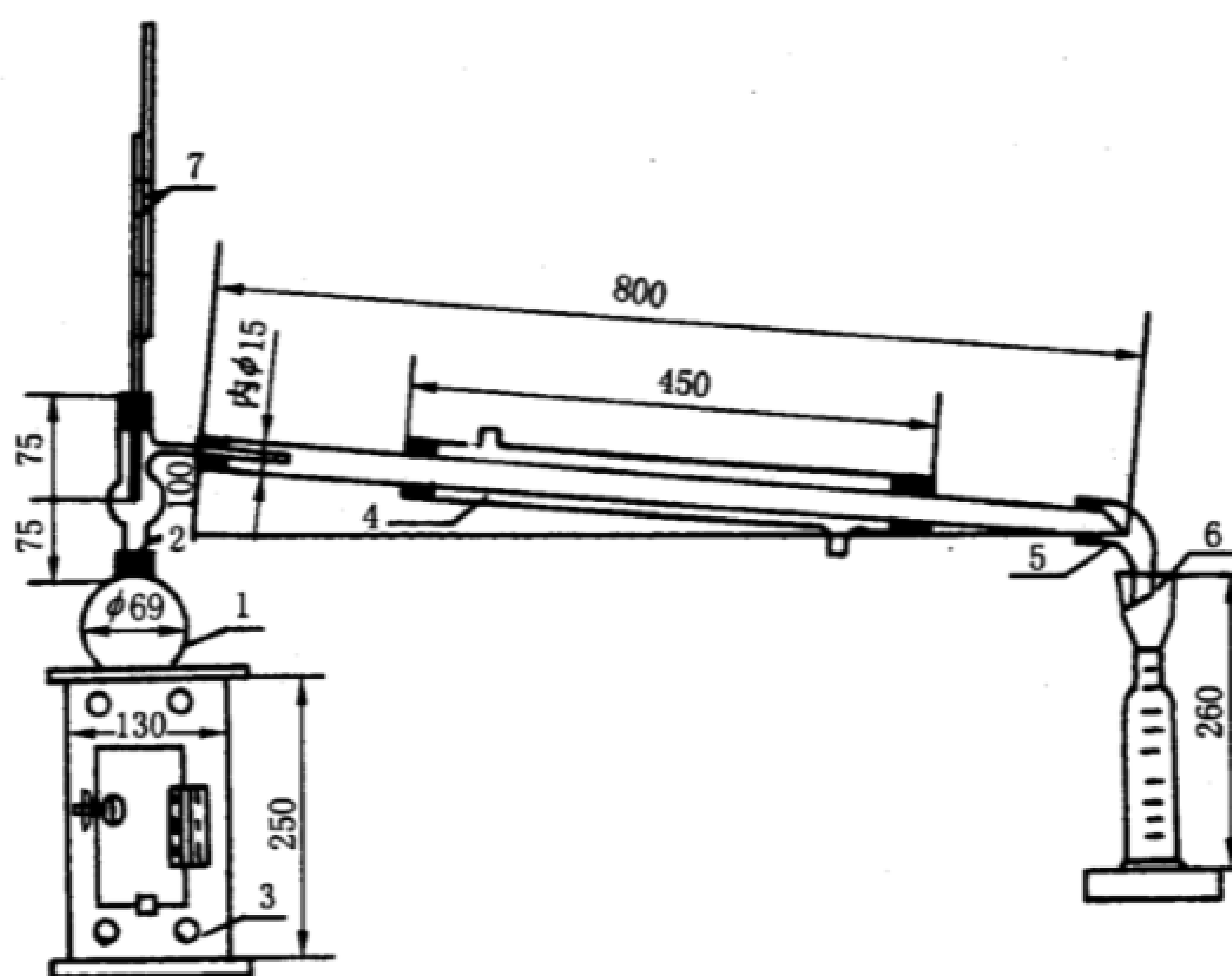
7.1.2 喹啉试样以固体氢氧化钾或氢氧化钠脱水。将试样 300 mL 置于清洁干燥的 500 mL 具塞三角瓶中,加入氢氧化钾或氢氧化钠约 100 g,盖塞,瓶荡 5 min 以上再静置 30 min,将同样的操作反复进行 3 次,取上层清液作为脱水试样。当试样水分低于 0.2% 时可不脱水。

7.2 仪器安装

7.2.1 测苯类、吡啶类时,用洁净、干燥的上异径量筒准确量取均匀试样 100 mL (粗苯应称量称准至 0.2 g),注入 I 型蒸馏瓶中。把蒸馏瓶装上单球分馏管,并用软木塞将温度计插入单球分馏管内,使水银球的中心和分馏管球的中心相重合。把石棉环置于灯罩上,将蒸馏瓶置于石棉环上,用软木塞将其与水冷凝管(重苯用空冷管)紧密连接,支管的一半插入冷凝管内,冷凝管的末端应低于其入口 100 mm,并用软木塞与牛角管连接,插至牛角管的弯部。蒸馏瓶底与石棉环圆孔应保持严密无缝,见图 11。

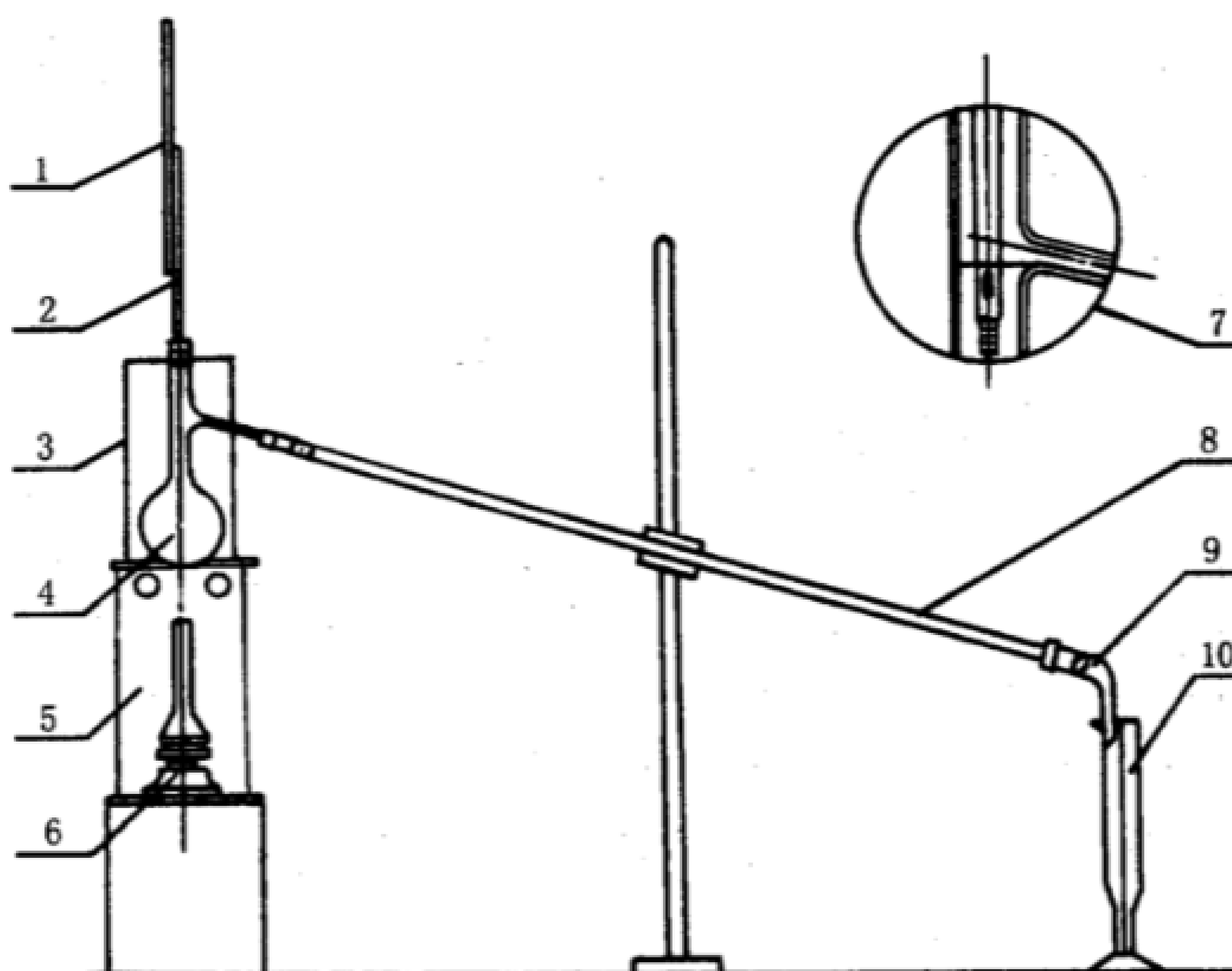
7.2.2 测酚类、喹啉类时,用洁净、干燥的下异径量筒(喹啉类用上异径量筒)准确量取均匀试样 100 mL,注入 II 型蒸馏瓶中,用插好温度计的塞子塞紧盛有试样的蒸馏瓶,使温度计和蒸馏瓶的轴线重合,并使温度计水银球的中间泡上端与蒸馏支管内壁的下边缘在同一水平线上。把石棉环置于灯罩上,将蒸馏瓶置于石棉环上,用软木塞将其与空气冷凝管紧密相连,支管插入深度为 30~40 mm,冷凝管的末端应低于其入口 200mm±10 mm,并用软木塞与牛角管连接,插至牛角管的弯部。蒸馏瓶底与石棉环圆孔应保持严密无缝,见图 12。

7.2.3 用取过样的量筒作为接受器,置于牛角管下方,牛角管插入量筒内的深度应不少于 25 mm,但不得插入标线以下,全部装置如图 11、图 12。



1—蒸馏瓶;2—单球分馏管;3—灯罩;4—水冷凝管;
5—牛角管;6—异径量筒;7—温度计

图 11 苯类、吡啶类蒸馏装置图



1—辅助温度计;2—精密温度计;3—保温罩;4—蒸馏瓶;5—灯罩;
6—煤气灯;7—温度计位置;8—空冷管;9—牛角管;10—量筒

图 12 酚类、喹啉类蒸馏装置图

8 试验步骤

8.1 记录大气压和室温,通入冷凝水,点火蒸馏。初馏点在 150°C 以下的试样,从加热到初馏的时间为 5~10 min;初馏点在 150°C 以上的试样为 10~15 min。整个蒸馏过程流速应保持在每分钟 4~5 mL (轻苯馏出液流出 90 mL 时,控制流出液在 2~2.5 min 达到 96 mL)。

8.2 记录第一滴馏出液自冷凝管末端滴下时的温度为初馏点。

8.3 当馏出液达到 96 mL 时撤离热源,注视温度上升,记录其最高温度为终馏点。

测定轻苯时,当馏出液达到 96 mL 时撤离热源,同时读记温度。

8.4 对于测定终馏点的试样及粗苯、轻苯,撤离热源 3 min 后,将量筒中的馏出液倒入蒸馏瓶中,再倒回量筒内,测其总体积与 100 mL 之差,记为蒸馏损失。蒸馏损失大于 1%和粗苯、轻苯大于 1.5%时,须对仪器的各连接部分进行检查,使其严密后重新进行试验。

8.5 对测定馏出量的试样,当温度达到规定的温度后,撤离热源,停留 3 min,读记馏出液总体积。当蒸馏重苯时,冷凝管内若有结晶物须用小火烘烤使其流下。

8.6 测定粗苯时,当温度达到 180℃时应立即撤离热源,3 min 后称量,称准至 0.2 g。

9 试验结果计算

9.1 粗苯 180℃前馏出量 $X(\%)$ 按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: m ——试样质量,g。
 m_1 ——180℃前馏出液的质量,g。

9.2 粗酚(无水基)馏程的各段馏出量 $x(\%)$ 按式(2)计算:

$$x(\%) = \frac{V_1 - M}{V - M} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_1 ——各段馏程的馏出量(包括蒸出的水分),mL;
 V ——试样体积,mL;
 M ——试样水分含量,%。

9.3 观察所记的温度按式(3)进行补正。

$$t = t_0 + \Delta t_1 + \Delta t_2 + \Delta t_3 \dots\dots\dots(3)$$

9.4 应观察的馏出温度按式(4)进行补正。

$$t = t_1 - \Delta t_1 - \Delta t_2 - \Delta t_3 \dots\dots\dots(4)$$

$$\Delta t_2 = 0.000\ 16H(t_A - t_B) \dots\dots\dots(5)$$

$$\Delta t_3 = 0.000\ 9(273 + t_A)(101.3 - P) \dots\dots\dots(6)$$

式中: t_0 ——试验观察所得的温度,℃;
 Δt_1 ——温度计本身校正值,℃;
 Δt_2 ——水银柱外露部分温度的补正值,℃;
 Δt_3 ——气压补正值,℃;
 t_1 ——规定的馏出温度,℃;
 t_A ——式(3)中 $t_A = t_0$,式(4)中 $t_A = t_1$,℃;
 t_B ——附着于 1/2H 处的辅助温度计温度,℃;
 H ——温度计露出塞上部分的水银柱高度,以度数表示,℃;
 P ——试验时大气压,换算成标准状态下的大气压,kPa。

当测定苯、甲苯、二甲苯试样, Δt_3 为:

$$\Delta t_3 = K(101.3 - P)$$

K 值的计算见表 2。

表 2 K 值计算公式表

物 质	P 在 80~106 kPa 时的计算公式
苯	$K=0.320+0.001\ 4(101.3-P)$
甲 苯	$K=0.347+0.001\ 5(101.3-P)$
3℃、5℃、10℃混合二甲苯	$K=0.370+0.001\ 6(101.3-P)$

当测定重苯试样 Δt_3 为：
初馏点： $\Delta t_3 = (101.3 - P)[0.377 + 0.001\,7(101.3 - P)]$
200℃： $\Delta t_3 = (101.3 - P)[0.407 + 0.001\,9(101.3 - P)]$

10 报告

- 10.1 报告初馏点、终馏点温度，精确到 0.1℃。
- 10.2 报告馏出量，精确到 0.1%。

11 精密度

测定结果的精密度要求见表 3。

表 3 馏程测定的精密度

产 品 名 称		重 复 性		再 现 性	
		初馏点 终馏点 ℃	馏出量 (容) %	初馏点 终馏点 ℃	馏出量 (容) %
粗苯	不大于		0.8		1.0
轻苯馏出 96 mL 温度	不大于	2.0			
苯、甲苯	不大于	0.1		0.1	
二甲苯	不大于	0.2		0.3	
重苯、精重苯	不大于	1	1	2	2
粗酚	不大于		1		2
间对甲酚、三混甲酚、工业二甲酚	不大于		1.5		
纯吡啶	不大于	0.1			
吡啶溶剂、 α -甲基吡啶、 β -甲基吡啶馏分	不大于		1		
喹啉类	不大于	0.3			

版权专有 不得翻印

*

书号：155066 · 1-16929

定价： 8.00 元

*

标 目 420—10