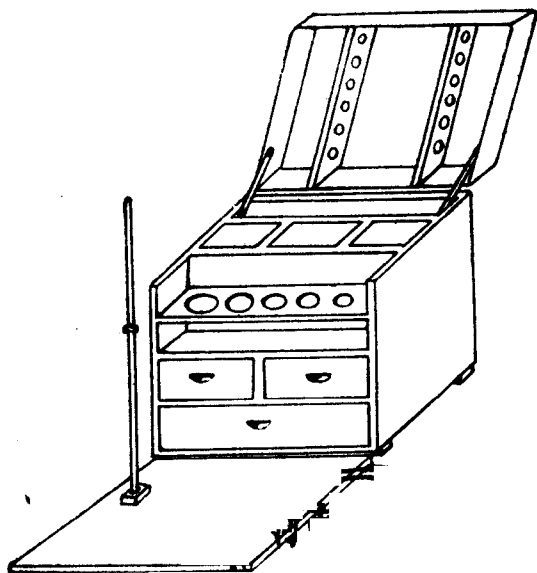


油品簡易試驗箱

石油科學研究院第八研究室著



石油工業出版社

內 容 提 要

这本小册子是介绍一个簡易試驗箱。这个試驗箱可以分析煤焦油产品的十五个项目。書中首先講述了簡易試驗箱中所用的主要仪器及其校正方法，接着講述了十五个项目的具体分析方法。簡易試驗箱所包括的試驗项目，比标准試驗方法中的試驗，在设备及方法上都进行了一定的簡化，而且縮短了分析時間，在准确度上也能滿足要求。

簡易試驗箱能解决目前分析设备供应不足的問題，又能使分析方法簡單化，适合在地方石油工业的小型煉油厂中推广。

这本小册子可供具有初中文化水平的化驗工作人員學習用，也可供給煉油工作者參考。

統一書号:15037·643

油 品 簡 易 試 驗 箱

石油科学研究院第八研究室著

*

石油工业出版社出版（地址：北京六鋪炕石油工業部內）

北京市書刊出版業營業許可證出字第083號

石油工业出版社印刷厂印刷 新华書店發行

*

787×1092 $\frac{1}{2}$ 开本 * 印張 1 * 18千字 * 印1—4,000册

1959年 1 月北京第1版第1次印刷

定价(10)0.14元

目 录

第一节	前言	1
第二节	簡易試驗箱內容說明	2
	一、儀器部分	3
	二、試驗部分	4
第三节	簡易試驗方法	5
	一、比重測定	5
	二、鑛程測定	8
	三、粘度測定	9
	四、閃点(开口式)測定	10
	五、水份測定	11
	六、腐蝕試驗(銅片法)	13
	七、凝固点測定	14
	八、焦油酸測定	16
	九、水溶性酸及鹼測定	18
	十、十六烷值的計算	19
	十一、潤滑脂滴点測定	20
	十二、石蜡熔点測定	20
	十三、瀝青軟化点測定	21
	十四、酸度測定	22
	十五、酸鹼濃度測定	23
第四节	簡易試驗箱及儀器分件圖	27

第一节 前 言

在党的总路綫的光輝照耀下，我国工农业生产正在一日千里的飞跃前进。石油工业贯彻了全党全民办石油、“两条腿”走路的方针。全国各地风起云湧地办起了很多小型炼油厂。在这样的形势下，对分析工作相应地提出了新的要求。原有的一套标准試驗方法不管在設備上和試驗時間上都不能滿足地方石油工业的要求，尤其是在設備上，困难很多。因此，我們設計了这个簡易試驗箱，希望用最簡單的仪器在較短的時間內能得出試驗結果，而在准确度上也能滿足我們的要求。

在仪器設備和試驗方法上我們是从以下几个方面考虑簡化的：

1. 尽可能的用一个仪器作多种用途。如比重，原来需要一套比重計（共六支），現在改用一支比重計配上砝碼就能代替。又如一个冷凝管能作餾程、水份的試驗，又能用以制备蒸餾水等。

2. 在設備上采用簡單的仪器代替原来复杂昂貴的仪器。如焦油酸，以碘化瓶法代替折光儀法，开口法閃点以二个小坩堝来代替原来的特制仪器，蒸餾試驗用一个大試管改裝就可以作蒸餾器用。

3. 在試驗方法上，尽量改用操作手續較簡單，易于掌握和操作時間較短的方法。

这个簡易試驗箱是我們学习了軍委后勤部的經驗以后搞的，提出来給地方作为参考。当标准設備无法准备齐全时，

用一般化驗室的設備可改裝成一些簡易代用設備，以應化驗之急。

簡易試驗箱的特点是：

1. 可解決一般的煤煉油分析問題，可做十五個分析項目。
2. 設備簡單，攜帶方便。

由於我們時間比較短促，做的工作還很不夠，考慮問題還不全，希望各地在試行中加以改進，使方法和設備更能滿足要求。

第二節 簡易試驗箱內容說明

簡易試驗箱可作下列 15 個試驗項目：

1. 比重測定；
2. 餾程測定；
3. 運動粘度測定；
4. 閃點（開口式）測定；
5. 水份測定；
6. 腐蝕試驗（銅片法）；
7. 凝固點測定；
8. 焦油酸測定；
9. 水溶性酸及鹼測定；
10. 十六烷值的計算；
11. 潤滑脂滴點測定；
12. 石蜡熔點測定；
13. 瀝青軟化點測定；

14. 酸度測定;

15. 酸鹼濃度測定。

一、儀器部分

簡易試驗箱所包括的主要儀器請參看儀器分件圖。

儀器的校正:

(一) 比重計。

比重計是以一支 0.70—0.76 的比重計，配上四個砝碼后，可測定由 0.70—1.0 的各種液體的比重。

砝碼是以金屬絲（一般電綫內拆出）制成圓環，套在比重計上，砝碼上刻好記號。

每個砝碼的校正是依下述手續進行的。

1. 將 0.70—0.76 比重計事先稱重，稱准至 0.01g。調節一比重為 0.76 的液體，此時，把比重計放入液體中，液面正好在 0.76 處，然後套上第一個環，調節圓環的重量，使液面正好在 0.70 處。此時這支比重計的範圍即為 0.76—0.82。

2. 然後稱准砝碼的重量至 0.001g。

3. 校正第二個砝碼時依同樣手續進行，將套有二個砝碼的比重計放在比重為 0.82 的液體內，調節第二個圓環的重量，使液面恰好在 0.70 處，其他砝碼依此類推，同樣操作。

4. 套有砝碼比重計所測得比重由下式計算：

$$D_t^t = \frac{M + \Sigma W}{\frac{M}{d} \cdot \frac{\Sigma W}{\rho}}$$

式中 M ——比重計重量，克。

ΣW ——所加砝碼重量之和，克。

d ——比重計上的讀數。

ρ ——砝碼的密度，銅是 8.92。

例：

比重範圍	M	ΣW	$M + \Sigma W$	$\frac{\Sigma W}{\rho}$
0.70—0.76	23.368			
0.76—0.82		2.2270	25.5950	0.2496
0.82—0.88		4.3854	27.7534	0.4916
0.88—0.94		6.6257	29.9937	0.7428
0.94—1.00		9.0316	32.3996	1.0125

当套有第一个砝碼的比重計量出某液体的比重为 0.720 时，則按公式換算：

$$D_4^t = \frac{25.5950}{\frac{23.368}{0.720} + 0.2496} = 0.7826.$$

(二) 粘度計。

粘度計是取原来运动粘度計的帶毛細管的半边进行試驗。毛細管系数也在同样的試驗情况下以标准油校正，所以可以消除可能发生的誤差。因为标准油粘度已知，在同样条件下測出流动時間，便可以代入公式求得此毛細管的粘度系数：

$$K = \frac{\text{标准油粘度值}}{\text{流动時間}}$$

二、試驗部分

簡易試驗箱所包括的試驗項目，比原有标准試驗方法中較复杂的試驗，在設備及方法上都进行了一定的簡化。其中有些項目因原来就比較簡單，所以未作修改，或基本上未作修改，如腐蝕、水溶性酸及碱等。

对于簡化后的方法都进行了試驗，找出它与标准方法所得数据的互差数及其本身的重复性，結果如下：

	标准方法	簡易法	互差
运动粘度, 20°C	5.60	5.68	0.08
閃点(开口式), °C	109	107	2
比重, d_{40}^{20}	0.852	0.8516	0.0004
	0.881	0.8798	0.0012
水份, %	1.3	1.0	0.3
	0.3	痕跡	0.3
餾程, 300°C, %	72	69	3
350°C, %	93	91	2
凝固点, °C	-3	-3	0
石蜡熔点, °C	52	53.8	1.8

十六烷值計算 計算結果与实测的最大誤差为 3。

在試驗本身的重复性上却能达到試驗方法所规定的要求。

第三节 簡易試驗方法

一、比重測定

(一)概要:

比重是試油在 20°C 时之重量与同体积 4°C 时純水重量之比。

本方法是以石油比重計进行測定。

(二)仪器 (如图 1 所示):

1. 石油比重計, 是以一支 0.70—0.76 的比重計加上砝碼后可測比重范围由 0.70—1.0 的液体。
2. 玻璃量筒, 200 毫升, 或其他的圓筒。
3. 水銀溫度計, 0—100°C, 分度 1°C。

(三)試驗手續:

1. 將油样倒入量筒內, 將石油比重計慢慢放入油中, 待

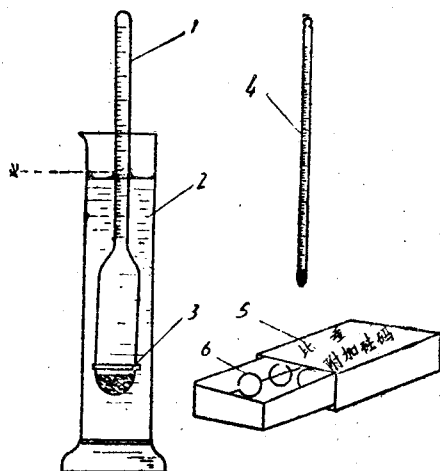


图1 比重测定

1—比重計0.70—0.76; 2—量筒; 3—附加砝碼;
4—溫度計 100°C; 5—砝碼盒; 6—附加砝碼。

比重計停止動搖時，按液面上邊緣讀數(見圖1)。讀數時需注意眼睛與液面保持同一水平(注意不要使比重計與量筒壁碰上)，並記下油的溫度。

2. 比重計需要根據試油不同的比重而按次序套上 I、II、III、IV 號砝碼，到合適時為止。讀數後按表 1 可查出相當的比重。

3. 如試油過於粘稠，可加熱到 40°C。

(四)計算：

將室溫測得的比重校正至 20°C 時比重。

試油在 20°C 時比重 = 試油在室溫時的比重 + 比重的平均溫度補正數 × (室溫 - 20°C)。

比重的平均温度补正数见表 2。

(五) 平行試驗間的誤差：不能超过 0.001。

加砝碼时相当的比重

表 1

體 数	加 I 砝碼	加 J+II 砝碼	加 I+II+III 砝 碼	加 I+II+III +IV 砝碼
0.700	0.7610	0.8193	0.8789	0.9419
0.705	0.7663	0.8260	0.8850	0.9485
0.710	0.7721	0.8309	0.8912	0.9551
0.715	0.7772	0.8366	0.8974	0.9616
0.720	0.7826	0.8424	0.9035	0.9681
0.725	0.7880	0.8481	0.9096	0.9746
0.730	0.7934	0.8539	0.9158	0.9811
0.735	0.7988	0.8596	0.9219	0.9876
0.740	0.8042	0.8654	0.9280	0.9944
0.745	0.8096	0.8712	0.9341	1.0008
0.750	0.8149	0.8769	0.9402	1.0071
0.755	0.8204	0.8827	0.9464	1.0137
0.760	0.8257	0.8884	0.9524	1.0201

比重温度补正数

表 2

比 重	1°C 的温度补 正 数	比 重	1°C 的温度补 正 数
0.6900—0.6999	0.000910	0.8500—0.8599	0.000699
0.7000—0.7099	0.000697	0.8600—0.8699	0.000686
0.7100—0.7199	0.000884	0.8700—0.8799	0.000673
0.7200—0.7299	0.000870	0.8800—0.8899	0.000660
0.7300—0.7399	0.000857	0.8900—0.8999	0.000647
0.7400—0.7499	0.000844	0.9000—0.9099	0.000633
0.7500—0.7599	0.000831	0.9100—0.9199	0.000620
0.7600—0.7699	0.000818	0.9200—0.9299	0.000607
0.7700—0.7799	0.000805	0.9300—0.9399	0.000594
0.7800—0.7899	0.000792	0.9400—0.9499	0.000581
0.7900—0.7999	0.000778	0.9500—0.9599	0.000567
0.8000—0.8099	0.000765	0.9600—0.9699	0.000554
0.8100—0.8199	0.000752	0.9700—0.9799	0.000541
0.8200—0.8299	0.000738	0.9800—0.9899	0.000528
0.8300—0.8399	0.000725	0.9900—1.0000	0.000515
0.8400—0.8499	0.000712		

二、餾程測定

(一)概要:

本方法适用于測定汽油、煤油、柴油的餾分組成。

(二)儀器 (如图 2 所示):

1. 恩氏蒸餾溫度計, 0—360°C, 分度 1°C。
2. 蒸餾管。在蒸餾管的上端, 要纏一層石棉繩以保溫。
3. 冷凝管。
4. 玻璃量筒。10 毫升。
5. 酒精燈。

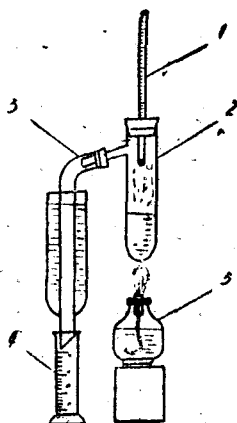


图 2 餾程

1—溫度計, 360°C; 2—蒸餾管; 3—冷凝管; 4—量筒, 10 毫升; 5—酒精燈。

(三)試驗手續:

1. 准备工作。当蒸餾汽油时, 冷凝管內加入冰块或雪, 使温度保持 0—+5°C (如无冰时, 允許用水冷却)。蒸餾煤油时, 用水冷却, 水温度不許高过 30°C。蒸餾柴油时, 在冷凝管內加入热水, 使温度保持 60—70°C。

2. 用 10 毫升量筒量取試样 10 毫升, 小心倒入清潔干燥的蒸餾管內(試油如有水, 需要先經脫水, 將氯化鈣加入試油中, 搖动 10—15 分鐘后, 用濾紙過濾)。

3. 將插有溫度計的軟木塞塞在蒸餾管上, 使溫度計毛細管的开端与支管下邊緣在同一水平上。

4. 蒸餾管連接在冷凝管上, 在軟木塞的連接處全部用封口剂封严。开始用酒精燈加熱, 当由冷凝管滴下第一滴液体

时，记录馏出温度，就是初沸点。以后每馏出10%读取温度一次，或按规格所规定，读取300°C、350°C时馏出百分率。

5. 蒸馏速度每馏出1毫升为1—1.5分钟，希望尽可能的慢一些。

(四) 平行试验的容许误差：

初馏点为4°C，中间馏分组成的温度为2°C和1毫升。

三、粘度测定

(一) 概要：

本方法测定油品的运动粘度，其单位为厘池。

运动粘度是一定数量的石油产品，在一定温度下流过规定内部直径的玻璃毛细管所需时间乘运动粘度计的系数所得的数值。

(二) 仪器 (如图3所示)：

1. 毛细管粘度计，内径0.8, 1.0, 1.2毫米的各一种。

2. 秒表或带有长秒针的手表等。

3 酒精灯。

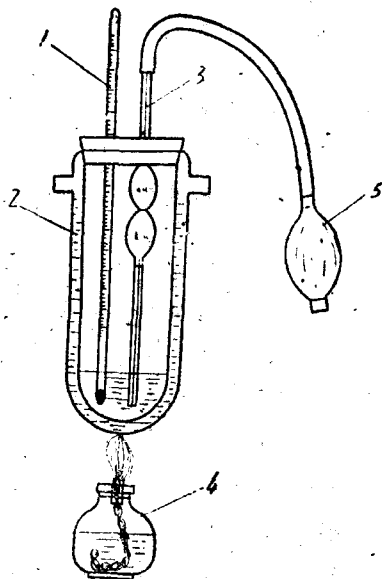


图3 粘度测定

1—温度计，100°C；2—套管；3—粘度计；4—酒精灯，5—橡皮球。

4. 溫度計, 0—100°C。

5. 橡皮球。

6. 玻璃套管。

(三) 試驗手續:

1. 將已經脫水的試油瀝入玻璃套管內(夾層中已加入水)。塞上帶有粘度計及溫度計的塞子, 使粘度計下面刻度與液面齊。

2. 用酒精燈調節溫度至所需溫度, 如需要 100°C 時, 可用一根橡皮管將套管與冷凝管聯結起來, 將水煮沸即可。

3. 溫度調節好後, 即可開始試驗, 用橡皮球將油吸至第一個玻璃球以上, 當油流下經過二個玻璃球中間的刻度時, 開始計算時間, 至油面流至下面刻度時為止, 計算所費的時間。

4. 計算試油流的秒數(重複測定至少四次), 再乘以粘度計係數, 即得試油運動粘度(厘沱)。

(四) 平行測定間的容許誤差:

試油運動粘度平行測定間的誤差, 不應超過算術平均數的 $\pm 0.5\%$ 。

四、閃點(開口式)測定

(一) 概要:

本方法是測定在試驗條件下, 試油蒸氣與空氣形成的混合氣與火焰接觸時發生閃火的溫度。

(二) 儀器 (如图 4 所示):

1. 大、小坩堝各一個。

2. 酒精燈。

3. 溫度計, 0—360°C
 刻度, 分度為 1°C。

4. 引火器。

(三) 試驗手續:

1. 將內坩堝外部纏以石棉繩(見圖4), 放在外坩堝內。

2. 試油小心倒入內坩堝內, 使液面距坩堝邊約 5 毫米左右。

3. 溫度計掛在支架上, 水銀球要浸沒在試油的中心。

4. 開始用酒精燈加熱, 速度不要太快, 當離估計閃點前 10°C 時, 開始以引火器試驗, 每隔 2°C 引火一次, 引火時由內坩堝的一邊移至另一邊(引火器火焰長約 3—4 毫米)。

5. 當油面第一次發出藍色火焰時的溫度, 即為閃點。

(四) 平行測定間的容許誤差:

兩次平行測定間的閃點誤差, 不應超過下列數值:

閃點 150°C 以下, 容許誤差 4°C; 閃點 150°C 以上, 容許誤差 6°C。

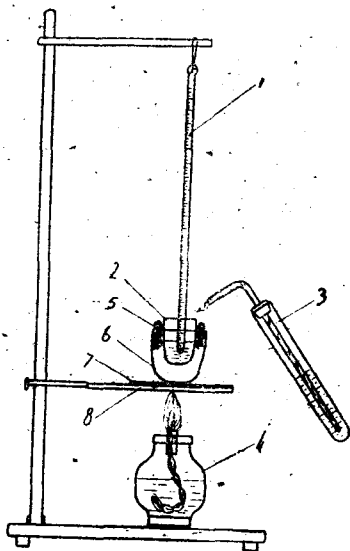


圖 4 閃點測定

1—溫度計, 360°C; 2—內坩堝;
 3—引火器; 4—酒精燈; 5—石棉;
 6—外坩堝; 7—石棉網; 8—鐵環。

五、水份測定

(一) 概要:

本方法是以汽油與試油混合蒸餾, 測定油內含水量。

(二) 仪器 (如图 5 所示):

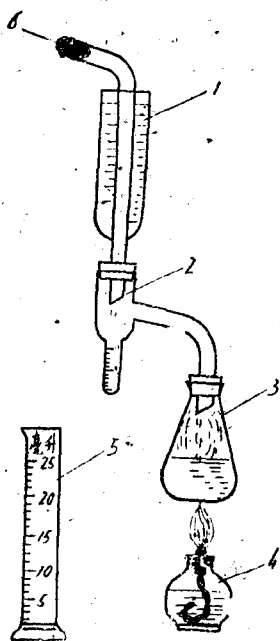


图 5 水份測定

- 1—冷凝管; 2—水份接受器;
3—錐形瓶, 125 毫升; 4—酒精灯;
5—量筒, 25 毫升;
6—棉絮。

1. 錐形燒瓶, 125 毫升。

2. 檢水管, 5 毫升。

3. 冷凝管。

4. 酒精灯。

(三) 試驗手續:

1. 試樣搖均勻后, 量取 25 毫升試樣倒入錐形燒瓶內, 再加 25 毫升用氯化鈣脫水汽油, 混合均勻。

2. 如图 5 所示安裝好儀器, 在冷凝管端塞一小塊棉花, 以防止空氣中水份在冷凝管內凝結。軟木塞連接處用封口劑封嚴。

3. 開始用酒精灯加熱, 注意火焰不能太大, 蒸餾速度大約每秒 3—4 滴。

4. 當檢水管內水量不再增加和上層完全透明時, 即可停止加熱, 讀取檢水管中水量。

$$\text{含水量}\% = \text{檢水管讀數} \times 4。$$

(四) 平行試驗的容許誤差:

兩次平行測定間的誤差, 允許不大于 0.05 毫升。當檢水管內有水滴而不能讀出數字時, 認為水份為痕跡。

六、腐蝕試驗(銅片法)

(一)概要:

本方法是測定試油中所含硫化物或游离硫對銅片起腐蝕作用而發生顏色的變化。

(二)儀器 (如图 6 所示:

1. 玻璃試管。
2. 水浴(用燒杯即可)。
3. 瓷皿, 直徑約75毫米。
4. 酒精燈。
5. 鑷子。
6. 溫度計, 100°C, 刻度 1°C。

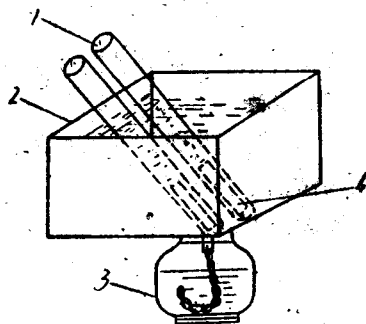


图 6 腐蝕試驗

7. 電解銅片或紫銅片, 長約 40 毫米, 寬約 10 毫米, 厚約 2 毫米。
8. 1 号及 00 号砂紙。

1—試管; 2—水浴; 3—酒精燈; 4—銅片(紫銅)。

(三)試劑:

1. 精制酒精(約96%)。
2. 酒精-苯混合液(1:1)。苯須“化學純”, 不與銅片起變色作用。

(四)試驗手續:

1. 用 00 号砂紙精磨銅片, 再用酒精洗滌, 并用濾紙吸干(用新銅片時須先用 1 号砂紙磨光)。將試油注入試管至 60

毫米高。

註：不允許將油樣預先經濾紙過濾。

2. 用鑷子將新磨淨的銅片放入已裝有油樣的試管中，用軟木塞塞住試管，然後將試管放入 $50 \pm 2^\circ\text{C}$ 水浴中，試管中油面應低於水面。經三小時後將試管自熱水中取出，倒出油樣，小心地用鑷子取出銅片，並放入盛有溫酒精-苯混合液中1—2分鐘，以洗去生成的膠質。最後與未經試驗的銅片比色。

3. 每種樣品的試驗不能少於兩次。

(五) 判斷：

1. 如銅片呈黑色，有深褐色或鋼灰色的薄層及斑點時，即認為試油不合格。

2. 銅片有其他變化或沒有其他顏色變化時，則認為試油合格。

七、凝固點測定

(一) 概要

本方法是將試油，在實驗條件下冷卻；當試管傾斜至 45° 角時，管內液面經一分鐘後尚不流動的溫度，就是凝固點。

(二) 儀器：(如圖 7 所示)：

1. 圓底試管。
2. 溫度計， $-30 \sim +60^\circ\text{C}$ ，分度 1°C 。
3. 普通溫度計，量冷卻液溫度用。
4. 架子，帶有夾住試管的夾子。
5. 水浴及冷浴(可用燒杯代替)。

(三) 試劑：

1. 冰及水，溫度在 0°C 以上用。