

中国人民解放军空军油料工  
技术革新资料之一

# 石油产品化验经验

空军后勤部油料部整理

化学工业出版社  
资料室

請勿  
經  
出

參  
閱  
圖  
書

石油工业出版社

## 目 录

碳渣-灰分連續測定法 .....	1
石油产品含硫量快速測定法 .....	7
野战化驗箱 .....	14
木制玻璃烘箱 .....	21
浮子式液体取样器 .....	22
用空气浴作滴落点試驗 .....	23
关于測定潤滑油100°C粘度时保溫方法的建議 .....	27
航空煤油胶質含量比色測定法 .....	28

## 碳渣—灰分連續測定法

用現在的标准方法測定重質燃料和潤滑油的灰份需要很長的時間，在有專人看守并保證油料不沿坩鍋壁流出或濺出的情況下，蒸發25克潤滑油的連續時間約在10小時左右。如果加熱不是連續而是間斷的話，則時間還要長得多。因此尋求一個快速測定方法是很必要的。假定將作好碳渣以後含碳渣的坩鍋繼續使其灰化測出其結果準確的話，那麼灰份含量和碳渣測定就可合二為一了，這樣可以節省大量的時間和人力。

這種想法是否合理，首先就要解決測定灰份是否能允許燃燒的問題。這在蘇聯已經被否定，看來允許燃燒是不合理的，因為油料面表燃時很難避免油沿坩壁向外流，這就會給結果帶來很大的誤差。從表面看來，測定碳渣試驗時油樣也燃燒。但是這種燃燒與油面的直接燃燒是有區別的。後者的燃燒是直接的，而前者則是蒸發燃燒並且燃燒的速度是均勻一致的。從測定碳渣時其火焰高度不能超出火橋的規定可知，在這種情況下，就使得坩鍋的油料不易冒出（這可從燒成碳渣的坩鍋看出來）。特別是油料的重質成份是不易損失的，灰份也就不會有什麼損失。因此從以上的推想出發，碳渣灰份的連續測定就可能有實用價值。

但是用普通康拉遜碳渣儀的碳渣結果來測定灰份，油樣就會因過少而影響到灰份結果的準確性，因此××部黎文濟

刘富昇同志决定把整个康拉逊碳渣仪器按适当的比例加以扩大。但是由于这套仪器的加工尚不理想，内外铁坩埚都比原来的尺寸厚了一些，这样就使得进行试验时必须大大加强喷灯火力，否则烧成的碳渣不会成为鱼鳞片状。

但是这个试验的主要目的是缩短灰份的蒸发时间。对碳渣来说，由于油样的增多，结果应该是更准确些，所以就开始了进行碳渣灰份的新旧方法的对比试验。这里必须附带说明一点，由于油料的增多和内外坩埚的加厚等，决定把碳渣试验的强热期由原来的7分钟增加到10分钟。强热时的火力强度是以烧成后碳渣形状为标准，而碳渣形状的标准则与现行标准方法相同。至于燃烧期的时间由于各种油料有不同的馏份，因此把燃烧时间固定在一个范围内，其意义不大，同时还会增加工作的困难。所以建议燃烧期的长短应以火焰高度不超过火桥高度为止。

碳渣-灰份的测定仪器如图所示。

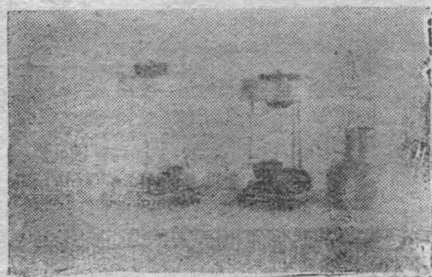
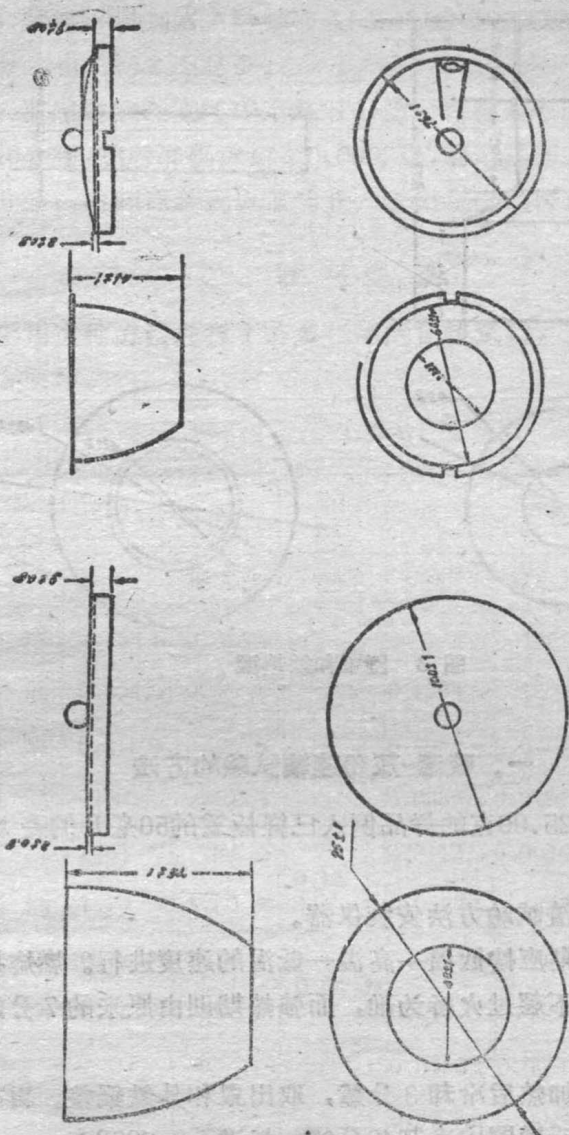


图 1 碳渣-灰份仪  
左面为标准仪器；右面为新仪器



鍋 卅 图 2

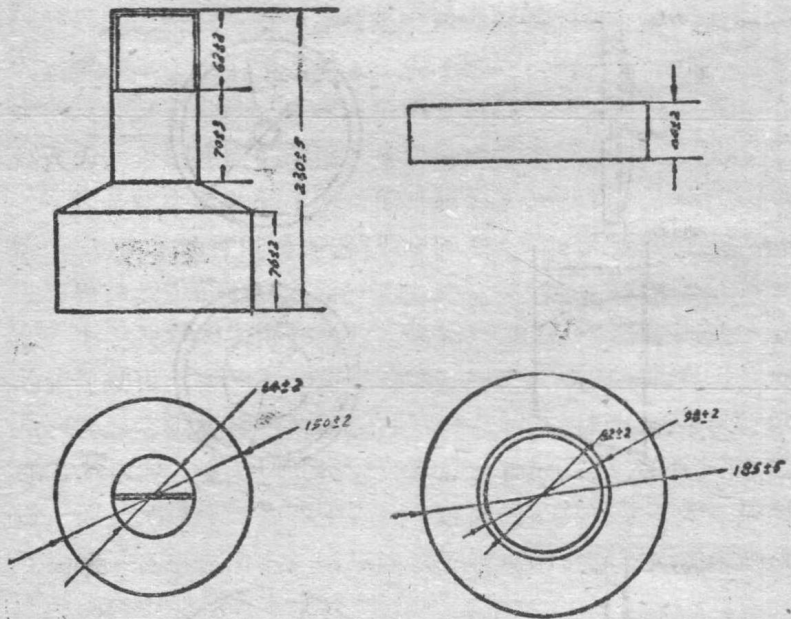


图 3 围罩和铁垫圈

### 一、碳渣-灰份連續試驗的方法

1. 称取25.00克的样品倒入已經恆重的50毫升的瓷坩 鍋 中。
2. 按碳渣試驗方法安装仪器。
3. 預热期应按低温—高温—低温的速度进行。燃烧期应以火焰高度不超过火桥为准，而強热期則由原来的7分鐘增至10分鐘。
4. 停止加热后冷却3分鐘，取出罩和外鉄鍋盖。再冷15分鐘后移入干燥器中冷却40分鐘，标准至0.0002克。



5. 將取得碳渣值之坩鍋移入 $550 \pm 20^{\circ}\text{C}$ 的茂福电炉中燒成灰份为止(約2小时)。

6. 取出坩鍋在空气中冷却5分鐘, 再移入干燥器中冷却30—40分鐘, 然后准确称量至0.0002克, 將坩鍋移入茂福电炉中15分鐘, 冷却称量到恆重为止, 求出灰份的含量百分率。

## 二、試驗結果

采用这种方法进行了許多样品的比較試驗, 其結果如表1和2所示。

表 1

方法 結果 名稱	碳 渣		誤 差	灰 份		誤 差
	快速法	标准法		快速法	标准法	
特殊車 用机油	0.683%	0.624%	0.031%	0.1244%	0.1286%	0.0035%
	0.654%	0.65%		0.1274%	0.1302%	
低速柴 油机油	0.418%	0.395%	0.005%	0.009%	0.0104%	0.0016%
	0.391%	0.403%		0.0086%	0.0104%	
国产24 号机油	1.64%	1.56%	0.15%	0.0112%	0.0086%	0.0029%
	1.73%	1.50%		0.0120%	0.0088%	
頁岩2 号油	0.72%	0.70%	0.04%	0.0098%	0.0084%	0.0016%
	0.75%	0.69%		0.010%	0.0082%	
AK-15				0.0056%	0.0036%	0.0006%
				0.0038%	0.0044%	

表 2

油 名	礫 渣		誤 差	灰 份		誤 差
	快速法	标准法		快速法	标准法	
MK-22	0.520%	0.486%	0.03%	0.0036%	0.0036%	0.00075%
	0.474%	0.480%		0.0034%	0.0028%	
	0.489%	0.452%		0.0038%	0.0032%	
	0.516%	0.462%		0.0044%	0.0034%	
	0.509%	0.453%		0.0024%	0.0046%	
	0.508%	0.476%		0.0038%	0.0029%	
	0.501%	0.495%		0.0034%	0.0030%	
			0.0034%	0.0041%		
				0.0035%		
車用机油	1.02%	0.95%	0.1%	0.0042%	0.0036%	0.0006%
	1.11%	0.99%		0.0042%	0.0038%	
	1.17%	0.97%		0.0040%	0.0030%	
	1.04%	0.96%		0.0044%	0.0042%	
		0.94%		0.0044%	0.0036%	
MC-20				0.0030%	0.0021%	0.00039%
				0.0024%	0.0031%	
				0.0012%	0.0020%	
				0.0024%	0.0032%	
				0.0020%	0.0024%	
				0.0020%	0.0024%	
				0.0020%	0.0016%	
		0.0016%	0.0029%			



### 三、 討 論

1. 从試驗数据可以看出，用連續法測定的結果与現行标准方法基本一致。

2. 用連續法可以节省時間，如只需測定油样的灰份时，現行标准方法需13小时，而連續測定只須4.5小时。如同时測定油样的灰份和碳渣时，現行标准法需要15小时，而連續法只需要4.5小时，提高了工作效率。

## 石油产品含硫量快速測定法

用目前各国認為标准的試驗方法来測定石油产品硫含量，需要相当长的時間，因而就迫使人們寻找新的快速方法。現在不論英、美或苏联，这类所謂快速法都很多。北京××部黎文济、謝辛庚同志認為，在所有这些方法中，苏联伏里斯基等人（見苏联科学研究所論文集1956年第2期）提出的含硫量快速測定法有实用价值。这种方法滿足了对試驗的一般要求：又快又准，設備又簡單。

伏里斯基提出了两个方法：即快速測定法和所謂二次燃燒法。測定的对象可以从輕質油料一直到瀝青、胶質等。这也是方法的最大优点之一。

我們由于設備关系，只研究用这两个方法測定燃料油（重質油除外）的硫含量的效果。几个月来，經過一百多次反复試驗，从所得結果来看，該方法是比較理想的，既快又准，有很大的使用价值。現在把我們的試驗过程簡單介紹如

下。

首先我們对这两种方法所提出的仪器作部份的修改。两种方法所设计的吸收器，以快速法的較好，但快速法所设计的灯效果不好。我們把二次燃烧法用来燃烧“輔助液”的滴管式的灯来代替它，效果很好。这种滴管式灯的优点有二：  
1. 火焰的大小可以通过活塞随时調整而不影响操作；2. 在滴管的刻度上可以随时知道油样燃烧的数量。这就可以很容易使每一个試样的平行試驗所燃烧的油量完全一致，从而减少了平行試驗間的誤差。含硫量測定仪器如图所示。

試驗程序：往吸收器加入20毫升碳酸鈉（浓度根据油样硫含量而定），將油样注入滴管，装好灯蕊，赶去滴管內的空气泡。然后調整抽气的空气流量，將灯移至灯罩下部，灯罩下端与灯头的距离应在1.0—1.3厘米左右（太近容易熄灭）。記下滴管讀数，开始燃烧，火焰高度不应超过9厘米。燃烧完毕后，記錄滴管讀数。然后立即用韋氏天平求出油样的比重，准确至小数后第四位。

燃烧完毕后，拿开灯罩，用20毫升蒸餾水份数次洗滌吸收器的磨砂盖。加入5滴指示剂（溴酚兰），用0.05HCl滴定，直到溶液呈淡青綠色（由兰变到淡青綠色）为止。

定到試驗以化学純的乙醇作为燃料。試驗完毕后，应立刻測定油样的比重。

試样的硫含量按下式計算：

$$S = \frac{(a-b) \cdot N \cdot 1.6}{V \cdot d} \%$$

式中：

a——滴定空白試驗HCl用量（毫升数）；

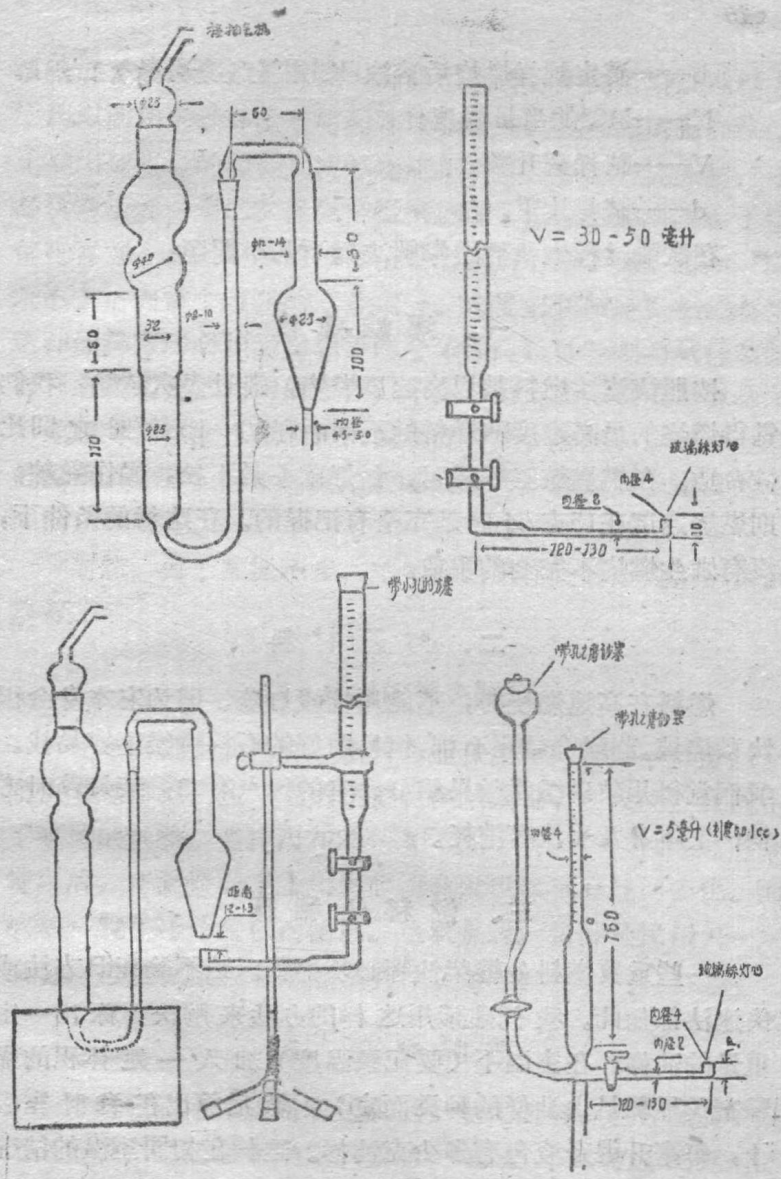


图 4 含硫量测定仪器

b——滴定試样燃烧后溶液HCl用量（毫升数）；

N——HCl的当量浓度；

V——試样毫升数；

d——試样比重。

在試驗过程中我們逐漸解决如下几个問題：

### 一、燃燒速度

按照快速法燃料是以高速度燃烧，經過多次試驗，我們觉得燃烧的最高速度随燃料的不同而在10—15克/时之間比較合适。在燃烧航空燃料时，如灯蕊不紧不松，操作熟練，則燃烧速度在15克/小时是完全有把握的。在这样的条件下，沒有发生燃烧不完全的現象。

### 二、灯蕊材料

燃料在高速燃烧时，不能用棉綫灯蕊，因为它本身会很快被烧掉。苏联介紹用石棉，但目前好的石棉纖維不容易找。我們觉得用玻璃纖維效果很好。它的优点有二：装灯蕊时方便；它本身几乎没有消耗。

### 三、燃料的稀釋

一些重質燃料如輕柴油等必須稀釋。这不論在旧方法或快速法都如此。我們建議用这样的办法来解决，称出一定重量的油样，在室温下（要記錄温度）加入一定体积的稀釋剂（稀釋量由油样的种类而定），然后算出在当时室温下，每毫升混合液含有多少克油样。这样在相同室温的情况下就可以利用二次燃烧法的滴管式的灯来燃烧混合液。最后

根据混合液燃烧的毫升数，计算出油样燃烧的重量。这样方法比以前用的稀释法节省稀释液和时间。以前用的稀释法除了必须加定量的稀释剂使燃烧能正常外，当燃料烧完后，还必须继续加一到二次稀释剂继续燃烧，以保证燃料不至于残留在容器上。采用新的稀释法可省去后一个步骤，这段时间差不多占去整个时间的三分之一。这里必须特别指出，使用这种稀释方法必须满足以下两个条件：1. 稀释剂与试样的混合液必须是非常均匀的液体，不允许有部份分层或出现悬浮物或成为混浊液等现象；2. 配制混合液、燃烧、求出混合液的比重。这三个步骤必须保证连续进行，以免由于室温的不同而产生误差。

当然，由于数据不多，这种办法只作为建议提出，仅供参考。

#### 四、燃料的损失问题

在燃烧轻质油料时，燃料可能在滴管内蒸发一部份，从而使燃烧体积产生一定的误差。但该误差有多大呢？我们作了简单的试验。当室温在25—30°C左右时B-70汽油经过20分钟以后，在滴管刻度上用肉眼没有发现体积有任何变化。而试验一般在15分钟以内结束。这就是说，虽然蒸发损失一定会有，但这种损失对试验没有什么影响。

#### 五、吸收问题

燃料在高速燃烧时所生成的二氧化硫气体能否被吸收剂完全吸收，这是必须确定的问题，也是本试验最关键的问题。



当燃料进行高速度燃烧时(速度在15克/小时左右),我们把两个吸收器串连起来。燃烧3克左右试样后,检查二级吸收器,发现与空白的吸收器没有区别。这就是说,吸收是完全的。以后我们即正式进行快速法与苏联的开口燃灯法(ГОСТ1771-48)的对比试验,数据如下:

快速法的重复性和两种方法的对比(每次试验试样的平均量为3.0克)

表 3

油 样 牌 号	标准方法	快 速 法
	燃烧时间平均为 1.5—2.0小时	燃烧时间约 12—15分钟
B-100/130	0.007023	0.007106
	0.008485	0.007403
	0.007453	0.007403
	0.006776	0.007990
	0.008068	0.007840
B-100/130 95°C以下馏份	0.02763	0.02673
	0.03060	0.02857
	0.030080	0.02830
	0.02892	0.02726
	0.02792	0.02857
	0.02857	0.02726
B-70	0.01439	0.01472
	0.01476	0.01470
	0.01448	0.01472
	0.01475	0.01382
	0.01433	0.01458
	0.01490	



## 續 表

快速法的重复性和两种方法的对比(每次試驗試样的平均量为3.0克)

油 样 牌 号	标准方法	快 速 法
	燃燒時間平均为 1.5—2.0小时	燃燒時間約 12—15分鐘
TE-1煤油	0.1330	0.1336
	0.1340	0.1338
	0.1340	0.1328
	0.1331	0.1374
	0.1345	0.1336
	0.1311	0.1353
B-95 / 130, 85°C以下馏份	0.057	0.056
航空煤油	0.01168	0.01083
輕柴油	0.7526	0.2630
苏10号柴油	1.014	1.015

快速法的准确度

表 2

样 品	理 論 值	标准方法	快 速 法
丙酮 + CS <sub>2</sub>	0.515	0.91	0.529
“ ”	1.003	0.96	0.993
“ ”	1.502	1.414	1.481
“ ”	2.361	2.269	2.273

## 結 論

(一) 快速方法的重复性与准确度不亚于标准方法（苏联开口法）；

(二) 快速法可以用来测定从航空燃料到輕柴油的一系列石油产品；

(三) 快速法的工作效率一般可比标准方法提高 8 到 10 倍。

## 野 战 化 驗 箱

广州××处化驗室根据苏联ПЛ-2型野战化驗箱进行改进革新，設計制成了一种小型的油料化驗箱(图 1)。这种化驗箱为一个 $20 \times 34 \times 43$ 厘米<sup>3</sup>的小皮箱，內設七个小抽屜，用来盛全套仪器設備藥品及工具。这种化驗箱可以揹也可以提，适合于沒有电源、水源的野外，山洞、車上、船上对分散油料的化驗检查。成本尚不到100元。其消耗品的补充可定期由中心化驗室供給。这种化驗箱可以对油料进行下列項目的化驗检查，經過与标准方法比較鑑定，其准确度可以满足油料的使用要求。試驗項目及方法如下：

### 一、蒸餾試驗

#### I. 仪器：

1. 25毫升蒸餾瓶 1 个；

2. 5毫升及20毫升量筒各1个；

3. 0—360°C 溫度計1支；

4. 小鐵支架及鐵支台各1个；

5. 火棉膠1瓶；

6. 25毫升的小酒精燈1个；

7. 25厘米長冷凝管1个。

## II. 試驗方法：

在量筒內量取20毫升試樣倒于蒸餾瓶內，插上

溫度計，支管與冷凝管聯接好，然後用火棉膠塗封好。冷凝管內只需裝滿冷水，不需回流，用原來量筒接取餾出液，隨即用小酒精燈加熱，全部蒸餾時間控制在8—10分鐘內完成，讀取初沸點及餾出液百分數溫度，即2、4、6、8、10、12、14、16、18、19、及19.5毫升（相當于10%、20%、30%……等）的溫度及終沸點等。使用此方法必須避免激烈空氣流動，安裝要迅速以防止損失。

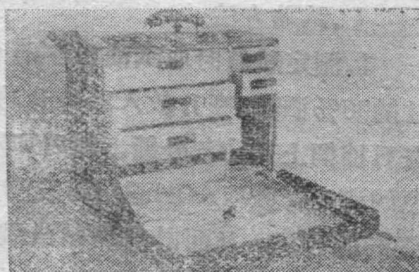


圖1 野戰化驗器

## 二、酸度和酸值的測定

### I. 儀器與試劑：

1. 25毫升錐瓶2个；

2. 球形空氣冷凝管2支（24厘米×1厘米）；