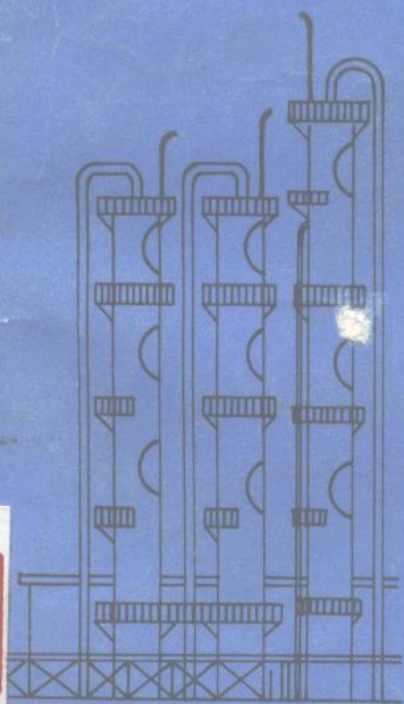


催化裂化工艺分析方法汇编

石油化工科学研究院 编



中國石化出版社

催化裂化工艺分析 方法汇编

石油化工科学研究院 编

中国石化出版社

(京) 新登字048号

内 容 提 要

本书介绍了催化裂化装置生产过程中原料、中间体、产品、催化剂、钝化剂、助燃剂、排放气的分析原理及具体操作方法。其中大部分为近期配合新工艺完成的分析研究成果，有的在科研或生产过程控制分析中收到良好的效果。

本书可作为石油化工厂和炼油厂分析化验人员的操作依据，亦可供其他分析化验人员及有关院校分析专业师生参考。

催化裂化工艺分析方法汇编

石油化工科学研究院 编

*

中国石化出版社出版

(北京朝阳区太阳宫路甲1号 邮政编码：100029)

海丰印刷厂排版印刷

新华书店北京发行所发行

*

787×1092毫米32开本13印张 288千字 印1—5000

1993年2月北京第1版 1993年2月北京第1次印刷

ISBN 7-80043-205-X/TE·036 定价：8.10元

前 言

催化裂化装置是我国炼厂经济效益最高的装置，其生产情况一直受到人们的重视。近年来，随着轻质油品需要量的增加和寻求较高的经济效益，掺渣油催化裂化工艺已在国内外蓬勃发展起来。为了提高装置工艺生产水平，充分发挥催化剂、助燃剂、钝化剂的作用和化工综合利用，以提高经济效益，石油化工科学研究院按照石油化工总公司生产部的要求，针对科研和生产过程控制分析的需要，在石油化工科学研究院陆婉珍总工程师指导下，收集、整理了国内外主要石油化工厂和炼油厂近期使用的分析方法和一部分分析研究成果并汇编成本书。

方法中如色谱、光谱、电化学等的基本原理国内外均有专著可供参考，本书不再赘述。编写中根据工厂及科研单位使用者的意见，除收集了国外关于催化裂化装置开工及生产过程对产品质量进行控制分析的方法外，为满足引进催化裂化装置开工及标定需要，考虑到引进时外商提出双方承认的先进方法、具有仲裁方法的性质，有一定先进性，而且这些方法与引进的分析测试仪器相一致，为国外厂商所认可，故能满足出口产品的需要，这次也收集在汇编中。

目前凡是引进催化裂化装置的工厂都配备有国外分析仪器，采用的方法也都属于这套汇编内容。为此，本汇编与工厂及目前国际通用方法相一致，有些方法中的法定单位与英制并存。

本书由伍意玉、张金锐同志负责汇编，参加编写的还有陈家林、任承敏、袁双印、张露意等同志。在编写过程中得到石油化工科学研究院副院长汪燮卿教授级高级工程师的帮助和支持，在此表示衷心的感谢。

由于水平所限，有些方法也缺少长期实践考验，因此错误和不妥之处在所难免，恳望参阅者批评指正。

目 录

1. 石油产品蒸馏测定法 GB6536-86	1
2. 石油产品倾点标准试验方法.....	23
3. 石油产品康氏残炭标准试验方法.....	29
4. 石油产品蒸气压的标准试验方法(雷德法).....	38
5. 石油产品灰分的标准试验方法.....	55
6. 汽油氧化安定性的标准试验方法(诱导期法).....	59
7. 石油产品苯胺点测定法 GB265	68
8. 馏分燃料计算十六烷指数的标准方法.....	73
9. 石油产品减压蒸馏测定法.....	77
10. 用比重计测定原油和液体石油产品的密度、相对密度(比重)或API重度的标准试验方法	95
11. 车用及航空汽油爆震特性标准试验方法(研究法和马达法)	105
12. 薄膜过滤法测定石油产品中正庚烷不溶物	191
13. 汽油、煤油和柴油族组成测定法(荧光色层法) SY2208	200
14. 柴油冷滤点测定法 SY2413.....	206
15. 柴油贮存安定性测定法 SY2125.....	213
16. 石油产品中碱性氮测定法 ZBE3003	217
17. 原油及重质石油产品中碳、氢、氮和氧的测定	221
18. 氧化铝吸附法测定原油中沥青质、胶质及	

蜡含量	229
19. 蒸馏法测定蜡含量	234
20. 原油盐含量测定法 (电量法) ZBE21001	238
21. 金属钝化剂及油品中铈含量测定法 (分光光度法)	249
22. 金属钝化剂及油品中铈含量测定法 (原子吸收光谱法)	253
23. 催化裂化原料油中镍、钠、钙及镁含量测定法 (原子吸收光谱法)	257
24. 石墨炉原子吸收法测定催化裂化原料油中的钒含量	263
25. 电量法测定轻质石油产品中痕量硫	267
26. 电量法测定轻质石油产品氮含量	275
27. 电量法测定重质石油产品中总硫含量	283
28. 电量法测定重质石油产品中总氮含量	288
29. 电量法测定原油中总氯含量	295
30. 气相色谱法测定汽油中气体烃含量	302
31. 多维气相色谱法分析催化剂再生的烟道气组成	308
32. 多维气相色谱分析催化裂化气组成	315
33. 催化裂化烟道气组成测定法 (色谱法)	323
34. 催化裂化富气组成测定法 (色谱法)	328
35. 奥氏气体分析法	335
36. 全合成催化裂化催化剂中 Al_2O_3 的测定	338
37. 半合成催化裂化催化剂中 Al_2O_3 的测定	342
38. 催化裂化催化剂中混合稀土的测定	346
39. 原子吸收法测定催化裂化平衡催化剂中的镍、钠及钒含量	350

40. 微球裂化催化剂水滴孔体积测定法	356
41. 催化剂积炭量的测定	358
42. 电量法测定催化剂中硫含量	362
43. 氮吸附测定催化裂化催化剂比表面积 (用1750 型快速表面分析仪).....	366
44. 催化裂化新鲜催化剂微反活性试验方法	371
45. 流化裂化催化剂微活试验标准方法	380
46. 催化剂和催化剂载体的磨损与磨耗试验标准 方法	391
47. 成型催化剂颗粒的机械敲击视堆积密度试验 标准方法	395
48. 催化裂化工艺分析一览表	398

1. 石油产品蒸馏测定法

GB 6536-86

本方法适用于车用汽油、航空汽油、喷气燃料、特殊沸点的溶剂、石脑油、煤油、柴油、馏分燃料和相似的石油产品的蒸馏测定。

注：当表1第3组规定的低蒸馏温度计不适用蒸馏喷气燃料及其他宽馏分的产品时，则可以用高蒸馏温度计代替，其他试验条件按表1第3组规定(见6.3节)。

1. 方法概要

100mL 试样按适合于产品性质规定的条件分为几组(见表1-1)进行蒸馏。系统地观察温度计读数和冷凝液体积,并根据这些数据计算和报告结果。

2. 定义

2.1 初馏点：在标准条件下进行蒸馏时,从冷凝管下端滴下第1滴冷凝液所观察到的温度计读数(需要时要作校正)。

2.2 终点或终馏点：在标准条件下进行蒸馏时,全部液体从蒸馏烧瓶底部蒸发后所观察到的温度计最高读数(需要时要作校正)。

2.3 干点：在标准条件下进行蒸馏时,蒸馏烧瓶内最低点的最后1滴液体汽化的一瞬间所观察到的温度计读数(需要时要作校正)。在蒸馏烧瓶壁或温度计上的任何液滴或液膜则不予考虑。

注：一般用终点(终馏点)而不用干点。对特殊用途的石脑油,

表 1-1 试 验 条 件

	1 组	2 组	3 组	4 组
试样性质: 蒸气压力 (37.8°C) 蒸馏: ① 初馏点 终馏点 仪器的准备: (见 3.8) 蒸馏温度计 烧瓶支板 (即石棉垫) 的孔径 开始试验的温度计 烧瓶和温度计 烧瓶支板和罩 烧瓶量筒和加 100mL 试样 刻度量筒 (见 3.1, 图 1) 蒸馏烧瓶 (见 3.1, 图 1) 试验时的条件: ② 冷却温度 刻度量筒周围介质温度 开始加热到初馏点的时间 初馏点到回收 5% 的时间 从回收 5% 到烧瓶中残留量为 5mL 的平均速度 从烧瓶中残留量为 5mL 到终点的时间	不小于 65.5kPa (491.3mmHg) 一 不高于 250°C 低温度范围 37.5mm 13~18°C 不高于室温 13~18°C 125mL 0~1°C 13~18°C 5~10min 60~75s 4~5mm/min 3~5min	小于 65.5kPa (491.3mmHg) 一 不高于 250°C 低温度范围 37.5mm 13~18°C 不高于室温 13~18°C 125mL 0~4°C 13~18°C 5~10min 60~75s 4~5mm/min 3~5min	小于 65.5kPa (491.3mmHg) 不高于 100°C 高于 250°C 低温度范围 50mm 13~18°C 不高于室温 13~18°C 125mL 0~4°C 13~18°C 5~10min 4~5mm/min 不大于 5min	小于 65.5kPa (491.3mmHg) 高于 100°C 高于 250°C 高温度范围 50mm 13°C~室温 13°C~室温 125mL 0~60°C 装试样温度的 ±3°C 5~15min 4~5mm/min 不大于 5min

注: ①按有关组别的所有试验条件测定的。

②合适的冷却温度须视试样和其馏分的石蜡含量, 应能允许顺利操作的最低温度。

例如涂料工业用石脑油，可报告干点。此外当某试样终点（终馏点）的精密密度总是不符合第7章规定时，可以用干点来代替终点。

2.4 分解点：蒸馏烧瓶中液体开始呈现热分解时的温度。

注：热分解时，蒸馏烧瓶中出现烟雾，温度发生波动，即使调节加热，温度仍明显下降。

2.5 回收体积：与温度计同时观察到的接受量筒内的冷凝液体的毫升数。

2.6 回收百分数：按5.7节观察到的最大回收体积。

2.7 总回收百分数：按5.8节观察到的蒸馏烧瓶中残留量与回收百分数之和。

2.8 损失百分数：100减去总回收百分数。

2.9 残留百分数：总回收百分数减去回收百分数，或直接测出残留毫升数。

2.10 蒸发百分数：回收体积与损失百分数之和。

3. 仪器

仪器的安装如图1-2和图1-3所示。

3.1 蒸馏烧瓶

应该用耐热玻璃制造，其尺寸和公差见图1-1。

3.2 冷凝器和冷浴

冷凝器和冷浴的型式如图1-2和图1-3所示。如其他型式仪器能满足第7节规定的精密密度要求，则也可使用。

3.2.1 冷凝管应该用无缝铜管制成，长度560mm，外径14mm，壁厚0.8~0.9mm。

3.2.2 冷凝器内的铜管约有390mm长，全浸在冷却介质中。在冷浴外的部分，上端约50mm，下端约114mm，上端伸出部分与径向成75°角。在冷浴内的铜管可以是直管式

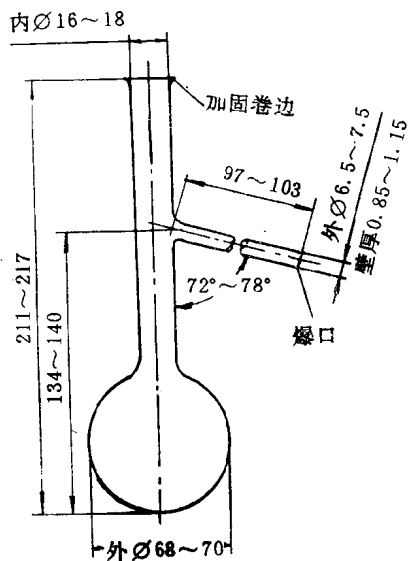


图 1-1 蒸馏烧瓶

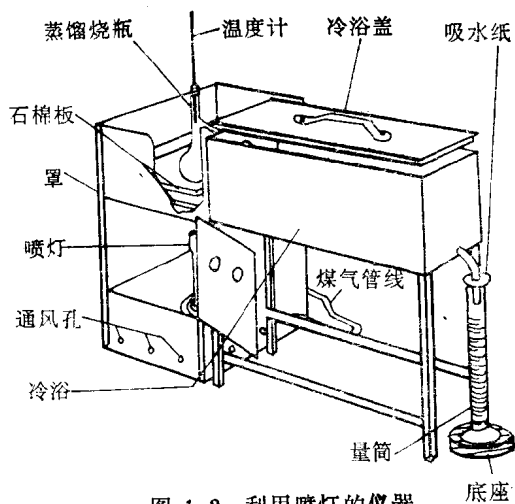


图 1-2 利用喷灯的仪器

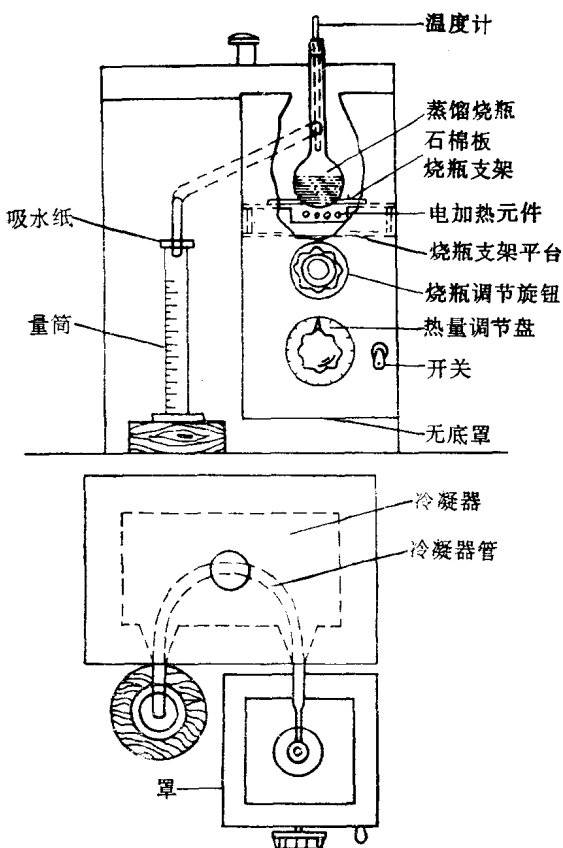


图 1-3 采用电加热器的仪器

或弯成连续平滑的曲管。每毫米冷凝弯曲管的平均梯度为 0.26mm (相当于 15° 角)。浸入部分的每毫米梯度不应小于 0.24mm 和大于 0.28mm 。下端伸出部分稍偏后向下弯曲，长度为 76mm ，使管的末端能与在位的量筒在接受馏出液时与

玻璃量筒顶部25~32mm处相接触。冷凝管下端应切成锐角，使顶端能与量筒壁相接触。

3.2.3 冷浴的体积不应少于容纳 5.5L 的冷却介质。冷凝管的中心线在入口处应离浴顶至少32mm，出口处应离浴底至少19mm。

3.2.4 除邻近于出口处外，冷凝管与浴壁的间距至少为13mm。

3.3 蒸馏烧瓶用的金属罩或围屏

3.3.1 第一种型式金属罩（见图1-2）是用厚0.8mm金属制成，高480mm，长280mm，宽200mm。在罩的一个窄面上有一个门。在两个窄面上等位地各开有两个 25mm 的孔。罩的另一面开有一个通蒸馏烧瓶支管的窄条。这四个孔的中心线应离罩顶 215mm。四个面罩应 25mm，各都开有三个约 13mm 的小孔。

3.3.2 第二种型式金属罩（见图1-3）是用厚约0.8mm金属制成。高440mm，长200mm，宽200mm。罩前方的一面有一个窗。罩的开口端离装置基底约50mm。罩后方的一面有通蒸馏烧瓶支管的椭圆形孔。调节蒸馏烧瓶支板（石棉板）的旋钮应位于罩的正面。如用电炉加热（图1-3），应使用带有指示盘的连续式的热控装置。加热器和热控装置都应置于罩的下部，在烧瓶支板以上罩的其他部件安装应与使用气体加热器的装置相同，只是可以不用罩的下部，加热器、控制装置以及上部罩均可用任何方便的形式予以支撑。

3.4 热源

3.4.1 气体加热器（见图1-2）能燃烧一般气体，能提供足够热量，使被测试样按规定速度蒸馏。为更好地控制加热，可采用一个灵敏的调节阀和压力控制器。

3.4.2 可用电加热器（见图1-3，0~1000W可调节的电加热器）就能满足要求。代替气体加热器，只要能按规定的速度进行蒸馏。

3.5 蒸馏烧瓶支架

3.5.1 第一种型式，用于气体燃烧器（见图1-2）。一般实验室用，直径为100mm或稍大的支环支于罩内的支架或在罩外的可调节的平台上。

3.5.1.1 两块厚3~6mm的陶瓷或硬石棉板，放在所采用的支环或平台上。直接放在支环或平台上的板应有一个76~100毫米的中心孔，其外缘尺寸应稍小于罩的内缘。

3.5.1.2 第二块用于支放蒸馏烧瓶的板，其外缘尺寸应稍小于第一块板，其中心有一个直径为37.5或50mm的孔。在中心孔的边缘，板的厚度应为3~6mm。这块蒸馏烧瓶支板可根据蒸馏烧瓶放置的方向而稍作移动，使只能通过板孔直接加热烧瓶。

3.5.2 第二种型式，用于电加热器（见图1-3）。电加热器的上面有一块中心孔直径为37.5或50mm的瓷板或石棉板。孔边厚为3~6mm。加热装置和其上面的支板应该可移动，以便在放置蒸馏烧瓶后，只能通过板孔直接加热蒸馏烧瓶。

3.6 量筒

量筒容积为100mL，分度为1mL，量筒底部型式不作规定，但在置于倾斜15°的台面上时，应不倾倒。量筒的详细结构和公差（见图1-4）。

3.7 量筒的冷却浴

任何高型透明的玻璃或塑料烧杯，只要其高度能将量筒浸入冷却液中到100mL刻线处即可。

3.8 温度计

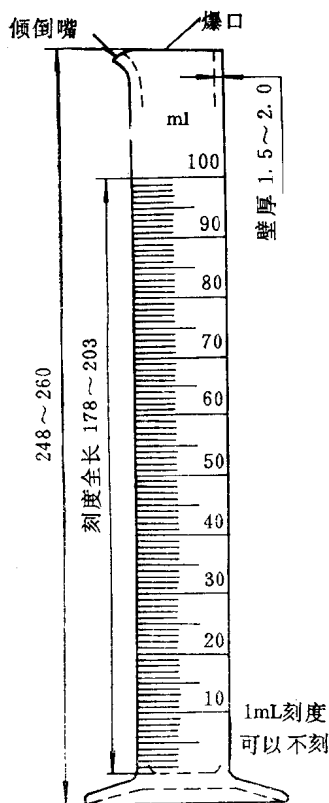


图 1-4 量筒

100mL 刻度1mL 允许误差: $\pm 1\text{mL}$

高于 66°C , 则用无水硫酸钠或其他适宜的干燥剂与试样一起摇动, 再用倾注法将试样从干燥剂中分离出来。

4.2 仪器的准备

4.2.1 按表1-1要求, 选择被测试样所需的蒸馏烧瓶支板和温度计。把蒸馏烧瓶、温度计、量筒、蒸馏烧瓶支板和

水银玻璃温度计, 棒状。

应符合表1-2要求:

4. 准备工作

4.1 取样

4.1.1 任何具有雷德蒸汽压为 65.5kPa (491.3mmHg) 或更高的产品, 要把试样瓶冷却到 $13\sim 18^{\circ}\text{C}$ 。把试样收集在预先冷却过的瓶中, 最好把瓶子浸入液体中, 如可能则废除第一次取的试样。如不可能用这种浸入法, 则把试样抽入预先冷却的瓶中, 尽量少摇动。立即用瓶塞盖好瓶子, 并置于冰浴或冰箱中, 使试样的温度不超过 15°C 。

4.1.2 如试样有明显的可见水, 就不适合作试验用。如试样不干燥而预期初馏点是低于 66°C , 则应另取一份无悬浮水的试样供试验用; 如初馏点

表 1-2 温 度 计 要 求

项 目	低 温 范 围	高 温 范 围
测量范围	-2 ~ 300℃	-2 ~ 400℃ ^①
最小分度值	1℃	1℃
浸入型式	全 浸	全 浸
总长度	381 ~ 391mm	381 ~ 391mm
棒 径	6 ~ 7mm	6 ~ 7mm
感温泡长度	10 ~ 15mm	10 ~ 15mm
感温泡直径	5 ~ 6mm	5 ~ 6mm
感温泡底至0℃刻线的距离	100 ~ 110mm	25 ~ 45mm
感温泡底至300℃刻线的距离	333 ~ 354mm	—
感温泡底至400℃刻线的距离	—	333 ~ 354mm
中线刻度间隔	5℃	5℃
数字刻度间隔	10℃	10℃
刻度允许误差	0.5℃, 直至300℃	1.0℃, 直至370℃
刻线最大宽度	0.23mm	0.23mm
安全泡允许加热的最高温度	350℃	不超过最高温度读数
示值稳定性	②	②

注：①温度计在指示温度371℃以上使用之后，不经零位校正，就不应再次使用。

②示值稳定性检验方法：

a. 在上限温度处理30min后，取出自然冷却至室温，测定零位。

b. 在上限温度处理24h后，取出自然冷却至室温，测定零位。

c. 在上限温度处理30min后，然后关闭恒温槽的加热电源，使温度计在介质中缓慢冷却至接近室温后取出测定零位。由b中测得的零位，减去a中测得的零位即为零位永久性升值。由b中测得的零位，减去c中测得的零位为零位降低值。

單达到开始试验时各自所需的温度。

4.2.2 将适合于表1-1规定温度的不燃性冷却液，如碎冰、水、盐水或乙二醇溶液注入冷浴，使浸过冷凝管。如用碎冰，则必须有足够的水，使能浸过冷凝管。以保持整个试验过程中冷浴所需的温度。同样，也应该使量筒保持按表1-1