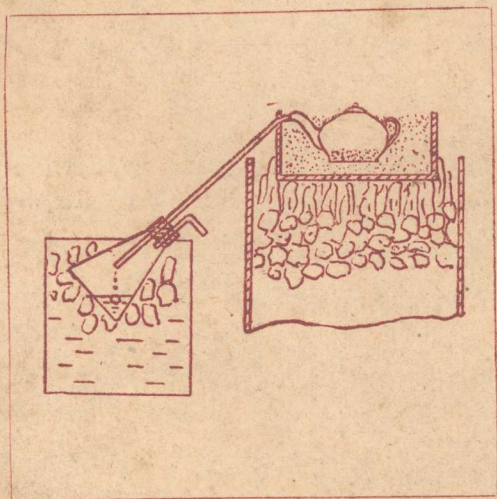




固体燃料及 干餾气体的土法分析

石油工业部撫順石油研究所編

石油工业出版社

內 容 提 要

目前各地都在大办小型人造石油厂，但分析仪器供应不上，一时又找不到合适的土办法代替。所以在一定程度上影响生产的正常进行。这本书就是针对这种情况编写的。从这本书中可看到，几乎不用购买仪器就可完成生产中从原料到干馏气体的各项重要分析，而所用的代用品如茶壶、铁盒、瓷酒壶、火爐等差不多全是我們日常使用的东西，非常容易得到。另外，操作方法也很简单，不管何人，只要按书中指出的方法去作，就可得到我們生产中所需要的较准确的数据。

本书所讲的方法都是撫順石油研究所经过长期试验，证明是成功的。

本书文字浅明，只要有小学文化水平的工人就可阅读。

統一書号：T15037·698

固体燃料及 干馏气体的土法分析

石油工业部撫順石油研究所編

石油工业出版社出版（社址：北京六部坑石油工业部內）

北京市書刊出版業營業許可証出字第080號

石油工业出版社印刷厂印刷 新华書店发行

787×1092 $\frac{1}{2}$ 開本 * 印張1 * 19千字 * 印1—3,000册

1959年3月北京第1版第1次印刷

定价(10)0.15元



70517.3
4

前 言

在总路綫的光輝照耀下，石油工业以飞跃的速度发展着。为了适应石油工业遍地开花的需要，坚决执行党的土洋并举方針，我們在固体燃料的土法分析方面試驗成功了干餾分析，干餾瓦斯中氧含量，干餾瓦斯中氮含量及固体燃料水分的測定四項分析方法。

在这几种方法中我們采用了土雞下洋蛋的办法，不需要消耗电力和使用昂貴的仪器，只要簡單的仪器（或代用品）和藥品就能得到与洋法分析接近的結果，誤差合乎要求。

土法分析對我們來說是新的东西，其中不免有不周到的地方，特別是仪器的代用品不一定适合各地区的情况。因此，希望同志們在应用时根据具体情况灵活掌握，因地制宜，就地取材。並希望我們多取得联系及給予帮助和指导，使适合于全国大跃进新形势，使土法分析方法無論在內容与項目上不断地充实起来。

目 录

1. 前言	
2. 分析試样的制备	1
3. 固体燃料水分含量的土法測定	3
4. 干餾土法分析	5
5. 干餾瓦斯中氧含量的土法分析	7
6. 干餾瓦斯中氮含量的土法分析	15
7. 土天秤	20
附录	
頁岩土法泥甌干餾分析初步試驗	22
頁岩土法干餾分析	25

分析試样的制备

为了干餾及水份的測定，試样必須进行粉碎和篩分的操作，以制得3毫米以下的分析試样。同时对水份的測定方面也应有簡明的規定。

、 仪 器 設 备

1. 鑄头：一个。2. 用鉄絲或銅絲、竹子編制的孔眼为3×3毫米的方篩一个。3. 鉄盘或搪瓷盘若干个。4. 能装300至400克試料的有塞瓶子若干个。5. 准确度为1克的天秤一个。

二、 操 作 手 續

1. 一般表面不潮湿的試样的制备：

1) 用鑄头打碎試料至10毫米左右时用四分法进行縮分，縮分时將試料均匀的堆成圓錐形，然后用一平板从錐頂往下压至一圓餅形，从中点划十字分为四个等分扇形，將对角的兩扇形捨棄。

2) 將剩下的两个扇形，打碎至3毫米左右，进行过篩，將篩上的試料粉碎直至完全通过篩子为止。

3) 把篩下試料进行縮分，直至留下的試料約300至400克时为止。最后將試料装入有塞的瓶內，瓶上貼上标签。

4) 將制备好的試料在105℃的温度下干燥，所測得的水份为分析試料水份，用 W^a 来表示。

5) 若原始試料量太少时，可將所有的試料打碎至3毫米

左右来进行过筛及缩分。

6)若原始試料量太大时,可先打碎至25毫米左右时缩分一次,然后再进行粉碎和筛分的操作。

2.表面潮湿的試料的制备:

1)將試料称重后放在温度約70°C左右的煤火炉旁或炉灶等处烘干数小时,直至表面不潮湿为止,然后放在室温下停放2至3小时后再称重,此差值为外水份,其百分数用 W_{BH} 表示。

2)粉碎及筛分操作同表面不潮湿的試料的操作。

3)取此試料在105°C下干燥所测得的水份为分析試料水份,用 W^a 表示。

3.关于水份含量的几种表示法:

1)表面不潮湿的試料: 总水份 W_{00} 即为分析試料水份 W^a 。

2)表面潮湿的試料:

$$W_{00} = W_{BH} + W^a \frac{100 - W_{BH}}{100}$$

3)若試料在制备前水份有所损失,則应將水份损失百分数 W_{π} 加上。

$$W_{00} = W_{BH} + W^a \frac{100 - W_{BH}}{100} + W_{\pi}$$

固体燃料水份含量的土法测定

本方法是测定原料在 105°C 所能蒸发的水份。將装有試料的称量瓶放在自制的烘箱內，箱內温度可保持为 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。干燥1.5至2小时所失去的重量即为分析試料中之水份(W^a)。

一、仪 器

1. 有盖的白鉄盒一个，其大小以可装20个左右的称量瓶为宜。
2. 砂浴盒：比上述鉄盒每边稍大1至2寸。
3. 称量瓶若干个。
4. 天秤：准确度为0.01克（或用有类似灵敏度的戥子）。
5. 温度計一支：量温 100°C 。
6. 鉄盘或瓷盘数个。
7. 加热用的煤气灯，或油灯，煤火炉一个。

二、准 备 工 作

1. 將簡易烘箱如图所示安装好，小鉄盒应尽量埋入砂內，盖的上开2至3个孔，將温度計插入試料层中間，同时盖上要保温。
2. 点火加热，待温度升至 110°C 左右时，將装有試料的称量瓶放入小鉄盒內。称量瓶放一层或二层均可。

三、 操 作 手 續

1. 称取 3 毫米以下的試料 5 至 10 克（准确度至 ± 0.01 克），放入称量瓶內（試料的克数最好是將試料放入称量瓶后，厚度以 5 至 8 毫米左右为宜，称量瓶大試料克数多，瓶小克数小）。

2. 將已装好試料的称量瓶放入小鉄箱內，同时將盖子半打开，以便讓水气蒸发；然后，盖上盒盖。

3. 試料放入后，温度有所下降，此时点火加热，升温至 100°C 前灭火（这要根据不同含水量的試料和设备情况来决定），灭火后温度仍然要上升至 105°C 左右时，可先稳定一段时间，然后点小火，維持一定温度，控制在整个干燥時間之內温度为 $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

4. 对每一类新的試料为了使其干燥完全，故要作干燥检查試驗，即干燥 1 小时后称量，再干燥半小时，两次之差不得超过 0.5% 即可，再根据試驗結果选用 1 小时或 1.5/小时甚至 2 小时的干燥時間。

5. 干燥完全后，取出試料 放在鉄盘或瓷盘中，盖上盖子，冷至室温后称量。

四、 計 算

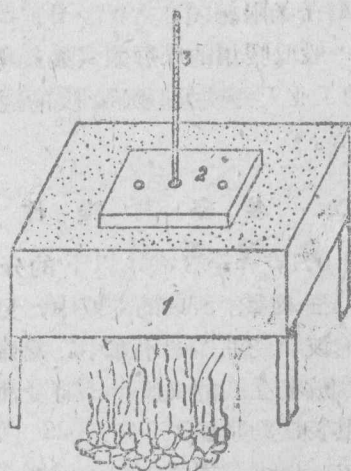
$$W^a = \frac{G_1}{G} \times 100$$

式中

W^a ——分析試料中水份含量，%；

G_1 ——分析試料干燥后之減重，克；

G ——分析試料干燥前之重量，克。



1—砂浴盒；2—小鉄盒；3—溫度計。

干 餾 土 法 分 析

本法用瓷酒壺及茶壺代替鉛甑來測定原料的含油率。用煤火爐加熱，根據瓦斯及焦油逸出情況即可判斷干餾最終溫度。試驗結果與國際標準20克鉛甑干餾的分析結果相近似。

方 法 之 一

一、儀 器 設 備

1. 瓷酒壺：立式、小口、容積為3兩的小酒壺。2. 玻璃受油器：刻度容積10毫升。3. 玻璃導出管：直徑6毫米，長約300毫米，彎成門形。4. 砂浴鉄盒：盒大小以放入酒壺後四

周仍余一指厚的砂子为限。

5.煤火炉：一般取暖用的煤炉或炭火盆均可。6.天秤：准确度为0.1克的工业天秤或类似灵敏度的戥子。7.其他：小软木塞，砂子等。

二、准 备 与 操 作

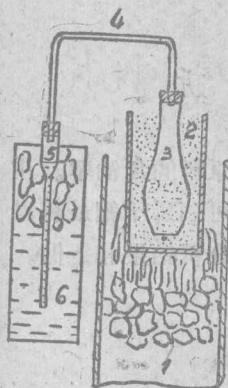
1.称取 $50\text{克} \pm 0.1\text{克}$ 碎至3毫米以下的分析试料装入壶中。导出管的一端插入塞住壶口的木塞中，另一端同样插入擦干并称重量的玻璃受油器的木塞中。置壶于砂浴盒中填好砂子。将砂浴盒放在生旺的火炉中，将受油器放在有冰水的冷却水桶中。其装置如下图。

2.按装完毕后，以下列方法判断干馏情况：

1)当加热至 100°C 左右时开始流出水，当温度继续上升时，油母开始分解，有油气放出。这时继续加热，直至黄色油蒸汽变为无色蒸汽，受油器中不再有焦油冷凝下来时，方可认为干馏完全。

2)干馏壶内部到 500°C 以上时，砂浴盒温度可达 800°C 至 900°C 。盒下部变为火红色赤热状态时，即接近干馏终温。一般干馏进行正常时，从开始至干馏終了需60分钟至70分钟。

3.干馏完全时，将受油器取下，擦干器外的附水并称其重量，减去空受油器的重量之差值即为油水和重量。



1—煤火炉；2—砂浴盒；3—瓷酒壶；4—导出管；5—受油器；6—冷却水桶。

4.將受油器放在70℃左右的熱水中，待其油水界面清晰時讀出水量（水的毫升數等于克數）。

5.待酒壺冷卻後取出半焦稱重。

方 法 之 二

一、儀 器 設 備

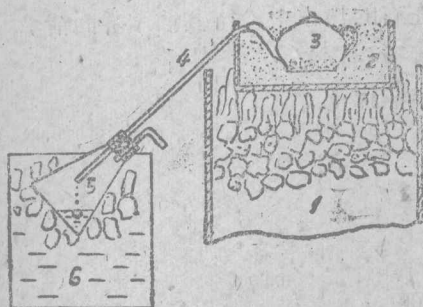
1.瓷茶壺：一般代嘴的圓形小茶壺，大小以至嘴下部能裝入50克試料為宜。2.砂浴鐵盒：盒大小以放入茶壺後四周仍余一指厚的砂子為限。3.煤火爐：用取暖用的煤火爐或炭火盒。4.受油器：250毫升三角瓶或玻璃小酒壺。5.导出器：用直徑與茶壺嘴大小相當并彎成九十度之玻璃管，其長度以能插入受油瓶的 $\frac{2}{3}$ 高度處為宜。6.量管：刻度0.1毫升、容量50毫升的量筒或滴定管均可。7.天秤：0.1克感量的工業天秤或類似感量的戥子。8.冷 却 用 的 水 桶 或 水 槽。9.溶劑油：不含有水的一般汽油或燈油。10.其他：軟木塞等。

二、准 備 與 操 作

1.稱取50克 ± 1 克碎至3毫米以下的分析試樣裝入壺內，試料裝入高度在壺嘴小孔下沿，將蓋密封，連上导出管，將茶壺裝入砂浴鐵盒中，將受油器連上，然后把沙浴鐵盒放在生旺的火爐中，把受油器放在冷卻水桶或水槽中。裝置如下圖所示。

2.按裝完畢後，同上法判斷干餾情況。

3.干餾完全後，取下受油器，水心刮下导出管出口處附著之油和水。擦干瓶外附著之水并稱重，減去空受油瓶的重



1—煤火爐；2—砂浴鐵盒；3—茶壺；4—導出口；5—受油器；6—冷卻水箱。

量即為油水和重量。

4. 將受油器內之油和水倒入量管中，用溶劑油把瓶內油水沖洗到量管中，待油水分界面清晰時讀出水量（若不易分開，則可用熱水燙一燙）。

5. 茶壺冷卻後，打開壺蓋取出半焦称重。

三、計 算

水份重量（克）：直接讀數所得。

焦油重量（克）：油水總重—水重。

半焦重量（克）：直接重量所得。

換算為含量百分數：

$$\text{焦油}\% = \frac{\text{油重}}{\text{試料重}} \times 100,$$

$$\text{水份}\% = \frac{\text{水重}}{\text{試料重}} \times 100,$$

$$\text{半焦}\% = \frac{\text{半焦重}}{\text{試料重}} \times 100.$$

四、注 意 事 項

1. 注意密封：在500℃的高溫下保持不漏氣是比較困難

的，用水玻璃調石棉灰密封效果良好。如无上述材料可找代用品。

2. 炉火要旺，保持充足的热量，避免中途加煤。要在60至70分鐘之內完成干餾操作。在干餾过程中若火力不旺，則会有大量出油后又緩慢出油的情况产生，或有重質焦油出来后反而有比原来更輕的焦油出来的情况，如遇此种現象应当重作。

3. 焦油的冷凝要完全，在冷却水桶中要加冰或是用循环水冷却。

4. 瓷壶急剧加热或冷却容易被裂，填装砂子要适合，加热时不要碰撞瓷壶，砂浴盒放凉后才可取出瓷壶。

干餾瓦斯中氧含量的土法分析

本方法是利用不同液体吸收剂的选择性吸收性能为基础的。首先利用碱液（苛性鉀或苛性鈉）吸收干餾气体中的 CO_2 組份，然后用焦性沒食子酸（即磷苯三酚）的碱溶液吸收剩余气体中的氧，气体中氧含量用体积百分数表示。

方 法 之 一

一、裝置及試劑之配制

1. 簡易气体分析器需用材料：

① 50毫升碱液滴定管一支，作量气管用。

② 漏斗两个，漏斗容积应大于50毫升（可用两个容积相

当的細口瓶去掉瓶底代替)。

③烧杯两个，大小根据漏斗的大小而决定，只要比漏斗稍大一点即可(同样可用容积适当去底的瓶子代替)。

④下口瓶一个，容积100—300毫升(可用細口瓶代替，在瓶口塞一塞子，塞子上打两个孔，一个孔插入一根长玻璃管至靠近瓶底的位置)。

⑤三通活塞一个。

⑥弹簧夹(或两通活塞)三个。

⑦橡皮管，內径約6毫米左右，长一米左右。

⑧短玻璃管(或废玻璃片)若干。

2.采样器，球胆或負压采气瓶(可用下口瓶或細口瓶代替)。

3.試剂的配制:

① CO_2 吸收剂: 工业用或分析純的苛性鉀及苛性鈉溶液，浓度30—33%。

② O_2 吸收剂: 配制100毫升焦性沒食子酸的碱溶液时，称取15克焦性沒食子酸，溶于30毫升热水中加30—33%碱溶液70毫升。

配制其他試剂时用量按上述比例。

当焦性沒食子酸碱液倒入吸收器时，应在上面加一层液体石蜡(食用豆油，菜油均可)以避免吸收空气中的氧降低了使用時間。

③封閉液: 用飽和盐水或5%的硫酸溶液。

二、准 备 工 作

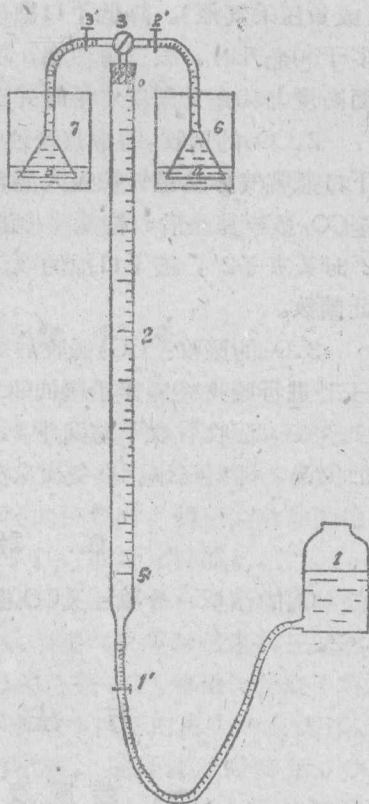
1.按下图。装配仪器，漏斗及烧杯組成了吸收器，在漏

斗中加入一些短玻璃管或玻璃片以增加接触面，漏斗边沿和烧杯底約有10毫米的空隙。

2. 吸收液加入量除了能充滿漏斗外并要高于漏斗边沿10毫米左右。同时將封閉后倒入下口瓶中。

3. 检查仪器的气密情况：將下口瓶位置降低，开夹子1'，关夹子2'及3'，將三通先后放置如①及②的位置，若漏斗中液面不上升，量气管内液面不下降即証明不漏气，否則需加以补救。

4. 將两漏斗中充滿吸收液：把三通位置先后放如①及②的位置，降低下口瓶位置，將漏斗中空气抽出至夹子2'及3'处关死夹子。



1—下口瓶；2—量气管；3—三通；4,5—漏斗；6,7—烧杯；1' 2' 3'—彈簧夾。

三、操作手續

1. 采气：將漏斗4与三通連接的橡皮管拿下，三通位置扣①开夹子1'举下口瓶將量气管中充滿封閉后，連上球胆

(或負压采气瓶),降低下口瓶位置,进行采气。若待气体量多于50毫升时,关三通活塞,取下球胆,举下口瓶使其中液面高度与50毫升刻度水平时开三通活塞將多余的气体排出。

2. CO_2 的吸收:將橡皮管連在三通上,开夹子1'及2',举下口瓶將气体从量气管压入漏斗中进行吸收。这样經過几次至 CO_2 吸收完全后,待漏斗中的吸收液至橡皮管中靠近夹子2'时关夹子2',讓下口瓶的液面和量气管内液面水平时記下此讀数。

3. O_2 的吸收: CO_2 吸收后將三通放置如④的位置,开夹子3'进行吸收,操作手續同 CO_2 的吸收操作。

4. O_2 吸收后取下与漏斗4连接的橡皮管,把三通放如④的位置,排出气体,准备下次分析时使用。

四、 計 算

O_2 的体积百分数 = $(\text{CO}_2 \text{ 吸收后体积} - \text{O}_2 \text{ 吸收后体积}) \times 2$ 。

方 法 之 二

一、 裝置 及 試 剂 之 配 制

1. 簡易气体分析器需用材料:

①50毫升碱液滴定管一支,作量气管用。②下口瓶(可用細口瓶代替)三个,100至300毫升。③三通活塞一个。④弹簧夹(或兩通活塞)4个。⑤橡皮管内径6毫米左右,长度3米左右。

2. 采样器: 球胆或負压采气瓶。

3. 試剂之配制: 同前方法。

二、 准 备 工 作

1. 按下图按装仪器。

2. 在下口瓶1中装封閉液, 下口瓶2中装 CO_2 吸收液, 下口瓶3中装 O_2 吸收液, 加入量一般为100至200毫升。

3. 检查量气管是否漏气。

三、 操 作 手 續

1. 采气: 三通放置扣图⊕, 將量气管中充滿封閉液, 把球胆(或負压采气瓶)連在活塞上进行采气, 量取50毫升气体, 关活塞, 降低下口瓶1的位置, 使量气管內造成負压。当封閉液在三通上面几毫米高的位置时, 將三通放如图⊕, 这时空气进入橡皮管, 关夹子1', 取走下口瓶1'。

2. CO_2 的吸收: 將下口瓶2連在三通上, 此时三通位置如图⊕, 举下口瓶2排足管中空气, 当空气排尽时迅速將三通放如图⊕。此时碱液进入量气管中, 关上夹子2', 將量气管取下震搖若干時間。在这过程中 CO_2 不断减少使管內再次造成負压。这时再加入部份碱液进去, 再震搖, 进行若干時間后, CO_2 吸收完全, 把管放在支架上静止一会, 待壁上吸收液流下后, 举下口瓶使其液面与量气管液面水平, 記下讀数。

最后放低下口瓶2, 使管內造成負压, 并尽量使管內不存碱液, 然后將三通放置如图⊕, 关夹子2' 取走下口瓶2'。

3. O_2 的吸收: 將下口瓶3連在三通上, 操作手續同 CO_2 的吸收操作, 讀数后將焦性沒食子酸的碱溶液全部排入下口瓶3中, 关夹子3', 取足下口瓶3。