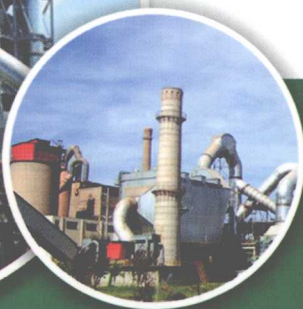
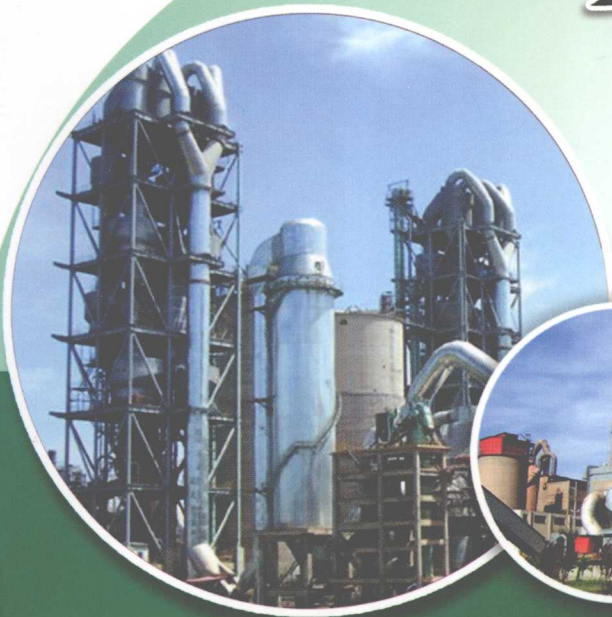




高等院校“十一五”规划教材

化学工程与工艺专业 实验及指导



赵德智 封瑞江 主编

中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

高等院校“十一五”规划教材

化学工程与工艺专业实验及指导

赵德智 封瑞江 主编

中国石化出版社

内 容 提 要

本书选取了与石油加工相关的石油产品分析与测试、石油加工工艺及与化工工艺相关的烃类裂解制乙烯、催化剂合成、气固相反应、产品分离等方面的实验,介绍了实验方案设计、原料选择、仪器设备安装、实验操作、实验现象观察、数据记录与处理等内容。

本书的使用对象为石油加工和化工工艺方向化学工程与工艺专业的本科生和专科生。

图书在版编目(CIP)数据

化学工程与工艺专业实验及指导 / 赵德智, 封瑞江主编. —北京: 中国石化出版社, 2009
ISBN 978-7-80229-893-4

I. 化… II. ①赵…②封… III. 化学工程-化学实验
IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 042228 号

中国石化出版社出版发行

地址:北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编:100011 电话:(010)84271850

读者服务部电话:(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail:press@sinopec.com.cn

金圣才文化(北京)发展有限公司排版

北京宏伟双华印刷有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787×1092 毫米 16 开本 12 印张 274 千字

2009 年 5 月第 1 版 2009 年 5 月第 1 次印刷

定价:28.00 元

前言

化学工程与工艺专业是由原化学工程、无机化工、有机化工、煤化工、石油加工、高分子化工、工业催化、电化学工程等专业合并而成的宽口径专业。工程实践能力的培养是本专业教学计划的重要内容和主要任务之一。专业实验作为一门重要的专业实践性课程，目的是培养学生掌握化学工程与工艺专业的专业实验技术与实验研究方法。具体地说，本课程应达到以下几个方面的教学要求：使学生掌握专业实验的基本技术和操作技能；学会专业实验主要仪器和装备的使用；了解本专业实验研究的基本方法；培养学生分析问题和解决问题的能力；培养学生理论联系实际、实事求是的学风；提高学生的自学能力、独立思考能力与创新能力。

化学工程与工艺专业实验不同于理论教学，也有别于基础课程的实验。它具有更强的化学工程与工艺背景，实验流程较长，规模较大，学生需通过较为系统的实验室工作来培养自己的动手能力、分析问题的能力与创新思维，训练自己参加科学研究的能力。

一个完整的专业实验过程相当于一个小型的科学研究过程，实验包括方案设计、原料选择、仪器设备安装、实验操作、实验现象观察、数据记录与处理、编写实验报告等环节。实验是巩固和加深学生所学理论知识，培养学生动手能力、观察能力，提高分析问题和解决问题实际能力的重要环节，又是培养其科学态度、创新意识和实事求是作风的重要途径。参加一次实验，要视为参加科学研究的初步训练，学生应认真对待和参与专业实验的全过程。

本书的使用对象是化学工程与工艺专业(石油加工和化工工艺方向)的本科生和专科生。

根据石油加工和化工工艺方向化学工程与工艺专业的特点，选取了与石油加工相关的石油产品分析与测试、石油加工工艺实验，与化工工艺相关的烃类裂解制乙烯、催化剂合成、气固相反应、产品分离等方面内容编写本实验方法与指导，为学生今后从事石油加工和化工工艺生产和科学研究打下良好基础。

参加本书编写、整理工作的有：赵德智、封瑞江、曹祖宾、韩冬云、赵崇峰、李丹东、石薇薇等。由于编者水平所限，加之实验教学经验不足，书中定有许多不当或欠缺之处，欢迎读者给予批评指正。

编者

实验必读

1. 学生进行实验前，必须认真预习实验讲义，了解实验内容，做到心中有数，并写出预习报告。

2. 实验时，应认真操作、细心观察、真实记录，做到手脑并用，勤于思考。

3. 实验课后应独立写出实验报告，并按指定时间、地点交给指导教师；要求书写工整、条理清晰、概念正确等。

4. 实验时，要坚守岗位，在设备运转当中不得擅自离开，发现异常情况及时报告指导老师，并在老师指导下进行分析解决。

5. 搞清实验目的和仪器结构原理之前，不许盲目地开动仪器，拆卸仪器。

6. 爱护公共财物，一旦损坏了仪器设备，应及时向指导老师报告，听候处理。

7. 实验完毕，整理有关仪器、设备，打扫卫生，经指导教师检查后，方可离开实验室。

8. 学生要严格遵守纪律，不得无故迟到、早退，更不得旷课，不许在实验室内喧哗、打闹。

9. 实验室内不得吸烟、吃食物、饮水。

10. 实验中发现有人触电，要立即拉电闸，切勿先去拉人；当离电闸较远时，可用木棍或其他绝缘物拨开电线，使其脱离人身，要保证触电者的安全。

11. 实验中遇有火情发生，及时用室内的消防器材扑救，严重时立即报警，火警119。

12. 处理有毒物品或气味特大的物品，要在通风橱内进行，残余物不能随便乱倒，要统一处理。

13. 离开实验室时，要注意断电、关窗、闭水、闭气。

目 录

第一章 化学工程与工艺基础实验	(1)
第一节 油品基础实验(验证性实验)	(1)
实验一 石油产品凝点测定法	(1)
实验二 石油产品闪点测定法	(4)
实验三 石油产品运动黏度测定法和动力黏度计算法	(7)
实验四 石油产品馏程测定法	(10)
实验五 石油产品残炭测定法	(12)
实验六 石油产品水分测定法	(14)
实验七 发动机燃料实际胶质测定法	(16)
实验八 发动机燃料的饱和蒸气压测定法	(19)
实验九 石油产品密度测定法	(21)
实验十 原油的实沸点蒸馏实验	(22)
第二节 化工工艺实验	(28)
实验一 烃类裂解制烯烃	(28)
实验二 烃类裂解结焦实验	(30)
实验三 编制程序计算裂解反应管当量长度	(31)
实验四 共沸精馏实验	(32)
实验五 反应精馏实验	(35)
实验六 磷酸酯类结焦抑制剂的合成实验	(37)
实验七 催化剂载体——活性氧化铝的制备	(38)
实验八 湿式气体流量计校正	(42)
实验九 称量法测定裂解气的密度	(44)
实验十 正丁烷氧化制顺丁烯二酸酐	(46)
实验十一 乙苯脱氢制苯乙烯	(50)
实验十二 乙醇气相脱水制乙烯反应动力学	(52)
第三节 石油加工综合/设计性实验	(55)
实验一 蜡油/柴油催化降凝	(55)
实验二 沥青三大指标评价分析	(56)
第二章 原油评价实验	(62)
第一节 原油评价的内容	(62)
一、原油性质分析	(62)
二、原油的简单评价	(62)
三、原油的基本评价	(62)
四、原油综合评价	(63)

第二节 原油的分类	(64)
一、特性因数分类法	(64)
二、关键馏分特性分类	(64)
第三节 原油的取样和脱水(参考 GB/T 4756—98)	(65)
一、原油的取样	(65)
二、原油脱水	(65)
第四节 原油一般性质的测定	(66)
一、氧化铝吸附法测定原油中沥青质、胶质及蜡含量	(67)
二、蒸馏法测定蜡含量	(70)
三、原油氮含量的测定	(71)
四、原油盐含量的测定[参考 GB 6532—86(91)]	(73)
五、原油中 $<C_7$ 轻烃分析	(76)
第五节 原油的简易蒸馏	(78)
一、方法概要	(78)
二、仪器设备和材料	(79)
三、馏分切割	(79)
四、蒸馏	(80)
五、精密度	(80)
第六节 原油的实沸点蒸馏曲线及性质曲线	(80)
一、密度	(80)
二、运动黏度	(80)
三、硫含量	(80)
四、凝点	(80)
五、苯胺点	(80)
六、折射率	(80)
七、酸度或酸值	(81)
八、特性因数(K 值)	(81)
九、黏重常数(VGC)	(81)
十、结构族组成	(81)
十一、相关指数($BMCI$)或(CI)	(81)
十二、总产率—沸点曲线	(81)
十三、性质曲线与总产率—沸点曲线	(82)
第七节 直馏产品及宽馏分性质的分析	(82)
一、直馏产品	(82)
二、重整原料油	(83)
三、裂解原料油	(83)
四、裂化原料油	(83)
第八节 汽油馏分的烃族组成分析(苯胺点法)	(83)
一、方法概要	(83)

二、仪器和设备	(84)
三、试剂	(84)
四、试验步骤	(84)
五、计算	(84)
第九节 煤-柴油馏分的烃族组成分析	(86)
一、吸附色谱法测定煤柴油馏分中芳烃含量	(86)
二、尿素络合法测定煤油、柴油中正构烷烃含量	(88)
第十节 双吸附剂法测定润滑油的潜含量	(89)
一、方法概要	(89)
二、仪器及设备	(90)
三、试剂及材料	(90)
四、测定步骤	(91)
五、精密度	(92)
第十一节 氧化铝吸附法测定渣油润滑油的潜含量	(92)
一、方法概要	(92)
二、仪器及设备	(92)
三、试剂及材料	(93)
四、测定步骤	(93)
五、精密度	(94)
第十二节 石蜡和微晶蜡的分析	(94)
一、方法概要	(94)
二、石蜡的分析	(94)
三、微晶蜡的分析	(94)
第三章 石油和石油产品分析测试方法	(96)
实验一 渣油四组分分析	(96)
实验二 渣油中六组分含量的测定	(98)
实验三 渣油中芳香组分的分离测定法	(99)
实验四 润滑油化学族组成试验法(参考 RIPP13—90)	(101)
实验五 碳与氢的测定(燃烧法)	(102)
实验六 蒸气压渗透法测相对分子质量(参考 GB/T 6597—1986)	(106)
实验七 电量法测定重质石油产品中总硫含量(参考 SH/T 0253—1992)	(110)
实验八 电量法测定重质石油产品中总氮含量(参考 SH/T 0254—1992)	(112)
实验九 $n-d-M$ 法测定中间馏分油的结构族组成(参考 SH/T 0729—2004)	(116)
实验十 密度法计算渣油或沥青的结构参数(参考 RIPP12—90)	(117)
实验十一 高压釜加氢实验方法	(118)
实验十二 深色石油产品运动黏度测定法(逆流法)和动力黏度计算法 (参考 GB/T 11137—89)	(121)
实验十三 深色石油产品硫含量测定法(管式炉法)(参考 GB/T 387—90)	(123)
实验十四 石油产品硫含量测定法(燃灯法)[参考 GB/T 380—77(88)]	(128)

实验十五	石油产品的酸度和酸值测定	(130)
实验十六	馏分燃料冷滤点测定法(参考 SH/T 0248—92)	(133)
实验十七	轻质石油产品浊点和结晶点的测定方法[参考 SH/T 0179—92(2000)]	(135)
实验十八	石油产品苯胺点测定法(参考 GB/T 262—88)	(138)
实验十九	石油产品灰分测定法[参考 GB/T 508—85(91)]	(139)
实验二十	轻质石油产品碘值和饱和烃含量测定法(碘-乙醇法) [参考 SH/T 0234—92(2004)]	(142)
实验二十一	石油产品水溶性酸及碱测定法(参考 GB/T 259—88)	(144)
实验二十二	发动机燃料铜片腐蚀试验法[参考 GB/T 378—64(90)]	(147)
实验二十三	石油产品铜片腐蚀试验方法[参考 GB/T 5096—85(91)]	(148)
实验二十四	喷气燃料冰点测定法(参考 GB/T 2430—81)	(152)
实验二十五	石油浊点测定法[参考 GB/T 6986—86]	(154)
实验二十六	石油倾点测定法[参考 GB/T 3535—83(91)]	(156)
实验二十七	煤油烟点测定法[参考 GB/T 382—83(91)]	(158)
实验二十八	车用汽油和航空燃料实际胶质测定法(喷射蒸发法) (参考 GB/T 8019—87)	(161)
附 录		(166)
附录一	石油烃类温度-压力换算表	(166)
附录二	饱和蒸汽压的修正数	(175)
附录三	真空泵工作原理及使用注意事项	(176)
附录四	危险药品的分类与使用	(176)
附录五	安全使用压缩气钢瓶	(178)
附录六	实验室消防	(179)
附录七	实验室安全用电	(181)

第一章 化学工程与工艺基础实验

第一节 油品基础实验(验证性实验)

实验一 石油产品凝点测定法

一、实验目的

润滑油及深色石油产品在试验条件下冷却到将试管倾斜 45° 经过 1min 液面不再移动时的最高温度,称为凝点。

对于纯物质来说,有一个固定的凝点。如水在常压下 0°C 时凝结为冰。石油产品是各种烃类的复杂混合物,在温度渐渐降低时,会逐渐失去流动性。同一种油品,测定条件不同,其凝点也有差异。因此凝点是一个条件性参数,必须在严格的规定条件下测定。

二、实验内容和要求

低温下油品失去流动性有两种不同情况:含蜡少的油品是由于温度降低,油品黏度迅速增大,形成了均匀的玻璃状物质,黏度增大到某一程度而使油品失去流动性,称之为黏温凝固;对于含蜡多的油品来说,在温度降低的过程中,蜡结晶析出、长大并相连接成网状(骨架),将未凝的油品吸附、包围起来,从而使整个油品失去流动性,称之为构造凝固。可见,油品在凝点时,只是在特定条件下失去流动性而已,并不是真正的凝固。

对于含蜡油品来说,凝点高低反映了含蜡量的多少,含蜡量高的其凝点也高。原油的凝点除与油中含蜡量有关外,还与油中所含胶质、沥青质的数量有关,由于胶质、沥青质能阻碍蜡结晶网的形成,从而使原油凝点降低。

三、实验主要仪器设备和材料

1. 仪器,见图 1-1。

(1) 圆底试管:高度 $(160 \pm 10)\text{mm}$, 内径 $(20 \pm 2)\text{mm}$, 在距管底 30mm 的外壁处有一环形标。

(2) 圆底玻璃套管:高度 $(130 \pm 10)\text{mm}$, 内径 $(40 \pm 2)\text{mm}$ 。

(3) 装冷却剂用的广口保温瓶或筒形容器:高度不少于 160mm, 内径不少于 120mm。

(4) 水银温度计:符合 GB/T 514—75 的规定,供测定凝点高于 -35°C 的石油产品使用。

(5) 液体温度计:符合 GB/T 514—75 的规定,供测定凝点低于 -35°C 的石油产品使用。

(6) 任何型式的温度计:供测量冷却剂温度用。

(7) 支架:能固定套管、冷却剂容器和温度计的装置。

(8) 水浴。

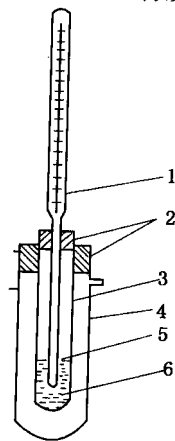


图 1-1 凝点测定仪内部结构

1—温度计; 2—固定用软木塞;
3—圆底试管; 4—圆底玻璃套管;
5—环形刻线; 6—试油

2. 试剂。

(1) 冷却剂：试验温度在 0°C 以上用水和冰；在 $0 \sim -20^{\circ}\text{C}$ 之间用盐和碎冰或雪；在 -20°C 以下用工业乙醇（溶剂汽油、直馏的低凝点汽油或直馏的低凝点煤油）和干冰（固体二氧化碳）。缺乏干冰时，可以使用液态氮气或液态空气或其他适当的冷却剂，也可以使用半导体致冷器（当用液态空气时应通入金属管盘冷却器并注意安全）。

(2) 无水乙醇：化学纯。

四、实验方法、步骤及结果测试

1. 制备含有干冰的冷却剂时，向装冷却剂的容器中注入工业乙醇到器内深度的 $2/3$ 处，然后将细块的干冰放进搅拌着的工业乙醇中，根据温度要求下降的程度，逐渐增加干冰的用量。每次加入干冰时，应注意搅拌，不使工业乙醇外溅或溢出。冷却剂不再剧烈冒出气体之后，添加工业乙醇达到必要的高度。

2. 无水的试样直接按本方法 3 开始试验。含水的试样试验前需要脱水，但在产品质量验收试验及仲裁试验时，只要试样的水分在产品标准允许范围内，应直接按本方法 3 开始试验。

试样的脱水按下述方法进行，对于含水多的试样应先经静置，取其澄清部分并进行脱水。对于容易流动的试样，在试样中加入新煅烧、呈粉状的硫酸钠或小粒氯化钙，在 $10 \sim 15\text{min}$ 内定期摇荡，静置，滤取澄清部分。对于黏度大的试样，将试样预热到不高于 50°C ，经食盐层过滤。食盐层的制备是在漏斗中放入金属网或少许棉花，然后在漏斗上铺以新煅烧的粗食盐结晶。试样含水多时需要经过 $2 \sim 3$ 个漏斗的食盐层过滤。

3. 在干燥、清洁的试管中注入试样，使液面达到环形标线处。用软木塞将温度计固定在试管中央，使水银环距离管底 $8 \sim 10\text{mm}$ 。

4. 装有试样和温度计的试管，垂直地浸在 $(50 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的水浴中，直至试样的温度达到 $(50 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 为止。

5. 从水浴中取出装有试样和温度计的试管，擦干外壁，用软木塞将试管牢固地装在套管中，试管外壁与套管内壁距离要处处相等。

装好的仪器垂直地固定在支架的夹子上，在室温中静置冷却试样到 $(35 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ ，然后将这套仪器浸在装好冷却剂的容器中。冷却剂的温度应比试样的预期凝点低 $7 \sim 8^{\circ}\text{C}$ 。试管（外套管）浸入冷却剂的深度应不少于 70mm 。

冷却试样时，冷却剂的温度必须准确到 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。当试样温度冷却到预期的凝点时，将浸在冷却剂中的仪器倾斜 45° ，并保持 1min ，但仪器的试样部分仍然要浸没在冷却剂中。然后，从冷却剂中小心取出仪器，迅速地用工业乙醇擦试套管外壁，垂直放置仪器并透过套管观察试管里面的液面是否有移动的迹象。

注：测定低于 0°C 的凝点时，试验前应在套管底部注入无水乙醇 $1 \sim 2\text{mL}$ 。

6. 当液面位置有移动时，从套管中取出试管，并将试管重新预热至试样达 $(50 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ ，然后用比上次试验温度低 4°C 或更低的温度重新进行测定，直至某试验温度时能使液面位置停止移动为止。

注：试验温度低于 -20°C 时，重新测定前应将装有试样和温度计的试管放在室温中，待试样温度升到 -20°C 后，才将试管浸在水浴中加热。

7. 当试样液面的位置没有移动时, 从套管中取出试管, 并将试管重新预热至试样达 $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$, 然后用比上次试验温度高 4°C 或更高的温度重新进行测定, 直至某试验温度能使液面位置有了移动为止。

8. 找出液面位置从移动到不移动或不移动到移动的温度范围之后, 采用比移动的温度低 2°C , 或采用比不移动的温度高 2°C , 重新进行试验。如此重复试验, 直至确定某试验温度能使试样的液面不移动而提高 2°C 又能使液面移动时, 取使液面不移动的温度, 作为试样的凝点。

9. 试样的凝点必须进行重复测定。第二次测定时的开始试验温度, 要比第一次所测出凝点高 2°C 。

五、计算

取重复测定两个结果的算术平均值, 作为试样的凝点。

六、精密度

同一操作者重复测定两个结果之差不应超过 2.0°C 。

两个实验室提出的两个结果之差不应超过 4.0°C 。

七、实验报告要求

1. 明确实验目的意义。
2. 工艺实验装置原则流程图。
3. 原始实验数据记录表。
4. 实验数据处理。
5. 实验结果分析与讨论。
6. 实验结论。

八、影响因素及讨论

1. 试油含水小于 1% 对凝点测定影响不大, 当含水 5% 以上时对凝点测定影响较大, 如试油含水多, 水分在 0°C 结冰, 影响试油流动, 使凝点偏高。

2. 试油必须按方法规定在 $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ 下预热后再降温, 否则影响结果。试验大庆原油经预热测得凝点为 24°C , 而不预热所测之凝点为 34°C , 可见影响之大。

3. 冷却剂与试油预计凝点的温差要符合规定, 如温差大, 则冷却太快, 油品中石蜡来不及形成大的网状骨架, 而形成很多小结晶, 结果使凝点偏低。

4. 仪器规格必须符合标准。试验中仪器安装必须严格按照方法规定的要求, 温度计必须插在内试管中心, 不许偏斜, 否则因水银球受冷温差不均匀, 影响测定结果。

5. 最大的人为影响是未到预期凝点时任意取出试管观察和晃动, 然后又放回冷浴中继续降温, 或温度计安装不稳, 产生摇摆等, 均破坏正在结晶中的蜡结构。

6. 含蜡试油的降温曲线如图 1-2 中 B, 而纯化合物的降温曲线为 A, 两条曲线形状为什么会有这么大的差别?

7. 原油为什么经热处理后要经 48h 才能取样测定凝点?

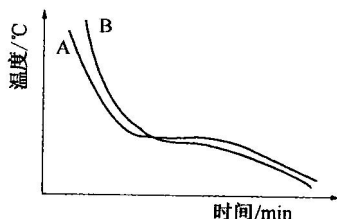


图 1-2 降温曲线

实验二 石油产品闪点测定法

第一部分 石油产品闪点测定法(开口)

一、实验目的

开口闪点在测定时由于一部分油蒸气自由地扩散到空气中去,所以同一油品的闭口闪点与开口闪点有很大差别。油品闪点愈高,差别愈大。

二、实验内容和要求

石油产品在本方法的规定条件下加热到它的蒸气与空气的混合气接触火焰发生闪火时的最低温度,称为开口杯闪点。

石油产品在本方法的规定条件下加热到它的蒸气能被接触的火焰点着并燃烧不少于 5s 时的最低温度,称为开口杯法燃点。

本方法适用于测定润滑油与深色石油产品的开口杯法闪点和开口杯法燃点。

三、实验主要仪器设备和材料

1. 开口闪点测定仪:符合 SH/T 0318—92(2004)要求。
2. 温度计:符合 GB/T 514—83(91)要求。
3. 煤气灯或酒精喷灯或电炉(测定闪点高于 200℃ 试样时,必须使用电炉)。
4. 溶剂油:符合 SH 0004 要求。

四、实验方法、步骤及结果测试

1. 实验方法。

(1) 准备工作:试样的水分大于 0.1% 时,必须脱水。脱水处理是在试样中加入新煅烧并冷却的食盐、硫酸钠或无水氯化钙。

闪点低于 100℃ 的试样脱水时不必加热,其他试样允许加热至 50 ~ 80℃ 时用脱水剂脱水。

脱水后,取试样的上层澄清部分供试验使用。

(2) 内坩埚用溶剂油洗涤后,放在点燃的煤气灯上加热,除去遗留的溶剂油,待内坩埚冷却至室温时,放入装有细砂(经过燃烧)的外坩埚中,使细砂表面距离内坩埚口的边缘约 12mm,并使内坩埚底部与外坩埚底部之间保持厚度为 5 ~ 8mm 的砂层。对闪点在 300℃ 以上的试样进行测定时,两只坩埚底部之间的砂层厚度允许酌量减薄,但在试验时必须保持本方法四中步骤 2 之(1)条规定的升温速度。

(3) 试样注入内坩埚时,对于闪点在 210℃ 和 210℃ 以下的试样,液面刚好达到内坩埚内的上刻线处;对于闪点在 210℃ 以上的试样,液面恰好到达内坩埚内的下刻线处。

试样向内坩埚注入时,不应溅出,液面以上的坩埚壁不应沾有试样。

(4) 将装好试样的坩埚平稳地放置在支架上的铁环(或电炉)中,再将温度计垂直地固定在温度计夹上,使温度计的水银球位于内坩埚中央,与坩埚底和试样液面的距离大致相等。

(5) 测定装置应放在避风和较暗的地方并用防护屏围着,以便看清闪火现象。

2. 测定闪点试验步骤。

(1) 加热坩埚, 逐渐升温, 当试样温度达到预计闪点前 60°C 时, 调整加热速度, 使试样温度达到闪点前 40°C 时能控制升温速度为每分钟升高 $(4 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 。

(2) 试样温度达到预计闪点前 10°C 时, 将点火器的火焰放到距离试样液面 $10 \sim 14\text{mm}$ 处, 并在该处水平面上沿着坩埚内径作直线运动, 从坩埚的一边移至另一边所经过的时间为 $2 \sim 3\text{s}$ 。试样温度每升高 2°C 应重复一次点火试验。

点火器的火焰长度, 应预先调整为 $3 \sim 4\text{mm}$ 。

(3) 试样液面上方最初出现蓝色火焰时, 立即从温度计读出温度作为闪点的测定结果, 同时记录大气压力。

注: 试样蒸气的闪火同点火器火焰的闪光不应混淆。如果闪火现象不明显, 必须在试样升高 2°C 时继续点火证实。

3. 测定燃点试验步骤。

(1) 测得试样的闪点之后, 如果还需要测得燃点, 应继续对外坩埚进行加热, 使试样的升温速度为每分钟升高 $(4 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 。然后, 按本方法四中步骤 2 之(2)条用点火器的火焰进行点火试验。

(2) 试样接触火焰后立即着火, 并继续燃烧不少于 5s , 此时立即从温度计读出温度为燃点的测定结果。

五、实验报告要求

1. 明确实验目的意义。
2. 工艺实验装置原则流程框图。
3. 原始实验数据记录表。
4. 实验数据处理。
5. 实验结果分析与讨论。
6. 实验结论。

六、思考题

1. 如果试油含水量大于 0.1% , 加热时试油易起泡而溢出杯外, 使试验无法进行, 即使试油不外溢, 水分汽化, 降低了混合气中的油蒸气分压也会导致闪点增高。为什么?
2. 点火火焰液面高低及停留时间长短都对闪点有影响。火焰离油液面愈近, 停留时间愈长, 测得结果会怎样?

第二部分 石油产品闪点测定法(闭口)

一、实验目的

本方法适用于测定煤油、柴油、润滑油的闪点。油品的闪点可以判断其在储存、运输和使用中的安全性; 重质油(如润滑油)的闪点还反应了油品的均匀性(是否混入低沸点组分)。

二、实验内容和要求

石油气或油品蒸气与空气的混合物, 在一定浓度范围内, 遇到明火能产生爆炸。如果混合气中可燃气体过少或过多, 超出上述浓度范围, 混合物不会爆炸(为什么?), 此浓度范围称为爆炸范围, 其上限浓度称为爆炸上限, 下限浓度称为爆炸下限。爆炸范围决定于混合物

的化学组成和物理条件,如测定它的方法、温度、压力等。

当其他条件不变时,在石油产品液面上的蒸气浓度,决定于油品的温度。当蒸气浓度达到爆炸下限(汽油以外的各种产品)或爆炸上限(汽油)时的油品温度称为闪点。由于油品液面上部的蒸气浓度和爆炸限度与油品温度以外的条件如加热温度、蒸发速度、蒸发空间的大小、压力等有关,所以石油产品的闪点与测定仪器及操作方法有密切关系,是一个条件性很强的指标。

外界压力对闪点影响很大,在外压超过一定范围时,需进行压力校正。

三、实验主要仪器设备和材料

1. 闭口闪点测定器(见图1-3):符合SH/T 0315—92(2004)《闭口闪点测定器技术条件》。

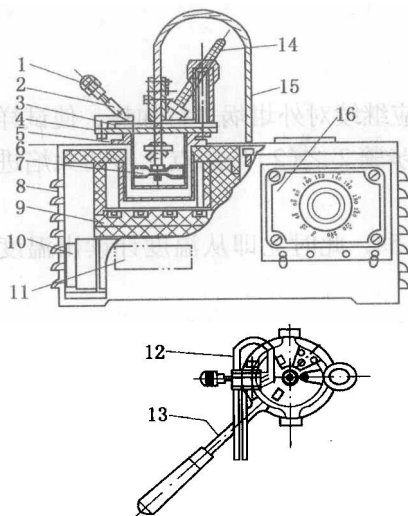


图1-3 闭口闪点测定器

- 1—点火器调节螺丝;2—点火器;3—滑板;
4—油杯盖;5—油杯;6—浴套;7—搅拌桨;
8—壳体;9—电炉盖;10—电动机;
11—铭牌;12—点火管;13—油杯手柄;
14—温度计;15—传动软轴;16—开关箱

2. 温度计:符合GB/T 514《石油产品试验用液体温度计技术条件》。

3. 防护屏:用镀锌铁皮制成,高度550~650mm,宽度以适用为宜,屏身内涂成黑色。

四、实验方法、步骤及结果测试

1. 当试样的水分超过0.05%时,必须脱水。脱水处理是在试样中加入新煅烧并冷却的食盐、硫酸钠或无水氯化钙,试样闪点估计低于100℃时不必加热,闪点估计高于100℃时,可以加热到50~80℃。

脱水后,取试样的上层澄清部分供试验使用。

2. 油杯要用无铅汽油洗涤,再用空气吹干。

3. 在试样和油杯的温度都低于试样脱水温度的情况下,向杯中注入试样到环状标记处,然后盖上清洁、干燥的杯盖,插入温度计,并将油杯放在空气浴中。当闪点低于50℃时,应预先将空气浴冷却到室温(20 ± 5)℃。

4. 将点火器的灯芯或煤气引火点燃,并将火焰调整到接近球形,其直径为3~4mm。

5. 为便于观察闪火,避免气流和光线的影响,闪点测定仪应围着防护屏,并放在避风和较暗的地方。

6. 用检定过的气压计,测出试验时的实际大气压力 p 。

7. 用煤气灯或带变压器的电热装置加热时,应注意下列事项:

(1) 当闪点低于50℃时,从试验开始到结束要不断地进行搅拌,并使试样温度每分钟升高1℃。当闪点高于50℃时,开始加热速度要均匀,并定期进行搅拌。到预计闪点前40℃时,调整加热温度,使在预计闪点前20℃时,升温速度能控制在每分钟升高2~3℃,并不断进行搅拌。

(2) 当试样温度到达预期闪点前 10°C 时, 对于闪点低于 104°C 的试样每经 1°C 进行点火试验; 对于闪点高于 104°C 的试样每经 2°C 进行点火试验。试样在试验期间都要转动搅拌器进行搅拌, 只有在点火时才停止搅拌。点火时, 使火焰在 0.5s 内降到杯上含蒸气的空气中, 留在这一位置上 1s 立即迅速回到原位。如果看不到闪火, 就继续搅拌试样, 并按本条的要求重复进行点火试验。

(3) 在试样液面上方最初出现蓝色火焰时, 立即从温度计读出温度作为闪点的测定结果。得到最初闪火之后, 继续按照上述条件进行点火试验, 应能继续闪火。在最初闪火之后, 如果再进行点火却看不到闪火, 应更换试样重新试验; 只有重复试验的结果依然如此, 才能认为测定有效。

五、实验报告要求

1. 明确实验目的意义。
2. 工艺实验装置原则流程框图。
3. 原始实验数据记录表。
4. 实验数据处理。
5. 实验结果分析与讨论。
6. 实验结论。

六、思考题

1. 点火器火焰大小、火焰离油面高度、停留时间长短均会影响结果, 为什么?
2. 试油加入量必须严格遵照规定, 如加入量过多, 油面上方空间容积相对减少, 升温时, 油蒸气与空气混合物的浓度更易达到爆炸范围, 导致闪点偏低; 如装油量过少, 结果偏高。加油时, 油杯必须放在试验台上, 慢慢注入试油, 以防起泡影响观察刻线。

实验三 石油产品运动黏度测定法和动力黏度计算法

一、实验目的

油品的黏度是评价油品流动性能的指标, 在油品输送和使用过程中, 黏度对流量和压力降影响很大, 是石油化工设计中必不可少的物理参数。油品的黏度与其化学组成密切相关, 它反映了油品的烃类组成特性, 所以是柴油、喷气燃料和润滑油的重要质量指标。

二、实验内容和要求

本方法适用于测定液体石油产品的运动黏度(指牛顿液体)和计算动力黏度。在国际单位(SI)中, 运动黏度单位为 $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, 实际使用中以 $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ 为基本单位, 在温度 $t^{\circ}\text{C}$ 时的运动黏度用符号 ν_t 表示。在温度 $t^{\circ}\text{C}$ 时试油的动力黏度为 $t^{\circ}\text{C}$ 时运动黏度与 $t^{\circ}\text{C}$ 时密度之乘积, 单位为 $\text{mPa} \cdot \text{s}$, 用计算得到, 其符号为 η_t 。

本方法是在恒定的温度下, 测定一定体积的液体在重力下流过一个经标定的玻璃毛细管黏度计的时间(s), 黏度计的毛细管常数与流动时间的乘积, 即为该温度下被测液体的运动黏度。

三、实验主要仪器设备和材料

1. 仪器。

- (1) 毛细管黏度计[应符合 SH/T 0173—92(2004)《玻璃毛细管黏度计技术条件》, 见

图1-4]一组：毛细管内径分别为0.4mm、0.6mm、0.8mm、1.0mm、1.2mm、1.5mm、2.0mm、2.5mm、3.0mm、3.5mm、4.0mm、5.0mm、6.0mm。

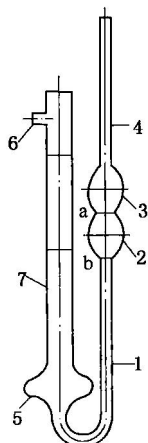


图1-4 毛细管黏度计

- 1—毛细管；
2、3、5—扩张部分；
4、7—管身；6—支管

每支黏度计必须按 JJG 155—1991《工作毛细管黏度计检定规程》进行检定并确定常数。

测定试样的运动黏度时，应根据试样的温度选用适当的黏度计，务使试样的流动时间不少于200s，内径为0.4mm黏度计，流动时间不少于350s。

(2) 恒温浴：带有透明壁或装有观察孔的恒温浴，其高度不小于180mm，容积不小于2L，并附有自动搅拌装置和自动控温系统(精确到 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$)。

根据测定的条件，在恒温浴中注入表1-1中列举的任一液体。

(3) 玻璃水银温度计：分度为 0.1°C 。测定 -30°C 以下温度的黏度时，可以使用同样分度的玻璃合金温度计或其他玻璃液体温度计。

(4) 秒表：分度为0.1s。这个秒表专供测定黏度使用，不应移作它用。用来测定运动黏度的秒表、毛细管黏度计、温度计，都必须定期进行检定。

2. 试剂。

- (1) 洗涤用轻汽油或 NY120 溶剂油。
- (2) 铬酸洗液。
- (3) 石油醚：60~90 $^{\circ}\text{C}$ 。
- (4) 95% 乙醇：化学纯。

表1-1 不同温度恒温浴所使用的液体

测定温度/ $^{\circ}\text{C}$	恒温浴液体
50~100	透明矿物油、甘油、25%硝酸铵水溶液(其表面浮有一层透明矿物油)
20~50	水
0~20	水与冰或乙醇与干冰的混合物
0~-50	乙醇与干冰的混合物或无铅汽油

四、实验方法、步骤及结果测试

1. 调节恒温浴温度，使达到测定温度。

2. 试油如含水，试验前必须先脱水，并用滤纸过滤，除去机械杂质。将过滤后的试油放入小烧杯中。

3. 装入试油前，黏度计必须用轻汽油或石油醚洗涤干净，如沾有污垢，可先用铬酸洗液再用蒸馏水等仔细洗净，然后放入烘箱烘干，或用经棉花滤过的热空气吹干。

4. 将橡皮管套在选好的黏度计支管6上，将黏度计倒置，并用大拇指堵住管身7的管口，然后将管身4的一端插入小烧杯所盛的试油中，此时用橡皮球，从橡皮管的一端将试油吸入黏度计中到达标线b处，同时注意黏度计中试油不得产生气泡和裂隙。当液面正好到达标线b时，从烧杯中提起黏度计，并迅速将它倒置过来，恢复正常位置，将管身外壁所沾试