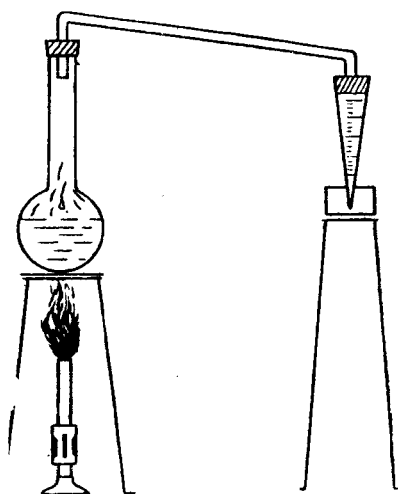


煤焦油产品土分析仪器 制造及使用

石油科学研究院煤焦油分析組編著



石油工业出版社

自党中央提出全民办石油以来，全国各地都兴办起很多小型煤炼油厂，对油料分析仪器的需要量也随着大量增加。但是目前分析仪器的大量供应还有一定的困难，並且在使用上也比較难于掌握。为此，我組試制了七种土分析仪器，並拟訂了仪器的使用方 法。这些仪器分析結果虽不如标准仪器精确，但是誤差不很大，仍有实用的价值。这些仪器构造簡單，使用极簡便，所用材料容易得到，可就地取材，这都是符合大跃进形势的要求。

这里介紹的七种土分析仪器的制造和使用方法，还都沒有經過羣众的考驗，缺点一定很多，希望讀者多提意見。

目 录

序言

比重計的制造和使用.....	1
凝固点测定器的制造和使用.....	3
残炭值测定器的制造和使用.....	4
粘度测定器的制造和使用.....	9
水分测定器的制造和使用.....	13
閉杯閉点测定器的制造和使用.....	15
酚含量测定器的制造和使用.....	18

比重計的制造和使用

附2

一、材 料

1. 玻璃管：长为230毫米，厚为0.2—0.5毫米，直径为5毫米。
2. 砂子：普通干淨砂子，直径約0.5—1毫米。
3. 紙条：繪圖用的方格紙或用較硬的白紙。

二、制 造 方 法

1. 吹玻璃泡：將玻璃管的一端放在火上燒紅，使之封閉；然後繼續加熱到呈紫紅色，並在另一端用嘴吹（吹時把玻璃管取出火焰），將紫紅色部分吹成一個均勻的大小為16—20毫米的玻璃泡（圖1）。

2. 裝細砂：在泡內裝入砂子到頸口處，上面再放些棉花，防止砂粒漏出（圖1）。

3. 划刻度：將玻璃管放入一盛有純酒精（酒精比重為0.8左右）的玻璃筒內，同時放入一支標準比重計。將標準比重計所測出之數記下。然後取15×60毫米的方格紙或白紙，在紙上用鋼筆划一橫道，並在旁邊寫上標準比重計所測出的數值。將紙條捲成圓筒放入玻璃管內，用棍輕輕移動紙筒，使橫道和液面對齊（圖2甲）。然後將帶紙的玻璃管浸入精制汽油中（比重為0.75左右）（圖2乙），在玻璃管上與液面水平接觸的地方用鋼筆或毛筆划上記

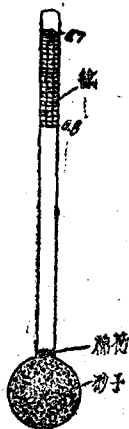


圖1 土比重計

号。將帶紙的玻璃管拿出来，量出紙上刻度和玻璃管上記号之間的距离，將紙取出按照量得的距离，在紙上标出另一刻度（以紙上原有刻度为基准），再放入汽油中校正距离。然后將紙抽出，在这两刻度間划出十等分。把紙筒一端用浆糊固定在玻璃管中，要使紙上的刻度和玻璃管上的記号对齐，然后将玻璃口用火封死。这就是土比重計了。

如果范围不够，依同样方法可用較重溶液定出二点刻度。

如果无标准比重計可以用标准溶液来做，如不同浓度的酒精，水溶液等都可以（它們的比重可在手册中查到）。



图 2 甲

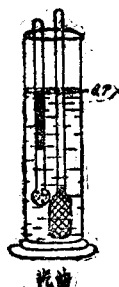


图 2 乙

三、使用 方 法

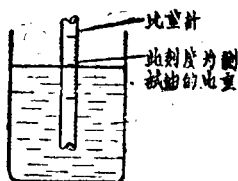


图 3

將足量的試料放入玻璃量筒（鉄筒、木筒都可用），將土比重計插入，使它悬浮在油品中，液面与比重計相接触的刻度即为油品的比重（图 3）。但測定比重时必须在一定温度下进行。如室内温度太低时，可將盛

油量筒放在裝有水的大燒杯或大鐵筒中，加熱至所需之溫度。在凝固狀態下的油品不能測定比重，必須加熱升高溫度，然後將所得結果加以校正並換算到標準的比重數。這樣所得的結果準確到小数第二位，足以控制生產之用。

凝固點測定器的製造和使用

一、材 料

1. 选取直徑為15—17毫米的小瓶或試管，或其他透明的直徑相近的容器（如盛青霉素的瓶）。

2. 溫度計一支：根據不同油樣的要求，可以選擇不同的溫度計。

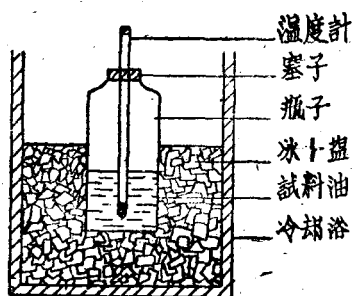
3. 冷卻浴一個：可以用鐵罐、瓷碗或木頭盒等。

4. 加熱器可以利用煤球爐、電爐或噴燈，只要達到溫度50℃就可以使用。

5. 塞子：可用青霉素瓶口的橡皮塞，或用其它瓶口的軟木塞（也可用木頭塞代替）。用釘子在塞子中間打一個孔，用來插溫度計。

二、使 用 方 法

將試油5—10毫升裝入小瓶內。把溫度計插在油的中央，再把它加熱到50℃，逐漸冷卻到室溫。將小瓶裝入內盛冰和鹽（根據油樣不同的凝固點選擇不同的冷卻劑，如0—20℃可用冰和食鹽，零度以上可以用冰水或雪水）的冷卻浴中。使之逐漸冷卻，估計到達凝固點前5℃時，把盛有



附图

試油的小瓶取出立刻傾斜45℃，觀察管內液面是否流動（不超過半分鐘），如不移動，这时的溫度即為凝固點。如果第一次觀察時液面已不動，需將油重新熱至50℃，重復上述手續並提前開始觀察。兩次平行實驗所得結果的差別不應超過2

℃，如果超過2℃則應重做。

根據土儀器測定凝固點的方法和標準方法所得的結果，相差在±2℃的允許範圍內，故此儀器可以用。下面是我們所進行的比較試驗結果：

油 品 方 法	輕柴油	輕柴油	重柴油	輕柴油
土方法	11	14	17	13
標準法	11	14	18	13

殘炭值測定器的製造和使用

殘炭值測定器可代替“康特拉遜”炭渣測定器制。製造時用土罩代替鐵罩。

一、材 料

1. 厚度为0.5毫米及1毫米的白鉄皮各一块。
2. 粘土1公斤，石棉灰0.2公斤。
3. 普通砂子。
4. 噴灯一个（酒精噴灯，打气的油灯均可）。
5. 取直径为40毫米左右、容积为30毫升左右的磁坩堝一个（可用上釉的酒杯或上釉的罐代替）。

二、仪 器 制 造 方 法

1. 泥制土罩：称取50克石棉，250克粘土，用水混合成半稠状态（能捏成型时即可）。做法像北方人做窝窝头一样，先团成圆球，上面略尖一些，然后将大姆指插入里面团成中空的一半圆，下端直径为88毫米，边厚6毫米，高75毫米，上端直径为40毫米（图1）。

2. 土罩上的圆筒：取一厚度为0.5毫米的白鉄皮一块，捲成直径40毫米、高130毫米的圆筒。此圆筒的连接法是使一个边向外捲0.5毫米，另一个边向里捲0.5毫米，然后将两个捲边处套在一起砸平即可。底圆略大，直径为43毫米（图2）。

3. 外鉄坩堝：取一块厚1毫米鉄皮，捲成高60毫米，内径54毫米的圆筒（接的方法与上相同，如图3甲）。

4. 外鉄坩堝底和盖：用厚度为1毫米的鉄皮，做成直径61毫米的圆，捲出2毫米宽的边，盖就做成了。外鉄坩堝的底联接处要紧密，切忌用錫焊，以防高温熔化（图3甲、乙）。

5. 磁坩堝及盖：外鉄坩堝中还需放一个磁坩堝（可用上

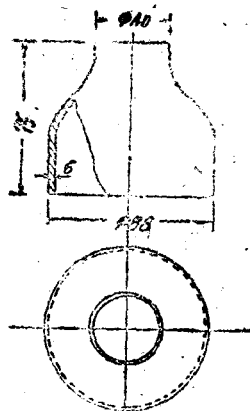


图 1 土罩

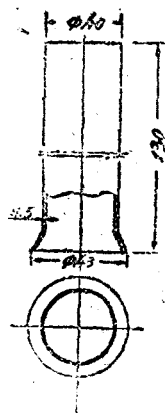


图 2 土罩上的圓筒

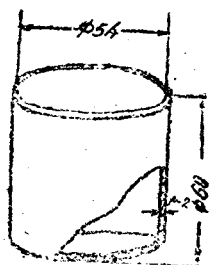


图 3甲 外鉄坩堝

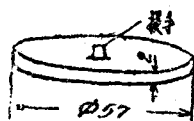


图 3乙 外鉄坩堝蓋

釉的坩堝或有白釉的酒杯代替) (图 4 甲)。磁坩堝需有严密的铁盖。铁盖 (图 4 乙) 是用 0.5 毫米白铁皮剪成的, 比坩堝直径大 4 毫米, 再翻出 2 毫米的边, 使之紧密的扣在錯鍋上。盖上面钻一个直径 4 毫米的圆孔。

6. 坩堝托板: 取一块 0.5 毫米厚铁皮, 剪成直径为 95 毫



图 4 甲 磁坩埚



图 4 乙 磁坩埚盖

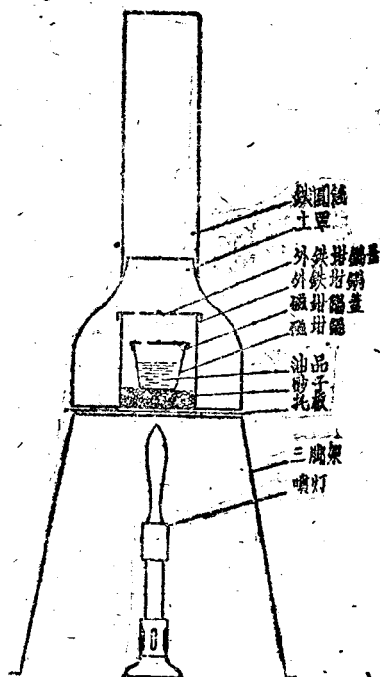


图 5 残炭测定器总图

米的圆盘，上面砸几个小孔（直径约 2 毫米），以通空气（图 5）。

7. 三角铁架是用来支持坩埚托板的。高为 250 毫米。先用直径 10 毫米左右的元铁围成一内径为 85 毫米的圆圈，然后焊上三角便制成了（图 5）。三角铁架也可用砖砌的空心三边墙来代替。

三、使用 方 法

取鍛燒過的砂子7毫升裝入外鉄坩堝中。將磁坩堝先燒到恆重，放進10克油，把蓋子蓋好，放入外坩堝中再蓋上蓋子，移到托板上，最後把土罩及鉄圓筒罩上。然後慢慢加熱，加熱快慢隨油的輕重而不同，輕油要慢些。加熱到試油冒煙後，用紙片點燃，使其燃燒20分鐘左右（可用噴燈在底部加熱使其不斷燃燒），直到不再冒煙，即將火焰加大，使鉄坩堝及托板有些赤紅再繼續燒7分鐘就停火。5分鐘後取出坩堝，冷卻到室溫稱重。

計算方法：

$$\text{殘炭百分含量} = \frac{\text{燃燒後磁坩堝重} - \text{空磁坩堝重}}{\text{試油重量}} \times 100\%$$

根據我們用土儀器測定結果與標準法比較，土法所得的殘炭值比標準法約大3—10%。

土法與標準法結果比較：

油 品 方 法	輕 柴 油	重 柴 油
土 方 法	0.0114	0.92
標 准 法	0.0097	0.89

土法本身平行試驗結果:

次 油 品 數	輕 柴 油	重 柴 油
1	0.0114	0.92
2	0.01	0.94

粘度測定器的制造和使用

土法制的粘度仪器可代替恩氏粘度計。土仪器的內筒和外浴筒是用鉄皮制成的，可用电或酒精灯加热。

一、材 料

1. 厚度为0.5毫米的鉄皮一块。
2. 圓木棒一根，长200毫米，直径7毫米。
3. 溫度計一支（0—100℃）。
4. 粗鉄絲一根，长300毫米。
5. 小酒精灯一个。
6. 口細底粗的玻璃接受器一个，高为230毫米容量为150毫升。

二、制 造 方 法

1. 內筒和外筒都是用0.5毫米厚的鉄皮捲成的。捲口处均用錫焊接起来。內筒高度为170毫米、直径90毫米，外筒直径为130毫米、高150毫米（制造方法同前）（图1）。

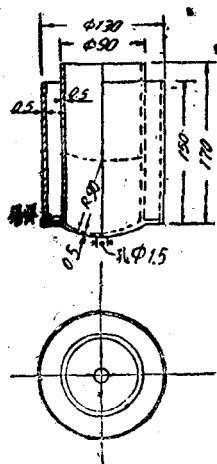


图 1 内筒和外筒

2. 筒底也用 0.5 毫米厚的铁皮制成。将铁剪成一个直径为 135 毫米的圆片，中间用铁锤成 2 毫米高的凹形，要砸得圆滑。将内筒放在它的中心，用锡焊接起来。然后把外筒套在内筒外面，也用锡焊接。底的中心钻一个 1.5 毫米的小孔，此孔也在外筒的中心。内筒壁上划一刻线，高为 100 毫米（由底中心向上算起）（图 1）。

3. 内筒的盖是用厚 0.5 毫米的铁皮制成的。先剪成一个直径 100 毫米的圆，再翻出 5 毫米的边。盖上钻一直径为 8 毫米的孔，用来放木棒，旁边钻一个 4 毫米的孔，用来放温度计。

4. 取一根木棒，削成 200 毫米长，上端直径 7 毫米。棒的下端用刀削尖为 1.0 毫米（图 2）。

5. 搅拌器一个。用粗铁丝制成（图 3）。

6. 三角架可用直径为 10 毫米左右的元铁制造。先把圆铁围成一个内径为 100 毫米的圆圈，然后焊上三脚，高为 250 毫米（图 4）。

三、使用 方 法

1. 将制好的仪器准备好，放平（图 5）。用木棒将 1.5 毫米的孔堵住，将干净的水倒入内筒至刻线处（100 毫米高）。外筒放入大于 100 毫米高的水。



图 2 木棒



图 3 搅拌器

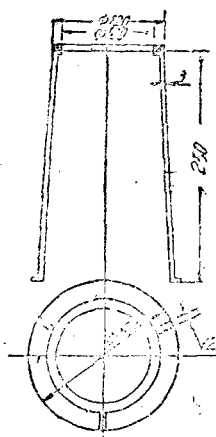


图 4 铁三角架

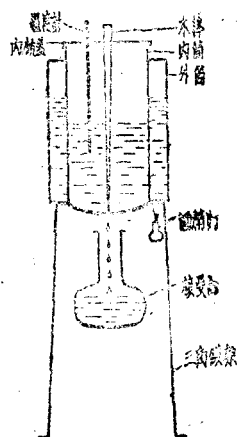


图 5 粘度测定仪器总图

2. 把盖子盖上，將溫度計插好，开始用攪拌器攪拌。外筒水温保持 20°C ，用酒精灯加热15分鐘（外浴温度要比内浴温度高一些），將木塞拔起，同时开动秒表（手表也可以），

使水自小孔流入受器中。水流时间为52秒（ ± 1 秒）。时间到后，以最快的速度将孔堵上记下此秒数即为水值。在受器的水平面处划一道线以记水量。

3. 做油样时将内筒烘干，倒入同体积油（到内筒100毫米的刻线外），开始维持一定的温度的同时（在底部用小酒精灯加热，轻柴油为 20°C ，重柴油为 50°C ）即进行搅拌。同做水值的操作一样，流出与水同体积的油，记下流油的秒数，此秒数与水值的比即为该油品的恩氏粘度。

用土仪器测定与标准法比较结果如下：

油名 方法	輕柴油 (高溫)	輕柴油	重柴油	(減压) 重柴油
土方法	1.04	1.18	3.21	3.87
标准法	1.17	1.35	3.47	4.06

根据比较试验的结果土方法所得的粘度比标准法约小0.1—0.3，虽与标准法相比误差较大，但均在允许误差范围内，所以可以控制生产。

土法本身重复性尚好，平行误差在0.03—0.08之间，是符合要求的，我们所得的一些结果如下：

油名 次 数	輕柴油 (高溫)	輕柴油	重柴油	(減压) 重柴油
1	1.04	1.18	3.21	3.87
2	1.07	1.21	3.19	3.83

水分測定器的制造和使用

一、材 料

1. 容量为250—500毫升的烧瓶一个。
2. 内径5毫米和10毫米，厚0.5毫米的玻璃管各一根。
3. 煤气灯或酒精灯及其他能加热的灯均可，也可用煤球炉。
4. 石棉布（或石棉繩）用来保温。
5. 軟木塞一个。
6. 石棉網一个，加热时用。
7. 三角架一个。

二、制 造 方 法

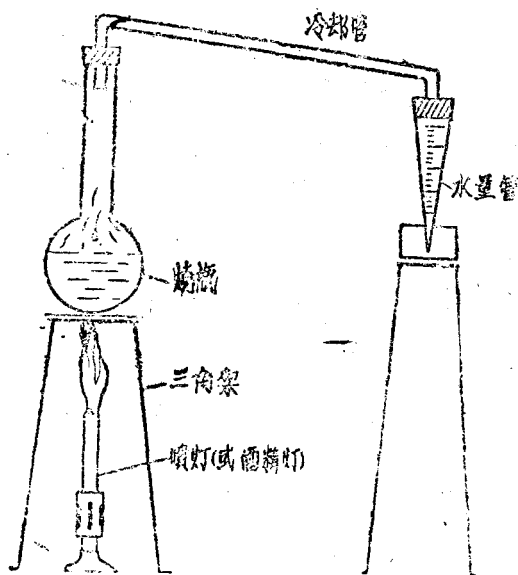
1. 空气冷却管：截取60厘米长的玻璃管（内径5毫米），在各距两端5厘米处用火烧紅，弯成如附图的角度。

2. 水量管：用一根内径10毫米、厚0.5毫米的管子，在距一端80毫米处用火烧紅，拔出一个尖底，再用火烧圓。此管无刻度，可用一支20毫升的滴管来定出刻度。从滴管中滴入0.1毫升水至无刻度的管里，並在液面处刻上刻度，一直刻到10毫升为止。这支水量管就制成了。

用离心管代替也可以。

三、使 用 方 法

1. 試驗前把烧瓶、冷却管、水量管洗淨烘干（微火烤干）。
2. 測輕柴油时，先称瓶的重量，然后将100克左右的試



附图

油倒入烧瓶再称其重量，用烧瓶和試油的重減去空烧瓶重即为油重（称准到0.1克）。

測重柴油和原焦油时則仅称60—70克試样，然后加入50毫升无水輕柴油稀释。

3. 开始加热，要用較小之火焰以防止沸騰太猛。这时在冷凝管中有霧状物产生，說明有冷凝的現象，最好用扇子搨冷却管，帮助冷凝。

4. 等到烧瓶中沒有响声，烧瓶頸沒有水珠后，繼續加热，直至油把冷凝管壁上水珠全部冲下去，方可停止加热。如果