



21世纪高职高专“十二五”规划教材

油品检测技术

YOU PIN JIAN CE JI SHU

主编 李文有 任小娜



天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

21 世纪高职高专“十二五”规划教材

油品检测技术

主编 李文有 任小娜

常州大学图书馆
藏书章

 天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

内 容 提 要

《油品检测技术》是校企合作、共同开发的基于工作过程的教材,根据石油化工职业技能培训要求,将油品分析工专业理论知识和操作技能等相关内容进行整合,旨在使读者通过油品检验的预处理、汽油检验、柴油检验、喷气燃料检验、润滑油检验、润滑脂检验、石油产品添加剂类检验等七个典型情境的学习,渗透相关知识,掌握油品分析工的基本技能。本书是高职高专石油化工类专业的通用教材,也是油品分析操作人员进行职业技能培训的教材和专业技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

油品检测技术/李文有,任小娜主编. —天津:天津大学出版社,2012.3(2013.2重印)

21世纪高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5618-4295-9

I. ①油… II. ①李…②任… III. ①石油产品—检测
IV. ①TE626

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 021729 号

出版发行	天津大学出版社
出 版 人	杨欢
地 址	天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电 话	发行部:022-27403647
网 址	publish.tju.edu.cn
印 刷	廊坊市长虹印刷有限公司
经 销	全国各地新华书店
开 本	185mm×260mm
印 张	9.5
字 数	237 千
版 次	2012 年 3 月第 1 版
印 次	2013 年 2 月第 2 次
定 价	20.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前 言

人才培养模式的改革和创新是目前高等职业教育理论研究的一个热点问题。校企合作、工学结合是培养职业人才的主要教育模式。校企合作、工学结合的人才培养模式充分利用学校和企业两种不同的教育环境和教育资源,通过学校和合作企业双向介入人才培养的全过程,以培养学生的全面职业素质、技术应用能力和就业竞争力为主线,将学校的理论学习、基本技能训练与企业生产有机结合起来,为生产、服务第一线培养人才。

校企合作、工学结合的人才培养模式能够实现学校培养目标与企业评价标准相结合,教学内容与行业标准相结合,教学过程中理论学习与实践操作相结合,学生的角色与企业员工的角色相结合,学习的内容与职业岗位相结合,从而实现职业教育的能力培养专业化、教学环境企业化、教学内容职业化。

为探索工学结合的人才培养模式的有效实现形式,提高学生职业岗位能力,加强工作过程导向的课程建设,提高人才培养质量和整体办学水平,依据企业所采用的国家标准和行业标准分析方法,李文有、任小娜等教师与玉门油田炼化总厂油品分析检验检测中心温永红、王淑琴、周莉、魏双虎等高级工程师共同开发了油品检验的预处理、汽油检验、柴油检验、喷气燃料检验、润滑油检验、润滑脂检验、石油产品添加剂类检验等七个典型工作任务作为本书的学习情境。本教材是按照高职高专教育化工类专业人才的培养目标组织编写的,注重“实际、实践、实用”的原则,突出反映现代油品分析技术的发展,体现其创新性、实用性、综合性和先进性;完全与生产实际相符合,更能体现高职高专模块化的教学特色。

本教材由李文有、任小娜主持编写,其中李文有编写了学习情境一、学习情境二、学习情境三;任小娜编写了学习情境四、学习情境五、学习情境六;郭文婷编写了学习情境七。本教材在编写过程中得到许多人的帮助和指导,其中刘吉和、张禄梅帮助排版、校稿,许新兵对有关内容给予了精心指导,温永红、王淑琴、周莉、魏双虎等高级工程师给予了很大帮助,在此向他们致以衷心的感谢。

由于编者水平和时间有限,不妥之处在所难免。编者衷心希望专家、学者和教师批评与指正。

编者

2012年1月

目 录

学习情境一 油品检验的预处理	1
工作任务一 石油产品试样的采集	1
工作任务二 油品检验结果的报告	10
学习情境二 汽油检验	13
工作任务一 车用无铅汽油馏程测定	13
工作任务二 石油产品水溶性酸及碱测定	21
工作任务三 汽油辛烷值测定(研究法)	25
工作任务四 轻质石油产品铅含量测定(原子吸收光谱法)	37
学习情境三 柴油检验	44
工作任务一 石油产品残炭测定	44
工作任务二 石油产品运动黏度测定和动力黏度计算	51
工作任务三 石油产品水分的测定	59
工作任务四 石油产品硫含量的测定(燃灯法)	64
学习情境四 喷气燃料检验	70
工作任务一 喷气燃料密度的测定	70
工作任务二 喷气燃料酸度的测定	78
工作任务三 喷气燃料冰点的测定	81
学习情境五 润滑油检验	87
工作任务一 石油产品凝点的测定	87
工作任务二 石油产品倾点的测定	93
工作任务三 石油产品闪点与燃点的测定(开口杯法)	99
学习情境六 润滑脂检验	106
工作任务一 石油产品闪点的测定(闭口杯法)	106
工作任务二 石油产品灰分的测定	117
工作任务三 石油产品铜片腐蚀的测定	120
学习情境七 石油产品添加剂类检验	129
工作任务 石油产品添加剂液体化学产品颜色的测定(Hazen 单位一铂-钴色号)	129
附录	136
附录一 常用符号及单位	136
附录二 国内与国际及国外主要油品测试方法标准对应表(国家标准)	137
附录三 国内与国际及国外主要油品测试方法标准对应表(行业标准)	141
参考文献	144

学习情境一 油品检验的预处理

工作任务一 石油产品试样的采集

[任务描述]

完成石油产品试样的采集。

[任务要求]

- (1)掌握油品检验任务及其标准;
- (2)掌握石油产品试样的采集方法。

[学习目标]

- (1)掌握石油产品的概念;
- (2)熟练识别石油产品采样工具。

[技能目标]

正确进行石油产品试样的采集。

[相关知识]

一、石油产品的概念

石油是一种黏稠的可燃性液体矿物油,颜色多为黑色、褐色或暗绿色,少数呈黄色。地下开采出来的未经加工的石油叫原油。石油产品是以石油或石油某一部分做原料,经过物理的、物理化学的或化学的加工过程生产出来的各种商品的总称。

(一)石油的元素组成

虽然世界上各国油田所产原油的性质千差万别,但它们的元素组成基本一致,主要由C、H两种元素组成,其中C含量一般为83.0%~87.0%,H含量一般为10.0%~14.0%;根据产地不同还含有少量的O、N、S和微量的Cl、I、P、As、Si、Na、K、Ca、Mg、Fe、Ni、V等元素。它们均以化合物形式存在于石油中。

(二)石油的化合物组成

1. 烃类化合物

烃类化合物(即碳氢化合物)是石油的主要成分。石油中的烃类数目庞大,至今尚无法确定。但通过大量研究发现,烷烃、环烷烃和芳香烃是构成石油烃类的主要成分,它们在石油中的分布变化较大。例如,含烷烃较多的原油称为石蜡基原油,含环烷烃较多的原油称为环烷基原油,而介于两者之间的石油称为中间基原油。烃的衍生物即非烃类有机物。这类化合物除含有C、H元素外,还含有O、N、S等元素,这些元素含量虽然很少(1%~5%),但它们形成化合物的量却很大,一般占石油总量的10%~15%,极少数原油中非烃类有机物含量甚至高达60%。

2. 无机物

除烃类及其衍生物外,石油中还含有少量无机物,主要是水及Na、Ca、Mg的氯化物、硫酸盐和碳酸盐以及少量泥污等。它们呈溶解、悬浮状态或以油包水型乳化液分散于石油中。

二、石油产品的分类

我国石油产品分类的主要依据是 GB/T 498—87《石油产品及润滑剂的总分类》。该标准按主要用途和特性将石油产品划分为六大类,即燃料(F)、溶剂和化工原料(S)、润滑剂及有关产品(L)、蜡(W)、沥青(B)、焦(C)等。其类别名称代号是按反映各类产品主要特征的英文名称的第一个字母确定的,见表 1—1。

表 1—1 按主要用途和特性将石油产品分类类别(GB/T 498—87)

类 别	各类别的含义
Fuels	燃料
Solvents and raw materials for the chemical industry	溶剂和化工原料
Lubricants, industrial oils and related products	润滑剂及有关产品
Waxes	蜡
Bitumen	沥青
Coke	焦

石油产品分类标准采用统一命名格式,产品整体名称以编码形式表示。其一般形式为

类别—品种 数字

类别:石油产品和有关产品的类别用一个字母表示,该字母和其他符号用半字线“—”相隔。

品种:由一组英文字母组成,其首字母表示组别,后面所跟的字母单独存在时是否有含义,在有关组或品种的详细分类标准中都有明确规定。

数字:位于产品名称最后,其含义被规定在有关标准中。

六大类石油产品中的各类产品按国家标准规定又分不同的组别,可参考 GB/T 7631—89、GB/T 1262.1—90 等标准。

(一)燃料

燃料按馏分组成分为液化石油气、航空汽油、汽油、喷气燃料、煤油、柴油、重油、渣油和特种燃料九组。其主要成分为烃类化合物及少量非烃类有机物和添加剂等。

(二)润滑剂及有关产品

润滑剂是一类很重要的石油产品,包括润滑油和润滑脂。目前,我国润滑剂及有关产品(L)按应用场合划分为 19 类,见表 1—2。

表 1—2 润滑剂及有关产品(L)的分类(GB/T 7631.1—87)

组别	应用场合	组别	应用场合
A	全损耗系统	P	风动工具
B	脱模	Q	热传导
C	齿轮	R	暂时保护防腐蚀
D	压缩机	T	汽轮机
E	内燃机	U	热处理
F	主轴、轴承和离合器	X	用润滑脂的场合
G	导轨	Y	其他应用场合
H	液压系统	Z	蒸汽气缸
M	金属加工	S	特殊润滑剂应用场合
N	电器绝缘		

(三) 蜡

蜡广泛存在于自然界中,在常温下大多为固体,按其来源可分为动物蜡、植物蜡和矿物蜡。石油蜡包括液蜡、石油脂、石蜡和微晶蜡,它们是具有广泛用途的一类石油产品。液蜡一般指 $C_9 \sim C_{19}$ 的正构烷烃,它在室温下呈液态。石油脂又称凡士林,通常是以残渣润滑油料脱蜡所得的蜡膏为原料,按照不同稠度的要求掺入不同量的润滑油,并经过精制后制成的一系列产品。石蜡又称晶形蜡,它是从减压馏分中经精制、脱蜡和脱油而得到的固态烃类,其烃类分子的碳原子数为 $18 \sim 36$,平均相对分子质量为 $300 \sim 500$ 。微晶蜡是从石油减压渣油中脱出的蜡,经脱油和精制而得,其分子的碳原子数为 $36 \sim 60$,平均相对分子质量为 $500 \sim 800$ 。

(四) 沥青

石油沥青是以减压渣油为主要原料制成的一类石油产品,它是黑色固态或半固态黏稠物质。石油沥青主要用于道路铺设和建筑工程上,也广泛用于水利工程、管道防腐、电器绝缘和油漆涂料等方面。

(五) 焦

石油焦为黑色或暗灰色的固体石油产品,它是带有金属光泽、呈多孔性的无定形碳素材料。石油焦一般含碳 $90\% \sim 97\%$,含氢 $1.5\% \sim 8\%$,其余为少量的硫、氮、氧和金属。石油焦一般是减压渣油经延迟焦化而制得,广泛用于冶金、化工等部门,作为制造石墨电极或生产化工产品的原料。

(六) 溶剂和化工原料

溶剂和化工原料一般是石油中低沸点馏分,即直馏馏分、铂重整抽余油及其他加工过程制得的产品,一般不含添加剂,主要用途是作为溶剂或化工原料生产化工产品。

三、油品检验任务

油品检验是指用统一规定或公认的试验方法,分析检验石油和石油产品的理化性质和使用性能的试验过程。

遵照“课程服务于技术,技术服务于职业”的人才培养规律,必须明确油品检验任务。油品检验有如下几项具体任务。

(一) 检验油品质量

确保进入商品市场的油品满足质量要求,促进企业建立健全的质量保证体系。

(二) 评定油品使用性能

对超期储存、失去标签或发生混串的油品进行评定,以便确定上述油品能否使用或提出处理意见。

(三) 对油品质量进行仲裁

当油品生产与使用部门对油品质量发生争议时,可根据国际或国家统一制定的标准进行检验,确定油品的质量,做出仲裁,保证供需双方的合法利益。

(四) 为制定加工方案提供基础数据

对用于石油炼制的油品进行检验,为制定生产方案提供可靠的数据。

(五) 为控制工艺条件提供数据

对石油炼制过程进行控制分析,系统地检验各馏出口产品和中间产品质量,及时调整生产工序及操作,以保证产品质量和安全生产,为改进工艺条件、提高产品质量、增加经济效益

提供依据。

四、油品检验标准

(一)石油产品质量标准

石油产品质量标准是以石油及其产品的技术要求和使用要求为主的主要指标制定的标准。石油产品质量标准包括产品分类、分组、命名、代号、品种(牌号)、规格、技术要求、检验方法、检验规则、产品包装、产品识别、运输、储存、交货和验收等内容。

我国主要执行中华人民共和国强制性标准(GB)、推荐性国家标准(GB/T)、石油和石化行业标准(SH)和企业标准,涉外的按约定执行。我国石油产品标准和石油产品试验方法标准的主管机关是中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

(二)石油产品分析的方法标准

石油产品分析的方法标准是在条件性试验的前提下选定的测试方法标准,包括适用范围、方法概要、使用仪器、材料、试剂、测定条件、试验步骤、结果计算、精密度等技术规定。根据标准的适应领域和有效范围分为以下五类。

1. 国际标准

国际标准指国际标准化组织(ISO)所制定的标准及其所公布的其他国际组织制定的标准。它是由共同利益国家合作与协商制定的,被大多数国家所承认的,具有先进水平的标准。

2. 地区标准

地区标准是指局限在由几个国家和地区组成的集团使用的标准,如欧盟标准(EN)。

3. 国家标准

国家标准是在全国范围内为统一技术要求而制定的标准,是由国家指定机关制定、颁布实施的法定性文件。国家标准号前都冠以不同字头。例如,中国用 GB 表示,美国用 ANSI、英国用 BSI、德国用 DIN、日本用 JIS、俄罗斯用 ГОСТ 等表示。

4. 行业标准

在无现行国家标准而又需要在全国行业范围内统一技术要求时,要制定行业标准。行业标准由国务院有关行政主管部门制定,并报国务院标准化行政部门备案,如中国石油化工股份有限公司标准用 SH。行业标准分为强制性标准和推荐性标准。

国外先进行业标准有美国材料与试验协会标准 ASTM、英国石油学会标准 IP 和美国石油学会标准 API。它们都是世界上著名的行业标准,是各国分析方法靠拢的目标。

5. 企业标准

企业标准是在没有相应的国家或行业标准时企业自身所制定的试验方法标准。企业标准须报当地政府标准化行政主管部门和有关行政主管部门备案。企业标准不得与国家标准或行业标准相抵触。为了提高产品质量,企业标准可以比国家标准或行业标准更为先进。

石油产品试验方法标准属技术标准中的方法标准。我国石油产品试验方法标准编号意义如下:编号的字母(汉语拼音)表示标准等级,带有 T 的为推荐性标准,无 T 的为强制性标准,中间数字为标准序号,末尾的两位或四位数字为审查批准年号,批准年号后面若有括号时,括号内数字为对该标准进行重新确认的年号。例如,GB 18351—2004 为中华人民共和国国家标准第 18351 号,2004 年批准;GB/T 7607—2002 为中华人民共和国国家推荐性标准第 7607 号,2002 年批准;GB/T 264—83(91)为中华人民共和国国家推荐性标准第 264 号,1983 年批准,1991 年重新确认;SH/T 4508—1999 为中国石油化工股份有限公司推荐

性标准第 4508 号,1999 年批准。

五、石油产品试样的采集

(一)常用术语

1. 用以测定平均性质的试样

1)上部样 在石油或液体石油产品的顶液面下其深度的 $1/6$ 处所采取的试样称为上部样。

2)中部样 在石油或液体石油产品的顶液面下其深度的 $1/2$ 处所采取的试样称为中部样。

3)下部样 在石油或液体石油产品的顶液面下其深度的 $5/6$ 处所采取的试样称为下部样。

4)代表性试样 从油罐或其他容器中,或者从通过管线交付的一批石油或液体石油产品中所采取的试样,使用标准试验方法测定其特性,在实验室的重复性范围内,所采取试样的物理、物理化学特性要与被取样油品的体积平均特性相同。

5)组合样 按等比例合并若干个点样所获得的代表整个油品的试样称为组合样。组合样常见的类型是由按下述的任何一种情况合并试样而得到的:

(1)按等比例合并上部样、中部样和下部样;

(2)按等比例合并上部样、中部样和出口液面样;

(3)对于非均匀油品,在多于 3 个液面上采取的一系列点样,按其所代表的油品数量的比例掺和而成;

(4)从几个油罐或油船的几个油舱中采取的单个试样,以每个试样所代表的总数量成比例地掺和而成;

(5)按规定的时间间隔从管道内流动的油品中采取的一系列相等体积的点样。

6)间歇样 在泵送操作的整个期间内所取得的一系列试样合并而成的管线样称为间歇样。

2. 用以测定某一点性质的试样

1)点样 从油罐中规定位置采取的试样,或者在泵送操作期间按规定的时间间隔从管线中采取的试样称为点样,它只代表石油或液体石油产品本身的这段时间或局部的性质。

2)顶部样 在石油或液体石油产品的顶液面下 150 mm 处所采取的点样称为顶部样。

3)底部样 从油罐底部或者从管线中的最低点处的石油或液体石油产品中采取的点样称为底部样。

4)排放样 从排放活栓或排放阀门采取的试样称为排放样。

5)出口液面样 从油罐内能抽出石油或液体石油产品的最低液面处取得的点样称为出口液面样。

6)罐侧样 从适当的罐侧取样处采取的点样称为罐侧样。

7)表面样 从罐内顶液面处采取的点样称为表面样。

3. 试样容器

试样容器是用于贮存和运送试样的容器。

4. 试样收集器

试样收集器通常是一个连接到取样连接管或管线取样器的容器,用于收集试样。卸开时,可以作为一个试样容器使用。

5. 取样装置

取样装置是可携带的或固定的用于采取试样的设备。

6. 等流样

在石油或液体石油产品通过取样口的线速度与管线中的线速度相等,并与管线中整个流体流向取样器的方向一致时,从管线取样器采取的试样称为等流样。

7. 流量比例样

在输送石油或液体石油产品期间,在其通过取样器的流速与管线中的流速成比例的任一瞬间从管线中采取的试样称为流量比例样。

8. 时间比例样

在输送石油或液体石油产品期间,定期从管线中采取的多个相等点样合并而成的试样称为时间比例样。

(二) 采样工具

石油产品种类很多,按照样品类别的不同,应使用不同的采样工具正确地采集石油产品试样。

1. 液态石油产品的采样工具

1) 液体取样器(见图 1-1)及带测深锤的金属卷尺 适用于在油罐、油槽车、油船中采取组合样或点样。其中取样器是一个底部加重(一般是灌铅)并设有开启器盖的金属容器,或是一个安装在加重金属框内的玻璃瓶,瓶口用系有绳索的瓶塞塞紧,见图 1-2。

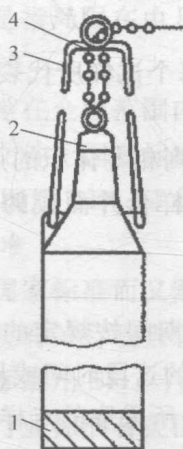


图 1-1 液体取样器

1—外部铅;2—锥形帽;3—锤铜丝手柄;4—提取链



图 1-2 取样笼

2) 底部取样器 底部取样器(见图 1-3)是一种能够采取距油罐底部 3~5 cm 处试样的取样器。

3) 沉淀物取样器 沉淀物取样器(见图 1-4)是用以采取液态石油产品中残渣或沉淀物的取样器。这种取样器是一个带有抓取装置的坚固的黄铜盒,其底是两个由弹簧关闭的夹片组,取样器机构由吊缆放松。

4) 直径为 10~15 mm 的长玻璃、金属或塑料管子 适用于小容器(如桶、听、瓶子或公路罐车)中液体石油产品的采样。

5) 500~1 000 mL 的小口试剂瓶 适用于装有旁通阀门的管线中石油或液体石油产品的采样。

6)管道取样装置(见图 1—5) 适用于输油管线中输送的石油或液体石油产品的采样。

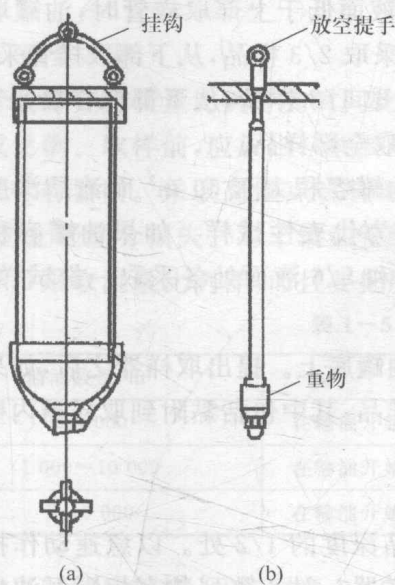


图 1—3 底部取样器

(a)外壳 (b)内芯

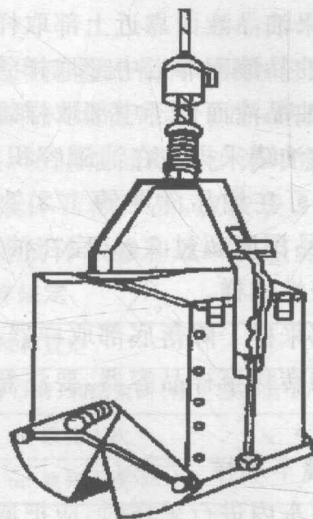


图 1—4 沉淀物取样器

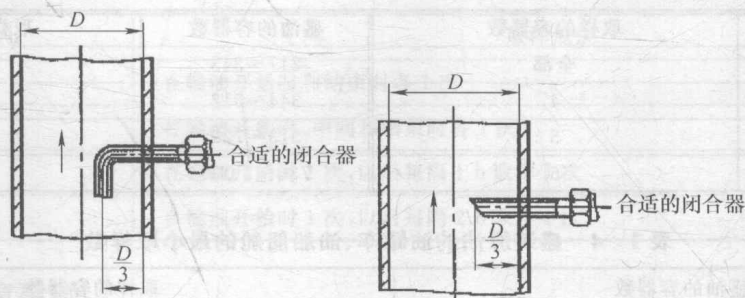


图 1—5 典型的管道取样装置

2. 固体及半固体石油产品的采样工具

1)螺旋形钻孔器或活塞式穿孔器 适用于膏状或粉状石油产品的采样。

2)不锈钢或镀铬刀子 适用于可溶性固体石油产品的采样。

3)铲子 适用于不能熔化的石油产品,如石油焦等的采样。

3. 气体石油产品的采样工具

1)橡皮球胆 适用于处于正压状态、无腐蚀性气体的采样。

2)带有抽气装置的大容量集气瓶 适用于处于常压或负压状态下气体的采样。

3)连接流量计和抽气装置并盛有吸收液的吸收瓶 适用于可被吸收液吸收的气体,如硫化氢、氨气等的采样。

(三)采样方法

1. 油罐采样

1)立式油罐采样 最常用的是组样。当从单个立式油罐中采取用于检验油品质量的组样时,按等比例合并上部样、中部样和出口液面样。当从单个油罐中采取用于计算油品数量的组样时,按等比例合并上部样、中部样和下部样。

2)罐侧采样 取样阀应装到油罐的侧壁上,与其连接的取样管至少伸进罐内 150 mm。下部取样管应安装在出口管的底液面上。当罐内油品液面低于上部取样管时,油罐取样方法如下:如果油品液面靠近上部取样管,从中部取样管采取 2/3 样品,从下部取样管采取1/3 样品;如果油品液面靠近中部取样管,从中部取样管采取 1/2 样品,从下部取样管采取 1/2 样品;如果油品液面低于中部取样管,从下部取样管采取全部样品。

3)卧式油罐采样 在油罐容积不大于 60 m³,或油罐容积大于 60 m³ 而油品深度不超过 2 m 时,可在油品深度的 1/2 处采取一份试样,作为代表性试样。如果油罐容积大于 60 m³且油品深度超过 2 m,应在油品体积的 1/6、1/2 和 5/6 液面处各采取一份试样,混合后作为代表性试样。

4)底部采样 降落底部取样器,将其直立地停在油罐底上。提出取样器之后,如果需要将其内含物转移至样品容器,要注意正确地转移全部样品,其中包括黏附到取样器内壁上的水和固体等。

2. 油罐车采样

在油罐车内进行采样时,应把取样器降到罐内油品深度的 1/2 处。以急速动作拉动绳子,打开取样器的塞子,待取样器内充满油后,提出取样器。对于整列装有相同石油或液体石油产品的油罐车,应按表 1—3、表 1—4 所示的取样车数进行随机取样,但必须包括首车。

表 1—3 盛装石油产品的油罐车、小容器、油船船舱的最小取样数

盛油的容器数	取样的容器数	盛油的容器数	取样的容器数
1~3	全部	217~343	7
4~64	4	344~512	8
65~125	5	513~729	9
126~216	6	730~1 000	10

表 1—4 盛装原油的油罐车、油船船舱的最小取样数

盛油的容器数	取样的容器数
1~2	全部
3~6	2
7 及以上	3

3. 桶或听采样

取样前,将桶口或听口向上放置。当需要测定水或其他不溶污染物时,让桶或听保持此位置足够长的时间,以使污染物沉淀下来。打开盖子,把盖子湿侧朝上放在塞孔旁边。如果使用的取样管是由玻璃、金属或塑料制成的,则可用拇指按住清洁干燥的取样管的上端口,把管子插进油品中约 300 mm 深,移去拇指,让油品移动,使油品能接触取样时被浸入的管子内表面部分,用这样的方法来冲洗管子。在取样操作期间,要避免抚摸管子已浸入油品的部分,放掉并排净管内的冲洗油品。将按上述方法准备好的取样管上端口放开,插入油品中。插入的速度应使管内液面同管外液面大致相同,这样可取得油品全深度的试样。用拇指按住上端口,迅速提出管子,把油品转入试样容器中,此为组合样。桶装或听装的石油产品按表 1—3、表 1—4 的规定进行随机取样。

4. 油船采样

在油船上采样时,每舱都要取上部样、中部样和下部样三个试样,并以相等的体积掺和

成该舱的组合样。对于装载相同油品的油船,应按表 1—3 和表 1—4 所示的舱数进行随机取样。

5. 管线采样

管线样分为流量比例样和时间比例样两种。推荐使用流量比例样,因为它和管线内的流量成比例。取样前,应放出一些要取样的油品,把全部取样设备冲洗干净,然后把试样收集在试样容器内。采取高倾点试样时,要注意线路保温,防止油品凝固。采取挥发性试样时,要防止轻组分损失。对于输油管线中输送的石油或液体石油产品,应按表 1—5 的规定从取样口采取流量比例样,而且要把所采取的样品以相等的体积掺和成一份组合样。

表 1—5 管线流量比例样取样规定

输油数量/m ³	取样规定
≤1 000	在输油开始时(指管内油品流到取样口时)和结束时(停止输油前 10 min)各一次
1 000~10 000	在输油开始时 1 次,以后每隔 1 000 m ³ 取样 1 次
>10 000	在输油开始时 1 次,以后每隔 2 000 m ³ 取样 1 次

对于时间比例样,可按照表 1—6 的规定从取样口采取样品,要注意把所采取的样品以相等的体积掺和成一份组合样。

表 1—6 管线时间比例样取样规定

输油时间/h	取样规定
≤1	在输油开始时和结束时各 1 次
1~2	在输油开始时、中间和结束时各 1 次
2~24	在输油开始时 1 次,以后每隔 1 h 取样 1 次
>24	在输油开始时 1 次,以后每隔 2 h 取样 1 次

六、采样注意事项

采取石油产品试样的注意事项在检验标准中都有具体的规定,只有熟知这些规定并正确着装的人员才能进行采样操作。根据石油产品的状态不同,采样时还应特别注意以下几点。

(一) 采取液体石油产品

- 1) 采样器材质 不能与试样发生反应;采取低闪点的试样时,不允许使用铁制采样器。同时,采样器应分类使用和存放。
- 2) 高温及挥发性试样 采取高温试样时,应做好防烫伤的准备工作;采取挥发性试样时,应站在上风口,避免中毒。
- 3) 易燃易爆试样 采取具有可燃烃蒸气或低闪点的试样时,应做好防静电准备工作。
- 4) 防止带水 如罐底有水垫,需了解水层高度,以避免采底部样时带水。
- 5) 试样高度 所采试样不宜装满试样容器,应留出至少 10% 的无油空间。

(二) 采取固体石油产品

- 1) 采样用具 采样用具、样品瓶等必须清洁干净,应用被取的产品冲洗至少一次,以避免沾污试样。
- 2) 试样的代表性 取样必须注意其代表性,并按规定采够数量,采取的试样需混匀后,

才能进行分析试样的制备工作。

3) 试样容器应贴上标签 标签记号应是永久的,并应在一个专用的记录本上作取样的详细记录。

(三) 采取气体石油产品

1) 防止泄漏 应仔细检查,防止容器或管线内气体外泄。

2) 防爆 防止产生火花引燃致爆,灯和手电筒应是防爆型的。

3) 防止中毒或窒息 在敞口容器或塔体内采样时应防止中毒或窒息,应二人结伴进行。

工作任务二 油品检验结果的报告

[任务描述]

完成石油产品试样的检验结果的报告。

[任务要求]

(1) 掌握石油产品精密度的计算;

(2) 掌握石油产品重复性的计算。

[学习目标]

(1) 掌握石油产品再现性分析;

(2) 熟练掌握石油产品检验结果报告的书写。

[技能目标]

正确进行石油产品检验结果处理和分析。

[相关知识]

一、精密度

用同一试验方法对同一试样测定所得两个或多个结果的一致性程度,称为精密度。通常油品检验的精密度用重复性和再现性表示。

(一) 重复性(r)

重复性是指在相同的试验条件(同一操作者、同一仪器、同一实验室)下,在短时间间隔内,按同一方法对同一试样进行正确和正常操作所得独立结果在规定置信水平(95%置信度)下的允许差值。即在重复条件下,取得的两个结果之差小于或等于 r 时,则认为结果合格;否则,大于 r 时,则两个结果都应认为可疑。

(二) 再现性(R)

再现性是指在不同试验条件(不同操作者、不同仪器、不同实验室)下,按同一方法对同一试样进行正确和正常操作所得独立结果在规定置信水平(95%置信度)下的允许差值。当两个实验室得到的结果,其差值小于或等于 R 时,则认为这两个结果是可接受的,可取这两个结果的平均值作为测定结果;否则,两者均可疑。

二、检验结果报告

(一) 检验结果处理

1. 重复性分析

分析油品检验时,必须按要求对检验结果重复性进行分析,以判断其可靠性。当两次检验结果之差小于或等于95%置信水平下的 r 值时,则认为两个结果均可靠,数据有效,可将

其平均值作为检验结果。若两次检验结果之差大于 95% 置信水平下的 r 值,则两个结果都可疑。此时,至少要取得三个以上结果(包括最先两个结果),然后计算最分散结果和其余结果的平均值之差,将其差值与方法要求的 r 值作比较:若差值小于或等于 r 值,则认为其结果有效,取它们的平均值作为检验结果;反之,则舍弃最分散的数据,再重复上述方法,直至得到一组可接受的结果为止。但是,在 20 个以下的结果中,当舍弃两个或更多结果时,就应检查操作方法和仪器的工作情况。

例如,在沥青软化点检验中,采用 GB/T 4507—1999 标准方法,其重复性要求为同一操作者,对同一试样重复检验的两个结果之差不大于 1.2°C 。如果两次检验结果分别为 116.8°C 和 115.7°C ,则其差值为: $116.8^{\circ}\text{C} - 115.7^{\circ}\text{C} = 1.1^{\circ}\text{C} < 1.2^{\circ}\text{C}$,可见这两次检验结果均符合重复性要求,则其检验结果应为 $(116.8^{\circ}\text{C} + 115.7^{\circ}\text{C})/2 = 116.25^{\circ}\text{C}$ 。

2. 再现性分析

两个实验室得到的结果,其差值小于或等于 R 时,则认为这两个结果是可接受的,可取这两个结果的平均值作为测定结果;若其差值大于 R ,两个结果均可疑,则需两个实验室至少得到三个可接受的结果,然后计算两个实验室所有可接受结果的平均值之差,再用 R' 代替 R 判断再现性。

$$R' = \sqrt{R^2 - \left(1 - \frac{1}{2K_1} - \frac{1}{2K_2}\right)r^2}$$

式中: K_1 ——第一个实验室的结果数值;

K_2 ——第二个实验室的结果数值。

(二) 检验结果报告

及时、准确反馈检验结果,可为油品的生产、储存和使用提供正确判断的依据。这就需要填写规范的检验结果报告单。紧急情况下,可先用电话报告检验结果后送书面报告。检验结果报告单一般以图表或文字形式填写,要求清楚、完善、准确,不得涂改或臆造数据。

检验结果报告单通常包括检验项目、试样名称、试样编号、采样地点、采样时间、执行标准、实验室温度、大气压、检验次数、仪器型号、完成检验时间、检验结果、检验人员、检查者签字、技术负责人签字、实验室所在单位盖章等。

[知识和技能考查]

1. 名词解释

- (1) 油品 (2) 油品检验 (3) 国际标准 (4) 国家标准 (5) 油品试样
(6) 组合样 (7) 精密度 (8) 重复性

2. 判断题(正确的画“√”,错误的画“×”)

- (1) GB/T 7607—2002 为中华人民共和国国家推荐性标准第 7607 号,2002 年批准。 ()

(2) 我国石油产品国家标准是由国务院标准化行政主管部门指派中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院组织制定的,目前由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局和国家标准化管理委员会联合发布实施。 ()

- (3) 从一定数量整批物料中采取少量试样的过程称为采样。 ()

- (4) 在相同的试验条件下(同一操作者、同一仪器、同一实验室),在短时间间隔内,按同

一方法对同一试样进行正确和正常操作所得独立结果在规定置信水平(95%置信度)下的允许差值称为再现性。()

(5)当两次检验结果之差小于或等于 95%置信水平下的 r 值时,则认为两个结果均可靠,数据有效,可将其平均值作为检验结果。()

(6)检验结果报告单通常不包括采样地点和采样时间。()

3. 填空题

(1)组成石油的元素主要是____、____、____、____、____。非烃元素含量虽少,但对____影响很大,在油品生产中应尽量____除去。

(2)根据 GB/T 498—87《石油产品及润滑剂的总分类》,按石油产品的主要用途和特性将石油产品划分为____大类。各类的符号和含义分别是____、____、____、____、____。

(3)发动机燃料包括____、____和____。

(4)润滑剂包括____和____。

(5)石油蜡是由____脱蜡得到的蜡膏,经进一步脱油和精制而得到的成品。包括____、____、____、____、____等五个系列。

(6)石油沥青是以____为主要原料制成的一类石油产品,它是黑色固态或半固态黏稠物质。石油沥青分为____、____、____、____四个系列。

(7)我国采用国际标准或国外先进标准的方式通常有____、____和____。

(8)从油罐中规定位置采取的试样,或者在泵送操作期间按规定的時間间隔从管线中取得的试样,称为____。

4. 选择题(请将正确答案的序号填在括号内)

(1)下列石油馏分中,不属于轻质油的是()。

- A. 汽油 B. 润滑油 C. 轻柴油 D. 喷气燃料

(2)石油产品分类名称 L—HV32 中英文字母 H 的含义是()。

- A. 润滑剂 B. 低温抗磨 C. 液压系统用油 D. 黏度等级

(3)在石油或液体石油产品的顶液面下其深度的 1/6 处所采取的试样称为()。

- A. 撇取样 B. 顶部样 C. 中部样 D. 上部样

(4)下列国外先进标准中,表示美国材料与试验协会标准的是()。

- A. ASTM B. IP C. ISO D. API

(5)下列采样器中适合采取下部样的是()。

- A. 底部取样器 B. 沉淀物取样器 C. 全层取样器 D. 加重采样器