

101832

高等學校教學用書

石油工學實驗

И. П. ЛУКАШЕВИЧ и Е. В. СМІДОВИЧ 著

周家驩 李金洋 譯

高等教育出版社

高等學校教學用書



石油工學實驗

И. И. 魯卡舍維奇 E. B. 斯密多維奇著
周家驪 李金洋譯

高等教育出版社



本書係根據蘇聯國立石油及礦物燃料科技書籍出版社 (Государственное научно-техническое издательство нефтяной и Горнотопливной литературы) 出版的魯卡舍維奇 (И. П. Лукашевич) 及斯密多維奇 (Е. В. Смидович) 原著“石油工學實驗”(Практикум по технологии нефти) 1952 年校訂補充第二版譯出。原書經蘇聯高等教育部審定作為高等石油學校學生之教材。

本書講述在實驗裝置中進行的石油加工的各種工藝過程。並講述了實驗的設備和進行實驗的方法。

本書除了作為高等石油學校學生教材之用而外，對於科學研究所及實驗室中從事於石油加工方面的科學研究工作人員亦有助益。

本書係由北京石油學院周家驊、李金洋同志翻譯，並由周家驊同志校訂。

石 油 工 學 實 驗

書號80(課75)

魯 卡 舍 維 奇 等 著

周 家 驊 李 金 洋 譯

高 等 教 育 出 版 社 出 版

北 京 琉 璃 廠 一 七 〇 號

(北京市書刊出版業營業許可證出字第〇五四號)

新 華 書 店 上 海 發 行 所 總 經 售

商 務 印 書 館 印 刷 廠 印 刷

上 海 天 通 巷 路 一 九 〇 號

開本787×1092 1/25 印張10 11/12.5 字數 220,000

一九五四年九月上海第一版

印數 1—2,500

一九五四年九月上海第一次印刷

定價 半 15,500

原 序

由於石油加工過程的種類繁多，所以在我國（指蘇聯）高等石油學校中講授的“石油及燃氣工學”這門課程，便不得不分成數個各自獨立的部分。因此，所編寫成的石油工學實驗一書，也相應地由下列各個部分組成：石油及燃氣的研究，製取輕質石油產品的石油直餾法，石油的破壞加工過程（裂化，烴氣體的加工等），燃料及潤滑油的精製，潤滑脂及其他產品的製造。

著者認為，將石油實驗室中的實驗研究工作的基本要素作成專章來講述是有必要的。

在個別的情況下，實驗題目是與課程設計的內容相結合的。

本書對於石油加工各過程的物料平衡的製定，給予了特別的注意。

在第二版的本書中，加入了石油加工的新過程的實驗題目。

刪去了第一版書中詳細講述燃料及潤滑油的商品性質的各個章節。

按照生產數據將進行研究的條件加以具體化。

著者在編寫本書時，廣泛地利用了我國（指蘇聯）研究工作者們的數據，這些研究工作者在實驗室中於石油加工過程方面研究出了很多嶄新的方法。

在選擇實驗題目時，曾注意一點，就是要用容易製備且使學生容易掌握的簡單設備來表現基本的目前通行的加工過程。

在進行實驗時必須的參考書如下：（1）“石油產品、檢驗方法”ГОСТ 彙集（Сборник ГОСТ ‘Нефтепродукты. Методы испытания’, Стандартиз, 1950），（2）А. И. 斯可布洛主編“燃料及礦物油的工業分析”（‘Технический анализ топлив и минеральных масел’ под ред. А. И. Скобло, Гостоптехиздат, 1951），（3）“石油產品的工業規格”（‘Техни-

ческие нормы на нефтепродукты' 1951)。

本書第一至第九章係由 Е. В. 斯密多維奇寫成，第十至第十五章係由 Е. П. 魯卡舍維奇寫成；實驗題目“苯的烯烴催化烴化”是由技術科學候補博士 Ю. Л. 赫米爾里茨基(Ю. Л. Хмельницкий)編成。

目 錄

原序

第一篇 通論

第一章 實驗室研究工作的基本要素	1
石油實驗室內的技術保安 基本工業指標的測量方法 設備的準備和安裝 實驗結果的整理	
第二章 蒸餾與精餾	22
一次汽化或平衡汽化 不帶精餾的漸次汽化 附有精餾的漸次汽化 真空蒸餾 水蒸汽蒸餾	

第二篇 石油原料的研究

第三章 石油的研究	43
石油性質之測定	
第四章 氣體烴類的研究	57
概說 氣體的比重 測定氣體的餾分組成的低溫精餾法 氣體的化學組成的測定	

第三篇 輕質石油產品和燃料的研究及製造

第五章 製取輕質石油產品的直餾石油法	81
第六章 汽油的高壓熱裂化製造方法	87
過程的簡單介紹 實驗室中的高壓熱裂化 裂化產品和原料的分析	
第七章 製造汽油的催化裂化過程	111
過程的簡單介紹 用具有固定床催化劑的連續操作實驗裝置進行裂化 具有玻璃反應器的實驗裝置 裂化產品及原料的分析 附有自動加料的實驗裝置	
第八章 用氣體製造高辛烷值燃料	127
苯的烯烴催化烴化	127
過程的簡單介紹 在實驗室的條件下進行苯的烯烴催化烴化反應 實驗產物的分析	
裂化氣體中烯烴的催化疊合	135
過程的簡單介紹 在實驗裝置中進行丁烷-丁烯餾分的催化疊合實驗 反應產物的分析及物料平衡的製定	

第九章 芳香烴和石油焦炭的製造137

芳香烴的高溫熱解法製造過程 137

過程的簡單介紹 在實驗裝置中進行高溫熱解 高溫熱解的產物及原料的分析

汽油-里格羅因餾分的催化芳構化146

過程的簡單介紹 汽油-里格羅因餾分在實驗裝置中的催化芳構化

重質石油殘油的焦炭化 152

過程的簡單介紹 在實驗室的條件下進行焦炭化實驗 焦炭化的產物及原料的分析

第十章 燃料的精製157

概說 鹼洗 裂化汽油的氣相白土精製 汽油的催化脫硫

第四篇 潤滑油的研究和製造

第十一章 重油中潤滑油的最大含量的測定和所需質量的潤滑油

餾出物及殘餘物的製取172

概說 測定重油餾分組成的格羅茲內石油研究所方法 在實驗裝置中用一次汽
化法來測定重油中潤滑油餾分的最大含量 所需質量的潤滑油餾出物及殘餘物
的製取

第十二章 潤滑油餾分的吸附法及選擇溶劑法研究182

概說 潤滑油餾分的吸附分離

第十三章 潤滑油的精製193

概說

潤滑油的溶劑精製 194

潤滑油餾分的選擇溶劑精製 潤滑油的脫瀝青 脫蠟 溶劑的蒸出

潤滑油的鹼洗和鹼洗 214

鹼洗 乾燥 硫酸洗滌 酸性油的加鹼中和

潤滑油的白土精製 223

過濾法過濾 接觸精製

第五篇 石油加工的其他產品的研究和製造

第十四章 潤滑脂的製造236

概說 鈣皂潤滑脂 鈉皂潤滑脂 鋁皂潤滑脂 銻皂潤滑脂 含烴潤滑脂

第十五章 石油加工的其他產品249

石蠟、地蠟、凡士林 瀝青

石油工學實驗

第一篇 通論

第一章 實驗室研究工作的基本要素

石油實驗室內的技術保安

在石油實驗室工作時應記住一點，就是我們所研究的原料或產品都是容易着火的，因此在工作時必須遵守下列的預防措施。

(1) 不要將盛有石油產品的容器(如加料滴管、受器、燒瓶)放於火焰附近。

(2) 在裝置設備時必須使設備的聯接處堅密，以免液體、蒸氣或氣體漏出。

(3) 加熱易燃液體(如汽油、苯等)時，必須用火焰不外露的加熱器或用水浴加熱。

在需要用直接火焰來加熱的情況下(如汽油的標準分餾時)，則須特別仔細地控制燈的火焰和避免燒瓶的過熱。

當蒸餾揮發性溶劑時，如果溶劑是單純化合物，便須要知道它的沸點；如果溶劑是一種汽油餾分，便須要知道它的大約的餾分組成。

水浴的溫度不應過度高於溶劑的沸點；例如，苯(沸點為 81.1°C)的蒸餾可在水浴中順利地進行，而蒸餾硫醚時水浴的溫度便需要保持在 50°C 左右(如將水加熱至沸，便會引起醚的劇烈蒸發)等等。石油實驗室中常用的溶劑的沸點及其他物理化學性質的數據如表1所示。

表 1. 溶劑的物理化學性質

溶 劑	比重(20~25°C 時)	沸 點 °C	凝 固 點 °C
汽 油	0.872	80.1	5.6
甲 苯	0.862	110.6	-95
丙 酮	0.788	56.1	-94.3
硝 酸 乙 酯	0.731 (4°C 時)	35.6	-117.6
甲 醇	0.786	64.5	-97.0
乙 醇	0.789	78.4	-112
苯 胺	1.022	184.4	-6.2
硝 基 苯	1.198	210.8	5.8
糠 醛	1.154	161.7	-38.7
正 庚 烷	1.071	182.2	40.9
二 氯 乙 烷	0.683	98.4	-90.6
哥 羅 芳	1.245	83.7	-35.3
膠 鞋 汽 油	1.489	62	-64
	0.720—0.730	80—120	—

(4) 在蒸餾易燃油品時，在容器下須放置高邊鐵盤，盤邊之高度為 8~10 公分。

當石油產品着火的時候，不可用水救火。

燃着的石油產品須用沙子或用二氧化碳滅火器將其熄滅；燃着的東西則須要用毯將其覆蓋而使火熄滅。

當發生着火的時候，應立即將所有的噴燈全部熄滅，將瓦斯總管關上，拿走靠近燃着物的燃料。

在實驗室中的工作地方應盡可能少放燃料，只放與進行該試驗或分析所必需的最少量的燃料。

若被燒傷時，可在傷處塗上燒傷用的藥膏或用濃高錳酸鉀溶液(或酒精)潤濕之。

氣體的操作規程 操作氣體時須遵守下列的預防措施。

(1) 裝滿氣體的鋼筒、氣體流量計或其他容器須與熱源隔離。

(2) 進行可燃性氣體的試驗時(如氣體烴的混合物之精餾及其分

析)時,儀器須仔細地封密並與火焰隔離。

(3)在使用標準氣體鋼筒時,須用特別的卡箍將其固定在牆壁上或桌子上。

(4)自鋼筒中放出氣體時,必須經由減壓閥放出。

毒性物質的操作規程 在石油工學試驗室中工作時經常要使用溶劑(苯、甲苯、二氯乙烷等)和毒性物質(水銀、鉛、溴等),因此在不小心時頗易中毒。

爲了預防中毒須遵守下列注意事項。

(1)溶劑和揮發性的毒性物質的操作,必須在通風設備中進行。若毒物濺到皮膚上時,應立即用水或煤油沖洗濺有毒物之處。

(2)裝滿水銀的固定裝置着的玻璃儀器,如壓力計、真空表等要放在小鐵盤中(或在儀器的支座上加上高邊),以防止水銀溢散到桌面或地面上。

若水銀溢出時應立即報告領導者或實驗員。應把流出的水銀仔細地收集起來;若水銀落入縫隙中則無法取出,此時最好用硫粉將其填蓋或者灌入濃的高錳酸鉀(KMnO_4)溶液。

(3)倒溶劑和毒性物質時應加小心,勿使其濺出。將毒性物質倒入容器中時應在容器下放置鐵盤。

(4)欲抽吸石油產品、溶劑和毒性物質到移液管中時,必須使用梨形灌注器或球形器;切不可用口抽吸。

酸鹼的操作規程 當在實驗室中進行石油產品的精製過程時,常常須要使用強酸與強鹼。

當強酸強鹼濺在皮膚上,皮膚即被灼傷,若濺入眼睛中,便會使視力喪失。因此,應十分小心地將這些物品倒入容器中,勿使其濺出。攜取盛有酸鹼的玻璃瓶時,須謹慎地拿住底部。當稀釋酸的時候,一定要將酸倒入水中,而不可將水倒入酸中。當稀釋鹼時,水應慢慢倒入,而且要不斷地攪動溶液,以避免發生劇熱。

當被酸灼傷時，可在傷處用鹼液潤洗，而被鹼灼傷時可用水或弱酸（如醋酸或檸檬酸的溶液）潤洗。

不要將試驗過的毒性物質、酸、鹼及易燃物品倒進洩水盆中。這些物品應倒入專用的容器中。

高壓和真空儀器的操作規程 在高壓操作下的設備，如高壓釜或氣體發生器等，須定期地加以檢驗。

所進行的檢驗的記錄和證明應保存在實驗室內。

大容積的設備須由鍋爐管理科(Котлонадзор)檢驗並詳細登記。凡容積(以公升為單位)與壓力(以大氣壓為單位)的乘積等於 200 或 200 以上的設備(例如，容積為 5 公升、設計的工作壓力為 40 大氣壓的高壓釜)，均須由該科檢驗和登記。體積小或者壓力較低的設備可在自己的機械工場中，甚至可在實驗室中用水壓機來進行水壓試驗。

在應用彈簧壓力計時，須使所選擇的壓力計的刻度有一些“富餘”，即所量的壓力要比壓力計的最大壓力小，同時也不可相差太大；例如所量的壓力為 10 大氣壓時，則應當用 25 大氣壓的壓力計，而不用 50 或 100 大氣壓的壓力計，因後者的測量準確度較低。當操作真空設備時，例如在進行真空蒸餾時，應配戴護目鏡。要逐漸地開關真空，而不要突然地開關(見“真空蒸餾”一節)。

基本工業指標的測量方法

溫度之測量

石油實驗室中設備和儀器的溫度，可用各種不同的溫度計和熱電偶來測量。

按外形的不同，溫度計可分為棒狀(鑄成的)和管狀(其刻度片鉚於管內)兩種。棒狀的溫度計不太準確，但較堅固和方便。溫度範圍在 0° 到 500°C 時，採用水銀溫度計；測量低溫時用酒精溫度計(在 -63°C 以上)和戊烷溫度計(在 -180°C 以上)。

在測量溫度時，溫度計的各個部分所處的條件並不是完全相同的。液柱的球部和下部位於所要測量的溫度區域中，而液柱的上部則在此區域之上。因此，使溫度計毛細管內液體的膨脹不均，故溫度計所示的度數是不正確的。為了得到準確的結果，須將溫度計所示的度數加上液柱外露部分的校正數值。因此，須用另外一個溫度計去測量水銀柱外露部分的中段的溫度（見圖 1）。校正數值可按式計算

$$K = h(\alpha - \beta)(t - t_0),$$

式中 K —校正數值，其單位為度，須將其加在溫度計所示的度數中； h —水銀柱外露部分的高度（其單位為度）； α —水銀的膨脹係數； β —玻璃的膨脹係數； t —主溫度計所示的度數； t_0 —輔助溫度計所示的度數。

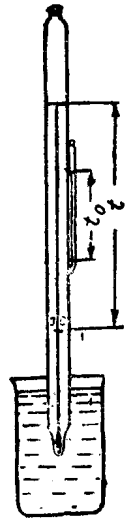


圖 1. 校正溫度計外露水銀柱時的溫度計裝置簡圖。

普通玻璃的乘數 $(\alpha - \beta)$ 等於 0.000156，而耐高溫玻璃的乘數 $(\alpha - \beta)$ 則等於 0.000164。應用熱電偶測量高溫是更為方便和更為準確的。用熱電偶測量溫度的方法是以兩導體接頭處能夠發生電動力為原理的。而此電動力的大小與導體的性質和接頭處的溫度有關。

其測量的裝置乃為一電路，此電路是由兩個導線所構成，而此兩導線的兩端是互相銲接的；在電路中並連接有毫伏特表。將一個接頭放入欲測量的溫度層中，而另一接頭則放入恆溫中（ 0°C 或室溫）。熱電偶的聯接形狀如圖 2 所示。

由於對於導體的抗氧化性和熱電性質的穩定性有嚴格的要求，因此，一種熱電偶只能在一定的溫度範圍內使用。其中，在測量 500°C 以下的溫度時，多採用鐵-康司坦丁熱電偶（康司坦丁是 1:1 的銅鎳合金）；而測量 900°C 以下的溫度時，多採用鉻-鋁熱電偶。

用熱電偶可測量密閉空間內的溫度，因為，它可以在距所加熱的設備很遠的地方來進行溫度的記錄。

每一個熱電偶均有自己的特性曲線，此曲線是在熱電偶進行標準校正時得到的。其特性可用“溫度—毫伏特”曲線來表示（見圖3）。不但新購置的熱電偶須要進行校正，即使使用過的熱電偶亦須進行校正。

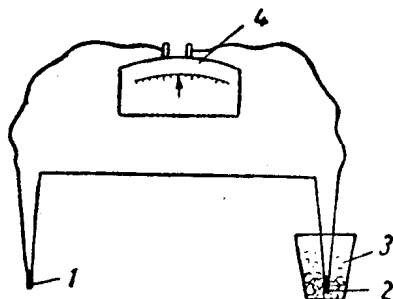


圖2. 熱電偶的聯接圖。

1. 熱端； 2. 冷端； 3. 盛有冰塊的
玻璃杯； 4. 毫伏特表。

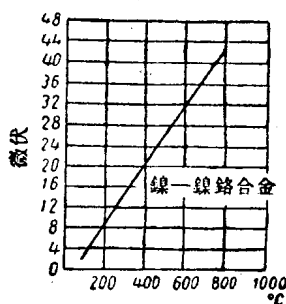


圖3. 熱電偶的特性曲線。

進行校正的方法，是用所要校正的熱電偶來測定某幾個溫度，而這些溫度點一般多採取純化學物質的沸點或熔點。

蒸餾水 (100°C)、萘、鉛、鋅等均可用作校正的標準物質。茲將一些標準物質的沸點與熔點 ($^{\circ}\text{C}$) 列舉於下。

水的沸點	100
萘的沸點	218
錫的熔點	231.9
鉛的熔點	327.4
鋅的熔點	419.5
硫的沸點	444.6
鎢的熔點	630.5

用金屬的熔點來校正熱電偶時（見圖4），是將熱電偶1夾在鐵架

的鐵夾中，將熱電偶之熱端放置於盛有金屬的坩堝 2 上，而坩堝則是放在坩堝爐中的，在此爐內設有變阻器；用石棉板 4 將爐口蓋上。將金屬熔化並加熱使溫度稍高於金屬的熔點，然後將熱電偶的熱端浸入坩堝中（若其熱端帶有套管時，可直接浸入坩堝中，若熱端外露，則須將其用細石英試管套上，然後再浸入坩堝中）。

此時可將爐子的電路切斷，並用停錶記錄熔融金屬的溫度降低的速度；當金屬凝固時，則在一定的時間內，其溫度是保持不變的；將此溫度記錄下來，然後再重複進行試驗，以檢查所得結果是否準確。

用物質的沸點來校正熱電偶時（如圖 5），是將熱端 1 放入試管 2 中，而將試管 2 插入燒瓶 3 的塞子中，在燒瓶 3 中盛有純物質 4，當小心地用噴燈來加熱外面的試管時，則在燒瓶的內部有該物質的蒸氣產

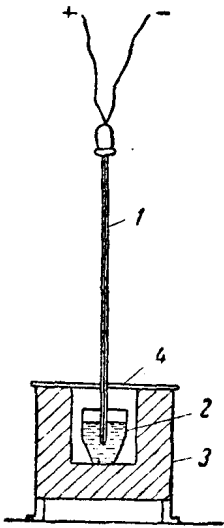


圖 4. 根據金屬的熔點（凝固點）來校正熱電偶。

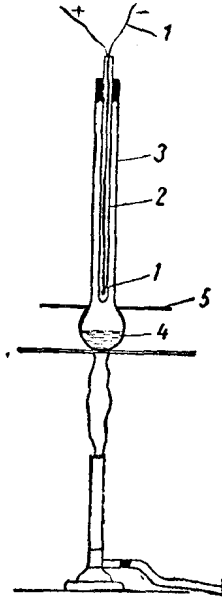


圖 5. 根據純物質之沸點來校正熱電偶。

生而將裏面的試管包圍。此時毫伏特表的指針便固定於一定的讀數上，此讀數相當於該物質的沸點。熱電偶的熱端應放至足夠的深度處，即放於物質的熱蒸氣中（因蒸氣在燒瓶的上部將發生冷凝）；石棉盤5的作用是避免噴燈之火焰對熱電偶的幅射作用。將熱電偶加以校正的結果，可得到“毫伏特表讀數—實際溫度”的曲線，此曲線接近於直線。根據毫伏特表讀數而得到的結果的準確度為 $1\sim 2^{\circ}\text{C}$ 。如欲使測量更加準確，可用電位表來測量熱電偶的讀數。

壓力的測量

實驗室內用以測量設備壓力的壓力計和真空度計可分為二種類型：(1)連通式壓力計和真空度計，其中盛有液體（水銀、水等），(2)具有 Бурдон 彈簧管的壓力計。

兩支管相距很近的U形管為形狀最簡單和最常應用的壓力計。在其二管內均盛有液體（圖6）。

將壓力計的支管1和欲測壓力的設備相連接，支管2可與大氣相

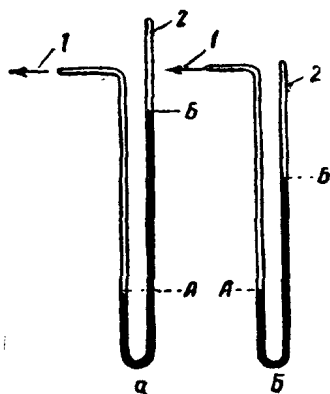


圖6. 用U形管壓力計測量壓力。

通，或可將其封死並裝入水銀（若所測之壓力小於大氣壓力時）。在第一種情況下，大氣壓力與設備內壓力間之差，等於 AB 兩點間的液柱高（圖6, a）；而在第二種情況下，液柱高 AB 則表示設備內的絕對壓力，此時設備內的壓力小於大氣壓力。若所測的壓力差很小時，多將水或更輕的液體（煤油、酒精）裝入壓力計中。

假如壓力計內所盛液體為水銀或水時，則所測得的液面差可直接表示所測的壓力（或壓力差），此時壓力的單位為公厘水銀柱或公厘水柱；若壓力

計內所盛的液體爲其他液體時，則所得的液面差的公厘數須乘以液體對水銀或水的比重（隨測量壓力的方法而決定）。

例題 內盛煤油的開口壓力計所示的液面差爲 510 公厘，在該溫度時煤油的比重爲 0.840。設備內的壓力高於大氣壓力；此時大氣壓力爲 750 公厘水銀柱。則設備內的壓力與大氣壓力的相差爲

$$\frac{510 \times 0.840}{13.6} = 31.5 \text{ 公厘水銀柱。}$$

設備內的絕對壓力爲 $750 + 31.5 = 781.5$ 公厘水銀柱。

當採用水、煤油及其他無色液體裝入壓力計中時，爲了記錄方便起見，可用 2~3 滴墨水或顏料將液體染色。

測量系統裏的真空度，多使用如圖 7 所示的那種形式的水銀真空度計。

當測量很深的真空度（殘壓爲 1~2 公厘水銀柱）時，則這種真空度計所示的讀數將不準確，而須採用 Мак-Леод 真空度計^①。

測量小壓力差時，可採用帶有傾斜管的壓力計。此種壓力計的傾斜管的傾斜度愈小，則所示的讀數的準確度愈大。傾斜刻度的度數即相當於垂直的液柱的高度。

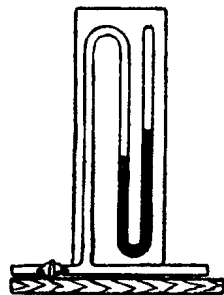


圖 7. 水銀真空度計。

以上所述的壓力計，多在測量低的表壓（不超過 1 大氣壓）時應用。如欲測量更大的壓力時，則須採用彈簧壓力計。彈簧管的一端（開口）與帶有氣槽的固定接頭相連接，而接頭則堅固的固定在壓力計的體上。

其封閉的一端則通過齒輪傳動系統而與指針相連接，而指針則沿壓力計箱內的刻度移動。

當壓力計的管子通過接頭而與欲測壓力的空間（其壓力高於大氣壓力）相連時，則彈簧管發生伸直的趨向，從而帶動指針運動。

① 這種真空度計的構造及尺寸可參看 Чмутова 'Техника физико-химического исследования', Гостоптехиздат, 1948。

體積的測量

液體石油產品的體積，可用量器或有刻度的量器(如量瓶、量筒)來測量。

若須要向密閉系統中(如在壓力下操作的設備)進行加料或自其中取出加工產品時，可用液面測量玻璃或用浮子設備來測量體積。

在應用液面測量玻璃時，玻璃上應有刻度，其每一刻度相當於一個體積單位。若用液面測量玻璃去測量深色石油產品(例如渣油)的體積，是比較困難的，這時可用浮子來測量其液面。最簡單的浮子裝置如圖 8 所示。容器 1 通過墊料壓蓋密封與管 2 相連；浮子 3 可自由的通過管 2 而上下移動，並用導向管 4 使浮子保持垂直。管 2 上有刻度，其每一刻度即相當於一個體積單位。

測量氣體的體積可用：(a)氣量計、(б)氣量表、(B)氣流計、(Г)彼特(Питт)管式流量計來測量。

氣量計通常是容積為 5~20 公升的玻璃瓶，瓶上有二開口和一具有開關的(與瓶口接合處磨成毛玻璃的)漏斗(圖 9)。當氣體的體積不

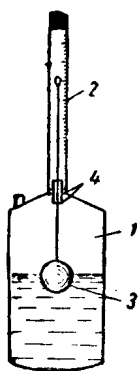


圖 8. 浮子裝置圖。

1. 容器； 2. 刻度管；
3. 浮子； 4. 導向管。

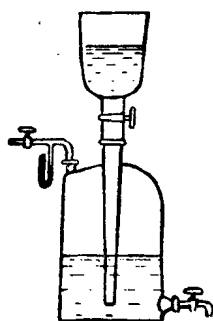


圖 9. 氣量計。