

A blue-tinted photograph of a laboratory setting. In the foreground, a hand in a white glove holds a glass funnel over a flask. A pipette is dispensing liquid into a small vial. In the background, there are other laboratory vessels and a chemical structure diagram of a cyclohexane ring with a carboxylic acid group and two methyl groups.

NENGYUAN HUAXUE GONGCHENG ZHUANYE SHIYAN

能源化学工程专业实验

姚颂东 王 南 刘建坤 编著

A blue-tinted photograph of a large industrial chemical plant. The image shows complex piping, tall distillation columns, and storage tanks. A large cylindrical vessel is prominent in the center. The sky is clear and blue.

东北大学出版社
Northeastern University Press

能源化学工程专业实验

姚颂东 王 南 刘建坤 编著



东北大学出版社

·沈 阳·

© 姚颂东 王 南 刘建坤 2018

图书在版编目 (CIP) 数据

能源化学工程专业实验 / 姚颂东, 王南, 刘建坤编
著. — 沈阳: 东北大学出版社, 2018.12
ISBN 978-7-5517-2059-5

I. ①能… II. ①姚… ②王… ③刘… III. ①能源—
化学工程—化学实验—教材 IV. ①TK01-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 287066 号

出 版 者: 东北大学出版社

地址: 沈阳市和平区文化路三号巷 11 号

邮编: 110819

电话: 024-83680267 (社务室) 83687331 (市场部)

传真: 024-83680265 (办公室) 83680178 (出版部)

网址: <http://www.neupress.com>

E-mail: neuph@neupress.com

印 刷 者: 沈阳市第二市政建设工程公司印刷厂

发 行 者: 东北大学出版社

幅面尺寸: 185 mm × 260 mm

印 张: 7.5

字 数: 173 千字

出版时间: 2018 年 12 月第 1 版

印刷时间: 2019 年 3 月第 1 次印刷

组稿编辑: 周晓天

责任编辑: 李 佳

责任校对: 刘 泉

封面设计: 潘正一

责任出版: 唐敏志

ISBN 978-7-5517-2059-5

定价: 31.00 元

前言

随着能源需求日益增加及环保规范日趋严格,清洁能源的生产及利用正逐步引起人们普遍关注。然而,相关领域高层次应用型技术人员的缺乏,使得能源的清洁利用及新能源企业的发展受到很大限制。2011年伊始,我国开始增设能源化学工程专业,目的是培养可在能源化学工程相关领域从事科学研究、技术开发、工程设计、生产管理方面的高技术人才。因此,高质量相关专业教材的编写成为能源化学工程、化学与工艺等专业学生提高基本素养和专业能力的关键。

本教材是辽宁科技大学能源化学工程专业丛书之一。教材编写旨在满足“能源化工专业”建设及高校“化学化工类”专业人才培养的需求。教材的编写,不仅可进一步培养和提高学生的专业基本素质,也可以在很大程度上使高年级本科学生在实验技巧和专业能力方面得以改进和完善。《能源化学工程专业实验》教材取材于辽宁科技大学能源化学工程现有的专业实验项目,实验内容的编写参考了国家标准、相应产品说明和实际操作过程。全书共分为三章。第一章为石油及石油产品性能测试,主要包括:石油及石油产品密度、石油产品色度、石油沥青针入度、石油产品馏程、石油产品闪点、石油产品粘度、石油产品蒸气压、石油产品凝点、发动机燃料实际胶质和石油残炭等的测定;第二章为常规能源及石油产品仪器分析测试,主要包括:煤及生物质中碳、氢、硫元素测定,成品乙醇汽油中的水分测定,天然气组成分析(气相色谱法)、柴油族组成测定(液相色谱法),以及紫外荧光法测定石油产品中的硫和氮;第三章为能源化工化学转化实验,主要包括:逆酯化法制生物柴油、煤与生物质共加氢液化、甲烷无氧芳构化制芳烃、汽油静态吸附脱硫、汽油动态吸附脱硫、柴油催化加氢、生物质气化(中试)及费托合成制甲醇实验。

本教材所涉及的专业实验体系设计具有全面性、概括性、典范性及专业性。通过几组简单的能源转化实验,涵盖了煤与生物质的直接转化,煤、生物质及天然气的间接转化,C1化学及化工转化,生物质转化,石油产品精制及清洁燃油生产等能源化工过程。所采用的原料包括煤、石油、天然气、生物质、合成气、馏分油、废弃动物油脂等。所采用的操作条件包括高温常压、高温高

压、低温低压。所涉及的反应类型包括脂化、加氢、费托合成、吸附及热转化。所涉及的进料方式包括单一气体组分、混合气体组分、气液混合组分、液液混合组分及液固混合组分。所涉及的反应器类型包括玻璃反应釜、高压反应釜、常压固定床、高压固定床及流化床。学生通过对本实验体系的练习，能得到全方位、多角度的技能培训，可以在较短时间内适应能源化学工程相关领域企业生产过程及相关产品检测需求。

本教材既可作为化工与能源化学工程类高年级本科生和研究生的专业实验指导教材，也可作为相关领域的科技人员及同等水平的其他人员了解能源化学工程类实验操作提供指导。

本教材由辽宁科技大学化工系教授姚颂东、教师王南和辽宁省能源研究所副研究员刘建坤共同编著，属于校级立项校企合作教材。同时，本教材也是辽宁科技大学校级教改项目“基于创新创业教育理念的化工虚拟仿真平台建设”(GJ18YB14)、“基于OBE教育理念下的化学工程实践教学体系构建及应用”(XJGOBE201801)和辽宁省省级教改立项项目“基于OBE教育理念下的实践教学体系构建及应用”(2018—153)的初步研究成果。

由于时间仓促及编著者水平有限，教材中疏漏和不足之处在所难免。如有不妥之处，敬请同行和读者批评指正。

编著者

2018年9月

目 录

第一章 石油及石油产品性能测试	1
实验一 石油及石油产品密度测定（密度计法）	1
实验二 石油产品色度测定	5
实验三 石油沥青针入度测定	8
实验四 石油产品馏程测定实验	13
实验五 石油产品闪点测定（闭口杯法）	19
实验六 石油产品粘度测定	23
实验七 石油产品蒸气压测定	28
实验八 石油产品凝点测定	33
实验九 发动机燃料实际胶质测定法	37
实验十 石油残炭测定（电炉法）	41
第二章 常规能源及石油产品仪器分析测试	44
实验十一 煤和生物质C、H元素测定	44
实验十二 煤及生物质S元素测定	51
实验十三 车用乙醇汽油水分测定	55
实验十四 天然气组成分析（气相色谱法）	62
实验十五 柴油族组成测定（液相色谱法）	69
实验十六 紫外荧光法测定石油产品中硫、氮	73
第三章 能源化工化学转化实验	81
实验十七 逆酯化法制生物柴油（玻璃釜反应装置）	81
实验十八 煤与生物质共加氢液化（釜式加压反应装置）	86
实验十九 甲烷无氧芳构化制芳烃（常压固定床反应装置）	90
实验二十 汽油静态吸附脱硫	94
实验二十一 汽油动态吸附脱硫（固定床加压反应装置）	97
实验二十二 柴油催化加氢实验（固定床高压加氢反应装置）	99
实验二十三 生物质气化中试实验（鼓泡流化床实验装置）	107
实验二十四 费托合成制甲醇实验（固定床加压反应装置）	112

第一章 石油及石油产品性能测试

实验一 石油及石油产品密度测定（密度计法）

本实验所采用的密度测定方法根据《原油和液体石油产品密度实验室测定法（密度计法）》（GB/T 1884—2000）和《液体石油化工产品密度测定法》（GB/T 2013—2010）改编而成。石油及石油产品密度是指在一定温度下，单位体积内所含油品的质量。油品的密度与温度有关，通常用符号 ρ 表示温度 t 时油品的密度，单位为 g/cm^3 或 kg/m^3 。石油产品及石油产品和非石油产品混合物的标准密度指 20°C 和 101.325kPa 下，单位体积液体的质量。当采用密度计测定时，密度计在其他温度下的刻度读数被称为视密度，而不是在该温度下的密度。

一、实验目的

- （1）了解石油密度计法测定油品密度的原理和测试方法。
- （2）掌握石油产品密度测定器的基本结构、工作原理和操作技能。

二、实验原理

使试样处于规定温度，将其倒入温度大致相同的密度计量筒中。将量程适宜的密度计放入已调好温度的试样中，保持静止。当温度达到平衡后，读取密度计刻度读数和试样温度。用《石油计量表》把观察到的密度计读数（视密度）换算成标准密度。测试时，需将密度计量筒及内装的试样一起放在恒温浴中，以避免在测定期间温度变动太大。

三、实验仪器

本实验是在SYD-1884石油产品密度测定器（如图1-1）上进行的。测定器控温范围从 5°C 至 100°C ，控温精度： $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 。石油密度计（如图1-2）符合《石油密度计技术条件》（SH/T 0316—1998）标准。

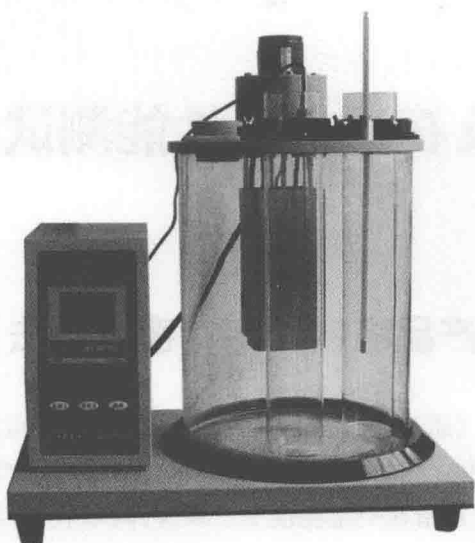


图1-1 SYD-1884石油产品密度测定器

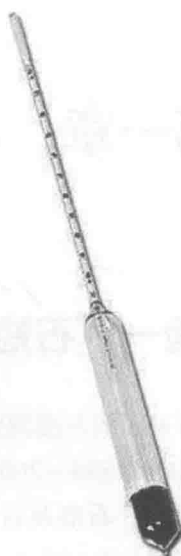


图1-2 石油密度计

四、实验步骤

1. 调整恒温水浴

- (1) 确保恒温浴中液体介质液面高于加热罩上缺口，以保证液体上、下循环。
- (2) 确保搅拌电机及温度传感器插入水浴中。
- (3) 接通电源，打开电源开关、搅拌开关。
- (4) 根据实验要求将温度设定值调整为 20°C 。(SV为浴温设定值，PV为当前浴温显示值)。
- (5) 启动温控Ⅰ、温控Ⅱ按键，加热管通电，浴温开始升高。
- (6) 当浴温升至接近设定值时，温控Ⅱ被自动关断(1000W处于不加热状态)，此后，温控Ⅰ(700W)加热处于受控状态。
- (7) 若发现温度控制器显示温度与玻璃温度计检测温度产生偏差时，则需作修正，及时告知实验教师。当恒温浴温度恒定在所需实验温度后，准备测定。

2. 准备试样

- (1) 试样必须均化，对黏稠或含蜡的试样，要预先加热到试样能够充分流动的实验温度，保证既无蜡析出，又不致引起轻组分损失。
- (2) 将调好温度的试样小心地沿管壁倾入到温度稳定、清洁的量筒中，注入量为量筒容积的70%左右。
- (3) 注意避免试样飞溅和生成空气泡，并减少轻组分的挥发。
- (4) 若试样表面有气泡聚集时，用一片清洁的滤纸除去试样表面上形成的所有

气泡。

(5) 将盛有试样的量筒放在没有空气流动并保持平稳的实验台上。

(6) 将密度计量筒专用夹具从浴盖上转一个角度后取下。

(7) 将密度计量筒（试样已转移其中）套入夹具中，再将密度计量筒放入浴中，转动专用夹具与浴盖锁紧。

3. 密度测定

(1) 将温度计插入试样中，小心地搅拌试样，待其温度达到平衡状态。

(2) 选取合适的密度计放入液体中，达到平衡位置时放开，让密度计自由地漂浮（注意避免弄湿液面以上的干管）。

(3) 把密度计按到平衡点以下 1mm 或 2mm，并让它回到平衡位置，观察弯月面形状，如果弯月面形状改变，应清洗密度计干管，重复此项操作，直到弯月面形状保持不变。

(4) 当密度计离开量筒壁自由漂浮并静止时，读取密度计刻度值并记下试样的温度。

(5) 读取密度计刻度值至接近刻度间隔的 1/5。

(6) 对于不透明黏稠液体。

① 要等待密度计慢慢地沉入液体中。

② 测定不透明液体时，使眼睛稍高于液面的位置观察，密度计读数为液体上弯月面与密度计刻度相切的那一点。

(7) 对于透明低黏度液体。

① 将密度计压入液体中约两个刻度，再放开。

② 由于干管上多余的液体会影响读数，在密度计干管液面以上部分应尽量减少残留液。

③ 在放开时，要轻轻地转动一下密度计，使它能在离开量筒壁的地方静止下来自由漂浮，要有充分的时间让密度计静止，并让所有气泡升到表面，读数前要除去所有气泡。

(8) 对于透明液体。

① 先使眼睛稍低于液面的位置，慢慢地升到表面，先看到一个不正的椭圆，然后变成一条与密度计刻度相切的直线。

② 密度计读数为液体下弯月面与密度计刻度相切的那一点。

(9) 再次测量试样温度。用温度计垂直搅拌试样，记录温度，准确到 0.1℃。

(10) 若与开始实验温度相差大于 0.5℃，应重新读取密度和温度，直到温度变化稳定在 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 以内。

(11) 需将盛有试样的量筒放在恒温浴中，再按照密度测定步骤重新进行操作。

(12) 记录连续两次测定的温度和视密度。

五、注意事项

- (1) 在整个实验期间，环境温度变化大于2℃时，要使用恒温浴，以避免测量温度变化过大。测定温度前，必须搅拌试样，保证试样混合均匀，记录要准确到0.1℃。
- (2) 测定透明低黏度试样时，不要将密度计再压入液体中过多，以防止干管上多余的液体影响读数。
- (3) 密度计是易损的玻璃制品，使用时要轻拿轻放，要用脱脂棉或者其他质软的物质擦拭；取出和放入时，用手拿密度计的上部；清洗时应拿其下部，以防止折断。
- (4) 塑料量筒易产生静电，妨碍密度计自由漂浮，使用时要用湿抹布擦拭量筒外壁，消除静电。
- (5) 温度控制器出厂时参数已设定好，用户不必再重新设定。当发现温控精度不能满足要求时，可按“功能”键5秒，进入B菜单设置或修改参数。
- (6) 修正方法：按“功能”键进入B菜单，按“功能”键，SV显示位置显示SC时，按“移位”键、“加”键或“减”键，输入修正值。修正完毕后再按“功能”键，退出B。
- (7) 记完密度计的读数，应记下当时的温度。
- (8) 对观察到的温度计读数作有关修正后，记录到接近0.1℃。
- (9) 对观察到的密度计读数作有关修正后，记录到0.0001g/cm³。

六、思考题

- (1) 哪些情况下会导致读数误差？
答：① 在读数过程中，由于眼睛有可能没有平视密度计，使得读数有偏差。
② 由于密度计悬浮在试样中，外面很难看清楚其刻度线，因此，读数会有误差。
- (2) 为什么读数过程中，不是只读1次，而是3次？
答：由于不确定因素有很多，恒温浴仪器的自身误差，会使仪器上显示的温度不准确，使得最后修正数据的时候会有误差。

七、附录

表 1-1 密度计的技术要求

型号	单位	密度	每支单位	刻度间隔	最大刻度误差	弯月面修正值
SY-02	g/cm ³ (20℃)	0.600~1.100	0.02	0.0002	±0.0002	+0.0003
SY-05		0.600~1.100	0.05	0.0005	±0.0003	+0.0007
SY-10		0.600~1.100	0.05	0.0010	±0.0006	+0.0014

实验二 石油产品色度测定

本实验所采用的油品色度测定方法根据《石油产品色度测定法》(SH/T 0168—1992)和《石油产品颜色测定法》(GB/T 6540—1986)改编而成。石油产品的颜色,通常可以反映油品精制程度和稳定性。对于在用或储运过程中的油品,通过比较不同时期颜色测定结果,可大致地估量其氧化、变质和受污染的情况。石油产品颜色的测定与判断,除用视觉直接观察(即目测)外,还可以在实验室采用GB/T 6540—1986(与ASTM D1500—1982石油产品颜色的测定法等效的石油产品颜色测定法)和SH/T 0168—1992(石油产品色度测定法)。其中,GB/T 6540—1986测定法是用带有玻璃颜色标准板的比色仪进行测定,属目测比色法,适用于各种润滑油、煤油、柴油和石油蜡等石油产品颜色的测定。

一、实验目的

- (1) 了解比色仪测定石油产品颜色的原理和测试方法。
- (2) 掌握石油产品色度测定器(比色仪)的基本结构、工作原理和操作技能。

二、实验原理

将预测定的石油产品试样注入比色管内,开启标准光源,从观察目镜中观察。旋转标准色盘转动手轮,将试样与色盘上的颜色玻璃圆片进行比较,以相等的色号作为该试样的色号。如果试样颜色找不到确切匹配的颜色,而落在两个标准颜色之间,则报告两个颜色中较高的一个颜色,并在该色号前面加上“小于”两字。玻璃颜色标准共分25个色号,从0.5到8.0值排列,色号越大,表示颜色越深。如果试样的颜色深于8.0值色号标准颜色,则将试样按照一定体积比例与稀释剂混合,测定混合物的颜色,并在该色号后面加入“稀释”两字。

三、实验仪器

本实验是在SYD-0168石油产品色度测定器(如图1-3)上进行,测定器符合GB/T 6450—1986中的色号标准。测定器由光源、标准色盘、棱镜和观察目镜等组成。标准光源为内磨砂乳壳灯泡。光源温度(色温)为 $2750\text{K}\pm 50\text{K}$ 。比色仪在出厂时应经过调整,使视野的两半部光度一致。比色管内径为 $32.5\sim 33.4\text{mm}$,高为 $120\sim 130\text{mm}$,是由无色透明玻璃制成的平底圆筒。标准色盘上光孔数不低于26个,直径不低于 $\Phi 14\text{mm}$,标准颜色玻璃

片不低于25个。

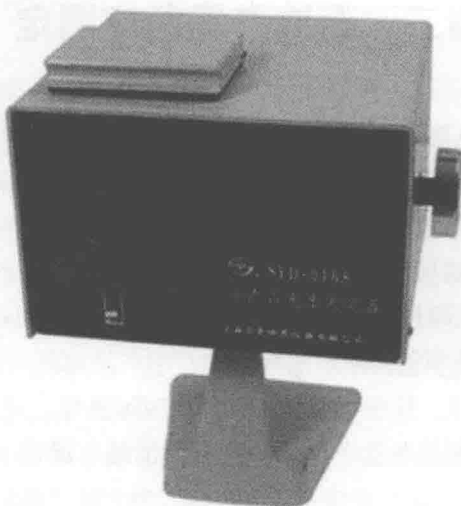


图 1-3 SYD-0168 石油产品色度测定器

四、实验步骤

1. 液体试样的预处理

- (1) 用擦镜纸将比色管仔细擦净。
- (2) 将试样机油倒入试样容器至 50mm 以上的深度，观察颜色。
- (3) 如果试样不清晰，可将其加热到高于浊点 6°C 以上或至浑浊消失，然后在该温度下测其颜色。
- (4) 如果试样颜色比 25 号标准颜色更深，则将 15 份试样（按照体积）加入 85 份体积的稀释剂混合后，测定混合物的颜色。

2. 石油产品色度测定

- (1) 将蒸馏水注入试样容器至 50mm 以上的高度，将装有蒸馏水的试样容器放在比色计的格室内，通过该格室可观测到标准玻璃比色板。
- (2) 再将装有试样的另一试样容器放进另一格室内。盖上盖子，隔绝一切外来光线。
- (3) 接通光源，比较试样和标准玻璃比色板的颜色。
- (4) 确定和试样颜色相同的标准玻璃比色板号。当不能完全相同时，则采用相邻颜色较深的标准玻璃比色板号。
- (5) 关机。
- (6) 测定完毕，关闭灯开关，取出比色管，洗涤干净后备用。

五、注意事项

- (1) 与试样颜色相同的标准玻璃比色板号作为实验颜色的色号，例如 15，24。
- (2) 当出现两个标准颜色时，则报告两个颜色中较高的一个颜色，如 17，16，16，则取最后色度为 17。
- (3) 如果试样的颜色居于两个标准玻璃比色板之间，则报告较深的玻璃比色板号，并在色号前面加“小于”，例如，小于 15 号，小于 24 号。绝不能报告为颜色深于给出的标准，例如，大于 13 号，大于 24 号，除非颜色比 25 号深，可报告为大于 25 号。
- (4) 如果试样用煤油稀释，则在报告混合物物色的色号后面加上“稀释”两字。
- (5) 将装有试样与蒸馏水容器放入 SYD-0168 石油产品色度测定器时，要注意两者的摆放位置。
- (6) 每次观察颜色之前要把色号先打乱（即随意调动手轮），防止因视觉疲劳而引起的实验误差。
- (7) 如发现相邻两次所观察的实验结果不同时，让眼睛休息一下再继续观察。
- (8) 光学目镜系统，已经调焦和光线调节正确，使用时不宜多动，需调整也应仔细进行。
- (9) 装有油样的比色管放入仪器中时，必须将试管外表面及底部擦拭干净。
- (10) 标准颜色玻璃片每隔半年，须用 SH/T 0168—1992 规定的标定比色液做校验一次，如发现色片颜色与相当色号的比色液颜色相差达一个色号时，应更换新的色盘或送请制造厂重新标定。

六、思考题

为什么不同人之间观察油品会有色度误差？

答：① 在实验中，会由于自身原因，在区别颜色上，每个人都会有一个标准，即会有视觉差异。

② 在实验过程中，由于眼睛疲劳，可能会导致前后几次看颜色会有差别。

七、附录

表 1-2 SH/T 1068—1992 色号与 GB/T 6540—1986 色号对照表

SH/T 1068—1992 色号	GB/T 6540—1986 色号
0~5	0~0.5
5~7	0.5~1.0
7~9	1.0~1.5

续表 1-2

SH/T 1068—1992 色号	GB/T 6540—1986 色号
9~11	1.5~2.0
11~13	2.0~2.5
13~15	2.5~3.0
16	3.5
17	4
18	4.5
19	5
20	5.5
21	6
22	6.5
23	7
24	7.5
25	8

实验三 石油沥青针入度测定

本实验所采用的针入度测定方法根据《沥青针入测定法》（GB/T 4509—2010）改编而成。针入度用于表征沥青黏稠程度或软硬程度，可进行沥青标号的划分。通过针入度的测定可掌握不同沥青的黏稠度。沥青针入度指标越大，表明沥青的黏稠度越小，沥青也就越软。本实验方法适用于测定针入度范围在0~500 1/10mm的固体和半固体沥青材料的针入度。

一、实验目的

- (1) 了解石油沥青针入度的测定原理和测试方法。
- (2) 掌握针入度测定器的基本结构、工作原理和操作技能。
- (3) 掌握用针入度测定器测定固体、半固体沥青材料的方法。

二、实验原理

沥青针入度以标准针在一定的负荷、时间及温度条件下垂直穿入沥青试样的深度表示，单位为1/10mm。除非另行规定，标准针、针连杆与附加砝码的总质量为100g±0.05g，温度为25℃±0.1℃，时间为5s。其他特定实验可采用如下条件进行：① 温度

0℃, 载荷 200g, 时间 60s; ② 温度 4℃, 载荷 200g, 时间 60s; ③ 温度 46℃, 载荷 50g, 时间 5s。

三、实验仪器

本实验在 SYD-2801C 针入度实验器 (如图 1-4) 上进行。仪器采用数字显示器显示针入度值。针入时控装置共有 6 挡, 控时精度高。针入度装置具有升降架粗调、细调功能, 调节方便, 对针准确。针入度仪可保证针和针连杆在无明显摩擦下垂直运动, 并能使指示针贯入深度准确达 0.01mm。标准针通常由硬化回火的不锈钢制成, 洛氏硬度 HRC54~60, 针及针杆总质量为 $2.5\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 。针在使用过程中应当经常检验并妥善保管, 防止碰撞针尖, 并附有计量部门的检验单。盛样皿 (如图 1-5) 为金属制的圆柱形平底容器。小盛样皿的内径为 55mm, 深为 35mm (适用于针入度小于 200 1/10mm); 大盛样皿内径为 70mm, 深为 45mm (适用于针入度为 200~350 1/10mm); 对针入度大于 350 1/10mm 的试样需使用特殊盛样皿, 其深度不小于 60mm, 试样体积不少于 125mL。

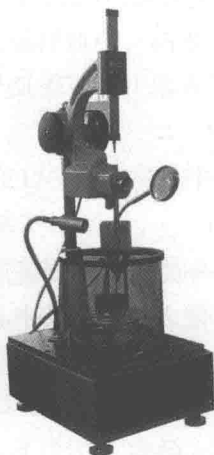


图 1-4 SYD-2801C 针入度实验器

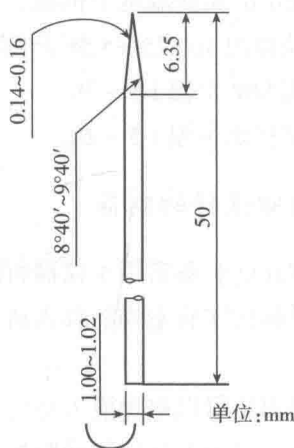


图 1-5 盛样皿示意图

四、实验步骤

1. 测试样品制备

(1) 小心加热样品。

- ① 不断搅拌以防止局部过热, 加热到样品能够易于流动。
- ② 加热时间在保证样品充分流动的基础上尽量少。
- ③ 加热、搅拌过程中避免试样中进入气泡。

④ 焦油沥青的加热温度不超过软化点的 60°C ，石油沥青的加热温度不超过软化点的 90°C 。

(2) 将试样倒入预先选好的试样皿中。

① 试样深度应至少是预计锥入深度的 120%。

② 如果试样皿的直径小于 65mm，而预期针入度高于 200 1/10mm，每个实验条件都要倒 3 个样品。

③ 如果样品足够，浇筑的样品要达到实验皿边缘。

(3) 将试样皿松散地盖住以防灰尘落入，冷却样品。

① 在 $15\sim 30^{\circ}\text{C}$ 的室温下，小的实验皿（直径 33mm，高 16mm）中的样品冷却 0.75 ~ 1.5h。

② 中等实验皿（直径 55mm，高 35mm）的样品冷却 1 ~ 1.5h。

③ 较大的实验皿中的样品冷却 1.5 ~ 2h。

(4) 冷却结束后将试样皿和平底玻璃皿一起放入测试温度下的水浴中，水面应没过试样表面 10mm 以上。

(5) 在规定的实验温度下恒温。

① 小实验皿恒温 0.75 ~ 1.5h。

② 中等实验皿恒温 1.5 ~ 2h。

③ 较大试样皿恒温 1.5 ~ 2h。

2. 润滑脂试样的制备

润滑脂试样的制备需用本仪器所附的专用设备——捣脂器，制备过程如下。

(1) 将足够的实验室样品移入清洁的捣脂器中，使之填满（其中心部分堆起高度约为 13mm）。

(2) 用刮刀压紧以避免混入空气。

(3) 装填过程中不时地振动脂杯，以除去任何混入的空气。

(4) 装配好捣脂器，使孔板处于提升位置。

(5) 打开排气阀，将孔板压至杯底。

(6) 从排气阀插入温度计，使温度计顶端位于试样中心。

(7) 将装配好的捣脂器放入保持在 $25^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的水浴（或空气浴）中，直到温度计指示捣脂器及试样温度达到 $25^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

(8) 从水浴中取出捣脂器，擦去其表面所沾的水，取出温度计，关上排气阀。

(9) 使试样在约 1min 内经受孔板 60 次全程往复工作。之后，使孔板返回到其顶部位置。

(10) 打开排气阀，取下顶盖和孔板，将粘在孔板上的刮下的试样尽量刮回脂杯内。

(11) 将经历过上述步骤 (9) 的试样放入脂杯，在脂杯内制备均匀和结构可再现的润滑脂。

(12) 强烈震动脂杯,用刮刀装填实验仪,填满留下的孔穴,并除去所有空气穴。

(13) 用刮刀保持倾斜 45° 角沿脂杯边移动。

(14) 刮去多余试样,同时立即进行针入度实验。

3. 针入度实验

(1) 如果预测针入度超过 $350\text{ }1/10\text{mm}$,应选择长针;否则,用标准针。

(2) 将恒温水槽调到要求的温度(25°C),保持稳定。

(3) 加热脱水。

① 将试样放在有石棉垫的炉具上缓慢加热。

② 时间不超过 30min ,用玻璃棒轻轻搅拌。

③ 防止局部过热。

④ 加热脱水温度。

- 石油沥青不超过软化点以上 100°C 。

- 煤沥青不超过软化点以上 50°C 。

⑤ 沥青脱水后通过 0.6 滤筛过筛。

(4) 试样注入盛样皿中,高度应超过预计针入度值 10mm 。

(5) 盖上盛样皿盖,防止落入灰尘。

(6) 冷却。

① 小盛样皿在 $15\sim 30^{\circ}\text{C}$ 室温中冷却 $1\sim 1.5\text{h}$ 。

② 特殊盛样皿 $2\sim 2.5\text{h}$ 。

(7) 移入保持规定实验温度 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 的恒温水槽中恒温。

① 小盛样皿 $1\sim 1.5\text{h}$ 。

② 大盛样皿 $1.5\sim 2\text{h}$ 。

③ 特殊盛样皿 $2\sim 2.5\text{h}$ 。

(8) 调整针入度仪使之水平。

(9) 检查针连杆和导轨,以确认无水和其他外来物,无明显摩擦。

(10) 用三氯乙烯或其他溶剂清洗标准针并擦干。

(11) 将标准针插入针连杆,用螺丝固紧。

(12) 按照实验条件,加上附加砝码。

(13) 取出达到恒温的盛样皿,并移入水温控制在实验温度 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ (可用恒温水槽中的水)的平底玻璃皿中的三脚支架上,试样表面以上的水层深度不少于 10mm 。

(14) 将盛有试样的平底玻璃皿置于针入度仪的平台上。

(15) 慢慢放下针连杆,用适当位置的反光镜或灯光反射观察,使针尖恰好与试样表面接触。

(16) 拉下刻度盘的拉杆,使与针连杆顶端轻轻接触,调节刻度盘或深度指示器的指针指示为零。