



高等院校“十一五”规划教材

化学工程与工艺 专业实验

罗国华 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

罗国华 主编

中国石化出版社

内 容 提 要

本书为一本石油化工类专业性较强的实验教材。内容包括石油炼制、沸石催化与分离、反应工程三大类型实验，可操作性强。每个实验后都附有习题。可以作为化学工程与工艺专业本科生、专科生的教材，亦可供从事相关专业研究工作人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工程与工艺专业实验 / 罗国华主编. —北京: 中国石化出版社, 2009
ISBN 978-7-5114-0069-7

I. 化… II. 罗… III. 化学工程-化学实验-高等学校-教材 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 159363 号

未经本社书面授权，本书任何部分不得被复制、抄袭，或者以任何形式或任何方式传播。版权所有，侵权必究。

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

全国各地新华书店经销

河北天普润印刷厂印刷

*

787×1092 毫米 16 开本 6 印张 142 千字

2009 年 9 月第 1 版 2009 年 9 月第 1 次印刷

定价: 18.00 元

前 言

化学工程与工艺专业实验是在学生学习化学工程基础理论、石油加工工艺学、基本有机化工工艺学等专业课程之后开设的一门专业实验课，是化学工程与工艺专业重要实践环节之一。通过本课程的学习，一方面巩固学生对本专业基本理论知识的认识与理解，另一方面培养学生的基本实验技能及对实验现象进行分析、归纳和总结的能力，为今后从事相关领域科研工作打下良好的基础。

本教材以开设综合设计型实验为主，将传统的小型实验与培养石油化工工程技术人才结合起来，主要围绕石油加工工艺及催化工艺为主开设大型综合设计型实验项目，目的在于给学生提供一个发挥其主观能动性、创造性思维的空间，培养他们独立分析解决实际问题的能力、以全面的视角审视问题的能力，尤其是综合能力。使学生由以前被动的、验证性的实验转变为主动的、全方位的自我强化训练上来，真正达到培养专业人才的目的。

本教材实验内容侧重两条主线：其一，以石油炼制与加工工艺为主线，开设从原油开始直至重油的催化裂化工艺技术相关的石油加工大型综合设计型实验；其二，以催化工艺与分离工程为主线，开设从原料的特殊精制到催化剂的制备以及制备的催化剂合成某种化工原料的大型综合设计型实验；同时开设一些与反应工程、分离工程等学科结合紧密的通用型实验。

本教材内容为1999年5月申报的北京市第四批教学改革项目“开设化学工程与工艺专业综合设计型实验的研究与实践”项目研究成果之一，并获北京市教学成果二等奖。本教材由罗国华主编，参与编写该教材的同志还有靳海波、高峻斌、王虹、何广湘、任绍梅、靳广洲，靳海波教授审定了该教材全文，并提出了许多宝贵的意见与建议，对此深表感谢。

由于编写时间仓促，难免存在不少纰漏，希望教师及同学们给予批评指正，以不断提高专业实验的质量。

目 录

第一章 石油炼制工艺大型综合设计型实验	(1)
实验一 原油的实沸点蒸馏	(3)
实验二 直馏汽油催化重整及产物组成分析	(9)
实验三 催化裂化原料油残炭的测定(康氏法)	(12)
实验四 小型提升管催化裂化	(16)
实验五 催化裂化气体产物(裂化气和烟气)组成分析	(26)
实验六 催化裂化油样产物馏分切割组成分布测定	(28)
实验七 催化裂化馏分油的模拟蒸馏	(31)
实验八 催化裂化汽油产品馏程测定	(33)
实验九 催化裂化汽油加氢精制(正庚烷-噻吩模型化合物加氢脱硫)	(38)
实验十 催化裂化柴油产品闪点测定(闭口杯法)	(42)
实验十一 催化裂化柴油产品运动黏度测定	(46)
第二章 沸石催化与分离技术大型综合设计型实验	(51)
实验一 沸石分子筛催化剂的制备	(53)
实验二 沸石分子筛催化剂的 TPD 表征	(57)
实验三 多孔固体催化材料的比表面积测定(催化剂 BET 表征)	(59)
实验四 萃取精馏分离焦化苯中非芳化合物	(62)
实验五 小型固定床反应器用于苯-乙醇烷基化制乙苯	(65)
实验六 有机反应产物 GC-MS 定性分析	(69)
实验七 有机化物的红外光谱分析	(71)
第三章 反应工程大型综合实验	(74)
实验一 连续流动均相反应器内流体停留时间分布测定	(74)
实验二 填充鼓泡床液相流平均时间、方差、佩克莱准数的测定	(78)
实验三 浆态鼓泡床流体力学参数测定	(81)
附录 I 实验室安全防火须知	(86)
附表 II 0.066kPa(0.5mmHg)压力下的温度与常压温度换算表	(87)
附表 III 1.332kPa(10.0mmHg)压力下的温度与常压温度换算表	(88)
参考文献	(89)

第一章 石油炼制工艺大型综合 设计型实验

本类型实验是以石油炼制工艺为主线，将原油评价、直馏汽油催化重整、原料油的残炭测定、重油催化裂化工艺(XTL-5型小型提升管催化裂化)、产物组成分析(包括轻质油样分析、催化裂化汽油馏程测定、催化裂化柴油闪点及黏度测定、裂化气及烟气组成分析实验)以及催化裂化油样产物的精制与指标测试等重要的石油炼制工艺综合于一体的大型设计型实验。该综合实验由11个单项实验组成，即：

- 实验一 原油的实沸点蒸馏；
- 实验二 直馏汽油催化重整及产物组成分析；
- 实验三 催化裂化原料油残炭的测定(康氏法)；
- 实验四 小型提升管催化裂化；
- 实验五 催化裂化气体产物(裂化气和烟气)组成分析；
- 实验六 催化裂化油样产物馏分切割组成分布测定；
- 实验七 催化裂化馏分油的模拟蒸馏；
- 实验八 催化裂化汽油产品馏程测定；
- 实验九 催化裂化汽油加氢精制(正庚烷-噻吩模型化合物加氢脱硫)；
- 实验十 催化裂化柴油产品闪点测定(闭口杯法)；
- 实验十一 催化裂化柴油产品运动黏度测定。

图1-1更直观地体现各个单项实验与主线的关系，同学们在做这些实验的同时，应注意它们之间的相互联系，以便通过该实验，使同学们对催化裂化的主要工艺过程有一个整体的、清晰的认识。

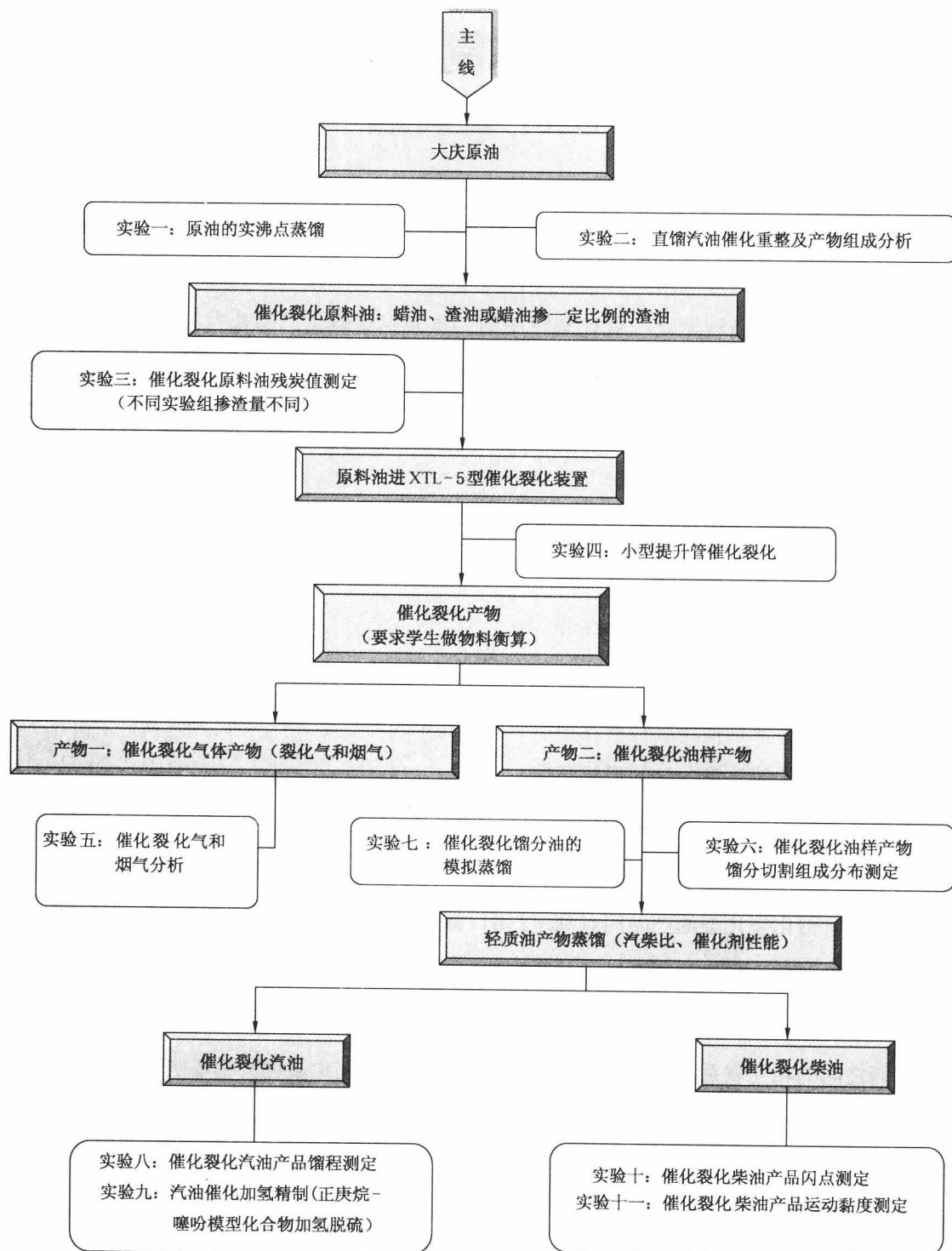


图 1-1 石油炼制工艺大型综合设计型实验关系图

实验一 原油的实沸点蒸馏

一、实验目的

- (1) 了解实沸点蒸馏仪的结构和功能；
- (2) 掌握实沸点蒸馏仪的工作原理和操作方法；
- (3) 学会实沸点蒸馏实验的数据记录与处理；
- (4) 了解原油实沸点蒸馏的应用和发展状况。

二、实验原理

实沸点蒸馏是原油评价工作的基础。原油经过实沸点蒸馏被切割成一个个窄馏分，然后对各个窄馏分进行性质分析，最后将数据标绘成实沸点蒸馏曲线和性质曲线。这些曲线概括了原油的主要性质，是制定加工方案的依据。实沸点蒸馏装置，还可以用来切取直馏产品，然后对这些直馏产品进行分析研究，评定直馏产品的质量与产率。

精馏的基本条件：一是气、液传质的两相之间要存在温度梯度与浓度梯度；二是设备条件，即精馏塔用以提供传质传热的场所。实现这两个基本条件的手段就是采用精馏塔精馏，塔顶回流，即用轻组分浓度高的冷液体从塔顶打入，形成分馏塔内由上至下的温度降(温度梯度)，以及高温低轻组分浓度的气相与低温高轻组分浓度的液相(浓度梯度)，最终完成气、液两相间的传质传热，达到轻、重组分分离的目的。实沸点蒸馏装置是一套釜式的常减压蒸馏装置，具有比炼油厂常减压装置更高的分馏能力。原油的实沸点蒸馏过程是间歇式的蒸馏过程，它是用带有一个相当于理论板数为 14~18 的填充精馏柱装置，在回流比为 5 条件下进行精馏的，因此可以对轻重组分进行较好的分离。所谓真沸点也是相对而言的，对于原油这样的复杂混合物，用这种方法是得不到其中单体化合物的真实沸点的，只能是一条连续的实沸点蒸馏曲线。

为了保证油样不发生分解，蒸馏釜的液相温度不能超过 350℃，为此，分为以下阶段进行：第一段是常压蒸馏，切取初馏点到 200℃ 的各个馏分；第二段是残压为 10mmHg 左右的减压蒸馏，切取 200℃ 到 425℃ 的各个馏分；第三段是在小于 5mmHg 的残压下，不用精馏柱的减压蒸馏，通常称克式蒸馏，切取 395℃ 到 500℃ 的各个馏分；最后剩下 500℃ 以上的渣油。

三、实验仪器及药品

1. 实验仪器

FY-Ⅱ型原油实沸点蒸馏——重油深拔组合仪器见图 1-2，由蒸馏釜、蒸馏柱、回流分配器、塔头冷凝器、馏分收集器、分馏头、冷阱及辅助设备组成，其原油实沸点蒸馏部分基本符合 ASTM D2892 标准方法的规定。

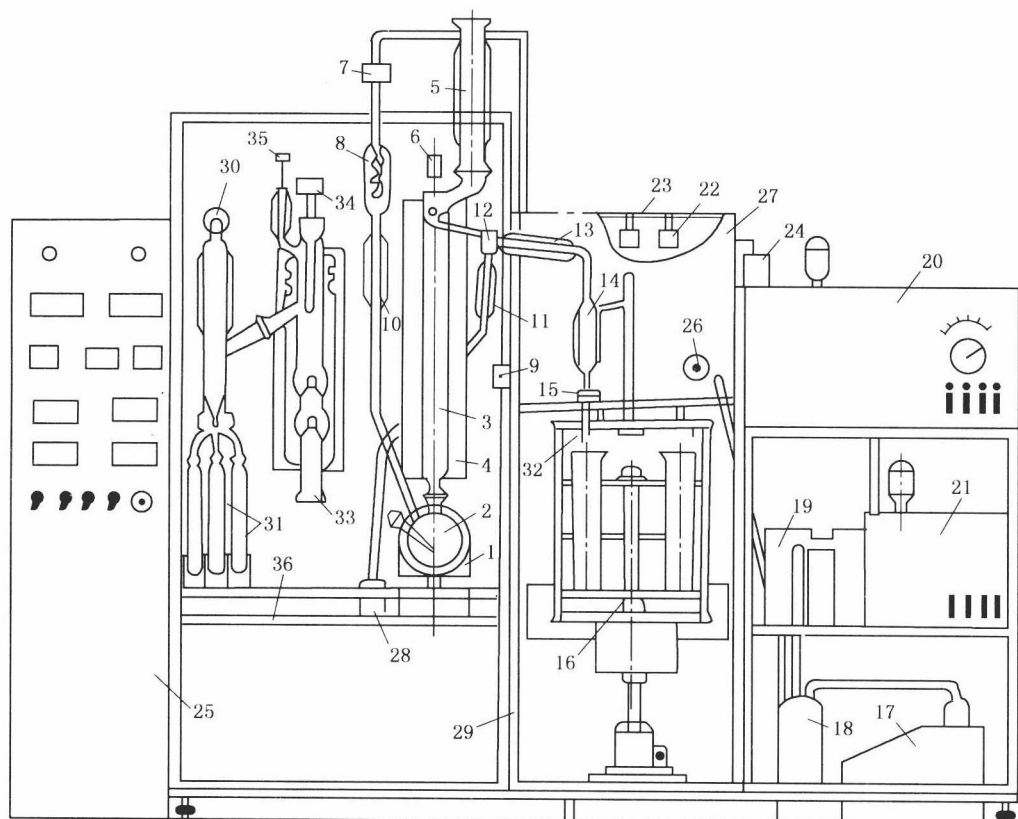


图 1-2 FY-Ⅱ型原油实沸点蒸馏装置示意图

1—加热炉；2—蒸馏釜；3—蒸馏塔；4—塔保温；5—冷凝器；6—回流分配器；7—差压变送器；8— N_2 扩散器；9— N_2 控制器；10—安全冷却器；11—脱水冷却器；12—分流电磁阀；13—馏分冷却器；14—馏分中间冷却器；15—电磁阀 2；16—产品接受器；17—真空泵；18—稳压器；19—冷阱；20—低温浴槽；21—超级恒温器；22—电磁阀；23—电磁阀 3；24—丁烷收集器；25—仪表箱；26—真空调节阀；27—配管箱；28—脱水接收器；29—框架；30—高温冷却器；31—高温接收器；32—真空桶；33—高温蒸馏柱；34—真空传感器；35—温度传感器；36—滑轨

(1) 蒸馏釜：1Cr18Ni9Ti 的钢质球形体，容积 10L。

(2) 蒸馏柱(塔 I)：FY-Ⅱ型实沸点蒸馏仪的蒸馏柱内径为 36mm，柱中填充规定的填料，使其在全回流下具有 14~18 块理论塔板。蒸馏柱具有电保温套，在温度控制器控制下，跟踪加热补充蒸馏柱的热损失，其保温比蒸汽温度低 0~5℃。

(3) 高温蒸馏柱(塔 II)：用于重油深拔过程。

(4) 回流分配器：可调节，蒸馏时一般选择回流比为 5。

(5) 馏分收集器：用于收集蒸馏得到的馏分，可在常、减压蒸馏操作时连续地接收蒸出馏分。

其他部件在此不一一叙述。

2. 试验用油

试验用油为原油及各种馏分油。

四、实验步骤

1. 装置检查与试漏

在加入原油前,应循着各系统进行检查及熟悉全装置的各部分。并检查仪器的密封性,确保在真空下操作达到所要求的压力。方法为:关闭放空阀,开动真空泵,15min后,系统残压应该只比真空泵的极限残压大 $2\sim 3\text{mmHg}$,否则表示系统漏气,应分段检查找出漏气位置,直至达到上述要求。同时检查其他如天平、加热设备及各种仪表均处于完好备用状态。

熟悉“实沸点蒸馏实验记录表”所列各项需记录的数据,在实验中如实记录。

2. 装入原油

蒸馏原油的含水量必须小于 0.5% ,否则在蒸馏中易造成温度指示失真和冲油事故。

称量蒸馏釜空重,小心向釜中加入原油约 $4\sim 5\text{kg}$,称量此时釜重,用减差法得到装入量,称量误差应低于进料量的 0.1% 。将搅拌转子放入蒸馏釜中,将蒸馏釜放入加热套内,启动釜加热炉手柄,使蒸馏釜径口与蒸馏柱底密封O形环紧固。将蒸馏釜保温套放好。将釜底测温套管放进蒸馏釜下侧口,检查并关闭套管釜底冷却水阀。

3. 常压蒸馏

(1) 检查系统各阀门处于“常压蒸馏阀门开关要求”的状态,即系统背后的玻璃两通阀,确保通大气。

(2) 接通冷却水,开低温浴槽给塔头冷凝器制冷剂制冷。蒸馏柱的主冷凝器应保持较低的温度,通常设定温度为 -20°C 。

(3) 称量馏分收集器中接收管的空重,并按管号放入收集器,用手摇千斤顶向上紧固,检查馏分油馏出口正好与接收管口中心位置一致。

(4) 加热蒸馏釜,将可控硅调压器开关拨至“手动”,旋转转轮至 $70\%\sim 80\%$,打开磁搅拌开关,开始蒸馏柱保温,密切注意蒸馏柱各段温度情况,有气相温度后开回流分配器,使回流比为 $5:1$ 。气相温度接近初馏点前应减弱加热强度,加压保持 $50\%\sim 60\%$ 。

(5) 记下馏分油馏出口滴下第一滴液体时的温度作为初馏点。应控制加热速度使从开始升温到初馏点的时间不超过1h。调节蒸馏釜加热,使馏出速度约为每秒 $2\sim 4$ 滴。

(6) 塔顶温度到达 65°C 以后,逐步提高制冷剂温度,用冷却水代替。

(7) 按下列温度收集馏分:初馏 $\sim 60^{\circ}\text{C}$ 、 $60\sim 95^{\circ}\text{C}$ 、 $95\sim 122^{\circ}\text{C}$ 、 $122\sim 150^{\circ}\text{C}$ 、 $150\sim 175^{\circ}\text{C}$ 、 $175\sim 200^{\circ}\text{C}$ 。应提前设置切割温度,切割温度到达后,控制器报警并自动切换至下一接收管,亦可手动切换。

(8) 油温大于 350°C ,热分解严重,因此常压蒸馏只能在釜温低于 350°C 下进行。当气相温度到达 200°C 以后,停止加热,除掉蒸馏釜保温套。缓慢往釜底通冷却水,加速冷却。关闭回流控制器。

4. 减压蒸馏

(1) 常压蒸馏结束后,停止加热,待蒸馏釜和蒸馏柱温降到 $130\sim 150^{\circ}\text{C}$ 时,开低温浴

槽给真空泵前冷阱制冷剂制冷，制冷温度设定 -20°C 。

(2) 制冷温度达到后，给定系统各阀门，使其处于“减压操作阀门开关要求”的状态。启动真空泵，将真空微调阀调整至其视窗计数器数值为“12-14”位置，细调使系统残压保持 10mmHg ，并用麦式真空计准确测量，保持这一压力。

(3) 压力恒定后，开始加热蒸馏釜，调节加热强度为满功率的 $70\% \sim 80\%$ ，设定回流比为 $5:1$ ，往下具体操作同常压蒸馏。

(4) 按下列常压沸点切割馏分： $200 \sim 225^{\circ}\text{C}$ 、 $225 \sim 250^{\circ}\text{C}$ 、 $250 \sim 275^{\circ}\text{C}$ 、 $275 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 、 $300 \sim 325^{\circ}\text{C}$ 、 $325 \sim 350^{\circ}\text{C}$ 、 $350 \sim 375^{\circ}\text{C}$ 、 $375 \sim 395^{\circ}\text{C}$ 、 $395 \sim 425^{\circ}\text{C}$ 。上述常压沸点应根据操作压力“ 10mmHg 下常减压换算表”（见附表Ⅲ）查得减压馏出温度，据此设定切割温度。

(5) 对于含蜡原油，蒸至 $270 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 馏分时，必须停冷却水，并对冷却器加热，以防止馏出油结蜡，堵塞管路。

(6) 当减压蒸馏到达最后切割馏分时，或釜温接近 310°C 时，应停止加热，冷却蒸馏釜和蒸馏柱，关闭回流控制器。

(7) 当釜温降到 150°C 以下后，由真空微调阀缓慢放入空气，使残压上升。接近常压时，停真空泵。

注意：①高温重油不得接触空气，即釜温高时不得放入空气，否则有引起爆炸的危险；②未放入空气之前，不得停真空泵，否则引起真空泵油倒吸。

(8) 釜温及柱温都降到 80°C 以下后，如不需继续蒸馏更重的重馏分油，可取下盛渣油的蒸馏釜，将渣油倒出。再放入适量的石油醚，加热沸腾清洗蒸馏柱及塔头和馏出口冷凝器支管处，把残存在上述各处的静滞留量回收。用已称重的蒸馏瓶把此溶液中的石油醚蒸出，留下的渣油称重，计入渣油产率。也可采取其他方法估算静滞留量。

5. 重油深拔(克氏蒸馏)

(1) 减压蒸馏后，如继续蒸馏更重的馏分油，可使用塔Ⅱ进行重油深拔。

(2) 将盛渣油的蒸馏釜沿滑轨移到塔Ⅱ下，启动釜加热炉手柄，使蒸馏釜径口与短程蒸馏柱底密封O形环紧固。

(3) 给定系统各阀门，使其处于“重油深拔阀门开关要求”的状态。

(4) 打开接收冷凝器循环水阀门，开低温浴槽给真空泵前冷阱制冷剂制冷。

(5) 制冷温度达到后，启动真空泵，用真空微调阀将系统压力调整到 0.5mmHg ，用麦式真空计准确测量，保持这一压力。

(6) 加热蒸馏釜，开磁搅拌，设定回流比为 2 。当蒸馏柱上有油气显示后，适当降低加热速度。由柱顶温度传感器显示蒸汽温度，当有油气沿馏出支管流出时，旋转磁导体，使接收器的导液磁蕊准确对准 $1^{\#}$ 接收管，切取馏分 1 。切割完毕，再旋转磁导体，使第二个馏分流入 $2^{\#}$ 接收管，重复操作至切割終了。

(7) 按下列常压沸点切割馏分： $425 \sim 450^{\circ}\text{C}$ 、 $450 \sim 475^{\circ}\text{C}$ 、 $475 \sim 500^{\circ}\text{C}$ 。上述常压沸点应根据操作压力“ 0.5mmHg 下常减压换算表”（见附表Ⅱ）查得减压馏出温度，据此切割馏分。

(8) 切割完毕后，停机及清洗过程同减压蒸馏结束后步骤。

五、实验数据处理

1. 每一馏分占原油质量分数按式 1-1 计算

$$X_i = \frac{W_1 - W_2}{W} \quad (1-1)$$

式中 W_1 ——馏分质量加接收管的质量, g;

W_2 ——接收管的质量, g;

W ——原油试样质量, g;

$X_i, \%$ ——每一馏分占试样的质量分数。

2. 损失率的计算

精确到装入量的 0.1%。

$$\text{损失率} = 100 - \Sigma(w/W) \times 100$$

式中 w ——各个馏分的质量, g;

W ——原油试样质量, g。

计算出来的质量损失不能大于 0.4%，否则蒸馏结果无效。

3. 实验报告

实验报告数据处理部分应包括如下内容:

(1) 装料量, 质量收率;

(2) 各馏分的质量百分率, 计算时精确到 0.1%;

(3) 累计的质量百分率;

(4) 各个馏分按沸点由低到高顺序列出, 最后记录渣油;

(5) 以沸点温度为纵坐标, 质量收率为横坐标作图, 绘制实沸点蒸馏曲线。

4. 精密度

单个试样的两次平行测定, 在相同蒸汽温度时, 总馏出量的差数应小于 1%。每次蒸馏的总损失量应小于 0.4%。

六、注意事项及影响因素

(1) 常压蒸馏时, 系统不可密闭。憋压的后果会使油料喷溅、起火。

(2) 减压蒸馏结束或其他故障需暂停时, 不可在高温下放入空气, 以免发生起火爆炸。

(3) 防止真空泵停止后, 泵油被装置倒吸, 应先放空恢复常压后再停泵。

(4) 含蜡原油的 300℃ 以上馏分凝点较高, 应提前加热冷却器防止堵塞。

(5) 操作时, 为使数据准确可靠, 必须注意控制馏分间的分离程度, 简称为分馏精确度。对其影响最大的因素是馏出速度, 通常应保持在每秒 2~4 滴。如流出速度过快, 则分馏精确度降低, 馏分收率、组成、性质都会改变, 这是导致实验误差的主要原因。其他因素还有升温时间、回流比、蒸馏柱的保温状态等, 限于篇幅, 不作详述。

七、思考题

1. 什么是实沸点蒸馏曲线？测定油品的实沸点蒸馏曲线的意义何在？
2. 简要说明实沸点蒸馏的工作原理。
3. 实沸点蒸馏装置的主要设备，如何用它对原油进行蒸馏？
4. 实沸点蒸馏过程的主要影响因素有哪些？
5. 实沸点蒸馏过程是应注意哪些事项？
6. 操作中容易发生事故的步骤有哪些？

实验二 直馏汽油催化重整 及产物组成分析

一、实验目的

(1) 让学生巩固所学基本知识, 熟悉小型催化重整装置的基本操作, 掌握催化重整反应的基本原理, 对催化重整工艺的基本过程有一个较为全面的了解;

(2) 了解气相色谱分析法分析重整反应原料及产物组成的基本原理, 学会使用该法分析重整反应原料及产物的组成;

(3) 掌握实验过程中的数据处理方法。

二、实验原理

催化重整是石油加工过程中重要的二次加工过程, 其目的是用以生产高辛烷值汽油或优质化工原料——轻芳烃(苯、甲苯、二甲苯), 同时副产的大量氢气可作为加氢工艺的氢气来源。在催化重整过程中, 原料油中的正构烷烃和环烷烃在催化剂的作用下, 经重整过程转化为异构烷烃和芳烃, 从而提高汽油的辛烷值或生产芳烃产品(苯、甲苯、二甲苯)。催化重整过程中使用的催化剂多为铂-铼、铂-锡等系列。

重整过程是化学加工过程, 其基本原理是不同的烃类在催化剂作用下及一定条件下发生不同的化学反应, 主要反应有:

- (1) 六元环烷的脱氢反应;
- (2) 五元环烷的异构脱氢反应;
- (3) 烷烃环化脱氢反应;
- (4) 异构化反应;
- (5) 加氢裂化反应。

上述反应中, 前三种都是生成芳烃的反应, 对生产芳烃和提高汽油辛烷值有利。其中的六元环烷脱氢反应进行得最快, 五元环烷的异构脱氢比六元环烷脱氢反应速度慢得多, 烷烃脱氢环化反应速度最慢。

异构化反应可提高汽油的辛烷值。加氢裂化反应生成较小的烃分子, 使液体产品收率下降, 应加以控制。六元环烷的脱氢、五元环烷的异构脱氢以及烷烃的环化脱氢都是强吸热反应, 又是体积增大的可逆反应, 因此升高温度对反应有利, 而升高压力则使反应的平衡转化率下降。但高温条件会导致加氢裂化及缩合反应加剧, 易引起催化剂积炭, 活性下降, 故在反应系统中应引入氢气以减少催化剂的积炭、失活。

三、实验仪器及试剂

1. 仪器

实验用仪器为小型催化重整反应装置(见图1-3),其中包括计量系统(微量泵、质量流量计)、压力控制系统(压力传感器、压力调节阀)、温度控制系统(控温仪表、加热炉)、冷凝冷却系统和微机控制系统等。

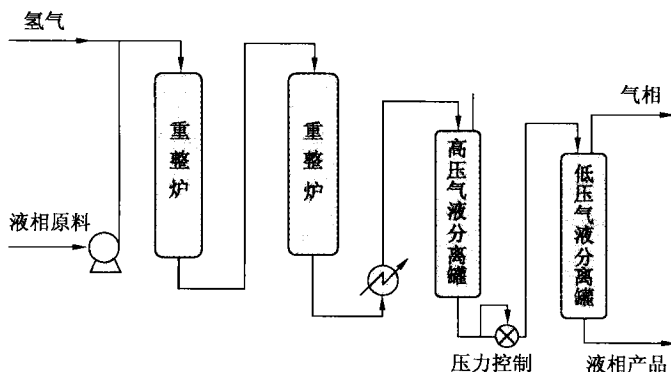


图1-3 小型催化重整反应装置示意图

装置的运行既可采用仪表控制,也可采用微机控制。微机控制系统可以实时显示装置的运行状态,完成对有关参数的自动采集、储存、控制及打印。对异常参数报警并实施安全保护,微机系统控制方便,可靠性高。

2. 试剂

在工业重整装置中,反应用油为80~180℃直馏馏分油,经预处理(预分馏、预脱砷、预加氢等)后,进入重整反应器进行反应,以生产高辛烷值汽油或轻芳烃。在实验室操作中,常选用正庚烷、环己烷等单体烃或其混合物作为模型反应物模拟工业反应过程,减少反应体系的组分数,以便于对反应物和产物进行分析和数据处理。本实验选用正庚烷和环己烷作为模型反应物,考察重整反应过程中原料及产物的变化,了解重整反应的基本原理。

四、实验步骤

1. 原料油的配制

准确称取所需要的正庚烷和环己烷溶剂,按1:1的比例配成反应所需要的原料油。

2. 催化剂装样

准确称取催化剂20g,与同样目数的石英砂按1:1的比例稀释,再按要求装填到反应器中。反应器的上下两端分别用大颗粒的石英砂填充,以便保证催化剂床层位于加热炉的等温区间内。固定好反应器,连接好管线待用。

3. 装置操作

首先检查整个装置的密封性能,待确认密闭不漏气时,再在氮气保护下以10℃/min的升温速率升温至500℃,切换成氢气还原1h,降温至390℃,进硫化油预硫化反应1h(若为

铂-锡催化剂可省去该步骤,为什么?), 切换成反应用油, 调节温度至 500℃、压力至 1MPa 进行反应, 液体体积空速 2.0h^{-1} , H_2/HC (体积) 为 800, 待反应稳定 1h 后, 方可取样分析。

反应结束后, 先停掉原料油, 切换成 N_2 吹扫, 同时降温, 待温度降至 100℃ 左右时, 再关闭气源, 停止操作。

4. 原料油及产物的组成分析

采用气相色谱法对原料油和产物的组成进行分析。反应产物中有环烷脱氢生成的芳烃, 烷烃环化脱氢生成的芳烃, 还有烷烃加氢裂化生成的小分子的烃类, 可根据各组分分子大小及其极性的差异, 利用气相色谱基本原理将其中的各个组分分开, 进而定量分析。色谱分析条件为: H_2 作载气, 2mL/min, OV-1 毛细管柱, 柱长 45m, 尾吹 H_2 , 30mL/min, N_2 作辅助气, 30mL/min, 空气 300mL/min, FID 检测器。采用面积归一化法进行定量。采用色谱数据工作站进行数据处理。

五、实验数据处理

转化率、芳烃产率、裂解产率均为质量分数, 按下列公式计算而得。

1. 转化率

$$\text{总转化率} = \frac{\text{反应器出口中除正庚烷和环己烷外其他烃的量}}{\text{反应器出口中烃总量}} \times 100\%$$

2. 芳烃产率

$$\text{芳烃产率} = \frac{\text{反应器出口中苯和甲苯的量}}{\text{反应器出口中烃总量}} \times 100\%$$

3. 裂解产率

$$\text{裂解产率} = \frac{\text{反应器出口中 } \text{C}_1 \sim \text{C}_4 \text{ 的量}}{\text{反应器出口中烃总量}} \times 100\%$$

4. 选择性

$$\text{选择性} = \frac{\text{产物产率}}{\text{总转化率}} \times 100\%$$

六、思考题

1. 催化重整过程中发生的反应有哪些? 哪些反应对生成主产物有利? 哪些反应对生成主产物不利? 应采用什么样的控制手段加以控制?

2. 催化重整反应对原料油的要求有哪些? 为满足这些要求, 工业生产中需要采取哪些措施?

3. 催化重整催化剂在进行反应前需进行哪些预处理? 为什么?

实验三 催化裂化原料油 残炭的测定(康氏法)

一、实验目的

- (1)掌握催化裂化原料油残炭的测定方法;
- (2)了解测定原料油残炭对催化裂化生产应用的意义。

二、实验原理

油品的残炭是指将油品放入残炭测定器中,在不通入空气的试验条件下加热使其蒸发和分解,排出燃烧的气体后,所剩余的焦黑色残留物。本实验用康氏法催化裂化原料蜡油的残炭,并计算残炭值(经原试样的质量分数表示)。

本方法参考 GB 268—87 制定。

三、仪器、材料与试验用油

1. 仪器与材料

康氏法残炭测定仪器见图 1-4。

全套仪器包括瓷坩埚、内铁坩埚、外铁坩埚、三脚架、遮焰体、圆铁罩、三角架及喷灯等部件。其主要规格如下:

- (1)瓷坩埚:矮型,容量约 30mL。
- (2)内铁坩埚:铁皮制,容量 (75 ± 5) mL,表面镀黑。
- (3)外铁坩埚:铁皮制,容量 (190 ± 10) mL,带盖、表面镀黑。
- (4)三脚架:铁制,表面镀铬抛光,高 (250 ± 10) mm,环径 (130 ± 5) mm。
- (5)遮焰体:用 0.6~0.8mm 的厚铁皮制成,中孔上口直径 (90 ± 2) mm,下口直径 (82 ± 2) mm,内装石棉压环。另一种特殊的遮焰体孔内有三个弯脚,可用于直接支撑坩埚。
- (6)圆铁罩:材料用 0.8mm 厚铁皮制,下部高 (25 ± 2) mm,在上部圆管的顶端焊有直径 3mm 铁丝弯成口形的火桥,高 (50 ± 3) mm,用作火焰的最大高度批示器,表面镀黑。
- (7)喷灯:采用米格式煤气喷灯。

2. 试验用油

大庆蜡油,或蜡油掺一定比例渣油。