

# 中华人民共和国石油化工行业标准

## 高沸点范围石油产品 高真空蒸馏测定法

SH/T 0165—92

(2000年确认)

代替 ZB E30 006—88

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用减压蒸馏法测定试样馏程的方法。

本标准适用于测定蜡油和润滑油等高沸点范围石油产品。

### 2 方法概要

将 100mL 试样倒入装有瓷片的干净分馏瓶中，记录试样的温度。安装好温度计及仪器。受器量筒放入盛水的高型烧杯中，使水温与装入试样时的温度之差不大于 3℃。启动真空泵，保证整个系统不漏气。调节放空阀，使残压达到测定要求。加热，按本标准及试样技术要求，记录温度和馏出百分数，并记录残压及时间，要求蒸馏中残压波动不超过 0.5mmHg。最后按常、减压温度换算图，换算为常压的馏程温度。

### 3 仪器与材料

#### 3.1 仪器

3.1.1 减压馏程测定装置(图 1)：包括下列各部分。减压馏程测定器 2(尺寸见图 2，分度为 1mL，容量允许误差为  $\pm 0.8$ mL)；真空泵 10(能抽到残压 2mmHg)；缓冲瓶 9(不小于 1000mL)；红外线灯 8(250W)；真空压力计 1(尺寸见图 3)；高型烧杯 7(直径 100mm，高 240mm)；电炉 6(1000W 平盘形)；保温罩 3；变压器 4、5。

3.1.2 温度计：0~100℃及 0~360℃棒状温度计。

3.1.3 量筒：100mL。

#### 3.2 材料

3.2.1 素烧瓷环或瓷片。

3.2.2 火棉胶。

3.2.3 真空润滑脂。

### 4 试剂

无水氯化钙：化学纯。

### 5 准备工作

5.1 试样中有水时，试验前应进行脱水。含蜡油品预热到高于其凝点 15~20℃；粘稠油品预热到易流动的适当温度。加入无水氯化钙，充分搅拌，用滤纸(或脱脂棉)过滤。

5.2 取 100mL 或相当于 100mL 质量的试样，倒入装有瓷环(或瓷片)的干净分馏瓶中。记录量取试样的温度。安装仪器时，使温度计位于分馏瓶瓶颈中央，并且使温度计水银球的上边缘与分馏瓶支管

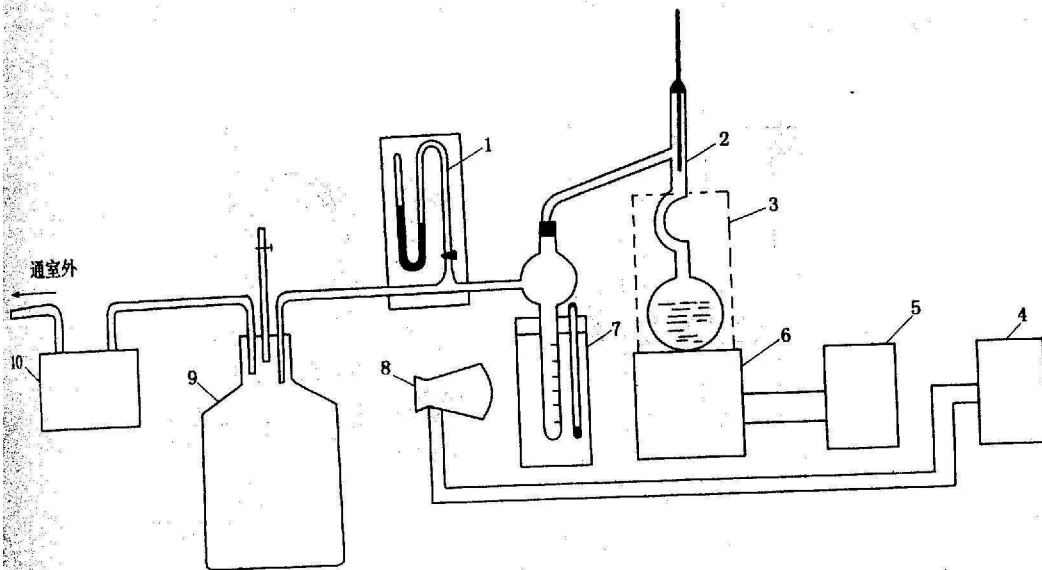


图 1

1—真空压力计；2—减压馏程测定器；3—保温罩；4、5—变压器；  
6—电炉；7—高型烧杯；8—红外线灯；9—缓冲瓶；10—真空泵

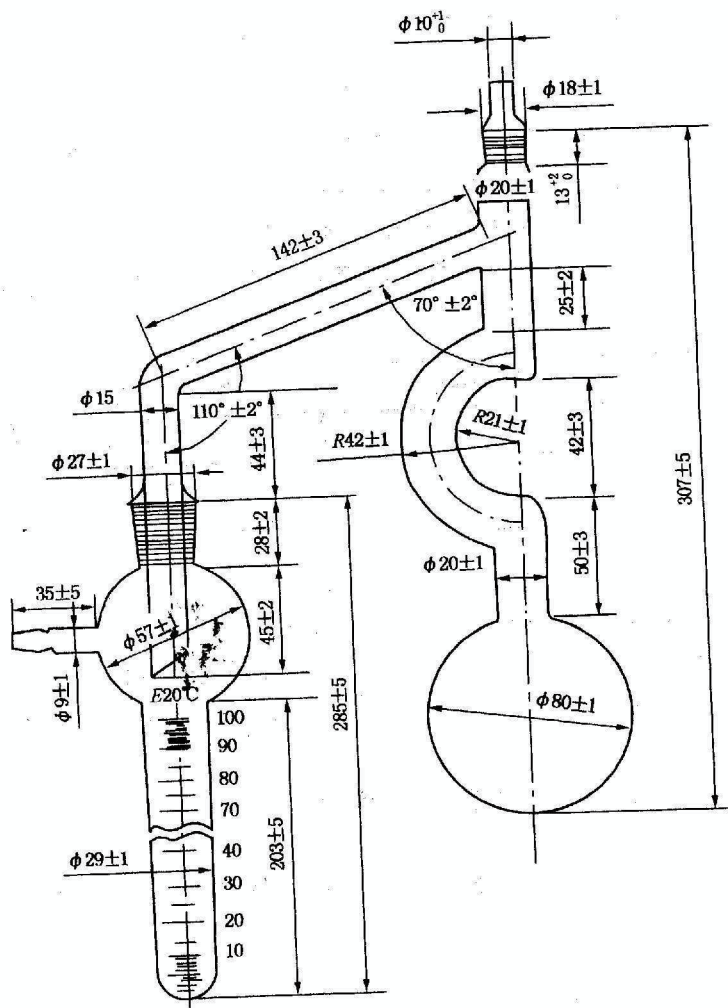


图 2

焊接处的下边缘在同一水平面上。各磨口处涂少量真空脂，磨口外涂一层火棉胶。试验残压较大时可不用涂真空脂和火棉胶。

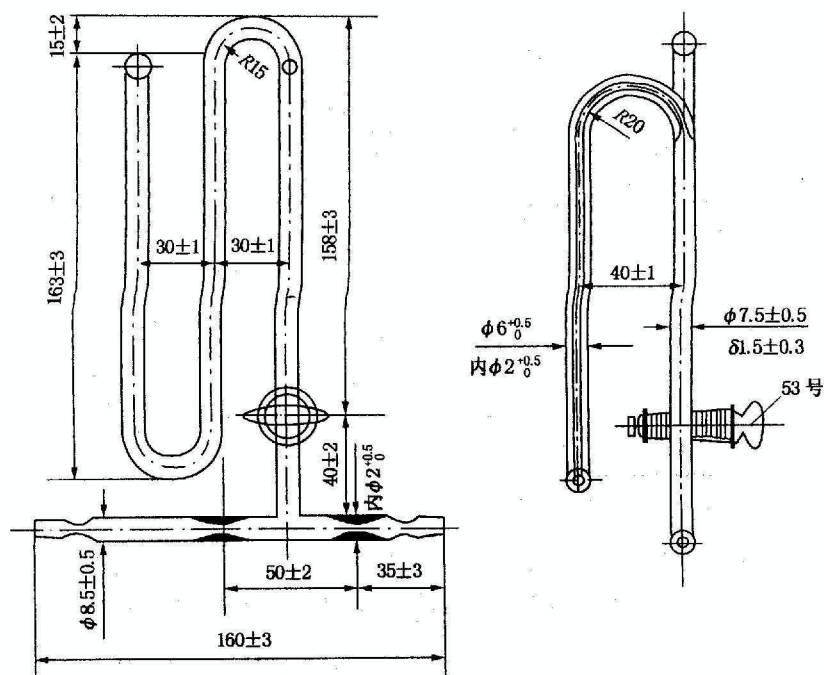


图 3

5.3 受器量筒用装水的高型烧杯保温。水面要高于受器量筒 100mL 刻线。用红外线灯对高型烧杯进行加热，使水温保持在与量取试样时的温度之差不大于 3℃ 的范围内。

5.4 启动真空泵，关闭放空阀，检查系统气密程度，再调节放空阀，使残压达到测定要求。可参考下表选择所需残压值，在保证测定出蒸馏最高温度的情况下，应该采用较大的残压，残压读至 0.5mmHg。

馏程范围, °C	残压, mmHg	馏程范围, °C	残压, mmHg
200 ~ 350	50	> 350	< 5

## 6 试验步骤

6.1 完成准备工作，开始加热。初馏时间控制在 10~20min。

6.2 蒸馏时控制从初馏点到馏出 10% 的时间不超过 6min，10%~90% 每分钟馏出 4~5mL。馏出 90% 时允许最后调整一次加热强度，使 90% 到终馏点不超过 5min。

6.3 蒸馏时，按试样技术标准的要求记录温度和馏出百分数，同时记录残压和时间。蒸馏过程残压波动不得超过 0.5mmHg。

6.4 蒸馏到终馏点，停止加热，取下保温罩，待温度计自然冷却到 100℃ 以下，缓慢地放空。水银真空压力计回到原位后停真空泵。

6.5 按常、减压温度换算图(图 4)将减压下测定的各点温度换算为常压下的温度。

## 7 精密度

### 重复性

同一操作者重复测定的两个结果之差不应大于下列数值。

馏出温度：5℃。

馏出量：1mL。

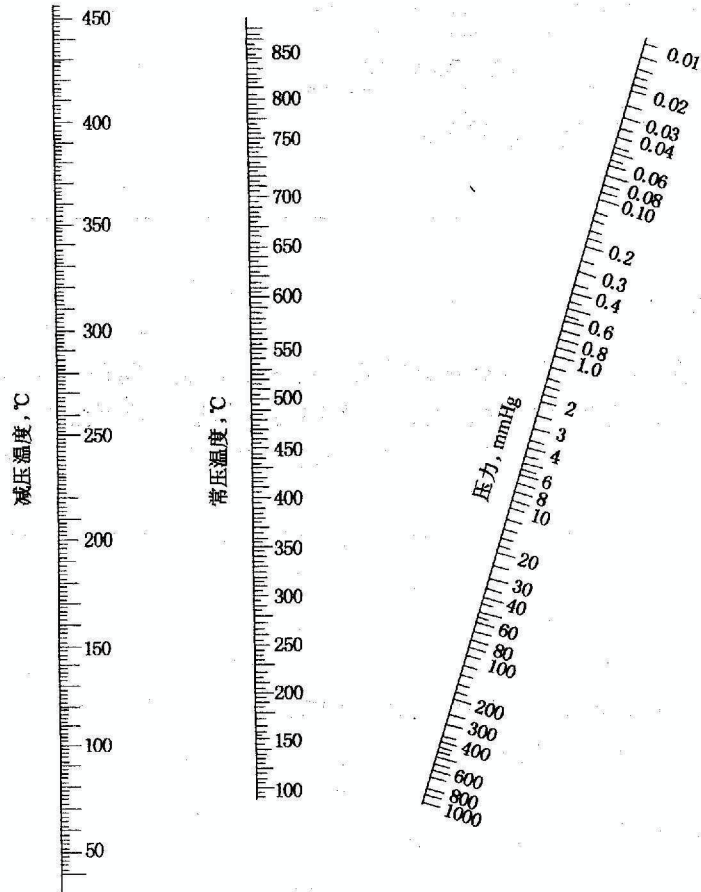


图 4

## 8 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为试样减压馏程的测定结果。

### 附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由抚顺石油化工公司石油二厂负责起草。

本标准首次发布于 1974 年。