



中华人民共和国国家标准

GB/T 17475—2020
代替 GB/T 17475—1998

重烃类混合物蒸馏试验 真空釜式蒸馏法

Standard test method for distillation of heavy hydrocarbon mixtures—
vacuum pot still method

2020-03-31 发布

2020-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法概要	2
5 仪器	3
6 取样	10
7 仪器准备	10
8 试验步骤	10
9 计算	14
10 报告	14
11 精密度和偏差	17
附录 A (规范性附录) 温度响应时间的测定方法	18
附录 B (规范性附录) 传感器的校正方法	19
附录 C (规范性附录) 含水油样的脱水试验	24
附录 D (规范性附录) 减压蒸气观察温度与常压温度(AET)的换算方法	26
附录 E (规范性附录) 净滞留量的测定方法	29

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17475—1998《重烃类混合物蒸馏试验方法(真空釜式蒸馏法)》。本标准与 GB/T 17475—1998 相比,除编辑性修改外,主要变化如下:

- 增加了关于温度传感器的精度、类型和校正规则等要求(见 5.5.4);
- 增加了的内容,描述试验过程中可以使用的压力传感器类型和压力传感器的校正要求(见 5.5.6);
- 增加了描述的动态压力降低方案(见 8.12);
- 增加了一种阶梯式压力降低方案(见 8.6,8.18);
- 增加了蒸馏需要立刻停止的情况说明(见 8.20);
- 修改了附录 B 关于温度和压力传感器的校正内容(见附录 B 的 B.2、B.3,1998 年版附录 B、附录 C);
- 修改了图 B.1 中部分标注内容(见图 B.1,1998 年版图 B.1);
- 修改了附录 D 中式(D.1)、式(D.2)、式(D.3)、式(D.4)、式(D.5)关于减压下观察温度转化成常压下相应温度的内容及附录 D 中式(D.6)的内容,并且修改式(D.6)中 D 的定义(见附录 D,1998 年版附录 E)。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、大庆油田工程有限公司、中石化炼化工程(集团)股份有限公司洛阳技术研发中心、中国海洋石油集团有限公司炼化化工科学研究院、中国石油化工股份有限公司天津分公司、中国石油燃料油有限责任公司研究院。

引 言

本标准是指导炼油厂或贸易商表征重烃类混合物特性的试验方法之一，它提供了估算不同沸点范围馏分收率的方法。

本标准得到的馏分可以单独或和其他馏分配制成供分析研究和质量评定用的试样。

重烃类混合物蒸馏试验 真空釜式蒸馏法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准的使用可能涉及某些有危险的材料、设备和操作，本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了真空釜式蒸馏法重烃类混合物蒸馏试验的方法概要、仪器、取样、仪器准备、试验步骤、结果计算、报告、精密度和偏差。

本标准适用于初馏点高于 150 °C,终馏点低于 565 °C的重烃类混合物如重质原油、石油馏分、渣油及合成油的蒸馏过程。制备粗柴油和润滑油馏分试样可参照本标准执行。本标准也可用于制备生产沥青用的渣油，但不总是适宜的，本试验中发生的长时间的热裂化可能改变其某些性质。

注 1：最高切割温度与试样的加热极限有关。对于大多数样品，565 °C是能够达到的最高切割温度，但是对于热敏感样品，最高切割温度会明显低于 565 °C,同样，对于热不敏感样品，最高切割温度可以稍微高于 565 °C。

注 2：切割点在 400 °C之前原油的蒸馏也可使用 GB/T 17280 规定的试验方法。但与采用本标准得到的蒸馏曲线和馏分性质不可直接比较。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法（密度计法）

GB/T 1885 石油计量表

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 13377 原油和液体或固体石油产品 密度或相对密度的测定 毛细管塞比重瓶和带刻度双毛细管比重瓶法

GB/T 17280 原油蒸馏标准试验方法 15-理论塔板蒸馏柱

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

蒸发速率 **boil-uprate**

单位时间进入蒸馏头的蒸气量。

注：蒸发速率大约与馏出速率相等，差值是由热损失造成的。蒸发速率在给定蒸馏头内径时，一般用每小时的毫升数 (mL/h)表示，有时为了便于比较，也用每平方厘米每小时的毫升数[mL/(h·cm²)]表示。

3.2

冷凝器 **condense**

与蒸馏头的出口连接，馏出物在此处冷凝的装置。

3.3

蒸馏釜 **distillation flask**

由玻璃或金属制造，试样在其内部沸腾的容器。

注：蒸馏釜有时被称为蒸馏烧瓶或蒸馏罐。

3.4

蒸馏头 **distillation head**

内置雾沫分离器，直接与蒸馏釜相连接的部件。

3.5

操作压力 **operating pressure**
蒸馏压力 **distillation pressure**

蒸馏头与接收器连接处的压力。

3.6

蒸气温度 **vapor temperature**
蒸馏温度 **distillation temperature**

蒸馏头内测量点处的温度。

3.7

装料量 **loading**

与蒸馏釜颈部横截面积有关的装料体积。

3.8

压力降 **pressure drop**

操作真空压力与蒸馏釜真空压力之间的差值。

注：压力降是由于蒸气通过系统产生摩擦造成的，单位为千帕(kPa)或毫米汞柱(mmHg)。

3.9

溢流点 **spillover point**

蒸馏头内雾沫分离器之上蒸气能够移向冷凝部位的位置。

3.10

静滞留量 **static held-up**
附着量 **wettage**

蒸馏过程完成后，残留并附着在蒸馏仪内壁上的液体物质的量。

注：在本试验方法中，使用钢质蒸馏釜时，其静滞留量包含釜内的附着物；使用玻璃质蒸馏釜时，在蒸馏完成后扣除釜内的附着物。

3.11

馏出速率 **take-off rate**

单位时间馏出物的量。

注：大约与蒸发速率相等，差别在于蒸馏头的附加加热损失。

4 方法概要

4.1 将一定体积的试样在绝对压力为 $6.6\text{ kPa}\sim 0.013\text{ kPa}$ ($50\text{ mmHg}\sim 0.1\text{ mmHg}$) 和规定的蒸馏速率下进行蒸馏，并按预选温度切割馏分。记录蒸馏过程中每个切割点的蒸气温度、操作压力和其他变量。

4.2 称取每个馏分的质量，并根据每个馏分的质量和总回收质量计算出每个馏分的质量收率。

4.3 测定每个馏分的密度，计算出每个馏分在 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的体积，并计算出每个馏分的体积收率。

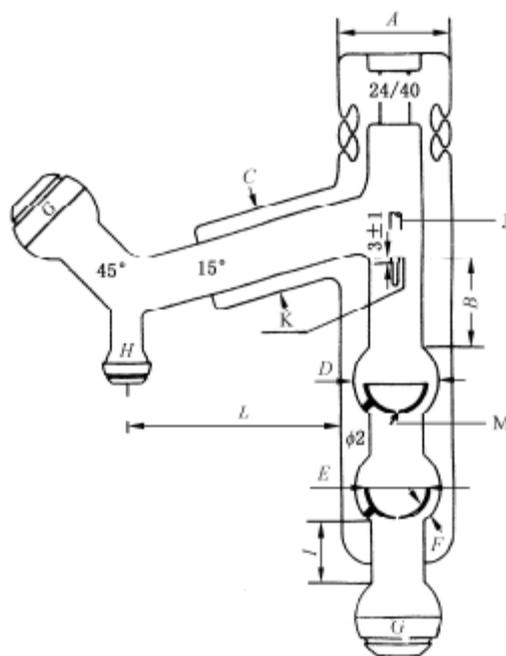
4.4 根据 4.2 和 4.3 的计算结果，绘制出切割温度对馏分的质量百分收率或体积百分收率，或二者兼有的蒸馏曲线。

5 仪器

5.1 概述

5.1.1 本标准涉及许多相互制约变量的复杂步骤。新仪器在第一次使用之前，其部件应按附录 A、附录 B 详述的方法进行校验，且其蒸气温度传感器在蒸馏头中的位置应按 5.5.3、图 1 和表 1 进行核查。

单位为毫米



说明：

- A — 蒸馏头真空夹套外径；
- B — 雾沫分离器顶端与溢流点间距；
- C — 蒸馏头馏分馏出管夹套外径；
- D — 雾沫分离器外球内径
- E — 雾沫分离器内球外径；
- F — 雾沫分离器外球内壁与内半球外壁间距；
- G — 公球型磨口最大外径 / 最小内径；
- H — 蒸馏头馏分出口公球型磨口最大外径 / 最小内径；
- I — 雾沫分离器底端与蒸馏头底公球型磨口顶端间距；
- J — 蒸气温度传感器；
- K — 溢流点；
- L — 可安装接收系统的距离；
- M — 孔。

图 1 蒸馏头示意图

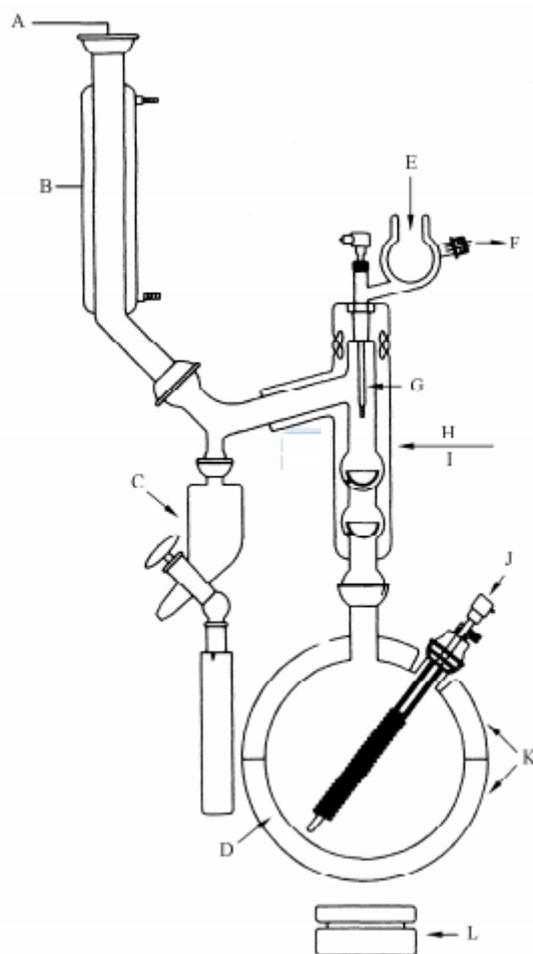
表 1 蒸馏头尺寸表

单位为毫米

蒸馏头	各部位尺寸
-----	-------

内径									
	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	<i>E</i>	<i>F</i>	<i>G</i> ^a	<i>H</i> ^b	<i>L</i>
25	85	75	64	47 (内径)	40 (外径)	4~5	35/25	28/15	35
36	90	75	64	68 (内径)	57 (外径)	5~6	65/40	35/25	35
50	110	100	75	94 (内径)	79 (外径)	7~9	75/50	35/25	45
70	140	100	100	131 (内径)	111 (外径)	10~11	102/75	50/30	70
<p>a 公球型磨口(G)最大外径 / 最小内径。</p> <p>b 蒸馏头馏分出口公球型磨口(H)最大外径 / 最小内径。</p>									

5.1.2 根据蒸馏头的内径(25 mm, 36 mm, 50 mm, 70 mm)可确定 4 种尺寸的仪器。仪器主体由蒸馏釜和内部带有雾沫分离器、外包保温套、上部带有冷凝器的蒸馏头组成, 此外还包括蒸气温度传感器、真空规连接器、冷凝器、馏分流管线, 一组馏分接收器和真空泵管线以及真空泵。各个部件连接在一起并密封固紧, 而且操作应灵活方便(见图 2)。



说明:

A — 接真空泵管线;

B — 冷凝管;

C — 真空适配器;

D — 蒸馏烧瓶;

E — 蒸馏头冷阱;

F — 接真空规;

G — 蒸气温度传感器;

H — 蒸馏头;

I — 蒸馏头热补偿罩(未画);

J — 烧瓶温度传感器;

K — 烧瓶加热套;

L — 磁力搅拌器。

图 2 仪器主体示意图

5.2 蒸馏釜

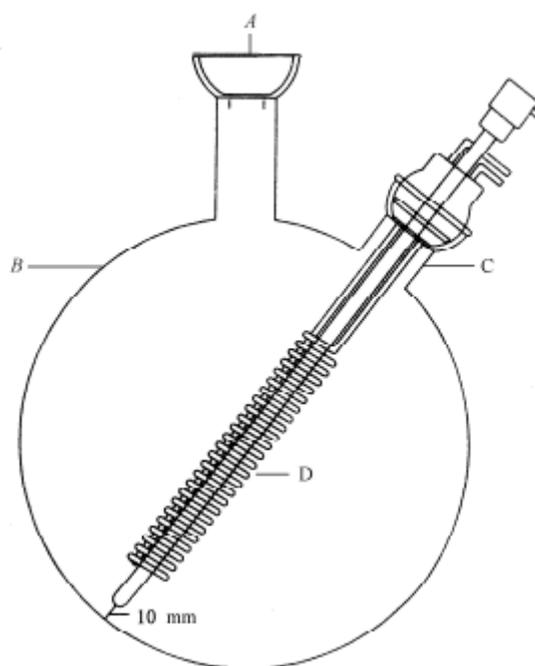
5.2.1 蒸馏釜的容积至少应比装料体积大 **50%**, 以便为打破泡沫提供足够的空间。每个蒸馏釜的尺寸均应根据负荷因子算出。推荐的负荷因子为每平方厘米蒸馏头颈部横截面积相当于 **200 mL~400 mL** 的装料量。表 2 是推荐的各种不同尺寸仪器的装料体积。

表 2 标准装料量和蒸馏釜尺寸

蒸馏头内径 mm	颈部横截面积 cm ²	装料量 L	蒸馏釜容积 L
25	5	1~2	2~3
36	10	2~4	3~6
50	20	4~8	6~12
70	40	8~16	12~24

5.2.2 蒸馏釜由硬质硼硅玻璃制造。为确保安全，容积大于 10 L 的蒸馏釜应用不锈钢制造。

5.2.3 蒸馏釜和一个距其底部 6 mm 的热电偶套管装配在一起，并应偏离中心以避免搅拌子。蒸馏釜底部略平，以便磁性搅拌子旋转。不锈钢蒸馏釜应配一个冷却螺旋管，以便紧急时迅速冷却。蒸馏釜结构详见图 3，其尺寸要求如表 3 所示。



说明：

A — 蒸馏釜球型母磨口最大处内径 / 最小处内径；

B — 蒸馏釜的容积；

C — 温度传感器；

D — 冷却盘管。

图 3 蒸馏釜示意图

表 3 蒸馏釜尺寸

蒸馏头内径 mm	A mm	B L
25	35/25	3
36	65/40	6
50	75/50	12
70	102/75	24

5.3 搅拌系统

对于玻璃蒸馏釜，磁性搅拌子的直径应为 3 mm，长度应为 20 mm；对于不锈钢质蒸馏釜，磁性搅拌子的直径应为 6 mm，长度为 50 mm。磁性搅拌子的边缘应圆滑，避免磨损蒸馏釜内壁。外部磁力驱动器应能转动蒸馏釜底部的搅拌子，而且下部应紧靠加热套。驱动器、加热套和支承机构可做成一体。

5.4 加热系统

5.4.1 蒸馏釜由位于其下半部，带加强筋石英玻璃纤维织成的加热套加热，并维持 $150 \text{ mL/h} \cdot \text{cm}^2$ 颈部截面积的蒸发速率，加热密度为 0.5 W/cm^2 。通常使用两组以上的加热炉丝。

5.4.2 温度传感器安放在蒸馏釜与加热套之间，以控制加热速率。

5.4.3 蒸馏釜上半部覆盖一个补偿其热损失的加热罩，其加热密度为 0.2 W/cm^2 。

5.5 蒸馏头

5.5.1 蒸馏头规格如图 1 所示，由硬质硼硅玻璃制造，并且外包真空镀银夹套，夹套内真空度应达到 $0.0001 \text{ kPa}(0.00075 \text{ mmHg})$ 。

5.5.2 用一个玻璃纤维织成的绝热加热罩维持蒸馏头的真空夹套外壁温度比中心蒸气温度低 $5 \text{ }^\circ\text{C}$ 。为此，应在真空夹套外壁和绝热加热罩之间放置一个温度传感器，其位置与蒸气温度传感器位置相对。

5.5.3 用一个适配器将蒸气温度传感器安放在蒸馏头颈部中心，具体安放位置为传感器敏感端顶端的溢流点之下 $3 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ 。该距离可以用下面的方法测量：取出蒸气温度传感器，插入一条底部折弯的铜丝，触到溢流点后，可测知其距适配器距离，然后按此距离安放蒸气温度传感器。

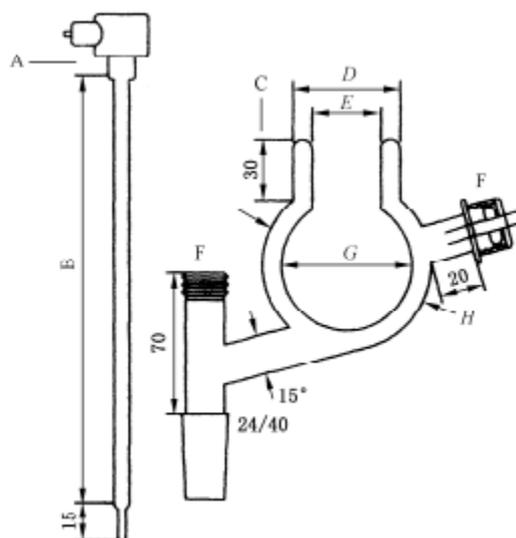
5.5.4 蒸气温度传感器可采用铂电阻，也可采用一个带套管的热电偶，或者其他能够满足蒸气温度传感器要求的设备。蒸气温度传感器应按照附录 A 所述的具有小于 60 s 的响应时间。

蒸气温度传感器的其他要求如下：

- a) 读数准确度应至少达到 $0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ ，并且读数分辨率至少达到 $0.1 \text{ }^\circ\text{C}$ ；

- b) 应在第一次使用时应对其及附属设备进行有效温度的全量程校正，并且至少每年按照 B. 2. 2 进行一次校正；也可以使用有证的传感器，但这些传感器及附属的记录设备应能够追溯到原始温度标准；当传感器或者附属设备进行修理或维护之后，应进行重新校正；
警示 — 蒸气温度传感器是影响蒸馏数据的两个重要来源之一。
- c) 至少应一个月校正一次，校正可通过准确的电阻法或按照 B. 2. 3 所述的蒸馏已知准确沸点的纯化合物完成。

5.5.5 图 4 所示的是能与真空传感器相连的安装在蒸馏头上部的冷阱和温度传感器件，在整个蒸馏过程中冷阱内部应充满碎干冰。



说明：

A — 温度传感器；

B — 长度适宜；

C — 蒸馏头冷阱；

D — 外径 51 mm；

E — 外径 35 mm；

F — GL-20；

G — 外径 62 mm；

H — 外径 80 mm。

图 4 蒸馏头冷阱和温度传感器件

5.5.6 真空传感器应连接在冷阱支管上，并应能测定小于或等于 0.001 33 kPa (0.01 mmHg) 的压力。可使用非倾斜麦氏真空规或者其他基准仪器。当测量压力只降到大约 1 kPa 时，可以用水银压力计校准，但应用一个基于一套带游标的光学系统，可很准确测定水平高度的测高仪读数。除此之外，也可使用隔膜式电子传感器，但不宜使用基于热线圈、放射物或者电导率检测器的传感器。

真空传感器的其他要求如

- a) 非倾斜麦氏真空规、水银压力计或其他符合基准压力的测定仪器，在妥善使用和保养的情况下，不必进行校正；可使用可追溯到基准压力标准的气体压力计或者有证的电子传感器；

警示 — 汞已经被许多监督机构指定为有毒试剂，它能造成中枢神经系统、肾脏以及肝脏的损伤。汞以及汞的蒸气损害人身健康，并且腐蚀材料。操作汞或者含汞的物品时一定要注意防护。

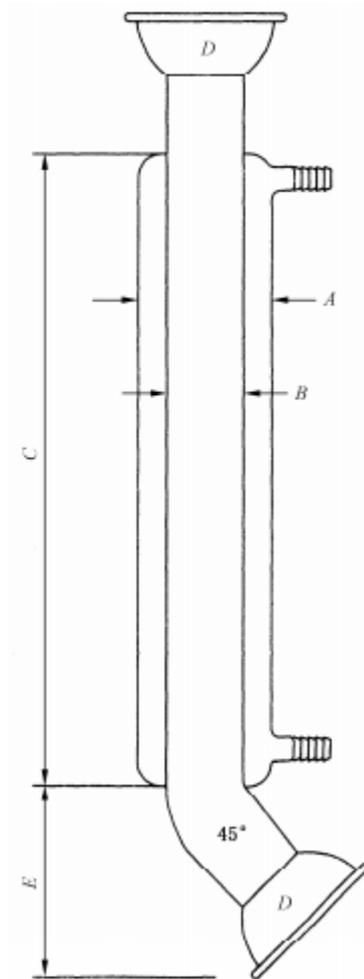
- b) 没有证的传感器应使用非倾斜麦氏真空规、其他基准仪器或者可追溯到基准的次级电子传感器进行校正，基本校正步骤见 B.3；修理或维护的传感器应重新校正；

- c) 压力传感器至少应每周核查一次；核查应当按照 B.3 要求或基于一个被验证过的标准体系进行。

警示 — 真空（操作压力）的测定是影响蒸馏误差的两个重要来源之一，因而压力传感器的校正和核查工作是非常重要的，应认真按照基本规则进行。

5.6 冷凝器

冷凝器由硬质硼硅玻璃制造，与蒸馏头支管出口相连，其示意图见图 5,尺寸见表 4。冷凝器内部应有足够的容积以便将所有应冷凝的蒸气冷凝下来，其冷凝液温度应能达到 70 °C,以防蜡在此凝固。



说明：

A — 冷凝器冷却水套管外径；

B — 冷凝器内管外径；

C — 冷凝器冷却水套管长度；

D — 冷凝器球型母磨口最大处内径 / 最小处内径；

E — 此距离尽可能短。

图 5 冷凝器示意图

表 4 冷凝器尺寸表

单位为毫米

蒸馏头内径	A	B	C	D ^a
25	51	28	300	35/25
36	75	45	300	65/40

50	80	54	400	75/50
70	120	80	400	102/75

a 冷凝器球型母磨口 (D) 最大处内径 / 最小处内径。

5.7 真空泵管线

5.7.1 真空泵管线从冷凝器出口连接到真空泵，可采用厚壁橡胶管或轻金属管，其内径至少应等于冷凝器内径的一半，长度应不超过 2 m。

5.7.2 真空泵管线中靠近真空泵的地方应连接一个缓冲罐，其容积至少应和烧瓶容积相等。缓冲罐前应放置一个冷阱，蒸馏时用干冰冷却。

5.7.3 缓冲罐和真空泵之间应安装一个隔离阀，其内径至少应等于管线的内径。

5.7.4 在蒸馏头上部和真空传感器之间放置一个如图 4 所示的硬质硼硅玻璃蒸馏头冷阱。在整个蒸馏过程中，冷阱内应装满碎干冰，保护真空系统不受残余蒸气污染。

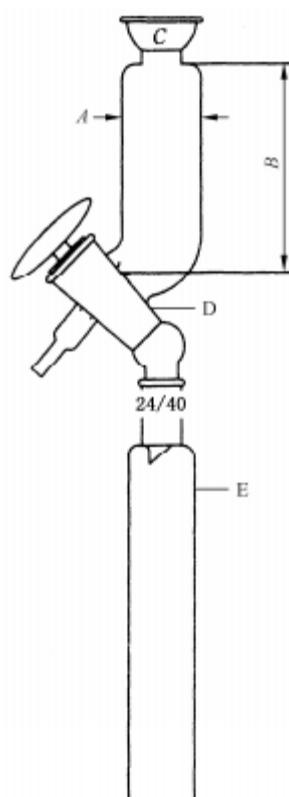
5.8 真空源

应使用能稳定维持系统压力的单级机械真空泵作为真空源。

5.9 接收系统

5.9.1 接收系统连接在产物冷凝器的低端出口处，由一个能排放出馏分又不干扰系统压力的真空适配器组成。图 6 为一种合适的手动操作装置，其中的馏分接收器的尺寸见表 5。

单位为毫米



说明：

A — 馏分接收真空适配器管外径；

B — 馏分接收真空适配器管长度；

C — 馏分接收真空适配器母磨口最大处内径 / 最小处内径；

D — 10 mm 活塞；

E — 带刻度接收器。

图 6 手动操作接收系统示意图

表 5 馏分接收器尺寸表

单位为毫米

蒸馏头内径	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i> ^a
25	45	120	35/25
36	51	120	35/25
50	64	150	50/30
70	75	150	50/30

^a 馏分接收真空适配器母磨口 (*C*) 最大处内径 / 最小处内径。

5.9.2 可使用能够分步或同时收集馏分的装置，但其应能使系统操作压力在整个蒸馏过程中保持稳定。如果要使产物保持液态，应配备加热装置。

5.9.3 馏分接收器由硬质硼硅玻璃制造，其总容积应和待接收组分相当，从底部开始其刻度应校准至满刻度的 1%。

警示—这套仪器在高真空和高温下操作，所以宜将这些釜和罐覆盖起来，以免在爆裂时操作者被碎片伤害。但是，为了控制和操作方便，前部的保护装置应是透明和容易打开的，因此要小一些。对于自动操作的仪器，应配备自动灭火器、冷却水和报警系统。

6 取样

6.1 可按 GB/T 4756 取样，也可从 GB/T 17280 试验中获取试样。

6.2 接收试样时，试样应封装在密闭的容器内，不应有泄漏。

6.3 如果试样结蜡或者凝固，应将其加热成液体，以确保在使用前混合均匀。

6.4 如果发现试样含水，应按附录 C 所述方法进行预蒸馏，脱去水分。

7 仪器准备

7.1 清洗并干燥仪器的所有玻璃部件，在接口处涂抹真空脂，然后按图 2 所示，将其组装到一起。对于球形磨口，应涂抹适量的真空脂形成一层薄膜，但过量的真空脂会形成缝隙，采用氟橡胶或硅橡胶衬垫时仅需稍微润滑即可。

7.2 称量接收器皮重准确至其装料量的 0.1%。

7.3 按以下方法试漏：用真空泵将系统压力抽空至 0.05 kPa(0.4 mmHg)，切断真空源，若在 1 min 内系统压力上升幅度不大于 0.01 kPa(0.075 mmHg)，则认为系统密封良好；若在 1 min 之内系统压力的

上升幅度大于 0.01 kPa(0.075 mmHg),则应对真空规进行校验,并在此之前弥补缝隙。

7.4 按附录 B对温度和压力传感器进行校验。

8 试验步骤

8.1 按 GB/T 13377 或者 GB/T 1884 试验方法测定试样密度,并按 GB/T 1885 将密度修正成为 15 °C 或 20 °C 的密度。

8.2 放入搅拌。

8.3 根据表 2,查到可装试样的体积,根据将要装入试样的体积和密度计算出试样的质量。

8.4 称量试样准确至装料量的 0.1%。蒸馏釜太大时,可将蒸馏釜放下,用 90 kPa~95 kPa 的正压力

将试样压入蒸馏釜（称量转移管的质量），若试样黏稠或凝固，可适当加热，以改善其流动性，其质量可用差减法算出。

8.5 将蒸馏釜安装在蒸馏柱上（指小型蒸馏釜），扣上所有加热套，在恰当的位置放置搅拌装置并将其开动。

8.6 本标准可以通过以下两种方法进行连续切割：一种是在蒸馏过程中逐渐降低压力（动态），另一种是做阶梯式降压，通过放缓（或停止）馏出速度进行降压操作，从而达到终切点。上述两种情况下均应避免由减小馏出速度导致的馏出物停止，也应避免由于过快降压导致的馏分夹带。

8.7 加热蒸馏釜使试样的温度快速上升，但不应超过 300 °C/h，蒸馏釜表面的温度不应超过 400 °C，否则，靠近蒸馏釜壁的试样将会发生裂化。

警示——有些烃类混合物不能长时间承受 400 °C 的高温，此时应降低其表面温度。

8.8 给蒸馏头补偿加热罩加电，维持蒸馏头外壁温度比蒸馏釜内液体温度约低 40 °C。

8.9 逐渐减压至某个适当的起始压力。根据图 7 和表 6，选择与预期初馏点相一致的最高压力以及与预期终馏点相一致的最低压力，对于初馏点为 343 °C 左右的试样，比如从 GB/T 17280 试验得到的渣油，宜选择 0.133 kPa(10 mmHg) 的压力。

注：有时在真正蒸馏开始之前试样会发生很明显的脱气现象，这种现象的特征是起泡但不产生可冷凝蒸气。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/865020220244011300>