

GB/T 9168—1997

前 言

本标准等效采用美国试验与材料协会标准 ASTM D1160—95《石油产品减压蒸馏测定法》。

本标准与 ASTM D1160—95 的主要技术差异：

用国产十六烷代替了 ASTM 十六烷标准燃料。

本标准对 GB/T 9168—88 的修改要点：

- 1 蒸馏速度由原来的 4 mL/min~8 mL/min 改为 6 mL/min~8 mL/min；
- 2 增加了不同大气压力下温度-压力换算表，报告试验结果以常压等同温度(℃)表示；
- 3 对精密度做了修订；
- 4 增加了温度传感器的校准及测定温度响应时间的操作。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H 和附录 J，都是标准的附录。

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位：中国石油化工总公司锦西炼油化工总厂。

本标准主要起草人：张锦春、崔素芹。

本标准首次发布于 1988 年 4 月。

中华人民共和国国家标准

石油产品减压蒸馏测定法

Petroleum products—Determination of
distillation at reduced pressure

GB/T 9168—1997

代替 GB/T 9168—88

1 范围

- 1.1 本标准是在减压下测定液体最高温度达 400℃时,能部分或全部蒸发的石油产品的沸点范围。
本标准对于手工测定方法和自动测定方法都作了详细说明。
- 1.2 如有争议,以在相互同意的压力下的手工测定方法作为仲裁试验方法。
- 1.3 本标准采用国际单位制的数值,圆括号中的值仅作为参考。
- 1.4 本标准涉及某些有危险性的材料、操作和设备,但是无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。
因此,用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施并确定有适用性的管理制度。

2 引用标准

下述标准包括的条文,通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定,下述引用标准都应是现行有效标准。

- GB/T 386 柴油着火性质测定法(十六烷值法)
- GB/T 1884 石油和液体石油产品密度测定法(密度计法)
- GB/T 1885 石油计量换算表
- GB/T 4756 石油和液体石油产品取样法(手工法)
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- SH/T 0604 液体密度和相对密度测定法(数字密度计法)

3 术语

- 3.1 本标准采用下列术语。
 - 3.1.1 常压等同温度 atmospheric equivalent temperature(AET)
这个温度是将观察的温度用式(G1)算得或用表 1~表 6 转换而得的。常压等同温度是指在常压下蒸馏而无热分解的蒸馏温度。
 - 3.1.2 终点 end point(EP)或终馏点(final boiling point)(FBP)
在试验中达到的最高蒸气温度。
 - 3.1.3 初馏点 initial boiling point(IBP)
从冷凝管下端流下第一滴液体时观察的瞬间蒸气温度。

4 方法概要

在 0.13 kPa~6.7 kPa(1 mmHg~50 mmHg)之间某个准确控制的规定压力下,用约一个理论塔板的分馏装置蒸馏试样,可以得到初馏点、终馏点和回收体积百分数与常压等同温度相关的曲线。

5 意义与用途

5.1 本标准用于测定在常压下蒸馏可能分解的石油产品及馏分的蒸馏特性。用约一个理论塔板的分馏装置蒸馏试样获得的沸点范围,可用于设计蒸馏装置、为工业生产准备适当的混合物料、确立与规章条例的一致性、为精制过程进料确定合适的产品和为其他目的所进行的工程计算。

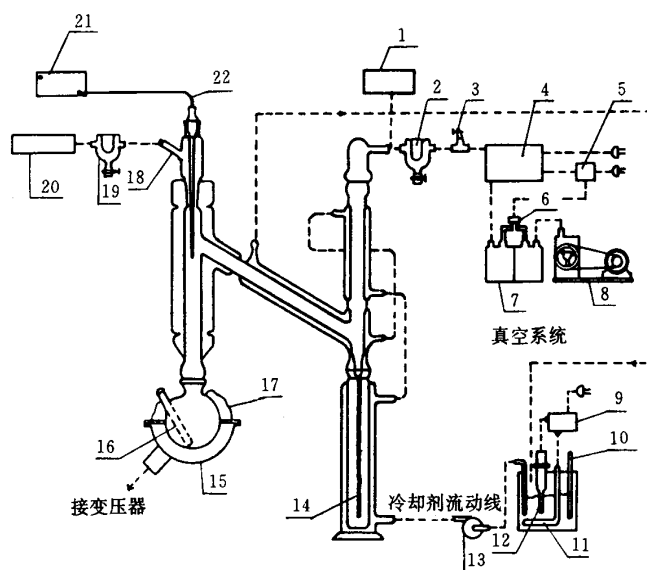
5.2 沸点范围直接与粘度、蒸气压、热值、平均分子量和许多其他的化学、物理和机械性质有关。这些性质对产品的使用起决定因素。

5.3 石油产品规格通常包括由本标准测得的蒸馏界限。

5.4 依据本标准,还建立了很多与工程设计有关的标准,这些相关的标准广泛地用在现代工程操作中。

6 仪器

6.1 真空蒸馏装置:见图1。主要包括下述部分元件,图中有一部分元件没有规定、也没有设计图或性能要求。对于从试验中获得满意的结果这些元件不是必不可少的。但是为提高仪器的使用效率和便于操作,这些元件又是需要的。自动和手工的仪器都必须符合下述要求,对自动仪器附加的要求见附录J。

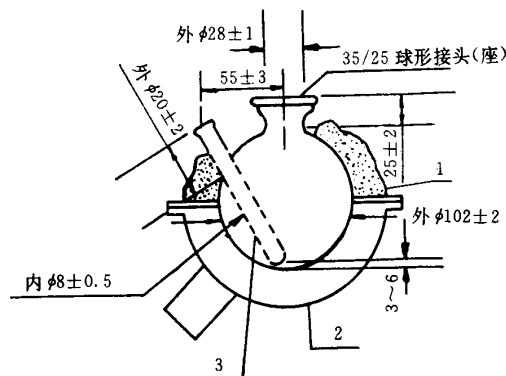


1,20—真空计(任选其一:第一个,第二个);2,19—冷阱;3—充压接头;4—压力调节系统;5,9—继电器;6—电磁阀;7—平衡罐;8—真空泵;10—温度计;11—循环液加热器;12—温度调节器;13—循环泵;14—滴链;15—加热套;16—温度计套管;17—保温层;18—温度传感器或真空接头;21—数字温度指示器;22—铂电阻温度计传感器

注: 如果需要或者对于象麦克劳德(Mcleod)压力计这类 需要有蒸气保护装置的真空计,可将冷阱连接在可供选择的第二个真空计前。

图1 真空蒸馏仪的组装

6.1.1 蒸馏烧瓶:500 mL,用硼硅玻璃或石英制成,符合图2所给尺寸,并带一个有保温层的加热套。



单位:mm

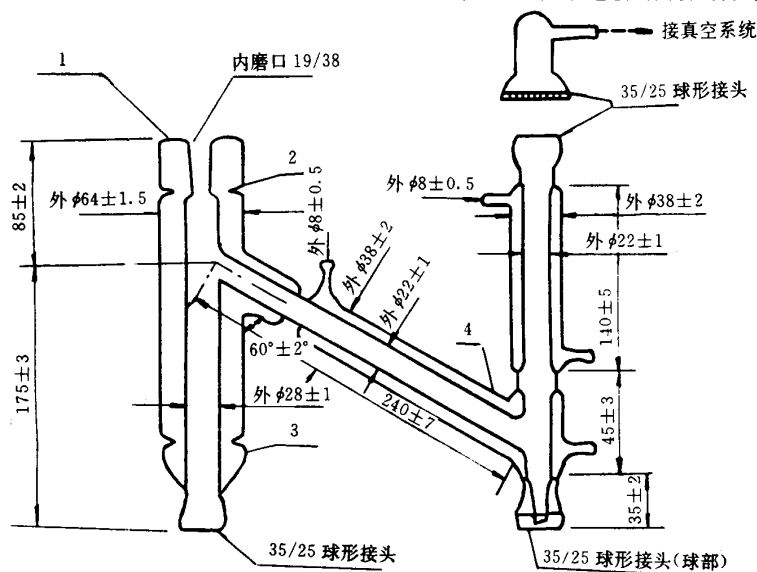
1—保温层;2—加热套;3—温度计套管

注: 温度计套管可以用封闭法,也可以用 19/38 的磨口接头,将温度计套管装入蒸馏烧瓶,对温度不能超过 400℃ 的蒸馏可去掉温度计套管。套管外径不能超过蒸馏烧瓶的中心线。

图 2 蒸馏烧瓶和加热套

6.1.2 真空夹套蒸馏柱组合件:由硼硅玻璃制成,包括一个蒸馏头和一个联接的冷凝器,其剖面尺寸见图 3。蒸馏头被完全镀银的玻璃真空夹套密封。真空夹套内的恒定压力为少于 10^{-5} Pa (10^{-7} mmHg),相连的冷凝部分应被密封在如图所示的水夹套中,并且在它的顶部有一个接头和真空系统相连。一个轻滴链应悬挂在冷凝器滴尖上,并悬至接受器 10 mL 刻度线下 5 mm 处,如图 4 所示。还可金属槽作管道代替金属滴链,使馏出物沿接收器内壁流下。金属槽也可和冷凝器滴尖相连,见图 4,或固定在接收器颈内部。

注: 没有简单的办法测定完全密封的真空夹套内的真空度,可用特斯拉(Tesla)线圈检测,但是火花能在夹套的薄弱点上产生一个小孔。即使使用视觉也不容易检测出来的轻微的小孔或裂缝,也会使夹套失去真空

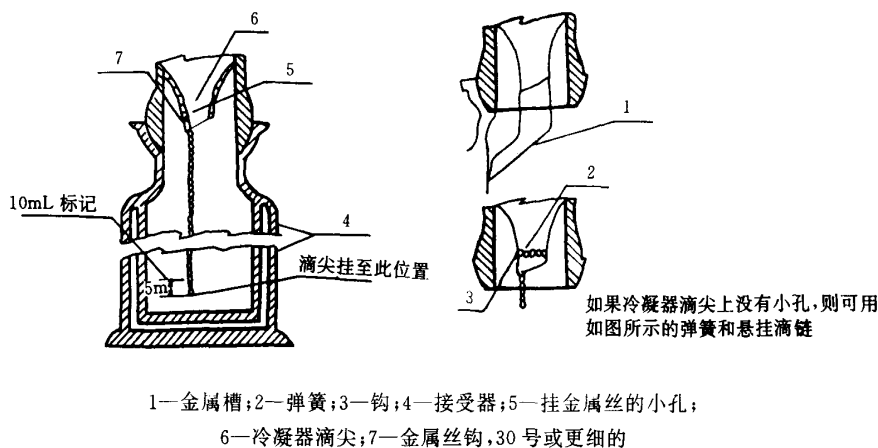


单位:mm

1—蒸馏头;2—膨胀室;3—真空夹套(镀银,有 2 mm~3 mm 宽窗口);4 冷凝器

注: 滴尖和冷凝器之间要求平滑连接,以避免挡住液体。

图 3 真空夹套蒸馏柱组合件



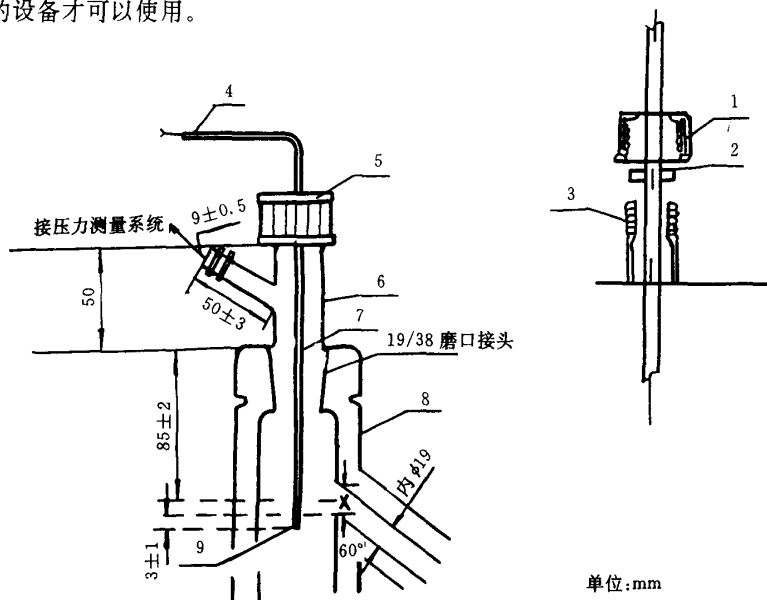
注：滴链在 200 mL 刻度以下的液体代排量应不超过 0.1 mL。

图 4 滴链或金属槽和冷凝器连接图

6.1.3 铂电阻温度计(PRT)传感器和有关的信号及操作装置：用于测量蒸气温度，见附录 A。在 0°C ~ 400°C 范围内测量精度为 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 和响应时间小于 200 s，见附录 B。蒸气温度传感器的位置是极为严格的，如图 5 所示，传感器元件要放在颈部中心，并且其尖端位于溢出点下 $3\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ 。传感器应该用一个固定在玻璃温度传感器(真空接头)上压缩的环形垫圈固定。沸点温度传感器可以是热电偶也可以是铂电阻温度计，并且应按照上述规定校准过。

6.1.4 接受器：由硼硅玻璃制成，尺寸见图 6。如果是自动装置上的接受器并固定在恒温室，则不需要套管。

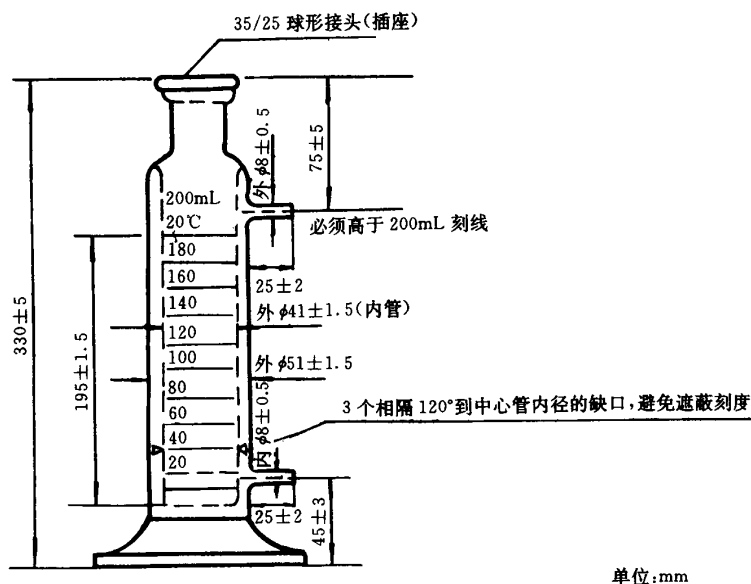
注意：仪器的玻璃部分常在苛刻的高温条件下工作。为了减少试验中失败的几率，只有经偏振光试验证明不变形的设备才可以使用。



单位:mm

1,5—螺旋帽;2—压缩环(聚四氟乙烯涂层的硅树脂);3—细丝(长度 20);4—铂电阻温度计传感器;
6—温度传感器或真空接头;7—温度传感元件;8—蒸馏柱的上部;9—传感器端部

图 5 温度传感器的位置



注：如果是自动装置上的接受器并固定在恒温室，则不需套管。否则，就要配置套管连接接受器，以使刻度读数不受干扰。

图6 接受器

6.1.5 真空计：在1 kPa以下测量绝对压力精度为0.01 kPa，在1 kPa以上精度为1%。当正确使用麦克劳德(McLeod)压力计时可达到这个精度。带有良好测高计(一种基于安装在游标尺上光学仪器测量水平很精确的装置)的水银压力计在压力为约1 kPa时也能达到这个精度。经麦克劳德(McLeod)压力计校准的电子压力计象巴雷特罗(Baratron)压力计也可使用，但必须定期按附录A3重新检查。合适的压力校准装置见图C1。不推荐使用以热丝、辐射或导电率检测器为基础的真空气。

注：在实验中测量系统压力合适的仪器是流体压力计或电子压力计。对一般压力计(非倾斜式麦克劳德压力计)提供的测量结果可显示出来。

6.1.5.1 组装仪器时，连接真空计与蒸馏柱的温度传感器(或真空接头)的支管，或者连接真空计与冷凝器的传感器(或真空接头)的支管。管线长度应尽可能短，且连接管的内径不小于8 mm。

6.1.6 压力调节系统：在低于1 kPa绝对压力时，应能保持恒定在0.01 kPa以内。在1 kPa或高于1 kPa绝对压力以上，应能保持系统压力恒定在绝对压力的1%以内，合适的仪器见附录D。将压力调节系统与冷凝器顶部的支管联上。管线长度应尽可能短，且连接管的内径不小于8 mm。

6.1.7 真空装置：例如，包括一个或更多的真空泵与几个平衡罐，在操作压力全量程范围内将压力恒定在1%以内。用内径为8 mm或大一些的真空接头将真空装置与冷凝器的上部相连(图1)，在使用时，管线应尽可能短。作为真空装置，在100 kPa压力下流量至少为850 L/min的单级泵是合适的。如果蒸馏需在低于0.5 kPa压力下进行，则建议使用一个流量与此相当或更大一些的双级泵。平衡罐容量至少应为5 L，以减少压力波动。

6.1.8 冷阱

6.1.8.1 固定在冷凝器顶部与真空系统之间的冷阱是用以回收蒸馏时在冷凝器中没有冷却的低沸点组分。冷阱用冷却液致冷，使温度保持在-40℃以下，可用液氮做冷却液。

注意：如果系统有大量空气泄漏，并且用液氮作冷却液，则就会使冷阱内的空气(氧气)冷凝。如果冷阱内也有烃类，则当冷阱在10.12步骤升温时，能引起着火或爆炸。

6.1.8.2 固定在温度传感器(或真空接头)与真空计之间的冷阱是用以防止在蒸馏时低沸点组分污染真空计。

6.1.9 低压空气或二氧化碳源：用于冷却蒸馏结束后的蒸馏烧瓶和加热器。

- 6.1.10 低压氮气源:放出氮气,使系统内恢复到常压。
- 6.1.11 安全屏或安全罩:将操作者与蒸馏仪器隔开,用 6 mm 厚的有机玻璃或其他有相当强度的透明材料制成。
- 6.1.12 冷却剂循环系统:在 30℃~80℃温度范围内控制在±3℃,能把冷却剂供给接受器和冷却器系统。自动仪器的接受器固定在恒温室,冷却剂循环系统只把冷却剂供给冷却器系统。

7 试剂与材料

7.1 试剂

- 7.1.1 正十四烷:分析纯。
- 7.1.2 正十六烷:化学纯或符合 GB/T 386 规定的十六烷标准燃料。^{1]}

注:有争议时,用十六烷标准燃料。

- 7.1.3 甲苯:化学纯。
- 7.1.4 环己烷:化学纯。

7.2 材料

- 7.2.1 硅润滑脂:专门为高真空度应用而生产的高真空硅润滑脂。
- 7.2.2 硅油:经过厂家认可,能在 350℃以上长期使用。

8 样品和采样要求

- 8.1 采样按 GB/T 4756 进行。在实验室内将 4 L~8 L 有代表性的样品用在一系列测定和分析中,本试验需要稍超过 200 mL 试样。
- 8.2 用于本标准的样品应该脱水,如果有明显的水分迹象(容器壁上有水滴,容器底有液层等),则用附录 F 中 F1 步骤进行脱水,然后将脱水后的 200 mL 试样装在蒸馏烧瓶中。
- 8.3 在接受器温度下,用 GB/T 1884、SH/T 0604 或 GB/T 1885 测得样品的密度。
- 8.4 如果采来的样品不能立即做实验,则就把它放在室温或低于室温下。如果样品装在塑料容器中,则在贮存前将样品转移到玻璃或金属容器中。
- 8.5 样品在装进蒸馏烧瓶前应完全呈液态。如果样品中有可见的结晶,则应把它加热到某一允许温度,使晶体溶解。然后根据样品的量多少、粘度大小及其他因素,样品必须被剧烈地搅拌 5 min~15 min,使其混合均匀。如果在 70℃以上还有可见固体,则这些固体颗粒就是自然界中的无机物而不是样品的可蒸馏部分。用过滤或倾析样品的方法将大部分固体除去。
- 8.5.1 有些物质,象减粘裂化残渣和高熔点石蜡,在 70℃时还不能完全变为液体。因为这些固体和半固体物质是烃类进料的一部分,所以它们不应被除去。

9 仪器的准备、校准和定量

- 9.1 按附录 A 校准温度传感器。
- 9.2 按附录 D 检查压力调节系统工作状态。
- 9.3 清洁和干燥玻璃元件,并重新润滑接头,可用硅润滑脂,但不要太多。在玻璃上形成均匀的薄层即可。过量的脂能引起泄漏,并在开始时有助于形成泡沫。
- 9.4 安装未装试样的仪器并按照附录 C 中 C3.2 所述做试漏试验。
- 9.5 按附录 E,用 7.1.1 或 7.1.2 中的一种试剂检查整套仪器。

采用说明:

1] ASTM D1160—95 中,正十六烷采用的是 ASTM 十六烷标准燃料,根据我国具体情况,国产化学纯能满足要求。

10 试验步骤

10.1 当温度传感器经校准后就开始测定。如果超过了附录 B 所指定的时间,就按附录 A 重新校准。

10.2 调整冷凝器冷却液的温度,使其至少比试验中观测的最低蒸气温度低 30℃。

注:对很多物料的蒸馏适宜冷却液温度是 60℃。

10.3 在接受器温度下,根据样品的密度确定相当于 200 mL 试样的质量,精确到 0.1 g。将试样称入蒸馏烧瓶中。

10.4 用极少量适当的硅润滑脂涂蒸馏仪器的球形接头。涂之前要保证接头表面干净,仅用极少量脂将蒸馏烧瓶与蒸馏头下部的球形接头相连接,将蒸馏烧瓶放在加热器上,放上顶部的套筒,用可调弹簧夹连接仪器的其余部分,将连接处夹紧。

注:硅润滑脂可用于此目的,但过量使用这种润滑脂于蒸馏烧瓶接头处,蒸馏时会使得样品起泡。

10.5 将蒸馏烧瓶的温度计套管底部放一些硅油,将温度传感器插入底部。在温度计套管顶部用一束玻璃纤维将温度传感器固定。

10.6 启动真空泵,观察蒸馏烧瓶中泡沫标记的容积。如果试样起泡,则可使仪器压力稍微增加直到泡沫退去为止。可用轻微加热的方法加速除去溶解的气体。抑制试样泡沫过多的一般方法见附录 F 中 F2 部分。

10.7 将仪器抽真空,达到蒸馏所要求的压力为止。随着泵的关闭,蒸馏压力遭到破坏或仪器内压力持续的增加,证明系统严重漏气而使空气进入系统内,此时应用氮气源使系统恢复到常压,重新将所有的接头涂硅润滑脂。如果这样还得不到密闭的真空系统,则就要用适当的方法检查系统其他部件的漏气。

注:最通常规定的压力是 1.3 kPa(10 mmHg),对大量馏分的蒸馏温度超过 500℃和重油产品来说,通常规定操作压力为 0.13 kPa(1 mmHg)或 0.27 kPa(2 mmHg)。

10.8 压力达到要求后,接通加热器并尽快加热蒸馏烧瓶,注意不要使试样产生过多的泡沫。一旦蒸馏烧瓶颈部出现蒸气或回流液体,则调整加热速度,使馏出物以 6 mL/min~8 mL/min 均匀的速度进行。

注:在蒸馏刚开始时达到这个速度是相当难的,但在回收 10%馏分后应该达到这个速度。

10.9 当接受器收集初馏点和 5,10,20,30,40,50,60,70,80,90,95 各回收体积百分数以及终点的馏出物时,记录相应的蒸气温度、时间和压力。如果在蒸馏终点之前观察到液体温度达 400℃或蒸气达到最高温度,则记录蒸气温度和总回收体积,同时停止蒸馏。当试验产品符合已知规格时,要记录所有要观测的项目,不管这些项目是否列在本条中。

注:最高蒸气温度可用试样的完全蒸馏或开始分解时得出。

10.10 当观察到压力突然增加,并有白色蒸气出现和蒸气温度降低时,这说明被蒸馏的物质已分解了。应立即停止蒸馏并记录这个情况。如需要,可在较低压力下用新的样品重新蒸馏。

10.11 将蒸馏烧瓶的加热器降低 5 cm~10 cm。用温和的空气流或二氧化碳流冷却蒸馏烧瓶和加热器。如果仪器需在冷却到低于 200℃之前拆掉,则可向蒸馏烧瓶通干燥的氮气。假如没有用液氮冷阱,也可使用二氧化碳流增压。

注:最好用温和的二氧化碳流冷却蒸馏烧瓶是防止在试验或冷却循环时蒸馏烧瓶炸裂而着火。

注意:当蒸馏烧瓶中含有热的油蒸气时,向其通入空气则会引起着火或爆炸。

注意:蒸气最高温度达 350℃以上时要停止蒸馏。蒸馏烧瓶在低于 1 kPa 压力下,350℃以上加热很长时间也可能造成其热变形。如有变形,此蒸馏烧瓶在用完之后就丢掉,再换一个石英蒸馏烧瓶。

10.12 将安装在真空系统前的冷阱的温度回到室温,回收、测量并记录在冷阱内收集的轻质产品的体积。

10.13 移去接受器,并放置另一个接受器。移去蒸馏烧瓶,再放置一个已装入适量清洗溶剂的蒸馏烧瓶,在常压下蒸馏来清洗装置。清洗结束后,拆下蒸馏烧瓶和接受器,并用温和的空气流或氮气流干燥装置。

注:可用甲苯和环己烷作清洗溶剂。

11 计算和报告

11.1 用表1~表6或附录G的公式将观察的蒸气温度读数换算成常压等同温度(AET)。如果有争议,应使用公式。

表1 石油烃类温度-压力换算表(0.13 kPa(1 mmHg))

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
35	195	196	196	198	198	199	199	201	201	202
40	202	203	203	205	205	206	206	207	207	209
45	209	210	210	211	211	213	213	214	214	216
50	216	217	217	218	218	220	220	221	221	222
55	222	224	224	225	225	226	226	228	228	229
60	229	230	230	232	232	233	233	234	234	236
65	236	237	237	238	238	240	240	241	241	242
70	242	244	244	245	245	247	247	248	248	249
75	249	251	251	252	252	253	253	255	255	256
80	256	257	257	259	259	260	260	261	261	263
85	263	264	264	265	265	266	266	268	268	269
90	269	270	270	272	272	273	273	274	274	276
95	276	277	277	278	278	280	280	281	281	282
100	282	284	284	285	285	286	286	288	288	289
105	289	290	290	292	292	293	293	294	294	295
110	295	297	297	298	298	299	299	301	301	302
115	302	303	303	305	305	306	306	307	307	308
120	308	310	310	311	311	312	312	314	314	315
125	315	316	316	318	318	319	319	320	320	321
130	321	323	323	324	324	325	325	327	327	328
135	328	329	329	330	330	332	332	333	333	334
140	334	336	336	337	337	338	338	339	339	341
145	341	342	342	343	343	345	345	346	346	347
150	347	348	348	350	350	351	351	352	352	353
155	353	355	355	356	356	357	357	359	359	360
160	360	361	361	362	362	364	364	365	365	366
165	366	367	367	369	369	370	370	371	371	372
170	372	374	374	375	375	376	376	377	377	379
175	379	380	380	381	381	382	382	384	384	385
180	385	386	386	387	387	389	389	390	390	391
185	391	392	392	394	394	395	395	396	396	397
190	397	399	399	400	400	401	401	402	402	404
195	404	405	405	406	406	407	407	409	409	410

表 1(完)

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
200	410	411	411	412	412	414	414	415	415	416
205	416	417	417	419	419	420	420	421	421	422
210	422	423	423	425	425	426	426	427	427	428
215	428	430	430	431	431	432	432	433	433	434
220	434	436	436	437	437	438	438	439	439	441
225	441	442	442	443	443	444	444	445	445	447
230	447	448	448	449	449	450	450	451	451	453
235	453	454	454	455	455	456	456	458	458	459
240	459	460	460	461	461	462	462	464	464	465
245	465	466	466	467	467	468	468	470	470	471
250	471	472	472	473	473	474	474	476	476	477
255	477	478	478	479	479	480	480	482	482	483
260	483	484	484	485	485	486	486	488	488	489
265	489	490	490	491	491	492	492	493	493	495
270	495	496	496	497	497	498	498	499	499	501
275	501	502	502	503	503	504	504	505	505	506
280	506	508	508	509	509	510	510	511	511	512
285	512	514	514	515	515	516	516	517	517	518
290	518	519	519	521	521	522	522	523	523	524
295	524	525	525	526	526	528	528	529	529	530
300	530	531	531	532	532	533	533	535	535	536
305	536	537	537	538	538	539	539	540	540	542
310	542	543	543	544	544	545	545	546	546	547
315	547	548	548	550	550	551	551	552	552	553
320	553	554	554	555	555	557	557	558	558	559
325	559	560	560	561	561	562	562	563	563	565
330	565	566	566	567	567	568	568	569	569	570
335	570	571	571	573	573	574	574	575	575	576
340	576	577	577	578	578	579	579	581	581	582
345	582	583	583	584	584	585	585	586	586	587
350	587	588	588	590	590	591	591	592	592	592

表 2 石油烃类温度-压力换算表(0.27 kPa(2 mmHg))

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
35	181	183	183	184	184	185	185	187	187	188
40	188	189	189	191	191	192	192	193	193	195
45	195	196	196	197	197	199	199	200	200	201
50	201	203	203	204	204	205	205	207	207	208
55	208	209	209	211	211	212	212	213	213	215
60	215	216	216	217	217	218	218	220	220	221
65	221	222	222	224	224	225	225	226	226	228
70	228	229	229	230	230	232	232	233	233	234
75	234	236	236	237	237	238	238	240	240	241
80	241	242	242	243	243	245	245	246	246	247
85	247	249	249	250	250	251	251	253	253	254
90	254	255	255	256	256	258	258	259	259	260
95	260	262	262	263	263	264	264	266	266	267
100	267	268	268	269	269	271	271	272	272	273
105	273	275	275	276	276	277	277	278	278	280
110	280	281	281	282	282	284	284	285	285	286
115	286	287	287	289	289	290	290	291	291	293
120	293	294	294	295	295	296	296	298	298	299
125	299	300	300	301	301	303	303	304	304	305
130	305	307	307	308	308	309	309	310	310	312
135	312	313	313	314	314	315	315	317	317	318
140	318	319	319	321	321	322	322	323	323	324
145	324	326	326	327	327	328	328	329	329	331
150	331	332	332	333	333	334	334	336	336	337
155	337	338	338	339	339	341	341	342	342	343
160	343	344	344	346	346	347	347	348	348	349
165	349	351	351	352	352	353	353	354	354	356
170	356	357	357	358	358	359	359	361	361	362
175	362	363	363	364	364	365	365	367	367	368
180	368	369	369	370	370	372	372	373	373	374
185	374	375	375	377	377	378	378	379	379	380
190	380	382	382	383	383	384	384	385	385	386
195	386	388	388	389	389	390	390	391	391	393
200	393	394	394	395	395	396	396	397	397	399
205	399	400	400	401	401	402	402	404	404	405
210	405	406	406	407	407	408	408	410	410	411
215	411	412	412	413	413	414	414	416	416	417

表 2(完)

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
220	417	418	418	419	419	420	420	422	422	423
225	423	424	424	425	425	427	427	428	428	429
230	429	430	430	431	431	433	433	434	434	435
235	435	436	436	437	437	439	439	440	440	441
240	441	442	442	443	443	444	444	446	446	447
245	447	448	448	449	449	450	450	452	452	453
250	453	454	454	455	455	456	456	458	458	459
255	459	460	460	461	461	462	462	463	463	465
260	465	466	466	467	467	468	468	469	469	471
265	471	472	472	473	473	474	474	475	475	476
270	476	478	478	479	479	480	480	481	481	482
275	482	484	484	485	485	486	486	487	487	488
280	488	489	489	491	491	492	492	493	493	494
285	494	495	495	496	496	498	498	499	499	500
290	500	501	501	502	502	503	503	504	504	506
295	506	507	507	508	508	509	509	510	510	511
300	511	513	513	514	514	515	515	516	516	517
305	517	518	518	520	520	521	521	522	522	523
310	523	524	524	525	525	526	526	528	528	529
315	529	530	530	531	531	532	532	533	533	534
320	534	536	536	537	537	538	538	539	539	540
325	540	541	541	542	542	544	544	545	545	546
330	546	547	547	548	548	549	549	550	550	552
335	552	553	553	554	554	555	555	556	556	557
340	557	558	558	559	559	561	561	562	562	563
345	563	564	564	565	565	566	566	567	567	569
350	569	570	470	571	571	572	572	573	573	574

表 3 石油烃类温度-压力换算表(0.67 kPa(5 mmHg))

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
35	162	163	163	165	165	166	166	167	167	169
40	169	170	170	171	171	172	172	174	174	175
45	175	176	176	178	178	179	179	180	180	181
50	181	183	183	184	184	185	185	187	187	188
55	188	189	189	191	191	192	192	193	193	194
60	194	196	196	197	197	198	198	200	200	201
65	201	202	202	203	203	205	205	206	206	207
70	207	208	208	210	210	211	211	212	212	214
75	214	215	215	216	216	217	217	219	219	220
80	220	221	221	223	223	224	224	225	225	226
85	226	228	228	229	229	230	230	231	231	233
90	233	234	234	235	235	236	236	238	238	239
95	239	240	240	242	242	243	243	244	244	245
100	245	247	247	248	248	249	249	250	250	252
105	252	253	253	254	254	255	255	257	257	258
110	258	259	259	260	260	262	262	263	263	264
115	264	265	265	267	267	268	268	269	269	270
120	270	272	272	273	273	274	274	275	275	277
125	277	278	278	279	279	280	280	282	282	283
130	283	284	284	285	285	287	287	288	288	289
135	289	290	290	292	292	293	293	294	294	295
140	295	296	296	298	298	299	299	300	300	301
145	301	303	303	304	304	305	305	306	306	308
150	308	309	309	310	310	311	311	312	312	314
155	314	315	315	316	316	317	317	319	319	320
160	320	321	321	322	322	323	323	325	325	326
165	326	327	327	328	328	330	330	331	331	332
170	332	333	333	334	334	336	336	337	337	338
175	338	339	339	341	341	342	342	343	343	344
180	344	345	345	347	347	348	348	349	349	350
185	350	351	351	353	353	354	354	355	355	356
190	356	357	357	359	359	360	360	361	361	362
195	362	363	363	365	365	366	366	367	367	368
200	368	369	369	371	371	372	372	373	373	374
205	374	375	375	377	377	378	378	379	379	380
210	380	381	381	383	383	384	384	385	385	386
215	386	387	387	389	389	390	390	391	391	392

表 3(完)

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
220	392	393	393	395	395	396	396	397	397	398
225	398	399	399	400	400	402	402	403	403	404
230	404	405	405	406	406	408	408	409	409	410
235	410	411	411	412	412	413	413	415	415	416
240	416	417	417	418	418	419	419	421	421	422
245	422	423	423	424	424	425	425	426	426	428
250	428	429	429	430	430	431	431	432	432	433
255	433	435	435	436	436	437	437	438	438	439
260	439	440	440	442	442	443	443	444	444	445
265	445	446	446	447	447	449	449	450	450	451
270	451	452	452	453	453	454	454	456	456	457
275	457	458	458	459	459	460	460	461	461	462
280	462	464	464	465	465	466	466	467	467	468
285	468	469	469	471	471	472	472	473	473	474
290	474	475	475	476	476	477	477	479	479	480
295	480	481	481	482	482	483	483	484	484	485
300	485	487	487	488	488	489	489	490	490	491
305	491	492	492	493	493	495	495	496	496	497
310	497	498	498	499	499	500	500	501	501	503
315	503	504	504	505	505	506	506	507	507	508
320	508	509	509	510	510	512	512	513	513	514
325	514	515	515	516	516	517	517	518	518	519
330	519	521	521	522	522	523	523	524	524	525
335	525	526	526	527	527	529	529	530	530	531
340	531	532	532	533	533	534	534	535	535	536
345	536	537	537	539	539	540	540	541	541	542
350	542	543	543	544	544	545	545	546	546	547

表 4 石油烃类温度-压力换算表(1.33 kPa(10 mmHg))

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
35	147	148	148	149	149	151	151	152	152	153
40	153	154	154	156	156	157	157	158	158	159
45	159	161	161	162	162	163	163	164	164	166
50	166	167	167	168	168	170	170	171	171	172
55	172	173	173	175	175	176	176	177	177	178
60	178	180	180	181	181	182	182	183	183	185
65	185	186	186	187	187	188	188	190	190	191
70	191	192	192	193	193	195	195	196	196	197
75	197	198	198	200	200	201	201	202	202	203
80	203	205	205	206	206	207	207	208	208	210
85	210	211	211	212	212	213	213	215	215	216
90	216	217	217	218	218	219	219	221	221	222
95	222	223	223	224	224	226	226	227	227	228
100	228	229	229	231	231	232	232	233	233	234
105	234	235	235	237	237	238	238	239	239	240
110	240	242	242	243	243	244	244	245	245	247
115	247	248	248	249	249	250	250	251	251	253
120	253	254	254	255	255	256	256	258	258	259
125	259	260	260	261	261	262	262	264	264	265
130	265	266	266	267	267	269	269	270	270	271
135	271	272	272	273	273	275	275	276	276	277
140	277	278	278	279	279	281	281	282	282	283
145	283	284	284	285	285	287	287	288	288	289
150	289	290	290	292	292	293	293	294	294	295
155	295	296	296	298	298	299	299	300	300	301
160	301	302	302	304	304	305	305	306	306	307
165	307	308	308	310	310	311	311	312	312	313
170	313	314	314	316	316	317	317	318	318	319
175	319	320	320	321	321	323	323	324	324	325
180	325	326	326	327	327	329	329	330	330	331
185	331	332	332	333	333	335	335	336	336	337
190	337	338	338	339	339	341	341	342	342	343
195	343	344	344	345	345	346	346	348	348	349
200	349	350	350	351	351	352	352	354	354	355
205	355	356	356	357	357	358	358	359	359	361
210	361	362	362	363	363	364	364	365	365	366
215	366	368	368	369	369	370	370	371	371	372

表 4(完)

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
220	372	373	373	375	375	376	376	377	377	378
225	378	379	379	380	380	382	382	383	383	384
230	384	385	385	386	386	387	387	389	389	390
235	390	391	391	392	392	393	393	394	394	396
240	396	397	397	398	398	399	399	400	400	401
245	401	403	403	404	404	405	405	406	406	407
250	407	408	408	410	410	411	411	412	412	413
255	413	414	414	415	415	416	416	418	418	419
260	419	420	420	421	421	422	422	423	423	425
265	425	426	426	427	427	428	428	429	429	430
270	430	431	431	433	433	434	434	435	435	436
275	436	437	437	438	438	439	439	441	441	442
280	442	443	443	444	444	445	445	446	446	447
285	447	449	449	450	450	451	451	452	452	453
290	453	454	454	455	455	456	456	458	458	459
295	459	460	460	461	461	462	462	463	463	464
300	464	466	466	467	467	468	468	469	469	470
305	470	471	471	472	472	473	473	475	475	476
310	476	477	477	478	478	479	479	480	480	481
315	481	482	482	484	484	485	485	486	486	487
320	487	488	488	489	489	490	490	491	491	493
325	493	494	494	495	495	496	496	497	497	498
330	498	499	499	500	500	502	502	503	503	504
335	504	505	505	506	506	507	507	508	508	509
340	509	510	510	512	512	513	513	514	514	515
345	515	516	516	517	517	518	518	519	519	520
350	520	522	522	523	523	524	524	525	525	525

表 5 石油烃类温度-压力换算表(2.67 kPa(20 mmHg))

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
35	131	132	132	133	133	135	135	136	136	137
40	137	138	138	139	139	141	141	142	142	143
45	143	144	144	146	146	147	147	148	148	149
50	149	151	151	152	152	153	153	154	154	155
55	155	157	157	158	158	159	159	160	160	162
60	162	163	163	164	164	165	165	166	166	168
65	168	169	169	170	170	171	171	173	173	174
70	174	175	175	176	176	177	177	179	179	180
75	180	181	181	182	182	183	183	185	185	186
80	186	187	187	188	188	190	190	191	191	192
85	192	193	193	194	194	196	196	197	197	198
90	198	199	199	200	200	202	202	203	203	204
95	204	205	205	206	206	208	208	209	209	210
100	210	211	211	212	212	214	214	215	215	216
105	216	217	217	218	218	220	220	221	221	222
110	222	223	223	224	224	226	226	227	227	228
115	228	229	229	230	230	232	232	233	233	234
120	234	235	235	236	236	238	238	239	239	240
125	240	241	241	242	242	244	244	245	245	246
130	246	247	247	248	248	250	250	251	251	252
135	252	253	253	254	254	256	256	257	257	258
140	258	259	259	260	260	261	261	263	263	264
145	264	265	265	266	266	267	267	269	269	270
150	270	271	271	272	272	273	273	274	274	276
155	276	277	277	278	278	279	279	280	280	282
160	282	283	283	284	284	285	285	286	286	287
165	287	289	289	290	290	291	291	292	292	293
170	293	294	294	296	296	297	297	298	298	299
175	299	300	300	301	301	303	303	304	304	305
180	305	306	306	307	307	308	308	310	310	311
185	311	312	312	313	313	314	314	315	315	317
190	317	318	318	319	319	320	320	321	321	322
195	322	324	324	325	325	326	326	327	327	328
200	328	329	329	331	331	332	332	333	333	334
205	334	335	335	336	336	338	338	339	339	340
210	340	341	341	342	342	343	343	344	344	346
215	346	347	347	348	348	349	349	350	350	351

表 5(完)

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
220	351	353	353	354	354	355	355	356	356	357
225	357	358	358	359	359	361	361	362	362	363
230	363	364	364	365	365	366	366	367	367	369
235	369	370	370	371	371	372	372	373	373	374
240	374	375	375	377	377	378	378	379	379	380
245	380	381	381	382	382	383	383	385	385	386
250	386	387	387	388	388	389	389	390	390	391
255	391	393	393	394	394	395	395	396	396	397
260	397	398	398	399	399	400	400	402	402	403
265	403	404	404	405	405	406	406	407	407	408
270	408	410	410	411	411	412	412	413	413	414
275	414	415	415	416	416	417	417	419	419	420
280	420	421	421	422	422	423	423	424	424	425
285	425	426	426	428	428	429	429	430	430	431
290	431	432	432	433	433	434	434	435	435	437
295	437	438	438	439	439	440	440	441	441	442
300	442	443	443	444	444	445	445	447	447	448
305	448	449	449	450	450	451	451	452	452	453
310	453	454	454	456	456	457	457	458	458	459
315	459	460	460	461	461	462	462	463	463	464
320	464	466	466	467	467	468	468	469	469	470
325	470	471	471	472	472	473	473	474	474	475
330	475	477	477	478	478	479	479	480	480	481
335	481	482	482	483	483	484	484	485	485	487
340	487	488	488	489	489	490	490	491	491	492
345	492	493	493	494	494	495	495	496	496	498
350	498	499	499	500	500	501	501	502	502	502

表 6 石油烃类温度-压力换算表(6.7 kPa(50 mmHg))

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
35	109	110	110	111	111	112	112	113	113	115
40	115	116	116	117	117	118	118	119	119	121
45	121	122	122	123	123	124	124	125	125	126
50	126	128	128	129	129	130	130	131	131	132
55	132	133	133	135	135	136	136	137	137	138
60	138	139	139	141	141	142	142	143	143	144
65	144	145	145	146	146	148	148	149	149	150
70	150	151	151	152	152	153	153	155	155	156
75	156	157	157	158	158	159	159	160	160	162
80	162	163	163	164	164	165	165	166	166	167
85	167	169	169	170	170	171	171	172	172	173
90	173	174	174	176	176	177	177	178	178	179
95	179	180	180	181	181	183	183	184	184	185
100	185	186	186	187	187	188	188	190	190	191
105	191	192	192	193	193	194	194	195	195	196
110	196	198	198	199	199	200	200	201	201	202
115	202	203	203	205	205	206	206	207	207	208
120	208	209	209	210	210	212	212	213	213	214
125	214	215	215	216	216	217	217	218	218	220
130	220	221	221	222	222	223	223	224	224	225
135	225	226	226	228	228	229	229	230	230	231
140	231	232	232	233	233	234	234	236	236	237
145	237	238	238	239	239	240	240	241	241	243
150	243	244	244	245	245	246	246	247	247	248
155	248	249	249	251	251	252	252	253	253	254
160	254	255	255	256	256	257	257	259	259	260
165	260	261	261	262	262	263	263	264	264	265
170	265	266	266	268	268	269	269	270	270	271
175	271	272	272	273	273	274	274	276	276	277
180	277	278	278	279	279	280	280	281	281	282
185	282	283	283	285	285	286	286	287	287	288
190	288	289	289	290	290	291	291	293	293	294
195	294	295	295	296	296	297	297	298	298	299
200	299	300	300	302	302	303	303	304	304	305
205	305	306	306	307	307	308	308	309	309	311
210	311	312	312	313	313	314	314	315	315	316
215	316	317	317	318	318	320	320	321	321	322

表 6(完)

蒸气温度 ℃	常 压 等 同 温 度,℃ (在绝对压力为 101.3 kPa(760 mmHg)时)									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5
220	322	323	323	324	324	325	325	326	326	327
225	327	329	329	330	330	331	331	332	332	333
230	333	334	334	335	335	336	336	337	337	339
235	339	340	340	341	341	342	342	343	343	344
240	344	345	345	346	346	348	348	349	349	350
245	350	351	351	352	352	353	353	354	354	355
250	355	356	356	358	358	359	359	360	360	361
255	361	362	362	363	363	364	364	365	365	366
260	366	368	368	369	369	370	370	371	371	372
265	372	373	373	374	374	375	375	376	376	377
270	377	379	379	380	380	381	381	382	382	383
275	383	384	384	385	385	386	386	387	387	389
280	389	390	390	391	391	392	392	393	393	394
285	394	395	395	396	396	397	397	398	398	400
290	400	401	401	402	402	403	403	404	404	405
295	405	406	406	407	407	408	408	409	409	411
300	411	412	412	413	413	414	414	415	415	416
305	416	417	417	418	418	419	419	420	420	421
310	421	423	423	424	424	425	425	426	426	427
315	427	428	428	429	429	430	430	431	431	432
320	432	433	433	435	435	436	436	437	437	438
325	438	439	439	440	440	441	441	442	442	443
330	443	444	444	445	445	447	447	448	448	449
335	449	450	450	451	451	452	452	453	453	454
340	454	455	455	456	456	457	457	458	458	460
345	460	461	461	462	462	463	463	464	464	465
350	465	466	466	467	467	468	468	469	469	470

11.2 报告在接受器中与回收液体的体积百分数相对应的常压等同温度,以摄氏温度取至整数。也要报告样品的密度(8.3中测量的)和在接受器中回收的液体体积与连接在真空系统前的冷阱中液体的体积总和及任何偶发事件,象起泡或崩溅,还有为校正而进行的各种测量。

12 精密度和偏差

12.1 精密度:

本标准精密度是由九个实验室参与做八个样品的试验所得到的。这个方案中,有一个实验室是用自动真空蒸馏分析仪器,且测得的数据已用于确定精密度。按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

12.1.1 重复性:

由同一操作者对同一样品重复测得的两个结果之差不应大于表7所列数值。

12.1.2 再现性:

不同实验室对同一样品各自提出的两个独立结果之差不应大于表 7 所列数值。

12.1.3 在表 7 中,每回收体积百分数的温度,℃(AET),变化率写成 $S[℃(AET)/V\%]$ 。可假定在 10%~90%之间任意一点与所述等距上下两点的平均温度变化率相同。两点间隔不能大于 20%。5%点是例外的,这种情况下,两点间隔没超过 10%。见附录 H 的例子。

12.2 表 7 的精密度数据是由下列方程式算得的。这个方程式可算出没有列出温度变化率 $S[℃(AET)/V\%]$ 值的精密度值。

12.2.1 重复性(r)可按式(1)计算:

$$r = M[e^{a+bln(1.8r)}]/1.8 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: r ——重复性,℃(AET);

e ——约 2.718 281 828 自然对数的底数;

a, b 和 M ——从 12.5.1 得出的系数;

S ——每回收体积百分数的温度变化率,℃(AET)/V%。

12.2.2 再现性(R)可按式(2)计算:

$$R = M'[e^{a'+bln(1.8R)}]/1.8 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: R ——再现性,℃(AET);

e ——约 2.718 281 828 自然对数的底数;

a', b' 和 M' ——从 12.5.2 得出的系数;

S ——每回收体积百分数的温度变化率,℃(AET)/V%。

12.2.3 精密度计算的例子见附录 H。

12.3 为了计算 0.13 kPa 和 1.3 kPa(1 mmHg 和 10 mmHg)之间的精密度数据,要用从 12.5.1 和 12.5.2 给定的数据,按线性内插法计算得到的系数。

12.4 偏差:因为目前尚未找到按本标准试验步骤测定偏差的标准材料,故本标准不作说明。

12.5 计算表 7 的系数:

12.5.1 计算重复性(r)时的系数:

回收体积				
0.13 kPa(1 mmHg)				
	初馏点	5%~50%	60%~95%	终馏点
a	2.372	0.439	0.439	0.718
b	0	0.241	0.241	0
M	2.9	2.9	3.0	2.9
1.3 kPa(10 mmHg)				
	初馏点	5%~50%	60%~95%	终馏点
a	2.246	0.240	0.240	1.521
b	0	0.350	0.350	0
M	2.8	2.8	2.9	2.8

12.5.2 计算再现性(R)时的系数:

回收体积				
0.13 kPa(1 mmHg)				
	初馏点	5%~50%	60%~95%	终馏点
a'	3.512	1.338	0.815	2.931
b'	0	0.639	0.639	0
M'	3.0	3.3	3.3	3.0

	1.3 kPa(10 mmHg)			
	初馏点	5%~50%	60%~95%	终馏点
a'	3.424	1.415	1.190	2.815
b'	0	0.409	0.409	0
M'	2.9	3.2	3.1	2.9

表 7 精 密 度

标准压力	重 复 性				再 现 性			
	0.13 kPa(1 mmHg)	1.3 kPa(10 mmHg)	0.13 kPa(1 mmHg)	1.3 kPa(10 mmHg)	0.13 kPa(1 mmHg)	1.3 kPa(10 mmHg)	0.13 kPa(1 mmHg)	1.3 kPa(10 mmHg)
初馏点	17	15	56	49				
终馏点	3.3	7.1	31	27				
回收体积	5%~50%	60%~90%	5%~50%	60%~90%	5%~50%	60%~90%	5%~50%	60%~90%
℃(AET)/V%								
0.5	2.4	2.5	1.9	2.0	6.5	3.9	7.0	5.4
1.0	2.9	3.0	2.4	2.5	10	6.0	9.3	7.2
1.5	3.2	3.3	2.8	2.9	13	7.8	11	8.5
2.0	3.4	3.5	3.1	3.2	16	9.4	12	9.6
2.5	3.6	3.7	3.3	3.5	18	11	14	11
3.0	3.8	3.9	3.6	3.7	21	12	15	11
3.5	3.9	4.0	3.8	3.9	23	13	16	12
4.0	4.0	4.2	3.9	4.1	25	15	16	13
4.5	4.1	4.3	4.1	4.3	27	16	17	13
5.0	4.2	4.4	4.3	4.4	29	17	18	14
5.5	4.3	4.5	4.4	4.6	30	18	19	15
6.0	4.4	4.6	4.5	4.7	32	19	19	15
6.5	4.5	4.7	4.7	4.8	34	20	20	16
7.0	4.6	4.8	4.8	5.0	35	21 ^{2]}	21	16
7.5	4.7	4.8	4.9	5.1	37	22	21	16
8.0	4.8	4.9	5.0	5.2	38	23	22	17
8.5	4.8	5.0	5.1	5.3	40	24	22	17
9.0	4.9	5.1	5.2	5.4	41	25	23	18
9.5	5.0	5.1	5.3	5.5	43	25	23	18
10.0	5.0	5.2	5.4	5.6	44	26	24	19
10.5	5.1	5.2	5.5	5.7	46	27	24	19
11.0	5.1	5.3	5.6	5.8	47	28	25	19
11.5	5.2	5.4	5.7	5.9	48	29	25	20
12.0	5.2	5.4	5.8	6.0	50	30	26	20
12.5	5.3	5.5	5.9	6.1	51	30	26	20
13.0	5.3	5.5	6.0	6.2	52	31	27	21
13.5	5.4	5.6	6.0	6.3 ^{1]}	54	32	27	21
14.0	5.4	5.6	6.1	6.3	55	33	27	21
14.5	5.5	5.7	6.2	6.4	56	33	28	22
15.0	5.5	5.7	6.3	6.5	57	34	28	22

注：本表的主体部分是常压等同温度，℃。

采用说明：

1] ASTM D 1160—95 中此值为 5.3，经计算此值应为 6.3。

2] ASTM D 1160—95 中此值为 23，经计算此值应为 21。

附录 A

(标准的附录)

温度传感器的校准

A1 原理:本附录论述的是蒸气温度传感器的校准。其他温度传感器也可用本方法校准。

A2 温度传感器在第一次使用和无论何时修理了温度传感器或其有关的仪器时要校准整个温度范围。用于蒸气温度装置的传感器应每月在一个温度或多个温度进行检查。

A3 由记录水的冰点及在试剂与材料中(A6)所列的纯金属和合金的熔点来校准温度传感器和有关的仪器。

A4 仪器:适合的仪器如图 A1 所示。对水的冰点,可以用在真空瓶内至少装 50%碎冰的冰水混合物。

A5 试验步骤

A5.1 在温度计套管底部要放入足够的硅油或惰性液体,以使套管内松散安装的温度传感器与套管的尖部有好的物理接触。这些温度传感器将按下述方法校准。

A5.2 在熔点池中的温度计套管底部放入大约 0.3 mL 硅油。放进温度传感器校准,硅油必须盖住端部。

A5.3 加热熔点池,使温度比它里面的金属熔点高 5℃~10℃。保持此温度 5 min,使里面的金属全部熔化。

A5.4 停止加热熔点池并进行观察,记录冷却曲线。建议用长图记录纸记录。当冷却曲线显示出平稳恒定温度至少 1 min 时,这个记录平稳的温度就认为是校准温度。

A5.5 记录中加一个修正值。如需要,可给出修正温度。在记录纸上画出按内插法算出的修正温度。如果是自动仪器,则修正值必须输到记录中并必须是可校准的。

A5.6 如果冷却平稳线段太短,在冷却循环时稍加热温度立即上升的话,则这说明熔点池被污染或氧化了。这种情况下,重新更换金属。

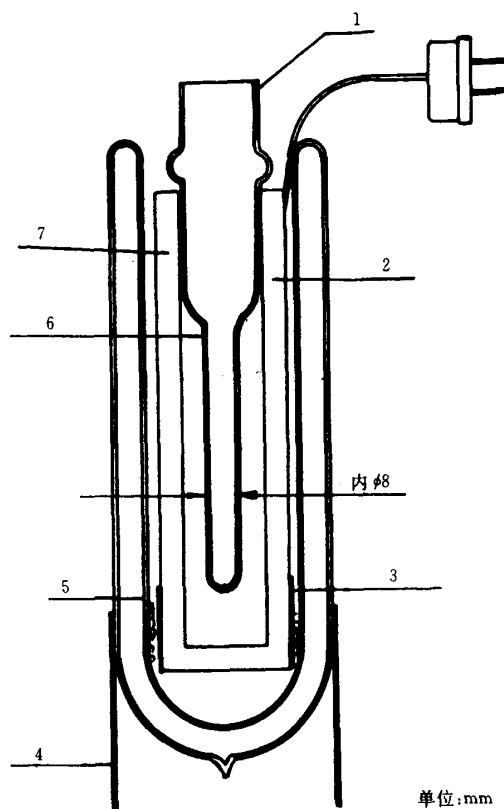
A6 试剂与材料

A6.1 蒸馏水:符合 GB/T 6682 中三级水,冰点 0℃。

A6.2 锡 50%(m/m),铅 32%(m/m),镉 18%(m/m)合金:熔点 145.0℃。

A6.3 锡 100%:熔点 231.9℃。

A6.4 铅 100%:熔点 327.4℃。



1—温度计套管；2—纯石墨坩埚(外 $\phi 25 \times 300$)；3—电加热器 100 W；4—金属支架；
5—缠绕的石棉带使坩埚及其里面的真空瓶紧密配合；6—用试剂级纯金属填到此位置；
7—标准真空瓶

图 A1 温度校准用的熔点池

附录 B

(标准的附录)

测定温度响应时间的操作

B1 范围

这个测定温度响应时间的操作是依据在规定条件下冷却速率。

B2 意义与用途

执行这个操作是确保温度传感器能快速、有效地响应温度的变化。由于采用了隔热套,在快速增加的温度曲线中,温度没有明显误差。

在低压条件下,当蒸气的含热量极小时,这个试验的重要性是显著的。

B3 试验步骤

B3.1 将装有 1 L 水的烧杯放在热钢板上,水中竖直插一个玻璃温度计套管,水温度保持在 $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

B3.2 将温度传感器和能清晰显示出 0.1°C 变化的数字计数器相连。另外将它与能内插到 0.1°C 合适范围的长图记录纸相连。为了读数容易,纸速至少控制在 30 cm/h。

B3.3 将温度传感器放入边长为 30 cm 立方体硬纸板盒一面的中心孔内。温度传感器由它与孔的摩擦

力所固定,当盒子稳定后记录盒内温度。

B3.4 将温度传感器取出并放入盛水烧杯的温度计套管内。当温度传感器的温度达到 80℃后,将它立即放入盒子的孔内。

B3.5 用秒表观察(或在长图记录纸上记录)温度传感器显示的温度从 30℃冷却到比 B3.3 中所记录的温度高 5℃所需的时间间隔。

B3.6 时间间隔不能超过 200 S。

附录 C

(标准的附录)

真空计的校准操作

C1 原理

真空元件的校准是依据麦克劳德(McLeod)压力计。它是唯一适合测量这个范围压力的主要压力计。

麦克劳德压力计构造的基本原理已被确定了。压力 0.1 kPa~5 kPa 满足 6.1.5 要求的压力计的尺寸和公差是:毛细管长度为 200 mm±5 mm,毛细管直径为 2.7 mm(读准到 0.002 mm),球容积加毛细管容积为 10.5 mL±0.5 mL(读准到 0.05 mL),靠调节系统压力臂的水银水平面到对毛细管封闭端的直点的办法,使用这种压力计。系统压力 P (Pa)按式(C1)计算:

$$P = Kbh^2/(V - bh) \quad \dots\dots\dots (C1)$$

式中: K ——133.32,这是将 mm 换算成 N/m² 的尺寸换算系数;

b ——单位长度毛细管的体积, mL/mm;

h ——没有被水银充满的左边毛细管长度, mm;

V ——球和毛细管的总体积, mL。

此公式包括在系统压力是没有被水银充满的左边毛细管的明显部分长度时需要的修正项。成功地使用这种压力计测定 100 Pa~200 Pa(0.75 mmHg~1.5 mmHg)范围的系统压力必要条件是:确定 h 具有精度为 0.2 mmHg;因此,压力在 0.2 kPa~2 kPa(1.5 mmHg~15 mmHg)时,0.5 mmHg 的精度是足够的。

C2 仪器

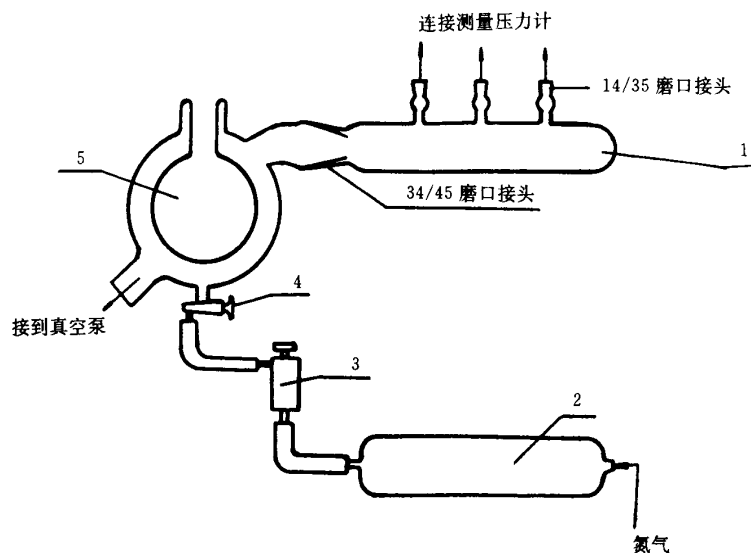
合适的试验装置如图 C1 所示。压力在 1 kPa 或 1 kPa 以上,准确度在 1%以内;压力在 1 kPa 以下,准确度在 0.01 kPa。

当麦克劳德(McLeod)真空计用做标准压力计时,必须在重新加入清洁的水银前,在低于 0.01 kPa 压力下加热烘烤、倒空,防止它暴露在空气的水蒸气中。建议备用两种不同压力范围的麦克劳德(McLeod)压力计。如果与测定压力一致,则它表明系统是非潮湿或其它冷凝状态。

注意:水银是有毒的。如果吸入或咽下,则有害健康或致死。

C3 试验步骤

C3.1 建立一个试验歧管,如图 C1 所示。



1—支管(外 ϕ 35~40);2—干燥管;3—自动真空控制或放气阀;
4—倾斜钻2 mm 活塞孔;5—500 mL 球形真空阱

图 C1 真空计的校准

C3.2 确保试验歧管不漏,在所需要的压力水平压力稳定。一个适当的试漏试验是用泵将压力降到0.1 kPa以下,将泵关闭。观察压力至少1 min。在这段时间内,如果压力升高而不超过0.01 kPa,则仪器就可使用。

C3.3 连接主真空计和被校准的真空计,将压力调到所需要的数值,并按上述方法做最后的试漏试验。

C3.4 读出并记录所有压力计所指示的读数,尽可能接近同步。

C3.5 在0.13 kPa,1.3 kPa和6.7 kPa(1 mmHg,10 mmHg和50 mmHg)压力下重复上述步骤。

C3.6 在每次压力计测定的每个压力点下都加入修正值,做成图表。如需要时,此图表能用于内插法计算。

附录 D

(标准的附录)

压力调节系统

D1 下面推荐一个满意的压力调节系统实例。将一个低效率、高容量的泵连接在两个平衡罐的一个罐上,每个罐具有10 L~20 L的容量。两个罐串联在一起,在两个罐中间的连接处装一个电磁螺线管阀或其他类型的调节阀,以便维持第一个罐为泵压,第二个罐为蒸馏仪器的压力。

D1.1 某些仪器可满意地向控制操作的第二个罐每隔一定时间轻微放气,以保证蒸馏顺利地进行。然而,经验表明,应以最小的气流放气,以防止蒸气通过蒸馏柱顶部的压力计连接处漏气。

D1.2 由第二个罐到真空蒸馏仪器的连接管线长度应尽量短,而直径应尽量加大,建议12 mm的直径作为这些连接管的最小内径。

D1.3 对多级蒸馏装置,可使用一个大的泵和一个大的低压平衡罐。用各自的压力调节器将各种蒸馏压力下操作的几个较小些的平衡罐连到这个大的低压平衡罐上,只要能使压力恒定在6.1.7规定范围内,也可使用其他装置。

注:如果使用电磁螺线管阀或其他电操作调节器,则为使调节装置灵活,需要一台合适的稳压器。很多这样的稳压器在文献中有描述,或从实验室设备供应场所能买到。还可使用浮沉子稳压器代替单独使用的稳压器和电磁螺线管阀。此装置能保持系统压力低至大约1 kPa的规定范围。

附录 E

(标准的附录)

用试剂燃料检查仪器

E1 检查安装的仪器,包括预先校准压力测量系统、温度传感器及有关的仪器,以表示正确的安装和操作控制。用一个专门的样品在要求压力下检查,用正十六烷或正十四烷在两个或更多的压力下检查装置。

E1.1 如果用正十六烷,则在 10%~90%馏出物范围内(包括 10%和 90%)所得到的平均蒸馏温度应符合表 E1 的数据。

表 E1 参考物质的蒸馏温度

压 力		温度范围, °C	
kPa	mmHg	正十四烷	正十六烷
0.13	1.0	78.9~81.9	104.3~107.6
0.67	5.0	106.4~109.4	133.1~136.4
1.33	10.0	120.2~123.2	147.5~150.8
2.7	20.0	135.5~138.5	163.3~166.7
5.3	40.0	152.5~155.5	181.1~184.4
6.7	50.0	158.3~161.3	187.2~190.6

E1.2 表 E1 中没有给出低于 0.1 kPa 的压力,平均温度范围不应比式(E1)中或式(E2)所给温度 t 高 1.5 °C 的偏差。

$$t_{16} = [1831.316 / (6.14438 - \log p)] - 154.53 \quad \dots\dots\dots (E1)$$

式中 p 是 kPa; t 是 °C。或

$$t_{16} = [1831.316 / (7.01944 - \log p')] - 154.53 \quad \dots\dots\dots (E2)$$

式中 p' 是 mmHg; t 是 °C。

E1.3 如果用正十四烷,则在 10%~90%馏出物范围内(包括 10%和 90%)所得到的平均蒸馏温度应符合表 E1 的数据。

E1.4 表 E1 中没有给出低于 0.1 kPa 的压力,平均温度范围不应比式(E3)或(E4)所给的温度 t 高 1.5 °C 的偏差。

$$t_{14} = [1747.452 / (6.1471 - \log p)] - 168.44 \quad \dots\dots\dots (E3)$$

式中 p 是 kPa; t 是 °C。或

$$t_{14} = [1747.452 / (7.02216 - \log p')] - 168.44 \quad \dots\dots\dots (E4)$$

式中 p' 是 mmHg; t 是 °C。

附录 F

(标准的附录)

样品的脱水和泡沫的抑制

F1 样品的脱水

蒸馏试验所用的样品脱水的简便方法推荐如下:将 300 mL 样品加热到 80 °C,然后加 10 g~15 g 的 8~12 目筛孔的熔融氯化钙,并强烈地搅拌 10 min~15 min。停止搅拌,冷却混合物,用倾析法取出油层。

F2 样品的泡沫和暴沸的抑制

F2.1 样品暴沸或过多起泡的倾向,往往是石油产品真空蒸馏的严重障碍。在某些情况下是由于样品中有水或溶解的气体,但许多样品即使没有混进这些物质也会起泡。关于将过多的泡沫减少到能控制程度的最好方法,至今没有统一见解。下面介绍的只是为达到此目的的已成功使用的实例。

F2.2 排气:按 10.6 所述的步骤促进排气,放慢压力降低的速度或放慢增加蒸馏烧瓶中油温的速度或两种方法都用,是排气法达到成功的重要因素。另一种排气技术是称量之前,在真空下过滤样品。

F2.3 钢丝绒的应用:将约 10 g 团在一起的中级钢丝绒分开,拆散并分成 8~10 段松散的股。然后将每一股分别放在蒸馏烧瓶的球部,要避免填充的太紧或形成大的空隙。用钢丝绒填至球上部的一半,但不允许任何一股伸进蒸馏烧瓶颈部 6 mm 以上。或者取 0.5 g~0.6 g 二级钢丝绒卷成五个球。每个球的直径约为 8 mm~10 mm。然后将其放在蒸馏烧瓶中。

F2.4 沸石:蒸馏开始前,将干燥瓷片碎块或破碎的铝套管放在蒸馏烧瓶中。克氏定氮法所使用的普通型 Hengar 颗粒也可作为此方法的沸石。

注:使用防暴沸物质能影响蒸馏曲线,所以对它的使用要限制。在蒸馏绝对需要时,才能使用。

F2.5 硅酮液:在许多情况下,往蒸馏烧瓶中加入一滴或两滴硅酮液(350 mm²/s)抑制起泡是有效的。但是,用本标准进行分析试验,存在硅酮液能引起偏差,所以报告中就注明使用了硅酮液。

F2.6 蒸馏烧瓶预处理:某些实验室在蒸馏前,对蒸馏烧瓶内壁进行处理,以便得到有效的沸腾表面。处理方法包括用 100 mL 33% 氢氧化钠溶液煮沸 15 min~20 min;用氢氟酸烟雾侵蚀蒸馏烧瓶底内壁;并将细金刚砂粒或多孔玻璃熔化倒入蒸馏烧瓶底的内壁。

附 录 G

(标准的附录)

将观察的蒸气温度换算成常压等同温度(AET)

用式(G1、G2 或 G3)将观察到的温度换算成常压等同温度 AET,℃:

$$AET = \{(748.1 \times A) / [1 / (VT, K)] + (0.3861 \times A - 0.000\,516\,06)\} - 273.1 \dots (G1)$$

$$A = \{5.143\,836 - (0.977\,447\,2 \times \log p)\} / \{2579.33 - (95.76 \times \log p)\} \dots (G2)$$

$$\text{或 } A = \{5.999\,197\,2 - (0.977\,447\,2 \times \log p')\} / \{2\,663.129 - (95.76 \times \log p')\} \dots (G3)$$

式中: A——在式(G2)或式(G3)中得到的值;

VT, K——观察到的蒸气温度, K; K = °C + 273.1;

p——读取蒸气温度时观察的系统压力, kPa;

p'——读取蒸气温度时观察的系统压力, mmHg。

附 录 H

(标准的附录)

精密度计算例子

H1 步骤

H1.1 对于给定压力(0.13 kPa 或 1.3 kPa)下,用从蒸馏时得到一个给定回收体积百分数,计算每个回收体积百分数的温度变化率 $S[^\circ\text{C}(\text{AET})/V\%]$ 。

H1.2 从表 7 中查找想要的精密度(重复性或再现性)。当温度变化率 $S[^\circ\text{C}(\text{AET})/V\%]$ 不是整数时,用线性内插法计算精密度。

H2 举例:计算在 0.13 kPa(1 mmHg)下 30% 回收体积的再现性:

40% 回收体积时 443 °C (AET)

30% 回收体积时 427 °C (AET)

20%回收体积时 409℃(AET)

$$S = (443 - 409) / (40 - 20) = 34 / 20 = 1.7$$

从表 7 查得,在 0.13 kPa(1 mmHg)下,在 5%~50%回收体积的再现性 R :

当温度变化率 S 为 1.5℃(AET)/V%时所对应的 $R=13$ ℃(AET)

当温度变化率 S 为 2.0℃(AET)/V%时所对应的 $R=16$ ℃(AET)

由此,在温度变化率 S 为 1.7℃(AET)/V%时:

$$R = 13 + (0.2/0.5)(16 - 13) = 14.2 \quad \text{取整数为 } 14 \text{℃}。$$

附录 J

(标准的附录)

石油产品减压蒸馏自动测定法

J1 范围

本方法是在减压下用自动蒸馏仪测定液体最高温度达 400℃时,能部分或全部蒸发的石油产品的沸点范围。

J2 方法概要

在手工方法中的蒸馏条件下,用自动蒸馏仪蒸馏样品,可得到初馏点、终馏点和回收体积百分数与常压等同温度相关的曲线。

J3 仪器

自动蒸馏仪(包括元件)在 6.1 已介绍过元件,而对另一部分元件生产厂未作出规定。对于从试验中获得满意的结果这些元件不是必不可少的。但是为提高仪器的使用效率和便于操作这些元件又是需要的。

J3.1 液面跟踪或记录装置:测量接受器中回收的液体体积。分度为 0.1 mL,精度为 ± 1 mL。应按制造厂的说明来校准装置。

J3.2 真空计:在低于 1 kPa(7.5 mmHg)时测量绝对压力的精度为 ± 10 Pa(± 0.08 mmHg)。真空计通常是电子压力测量系统。在 1 kPa 以上测量精度为 $\pm 1\%$ 。电子膜计可以满足这个精度要求,但是它们一定要按附录 C 校准和定期复查。

J3.3 接受器温度控制系统:控制接受器内温度为 32℃~78℃。

J4 样品和采样要求

样品和采样要求按第 8 章。

J5 仪器的准备

准备仪器按制造厂的说明进行。

J6 试验步骤

J6.1 调整冷却液的温度,使其至少比试验中观测的最低蒸气温度低 30℃,对很多材料的蒸馏的适宜冷却液温度是接近 60℃。

J6.2 在接受器温度下,用 GB/T 1884、SH/T 0604 或 GB/T 1885 测得样品的密度。

J6.3 在接受器温度下,根据样品的密度确定相当于 200 mL 试样的质量,精确到 0.1 g。将试样称入蒸馏烧瓶中。

J6.4 用极少量适当的硅润滑脂涂蒸馏仪器的球形接头。将蒸馏烧瓶与蒸馏头下部的球形接头相连接,将蒸馏烧瓶放在加热器上,用可调弹簧夹连接仪器的其余部分,将连接处夹紧。

J6.5 将温度传感器放进蒸馏烧瓶的温度计套管内。

J6.6 调整蒸馏压力到规定值。压力应该逐级地自动减少,防止试样起泡沫。

J6.7 将初始的加热速率调到规定值。仪器应该能调整加热速度,使馏出物以 6 mL/min~8 mL/min

均匀的速度进行回收。

J6.8 在确认按照制造厂的说明调整好仪器后,开始蒸馏。

J6.9 仪器将自动记录初馏点、终馏点和与真实温度相对应的回收体积百分数及蒸馏速率。记录的真正温度将按制造厂提供的软件程序自动换算成常压等同温度。此换算应依据附录 G 中式(G1)得到。

J6.10 如果在蒸馏终点之前观察到液体温度达到 400℃或蒸气达到最高温度,则蒸馏仪器就关闭并停止蒸馏。仪器将自动记录蒸气温度和在停止蒸馏前的总回收体积百分数。

J6.11 蒸馏结束,仪器将自动进入冷循环。当温度降到安全值以下(通常 100℃),蒸馏压力逐渐增大到大气压力。然后移出蒸馏烧瓶和接受器清洗。如果仪器需要在冷却到低于 100℃之前拆掉,则可使用干燥氮气使系统压力回到大气压力。

J6.12 清洗仪器,详见 10.13。

J6.13 收集冷阱内所有物质,详见 10.12。

J7 精密度和偏差

J7.1 石油产品减压蒸馏自动测定法的精密度正在进行测定中。

J7.2 确定手工和自动试验方法之间的偏差正在进行测定中。
