



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 potstill method

2020-03-31 发布

2020-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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油化工科学研究院、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。

本标准主要起草人:朱新宇、范登利、宋守国、余庆龙、胡艳芳、黄少凯、钟广文、段永生。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 17475—1998。

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-up rate**

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 kPa~0.013 kPa(50 mmHg~0.1 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 °C 或 20 °C 时的体积,并计算出每个馏分的体积收率。

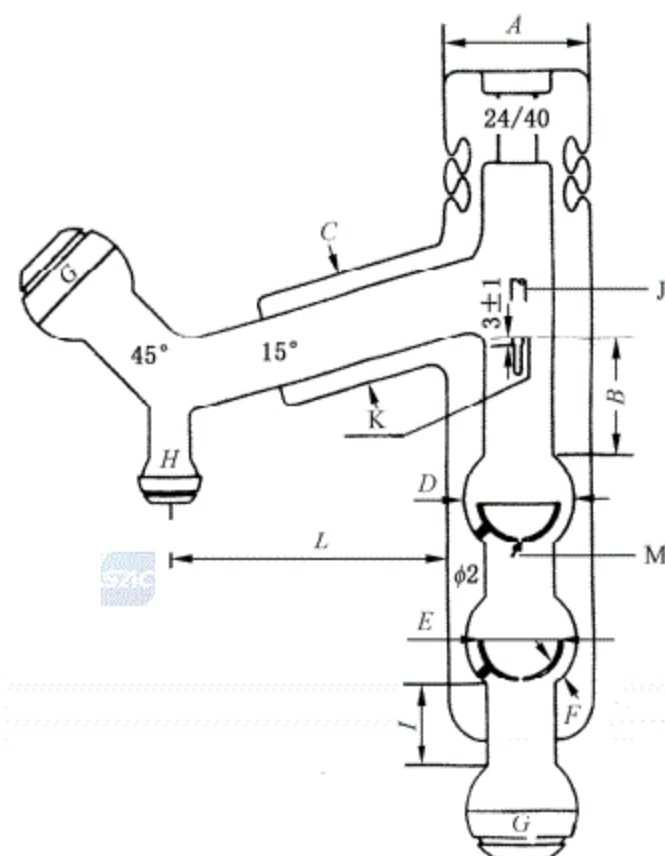
4.4 根据 4.2 和 4.3 的计算结果,绘制出切割温度对馏分的质量百分收率或体积百分收率,或二者兼有的蒸馏曲线。

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

图 1 蒸馏头示意图

表 1 蒸馏头尺寸表

单位为毫米

蒸馏头 内径	各部位尺寸								
	A	B	C	D	E	F	G ^a	H ^b	L
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

^a 公球型磨口(G)最大外径/最小内径。
^b 蒸馏头馏分出口公球型磨口(H)最大外径/最小内径。