

Exploration of Application of Automatic Distillation Instrument in Determination of Diesel Distillation Range

Bigui Cheng Kecheng Liu Yiqiang Qiao Meijia Fu Junqi Jia

Qingyang Petrochemical Branch, PetroChina Co., Ltd., Qingyang, Gansu, 745000, China

Abstract

The distillation range is an important quality control index of petroleum products and an important index for evaluating the evaporation performance of engine fuel. The composition of petroleum fractions can be judged by the distillation range. Daily in the determination of the distillation range of the use of manual distillation instrument, this method of testing requires special operation, distillation operation requires analysts to adjust at any time according to the situation, the operator's mastery of the analytical method and proficiency, determination of the distillation range of the electric furnace heating adjustment speed, as well as environmental temperature, air flow, etc., will have a great impact on the measurement results. In view of the current situation of unstable instruments and shortage of personnel, we evaluate the usability of the existing automatic distillation range tester.

Keywords

distillation range; comparison; analysis; deviation

全自动蒸馏仪在柴油馏程测定中的应用探索

成必贵 刘克诚 乔一强 付眉佳 贾俊琦

中国石油天然气股份有限公司庆阳石化分公司, 中国·甘肃 庆阳 745000

摘要

馏程是石油产品的重要质量控制指标,也是评价发动机燃料蒸发性能的重要指标,通过馏程可以判断石油馏分组成。日常在测定馏程时多使用手动蒸馏仪,此方法测试时需要专人操作,蒸馏操作时需要分析人员根据情况随时进行调节,操作人员对分析方法的掌握和熟练程度,测定中馏程电炉加热调节速度,还有环境温度、气流等都会对测定结果影响很大。针对目前仪器的不稳定和人员紧缺的现状,我们对班组现有的全自动馏程测定仪进行可使用性评估。

关键词

馏程; 比对; 分析; 偏差

1 引言

在现代实验室技术中,全自动蒸馏仪以其高效、精确和自动化的特点,已成为化学分析、制药、环保及农学等多个领域不可或缺的重要工具。全自动蒸馏仪集成了物理学中的蒸馏原理与先进的自动化控制技术,极大地提高了实验效率和数据准确性,同时降低了操作人员的劳动强度和安全风险。论文旨在深入探讨全自动蒸馏仪的工作原理、使用步骤以及其在实验室应用中的优势和挑战。

2 柴油馏程测定中使用的仪器

- ① PAC OptiDIST 702-ZJ-042 全自动常压蒸馏仪。
- ② 加热蒸馏测定仪。

3 柴油馏程测定中的测定方法

用量筒取 100mL 试样,全部倒入蒸馏烧瓶中,将装有

温度计的橡胶塞装在蒸馏烧瓶的颈部,然后将蒸馏烧瓶的支管紧密地装在冷凝管上;将取试样的量筒放入冷凝管下端的量筒冷却浴内,记录室温和大气压;打开电源开关,开始蒸馏,控制好初馏点在 5~15min 内馏出;全程控制好流速,保持在每分钟 4~5mL 且速度均匀,直到 90% 点馏出后,迅速调整电炉电压,要求 3~5min 必须到达终馏点;按标准对测定结果进行温度计和大气压修正后报告。按照标准方法要求,对全自动蒸馏仪的加热条件进行设定保存。

4 仪器准确度验证

4.1 温度测量系统的验证

按照方法要求,用校验液对全自动馏程仪的温度测量系统进行验证,用正十六烷 50% 回收体积温度和柴油标样进行全馏程蒸馏,与标准的规定值进行对比。正十六烷回收温度校验结果记录如表 1 所示。

4.2 标准样品比对分析

使用石油化工科学研究所的柴油馏程参考油对仪器进行准确度验证,柴油馏程参考油测定结果记录如表 2 所示。

由表 1、表 2 可见,正十六烷校验液 50% 回收体积的回

【作者简介】成必贵(1978-),男,中国甘肃定西人,助理工程师,从事分析检测、环境保护、安全生产研究。

收温度的测定和柴油标样的测定结果都误差较小，自动馏程仪的温度测量系统满足标准要求，可以开展后续的相关试验。

表 1 正十六烷回收温度校验结果记录

项目	1	2	3
正十六烷 50% 回收体积温度 (°C)	278.4	278.5	278.4
平均值 (°C)	278.4		
标准要求 (°C)	277~280		

表 2 柴油馏程参考油测定结果记录

回收体积	50%	90%	95%
参考油 1 (°C)	260.7	308.4	320.3
参考油 2 (°C)	260.4	308.2	320.1
标准证书示值 (°C)	260.2 ± 1.0	307.2 ± 2.8	319.6 ± 3.3
是否超差	否	否	否

5 精密度考察

5.1 重复性测定

对 9 组试样进行重复性和在线性测定，测定结果见表 3。

5.2 再现性测定

对 9 组试样进行重复性和在线性测定，测定结果见表 4。

通过对 9 组重复性和再现性比对试验，我们对测定结果统计发现，全部测定结果满足标准对重复性和再现性的要求。

6 检测过程注意事项

①应在不超过 6 个月的时间间隔对温度测量系统的校准予以验证。

②应在不超过 3 个月的时间间隔对液位跟踪系统的校准予以验证。

③大气压计的校验周期不超过 6 个月。

④量筒应按鉴定周期进行鉴定。

⑤取样按 GB/T 4756 操作，样品应有代表性，测定之前，试样应混合均匀。

⑥含水试样应进行脱水并过滤。

⑦量筒量取试样后，刻度线应调节准确，调整时液面弯月面下沿与刻度线齐平，且视线与刻度线齐平。

⑧为了防止试样测定过程中出现不规则爆沸，确保馏出速度稳定，要求测定时加入玻璃珠 2 粒，装样前检查蒸馏烧瓶完好性。

⑨冷凝管应清洁干净，无上次做样后的残留物。

⑩温度传感器安装位置准确，刻线与蒸馏烧瓶支管内侧下部齐平，且位于蒸馏烧瓶瓶颈中心位置，传感器上有积碳时应及时清除。烧瓶口橡胶垫及时更换，确保密封性完好，减少损失。

⑪测定前应检查各参数设置正确。

⑫测定结果发现异常或存在争议时，应按手动法重新测定。运行初期，每测定 20 次，建议用手动法进行 1 次比对，验证准确性。

⑬测定柴油馏程时，读取 95% 回收体积的回收温度后，建议停止加热，避免高温加热在烧瓶内形成积碳。

⑭高温加热油品，现场应有人监护，确保正确佩戴使用安全防护用品，遇到异常情况按紧急红色急停按钮。

表 3 柴油试样重复性测定结果统计表

试样罐号	样品编号	馏程回收温度 (°C)				
		初馏点	10%	50%	90%	95%
标准重复性	标准要求	3.5	3.5	3.4	3.4	3.4
307-103A	1	180.3	216.1	262.7	339.4	357.8
	2	180.8	216.5	262.2	339	357.2
307-103C	1	187.5	220.6	263.8	339.5	359.3
	2	186.7	219.5	263.8	339.3	359.6
307-101B	1	186.8	219.8	265.9	340.4	358.5
	2	186.6	219.3	265.7	340.6	358.1
307-103A	1	186.4	221.3	267.2	340.9	358.1
	2	186.7	220.8	267	340.5	358.4
307-101A	1	178.3	204.9	254.4	332.7	354.5
	2	178.2	204.5	254.1	333.1	353.9
307-101B	1	179.3	208.3	259.0	339.7	359.2
	2	180.0	208.4	258.7	339.2	358.8
307-103A	1	187.6	221	267.2	342.3	361
	2	187.2	220.8	267.3	342.5	361.4
307-102	1	178.8	204.9	255.2	338.3	356.9
	2	178.6	205.1	255.4	338.2	356.7
307-103B	1	188.1	220.6	267.6	342.1	359.6
	2	187.3	220.8	267.6	342.8	360.7

结论：通过对以上 9 组数据的统计分析，重复性偏差在 0°C ~1.1°C 之间，均符合标准对偏差的要求。

表4 柴油试样再现性测定结果统计表

试样罐号	测定方法	馏程回收温度(°C)				
		初馏点	10%	50%	90%	95%
标准再现性	标准要求	8.5	7.4	9.0	7.3	7.3
307-103C	自动法	187.5	220.6	263.8	339.5	359.3
	手动法	186.5	217.0	265.0	339.5	359.5
307-101B	自动法	186.8	219.8	265.9	340.4	358.5
	手动法	185.6	217.1	264.6	340.0	358.3
307-103A	自动法	186.4	221.3	267.2	340.9	358.1
	手动法	186.9	218.8	266.8	340.7	358.5
307-101A	自动法	178.3	204.9	254.4	332.7	354.5
	手动法	177.5	205.5	254.0	332.5	353.0
307-101B	自动法	179.3	208.3	259.0	339.7	359.2
	手动法	181.0	208.0	258.5	338.5	358.0
307-103A	自动法	187.6	221.0	267.2	342.3	361.0
	手动法	188.5	219.5	267.0	341.0	359.0
307-102	自动法	178.8	204.9	255.2	338.3	356.9
	手动法	176.0	203.0	255.0	338.0	355.0
307-103B	自动法	186.3	220.8	267.6	342.8	360.7
	手动法	186.0	218.4	265.9	342.0	359.0
307-101A	自动法	177.2	204.0	255.0	334.6	356.0
	手动法	177.5	202.5	253.5	335.5	354.5

结论：通过对9组数据的统计分析，再现性在-1.7~+3.6之间，均满足标准对再现性的要求。

7 结论

通过对PAC OptiDIST 702-ZJ-042全自动常压蒸馏仪号仪器温度测量系统的验证和重复性和再现性比对试验，所有测定结果都满足标准对试验结果的要求，可以在日常分析检验中进行试验使用，较高地提升工作效率和数据准确度，让工作向智能化发展。随着科技的不断进步和创新，我们有理由相信，全自动蒸馏仪将在未来实现更多的功能拓展和性能提升，为科研工作者带来更加高效、便捷的实验体验。同时，

为了更好地利用这一先进工具，实验人员也应不断提升自身技能水平，以适应科技发展带来的新挑战和新机遇。

参考文献

- [1] GB/T 6536—2010[S].
- [2] 侯慧玉,江建英,李广益.Diana700自动馏程仪在石油产品馏程测定中的应用研究[J].化工管理,2023(10):147-152.
- [3] 王乾,李晨曦,宋春侠,等.高效液相色谱测定车用柴油中多环芳烃的研究[J].石油炼制与化工,2022,53(2):117-122.