

提高柴油全自动馏程重组分回收温度的研究

范俊杰

中国石化塔河炼化有限责任公司质量计量检验中心 新疆 库车 842000

摘要: 通过调整自动馏程仪的冷凝管温度、接收室温度及样品温度,考察柴油在不同温度下各馏出物回收温度的变化趋势,找出最佳仪器温度参数范围,确保全自动馏程与手动馏程仪器及快速馏程仪间的一致性和准确度。根据石油产品蒸馏的性质,提出并归纳了全自动仪器实施石油产品馏程测定仪的几种方法,把这些方法与手动蒸馏经验相结合,成功实现自动控制石油产品蒸馏过程。

关键词: 馏程;柴油;蒸馏;回收温度;加热强度

1 前言

馏程是石油产品的主要指标之一,主要用来判断油品轻、重组分的多少,控制产品质量和使用性能等,它是控制石油产品生产的主要指标,可用沸点范围来区别不同的燃料,是油品主要的试验项目之一。蒸馏过程中馏出速度是样品馏程准确与否的关键因素,通过调整自动馏程仪的冷凝管温度、接收室温度及样品温度,确保全自动馏程与手动馏程仪器间的一致性。

本测定方法参照GB/T 6536-2010《石油产品常压蒸馏特性测定法》^[1],这一方法也是目前常用的测定方法。虽然测量原理比较简单,但是在操作过程中,稍有不慎,就会导致测定结果出现较大偏差。

2 实验部分

2.1 仪器

自动蒸馏仪(Optidist)、手动蒸馏仪。

2.2 材料

蒸馏烧瓶、100 mL量筒、玻璃水银温度计(-2℃~400℃,分度值为1℃)。

3 试验结果与讨论

GB/T 6536标准规定,试验条件第4组冷凝管温度为0℃~60℃,接收量筒周围冷却浴温度为装样温度±3℃,根据标准要求,对自动仪器进行优化,找出最佳优化方案,应用于实际工作中。

3.1 温度的影响

方案1:自动馏程仪在冷凝管温度为45℃,接收室温度为25℃,样品温度分别为22℃、25℃、28℃时(GB/T6536标准规定试验条件接收量筒周围冷却浴温度试样温度±3℃),95%回收温度与手动馏程95%回收温度及快速馏程95%回收温度的考察,结果见表1。

作者简介: 范俊杰,男,大学本科,工程师,检测分析及质量管理

表1 柴油温度在22℃、25℃、28℃时的测定结果

项目	冷凝管温度45℃,接收室温度25℃			手动馏程	快速馏程
	油温22℃	油温25℃	油温28℃		
初馏点,℃	166.9	167.3	168.5	168.0	165.0
5%回收温度,℃	192.3	192.8	193.5	194.5	194.0
10%回收温度,℃	201.6	202.9	203.0	204.0	205.5
50%回收温度,℃	271.3	271.4	271.4	272.5	273.0
90%回收温度,℃	341.2	342.0	342.6	343.0	344.0
95%回收温度,℃	356.1	357.5	358.8	359.0	358.0

从表1数据可看出,在冷凝管温度45℃,接收室温度25℃,样品温度分别为22℃、25℃、28℃时,95%回收温度与手动馏程差2.9℃、1.5℃、0.2℃。95%回收温度重复性要求不大于2.3℃,样品温度22℃时超出范围。

方案2:自动馏程仪在冷凝管温度为40℃,接收室温度为23℃,样品温度分别为20℃、23℃、26℃时,95%回收温度与手动馏程95%回收温度及快速馏程95%回收温度的考察,结果见表2。

表2 柴油温度在20℃、23℃、26℃时的测定结果

项目	冷凝管温度40℃,接收室温度23℃			手动馏程	快速馏程
	油温20℃	油温23℃	油温26℃		
初馏点,℃	167.5	167.7	167.5	168.0	165.0
5%回收温度,℃	192.8	192.4	193.8	194.5	194.0
10%回收温度,℃	201.7	201.8	202.6	204.0	205.5
50%回收温度,℃	271.2	271.3	271.4	272.5	273.0
90%回收温度,℃	341.8	342.6	343.8	343.0	344.0
95%回收温度,℃	357.2	358.3	359.4	359.0	358.0

从表2数据可看出,在冷凝管温度40℃,接收室温度23℃,样品温度分别为20℃、23℃、26℃时,95%回收温度与手动馏程差1.8℃、0.7℃、0.4℃,均符合重复性要求不大于2.3℃。

方案3:自动馏程仪在冷凝管温度为38℃,接收室温

度为21℃，样品温度分别为18℃、21℃、24℃时，95%回收温度与手动馏程95%回收温度及快速馏程95%回收温度的考察，结果见表3。

表3 柴油温度在18℃、21℃、24℃时的测定结果

项目	冷凝管温度38℃，接收室温度21℃			手动馏程	快速馏程
	油温18℃	油温21℃	油温24℃		
初馏点，℃	169.7	168.5	169.0	168.0	165.0
5%回收温度，℃	192.8	193.5	193.5	194.5	194.0
10%回收温度，℃	202.3	203.4	203.2	204.0	205.5
50%回收温度，℃	271.1	271.6	271.7	272.5	273.0
90%回收温度，℃	342.0	342.7	343.1	343.0	344.0
95%回收温度，℃	357.4	358.2	359.5	359.0	358.0

从表3数据可看出，在冷凝管温度38℃，接收室温度21℃，样品温度分别为18℃、21℃、24℃时，95%回收温度与手动馏程差1.6℃、0.8℃、0.5℃。也符合重复性要求不大于2.3℃，但初馏点偏高，说明冷凝管温度偏低，不适用于重组分馏分油的馏程。

3.2 加热强度的影响

Supported 自定义两段式加热控制。Heater temp. 1为第一段加热，从开始到duration设定的时间为止，如下图为450℃加热300秒，duration时间到之后切换到heater temp.2温度。如表4。

表4 加热段设置仪器参数

自动海尔超加热段温度设定			
heat control			
heater temp1:	450℃	duration:	300s
heater temp2:	450℃		

按照GB/T 6536的要求，柴油初馏时间控制在5~10min，蒸馏流速要求4~5mL/min。经过试验反复验证，一段加热温度设置为480℃下，二段加热温度设置为560℃、580℃、590℃下结果比较数据见表4。^[2]

表5 不同二段加热温度馏程数据

	二段温度			
	柴油质控样	560℃	580℃	590℃
初馏点，℃	174.5	172.8	171.4	174.4
10%回收温度，℃	207	206.2	205.2	207.2
50%回收温度，℃	275.5	274	275	275.3
90%回收温度，℃	343	342	342	342.8
95%回收温度，℃	357.2	355.4	356.4	357.4

试验证明，二段加热温度设置在590℃，其结果最为理想。

3.3 结果一致性和准确度验证

通过对温度和加热强度影响因素的研究，用标样进

一步验证结果的准确性及一致性，使用标油及样品连续分析进行考察。

表6 柴油标准样品分析数据

项目	标油值	允许误差	1次试验	2次试验	3次试验
初馏点，℃	181.5	±2.0	180.5	181.0	181.2
10%回收温度，℃	206.5	±1.5	205.7	205.6	207
50%回收温度，℃	264.5	±1.5	265.0	264.8	264.5
90%回收温度，℃	335.7	±1.5	336	335.5	335
95%回收温度，℃	352	±1.5	351.5	351.4	351.6

从数据看，在当前仪器条件下，对标油进行分析，数据与标油基本一致，均在允许的误差范围内。

表7 柴油样品分析数据

项目	手动试验	海尔潮自动馏程		
		1次试验	2次试验	3次试验
初馏点，℃	171.2	170.8	171.0	171.0
10%回收温度，℃	207.7	207.5	207.0	207.3
50%回收温度，℃	276.4	276.0	275.8	276.0
90%回收温度，℃	342.9	342.2	342.8	241.9
95%回收温度，℃	357.4	357.0	356.5	357.0

从以上表6、表7分析数据看，标油及柴油样品的数据的重复性较好，均在可接受的范围内，满足标准重复性要求，同时经过连续试验，证明分析数据的稳定性较好。

从表6数据看，标油分析数据与标油的差值均在标油允差范围内，说明分析数据的准确度能够满足。

4 结论

4.1 经上述对自动馏程仪的条件优化，通过样品的分析比对及重复性的考察，方案2与手动馏程条件一致（冷凝管温度40℃）。

4.2 从上述数据看出，在仪器参数相同、流速符合要求的情况下，馏程的高低与试样温度高低有关，试样温度低，100mL试样量较实际多，最后一次加热强度时间滞后，导致95%回收温度偏低，反之则偏高。因此，规定采用方案2将试样温度加热至26℃上限，这样95%回收温度可提高2.1℃左右，跟手动馏程基本一致，可应用于实际工作中。

4.3 加热强度影响馏程的关键因素，二段温度设置过高过低均会影响柴油初馏及后续流速。偏高、偏低均影响柴油的馏分的流速，进而影响柴油馏程，因此就目前柴油加热强度设置为一段：480℃，二段：590℃最为合适。

参考文献

[1]梁漪莲, 邓婷.两虫采样装置及提高质控回收率的探讨[J]净水技术, 2017, 36(4): 103-106.
 [2]程玉明.油品分析[m].北京: 中国石化出版社, 1993: 46-56.