ICS 75.080
CCS E 30

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 6071—2023

石油产品常压蒸馏特性的测定 微量蒸馏法

Standard test method for distillation of petroleum products and liquid fuels at atmospheric pressure (micro distillation method)

行业标准信息服务平台

2023-02-06 发布　　2023-08-06 实施

国家能源局　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……2
5.1　自动蒸馏仪器的基本元件……2
5.2　仪器详述……3
5.3　校准用气压计……3
5.4　取样器……3
5.5　废液瓶……3
6　试剂和材料……3
7　取样、样品贮存和样品条件……3
7.1　取样……3
7.2　样品贮存……4
7.3　含水样品……4
8　仪器准备……4
9　校准和标准化……4
9.1　温度测量系统……4
9.2　标准样品……4
10　仪器校验……5
11　试验步骤……5
12　报告……6
13　精密度和偏差……6
13.1　通则……6
13.2　重复性……6
13.3　再现性……7
13.4　不同方法之间的偏差……8
附录A（规范性）　仪器的详细说明……9
附录B（规范性）　重复性（r）和再现性（R）的精密度值表……12

附录 C（规范性）　不同方法之间的再现性…… 14
附录 D（资料性）　典型样品及分组…… 17

行业标准信息服务平台

前　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会（SAC/TC 280）提出。

本文件由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会（SAC/TC 280 SC 1）归口。

本文件起草单位：中国人民解放军陆军勤务学院、军委后勤保障部军需能源技术服务中心、中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、联勤保障部队军需能源质量监督总站、联勤保障部队供应局、北京易兴元石化科技有限公司、北京诺德泰科仪器仪表有限公司、重庆炬心智能科技研究院有限公司。

本文件主要起草人：管亮、许贤、史军歌、李子存、潘倩、杨庭栋、王湛文、王立光、龚应忠、林国美、王帅、张云佳、张霖、金桂红、杜彪、朱嘉川、伊茜、刘君玉、舒建华、左秀丽、鄢豪。

本文件为 2023 年首次发布。

行业标准信息服务平台

引　言

烃类的蒸馏特性（挥发性），对燃料和溶剂的安全和使用性能有着极为重要的影响。燃料的沸程范围提供了燃料组成、性质及在贮存和使用中使用性能的信息。挥发性是决定烃类混合物形成潜在爆炸性蒸气趋势的主要因素。

蒸馏特性对车用汽油和航空汽油极为重要，它会影响发动机的启动、升温性能及在高温和/或高海拔条件下产生气阻的趋势。燃料中存在的高沸点组分可显著地影响固体燃烧沉积物的生成程度。

由于挥发性可影响蒸发速率，因此在许多溶剂，尤其是涂料溶剂的应用中，它都是一个重要的因素。

蒸馏特性的限值要求通常在石油产品规格、商业合同协议及炼厂生产控制中有所规定，并也用于检验与法律、规章的相符性。

本文件采用了一种自动微量蒸馏测定仪器，与 GB/T 6536 标准相比，本标准试样用量少、试验时间短并且降低了操作者主观因素对试验结果的影响。

本文件也适用于受到污染的产品或烃类混合物的检测。对于产品质量快速筛查、炼化过程监控、燃料掺假控制或者其他需要使用便携式现场快速检测仪器的应用有着很好的应用价值。

行业标准信息服务平台

石油产品常压蒸馏特性的测定 微量蒸馏法

警示：本文件的使用可能涉及某些有危险的材料、操作及设备，但并未对所有的安全问题都提出建议。使用者在应用本标准之前，应建立适当的安全和防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件描述了使用自动微量蒸馏测定仪测定常压下沸点在 20℃～400℃范围内石油产品蒸馏特性的方法。

本文件适用于馏分燃料油如天然汽油（稳定轻烃）、轻质和中间馏分、车用汽油、车用乙醇汽油、航空活塞式发动机燃料、喷气燃料、柴油、柴油机燃料调和用生物柴油（BD100）、生物柴油调和燃料（B5）、煤油，以及石脑油和石油溶剂油产品。本文件不适用于含有较多残留物的产品。

注：用于建立本方法精密度的样品其残留物体积分数均不大于 2%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 4756 石油液体手工取样法

GB/T 6536 石油产品常压蒸馏特性测定法

GB/T 6683.1 石油及相关产品 测量方法与结果精密度 第 1 部分：试验方法精密度数据的确定

GB/T 8017 石油产品蒸气压的测定 雷德法

GB/T 9168 石油产品减压蒸馏测定法

GB/T 15000.3 标准样品工作导则（3） 标准样品 定值的一般原则和统计方法

GB/T 15000.7 标准样品工作导则 第 7 部分：标准样品生产者能力的通用要求

GB/T 27407 实验室质量控制 利用统计质量保证和控制图技术评价分析测量系统的性能

NB/SH/T 0843 石化行业分析测试系统的评价 统计技术法

ASTM D6300 测定用于石油产品和润滑剂试验方法的精度和偏差数据的标准实施规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

温度读数 temperature readings

由自动蒸馏仪器测得的试样蒸气和液体温度。

3.2

校正温度读数 corrected temperature reading

指经大气压修正后（修正到标准大气压 101.3kPa）的温度读数。

3.3

终馏点　final boiling point, FBP

终点　end point, EP

由自动蒸馏仪器测得蒸气最高校正温度读数，在此瞬间蒸馏瓶内压力回到初始压力水平。

3.4

瓶内压力　flask internal pressure

蒸馏过程中由自动蒸馏仪器差压传感器测得的蒸馏烧瓶内的蒸气压力。

3.5

初馏点　initial boiling point，IBP

通过自动蒸馏仪器测得试验过程中瓶内压力开始上升时蒸气的校正温度读数。

3.6

液体温度　liquid temperature

试验过程中，由自动蒸馏仪器测得的蒸馏烧瓶内液体试样的温度。

3.7

蒸气温度　vapor temperature

由自动蒸馏仪器测得的蒸馏过程中烧瓶内的试样蒸气温度。

3.8

蒸发百分数　percent evaporated

根据自动蒸馏仪器测定计算得到的蒸发损失百分数修正的回收百分数。

3.9

回收百分数　percent recovered

由自动蒸馏仪器测得的体积分数，以装样体积分数表示，与同时刻的温度读数相关。

3.10

最大回收百分数　percent recovery

由自动蒸馏仪器测定计算得到的最大回收百分数，以装样体积分数表示。

3.11

残留百分数　percent residue

由自动蒸馏仪器测定计算得到的蒸馏烧瓶中残留物体积，以装样体积分数表示。

4　方法概要

将 10mL 待测试样转移到蒸馏烧瓶中，然后将蒸馏烧瓶安装在自动蒸馏仪器的规定位置，自动蒸馏仪器的加热部件会对蒸馏烧瓶底部加热，并自动测量、记录和保存试样的蒸气温度、液体温度以及在环境大气压下试样蒸馏过程中的蒸馏烧瓶内部压力数据。蒸馏结束后，自动蒸馏仪器自动进行数据分析处理，并得出试样在标准大气压下的蒸馏特性数据，试验结果以蒸发百分数或回收百分数与相应的温度表示。

5　仪器

5.1　自动蒸馏仪器的基本元件

自动蒸馏仪器的基本元件主要包括蒸馏烧瓶、带有废液瓶的冷凝回收部件、蒸馏烧瓶加热和支撑部件、试样液体温度测量部件、试样蒸气温度测量部件、蒸馏烧瓶内部压力测量部件、环境大气压测

量部件，蒸馏过程控制系统以及将所记录的信息转换为常规的石化行业所认可的试验结果的数据处理系统。

5.2 仪器详述

仪器的具体规定详见附录 A。

5.3 校准用气压计

能够测量与仪器所在实验室具有相同海拔的当地观测点大气压的气压测量装置，测量精度不小于 0.1kPa（1mmHg）。

烧瓶内部压力传感器和外部大气压力传感器需要定期校准。

警示：不能采用普通的无液气压计的气压读数，例如用于气象站或机场的气压计，由于其读数是经预校正到海平面高度的。

5.4 取样器

精度为 0.1mL，可准确量取 10mL±0.3mL 样品的玻璃或者塑料材质的注射器或定量移液器。

5.5 废液瓶

容量为 200mL 的玻璃瓶或耐油塑料瓶，外部直径约 70mm，高度约 130mm，并配备瓶盖以减少废液的蒸发，废液瓶盖应预留用于平衡大气压的小孔。

6 试剂和材料

6.1 所用化学试剂纯度应不低于 99%，但只要可确保不会降低本方法的测定精度，也可使用其他级别的试剂。

6.2 清洗溶剂：用于清洗和干燥蒸馏烧瓶，如石油醚和正庚烷。

警示：易燃。液体会造成眼部灼烧。蒸气有害。吞咽或吸入可能致盲或致死。

6.3 甲苯：纯度不低于 99.5%。

警示：极易燃。吸入有害。反复接触会刺激皮肤。对呼吸道有损害。

6.4 正十六烷：纯度不低于 99%。

警示：极易燃。吸入有害。反复接触会刺激皮肤。对呼吸道有损害。

6.5 沸石：干净且干燥的高纯度的沸石，粒径为 0.8mm～3mm，每次试验大约需要 10 粒。

6.6 样品干燥剂：可以使用无水硫酸钠除去样品中的悬浮水。

7 取样、样品贮存和样品条件

7.1 取样

7.1.1 取样应根据 GB/T 4756 的要求进行，一般至少取 50mL 的样品。

7.1.2 样品挥发性对蒸发损失的结果影响非常大，所以在对挥发性样品取样时应采取最大限度的预防措施，避免轻质成分的挥发。对于预期初馏点低于 100℃或终馏点低于 250℃的含轻质组分较多的样品，在 10℃以下采取样品，如果不可能实现，例如所采取的样品处于环境温度，则将所采取的样品置于预先冷却至低于 10℃的样品瓶中，并以搅动最小的方式进行取样，立即用密合的塞子封好样品瓶。一般试样可以在环境温度下采取样品，取样后立即用密合的塞子封好样品瓶。

警示：不要完全充满并紧密封合冷的样品瓶，因受热后有可能造成样品瓶破裂。

7.1.3 样品中不应有悬浮固体或者其他不溶物。否则应重新取样或过滤去除，过滤时应注意防止轻组分挥发。

7.2 样品贮存

7.2.1 样品应置于密闭遮光的试剂瓶中，在贮存时应避免阳光直射及热源。

7.2.2 对于预期初馏点低于100℃或终馏点低于250℃的含轻质组分较多的样品，可以将样品贮存在冰浴中或者贮存在10℃以下的冰箱中。一般样品可以在室温或者在更低的温度下贮存。

7.2.3 如果在贮存过程中，样品出现结晶或凝固，可以边加热边轻轻摇动直至溶解并混合均匀。但应注意避免打开瓶盖，防止轻质组分挥发。

7.3 含水样品

7.3.1 如果待测样品含有可见的水，则不适于测定。如果样品含水，应另取一份无悬浮水的样品。

7.3.2 如果不能得到无悬浮水的样品，可按如下所述除去样品中的悬浮水：每30mL样品加入约10g的无水硫酸钠，置于玻璃锥形瓶中，塞上塞子，振荡约2min，然后静置约15min，当样品中无可见悬浮水时，过滤试样，取上层试样进行分析。在干燥、过滤操作过程中，尽量避免轻质组分的损失。在结果报告中应注明样品经干燥剂处理过。

8 仪器准备

8.1 按照附录A和仪器操作说明安装自动蒸馏仪器。

8.2 仪器应当避免阳光直晒、远离热源并远离气体流动大的地方。

9 校准和标准化

9.1 温度测量系统

所采用的温度传感器最低要求：测量范围为0℃～550℃，测量精度为0.1℃，最大测量误差为0.5℃。

按本文件要求蒸馏分析纯的甲苯，记录50%回收温度，如果测定温度值超出109.3℃±0.5℃范围，应对温度测量系统进行校准（见第10章）。

使用正十六烷在比甲苯更高的温度下检验仪器的温度测量系统，记录50%回收温度，如果测定温度值超出278.6℃±1.0℃范围，应对温度测量系统进行校准（见第10章）。

注：这些温度是使用GB/T 6536试验方法蒸馏甲苯和十六烷获得的，并非文献所述甲苯和十六烷的沸点温度。

9.2 标准样品

仪器在动态条件下和宽温度范围内的性能校验，可以使用馏程有证标准物质（Certified Reference Material，CRM），或者工作参比样品（Secondary Working Standard，SWS）。

9.2.1 有证标准样品

所使用的标准物质可以是稳定的烃类混合物或者其他的稳定的石油产品。这些标准物质应采用特定方法测定了其蒸馏特性，并按照GB/T 15000.7和GB/T 15000.3或者GB/T 6683.1进行了多个实验室比测研究。所附带的证书应当标注本批次标准物质的蒸馏特性数据。

9.2.2 工作参比样品

工作参比样品是纯烃类物质的稳定混合物或者其他组分已知的性能稳定的石油产品。应采用标准的统计技术方法来建立控制点的均值和统计控制限值，参见 GB/T 27407 或 NB/SH/T 0843。

10 仪器校验

10.1 按照生产厂家的说明操作仪器。

10.2 应至少每 6 个月校准一次仪器；当仪器经过修理或/和更换蒸馏烧瓶加热和支撑部件、试样液体温度测量部件、试样蒸气温度测量部件、蒸馏烧瓶内部压力测量部件、环境大气压测量部件等零件后也应校验。通过蒸馏纯物质（如甲苯和正十六烷）对液体和气体温度测量传感器进行校准。正十六烷的熔点为 18℃。如果样品凝固，将其加热到约 25℃，直到试验开始前全部变成液体为止。

10.3 环境大气压测量传感器必须至少每 6 个月校准一次；当仪器经过修理或者更换零件后也应校验。校准所使用的气压计应当符合 5.3 的要求。

10.4 蒸馏烧瓶内差分式压力测量传感器必须至少每 6 个月校验一次；当仪器经过修理或者更换零件后也应校验。

10.5 校验方法应遵守仪器使用说明书或者厂家指导意见。

11 试验步骤

11.1 对于初馏点低于或等于 100℃的试样，在打开试样容器之前，应使试样和容器的温度降至比试样预期初馏点低 10℃以下，再进行试验。

11.2 对于初馏点高于 100℃的试样，将试样和容器温度与环境温度保持一致。如果试样在贮存过程中部分或者全部凝固，应边加热边轻轻摇动直至溶解并混合均匀。

注：如果未按 11.1 的要求操作，在测定易挥发性组分的样品时，初馏点的准确性将会受到很大的影响。如果待测样品的预期初馏点未知，建议在环境温度条件下进行测试。如果蒸馏结果表明不符合 11.1 的要求（即初馏点低于或等于 100℃环境温度未高于试样预期初馏点低 10℃），则应舍弃结果，重新按照 11.1 操作要求重新进行试验。

11.3 试验前，确保自动蒸馏仪器的蒸馏测量头与周围环境温度一致，并且去除了测量头上所有残留物。

11.4 检查并确保蒸馏烧瓶清洁和干燥。

11.5 在蒸馏烧瓶中放入至少 10 粒干燥清洁的沸石。一些仪器会配备沸石装填器。当测定生物柴油（B100）时，不应加入沸石。

11.6 使用取样装置（见 5.4）取 10mL±0.3mL 试样注入蒸馏烧瓶中。如果测量的样品是生物柴油（B100），应取 5mL±0.3mL 试样。检查是否有气泡产生，如果有，则重新取样。将没有气泡的样品加入到准备好的蒸馏烧瓶中。注意不要让试样流入到蒸馏烧瓶支管中。可以使用新的一次性注射器或者一次性移液器吸头，以避免交叉污染样品，导致蒸馏结果错误。

11.7 按照仪器使用操作说明书安全地将蒸馏烧瓶与蒸馏测量头连接。

11.8 将蒸馏测量头安装到仪器指定位置，同时将蒸馏烧瓶的支管插入冷凝管的密封圈内。

11.9 调整加热部件高度，使其与烧瓶底部贴合。

11.10 关闭仪器防护罩。

11.11 检查废液瓶是否已放于冷凝管的下端，确保废液瓶内部与外界大气相通。废液瓶的液体体积不应超过其容量的 2/3，定期倒掉废液。

11.12 根据仪器使用操作说明书，打开电源开始蒸馏试验。

11.13 从测试开始到结束，仪器会自动控制并完成所有测试步骤。在整个试验期间，仪器会根据试样

液体温度数据自动加热试样并调整加热速率。试验过程中控制系统会自动测量并记录蒸馏条件：蒸馏烧瓶内的压力、液体温度和蒸气温度。当蒸馏烧瓶内的蒸气压力恢复到初始状态时，仪器自动停止蒸馏过程。测试过程结束后，仪器自动处理采集的测试数据并将结果通过显示和打印的形式给出报告。自动停止蒸馏过程，启动降温冷却风扇。

11.14 待蒸馏烧瓶冷却后，从仪器上取下。

12 报告

12.1 如无特殊要求，报告回收百分数或者蒸发百分数，以及与之对应的自动修正到 101.3kPa 的温度读数。报告的结果一般包括初馏点（IBP）、终馏点（FBP）、5%、95%，以及从 10%～90%回收体积之间每 10%回收体积倍数时对应的自动修正到 101.3kPa 的蒸气温度读数，以及最大回收百分数和残留百分数。

需要时，损失百分数按式（1）计算：

$$P_L = 100\% - (P_{rec} + P_{res}) \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

P_L ——损失百分数，%；

P_{rec} ——最大回收百分数，%；

P_{res} ——残留百分数，%。

12.2 报告全部体积分数，精确到 0.1%（体积分数）。

12.3 报告全部温度读数，精确到 0.1℃。

12.4 报告是否使用了干燥剂，如 7.3.2 中所述。

12.5 测定报告至少包括如下信息：

a） 试样相关信息；

b） 对本文件的引述；

c） 测定结果；

d） 任何达成协议的或者与指定试验方法的差异；

e） 测试日期。

13 精密度和偏差

13.1 通则

本文件的精密度经过了 10 个实验室对 2 个车用汽油样品、2 个喷气燃料样品、2 个车用柴油样品、2 个军用柴油样品的对比统计试验。

注：常规石油产品常压蒸馏特性试验的试样需要将其进行组别分类（参见 GB/T 6536 试验方法）。本试验方法无需进行试样分类，但是出于对精密度和不同方法标准间再现性方便比较的目的，对于精密度和偏差，将所有试样按照以下组别进行区分：1 组、2 组和 3 组样品统称为 NOT4，4 组样品统称为 GRP4。常见样品的分组信息见附录 D。

13.2 重复性

同一操作者，在同一实验室，使用同一台仪器，在相同条件下对同一试样采用正确的操作方法进行连续测定，得到的两个重复测定结果之差不应超出表 1 的范围，每 20 次测定只允许有一次超出表 1 范

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/586033002231010154