



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109374473 A
(43)申请公布日 2019.02.22

(21)申请号 201811533403.7

(22)申请日 2018.12.14

(71)申请人 东营联合石化有限责任公司
地址 257200 山东省东营市东营港经济开发
区港西二路以东、港北二路以北

(72)发明人 孙江 姚爱海 王学峰 彭楠
李新

(74)专利代理机构 东营双桥专利代理有限责任
公司 37107

代理人 罗文远

(51)Int.Cl.
G01N 5/04(2006.01)
G01N 1/42(2006.01)
G01N 1/28(2006.01)

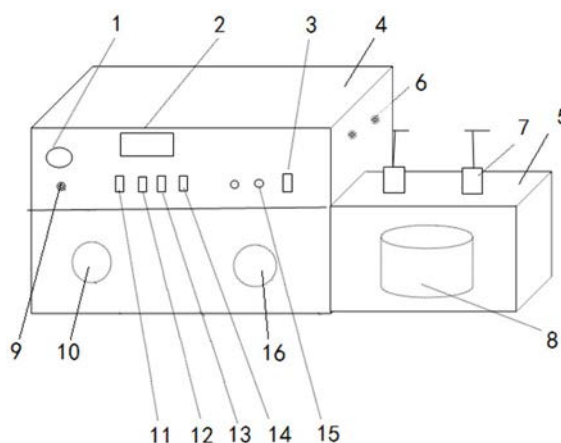
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种柴油蜡含量的测定方法

(57)摘要

本发明提到的一种柴油蜡含量的测定方法，其技术方案是：按如下步骤进行：(1)用甲苯冲洗柴油通过氧化铝柱，洗脱出其油蜡部分；(2)将柴油油蜡部分在低于柴油凝点的温度下冷却半小时，同时进行搅拌；(3)用真空泵进行抽滤，得到蜡饼；(4)用石油醚将蜡饼溶解至恒重的试杯中；(5)将试杯放在100±1度的电热板上烘至近干，移入真空烘箱内，在100-110度及53.3-66.7kpa负压下，保持60min，取出试杯放在干燥器内冷却40min称量，至恒重，得到烘干后的质量，减去空试杯质量，即为柴油中蜡含量。有益效果是：本发明采用甲苯冲洗，将柴油通过氧化铝色谱柱吸附分离出油蜡部分，再以甲苯-丙酮混合物为脱蜡溶剂，在-20度下用冷冻结晶法脱蜡测定油品中的蜡含量。以确定柴油中确切的含蜡量，控制低标号柴油的含蜡量范围，就能保证柴油在低温下的使用感受性良好，在规定温度范围内不会出现析蜡现象。



1. 一种柴油蜡含量的测定方法,其特征是:按如下步骤进行:

(1) 用甲苯冲洗柴油试样通过装有氧化铝的吸附柱,洗脱出其油蜡部分;

(2) 将柴油油蜡部分在低于柴油凝点的温度下冷却半小时,同时进行搅拌;

(3) 用真空泵进行抽滤,得到蜡饼;

(4) 用石油醚将蜡饼溶解至恒重的试杯中;

(5) 将试杯放在 100 ± 1 度的电热板上烘至近干,移入真空烘箱内,在 $100-110$ 度及 $53.3-66.7$ kpa负压下,保持60min,取出试杯放在干燥器内冷却40min称量,至恒重,得到烘干后的质量,减去空试杯质量,即为柴油中蜡含量。

2. 根据权利要求1所述的一种柴油蜡含量的测定方法,其特征是:氧化铝柱的制备如下:

将氧化铝放入瓷蒸发皿中并置于高温炉内,在550度下焙烧6h,取出后先放置3-5min,再放入干燥器内,待冷却至室温后装入已称量过的细口瓶中,称量出氧化铝质量;按焙烧后氧化铝的质量,加入蒸馏水,盖紧塞子振摇,静置24h后备用。

3. 根据权利要求1所述的一种柴油蜡含量的测定方法,其特征是:试杯的恒重步骤如下:

将试杯洗净,放在金属油浴中,在 105 ± 1 度下保持60min,取出后放在干燥器内冷却30min后称重,至恒重。

4. 根据权利要求1所述的一种柴油蜡含量的测定方法,其特征是:甲苯-丙酮按体积比1:1混合并充分摇匀,制成脱蜡溶剂。

5. 根据权利要求所述的一种柴油蜡含量的测定方法,其特征是:包括以下步骤:

b1 在吸附柱下端塞脱脂棉,加入活化处理后的氧化铝30g,敲击吸附柱,保证吸附柱中氧化铝致密而均匀;将吸附柱与恒温循环水浴连接,调节水温温度为 45 ± 1 度,开启循环水浴;量取20ml石油醚倒入已装好氧化铝的吸附柱中润湿柱子,同时在吸附柱下端放一个锥形瓶接收流出液;

b2称取3g柴油试样于50ml烧杯内,准确至0.0001g,记录为m1;待吸附柱上部石油醚完全进入氧化铝层后,倒入柴油试样,烧杯中的残余物用10ml石油醚分三次洗涤,洗涤液倒入吸附柱中;

b3待柴油试样全部进入氧化铝层后,随即加入氧化铝0.3-0.5g于吸附柱上部;量取60ml甲苯加入吸附柱中,并用双链球加压调节,以2-3ml/min的流速冲洗柴油试样中的油蜡部分;

b4当吸附柱中的溶液全部流出后,取下试杯,放在 100 ± 1 度的电热板上蒸去溶剂,至近干,得到油蜡部分;

b5向油蜡部分中加入30ml脱蜡溶剂,在水浴上慢慢加热,待溶液透明后再冷却至室温,将此混合溶液转入试样冷却筒中,再用10ml脱蜡溶剂分三次洗涤试杯,洗涤液倒入试样冷却筒中;

b6降温至 -20 ± 0.5 度,将试样冷却筒与过滤漏斗、抽滤瓶相连接,不断搅拌混合液,保持30min;

b7将冷却筒中的玻璃塞拔出,使混合液进入砂芯玻璃漏斗中,开启真空泵进行抽滤,调节抽吸压力,保持滤速为每秒1滴;当脱蜡溶剂在蜡层上消失后,继续抽滤5min;

b8取出试样冷却筒,用预热至30-40度的石油醚将冷却筒、过滤漏斗上的蜡溶解在恒重记录质量m2的试杯中;将试杯放在100±1度的电热板上烘至近干,移入真空烘箱内,在100-110度及53.3-66.7kpa负压下,保持60min;取出试杯放在干燥器内冷却40min称量,至恒重,记录质量m3;

b9计算

$$\omega = (M3 - M2) / M1 * 100\%$$

其中 ω ----- 油品中蜡含量, %

M1 ----- 柴油油品的质量, g

M2 ----- 恒重后试杯的质量, g

M3 ----- 烘干后样品和试杯的质量, g。

6. 根据权利要求5所述的柴油蜡含量的测定方法,其特征是:在步骤b1之前的准备工作如下:

a1氧化铝的制备

将氧化铝放入瓷蒸发皿中并置于高温炉内,在550度下焙烧6h,取出后先放置3-5min,再放入干燥器内,待冷却至室温后装入已称量过的细口瓶中,称量出氧化铝质量;按焙烧后氧化铝的质量,加入蒸馏水,盖紧塞子用力振摇5min,静置24h后备用;

a2恒重试杯

将试杯洗净,放在金属油浴中,在105±1度下保持60min,取出后放在干燥器内冷却30min后称重,至恒重;

a3脱蜡溶剂的制备

甲苯-丙酮按体积比1:1混合并充分摇匀。

一种柴油蜡含量的测定方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种柴油中蜡含量的检测方法,特别涉及一种柴油蜡含量的测定方法。

背景技术

[0002] 柴油结蜡是指当达到一定条件时,柴油中的含碳原子数达到C15--C42时,碳氢化合物形成固态,被称之为蜡。柴油中的石蜡为白色略带透明的结晶体,密度为880~ 905kg/m³,熔点为49~ 60℃,其组成成分除了烷烃外,还有含量不等的胶质、沥青质、盐类、泥砂等有机物质和无机物质。

[0003] 柴油在储存过程中结蜡的原因是因为在柴油尚未装入容器储存的时候,在油层高温、高压条件下,蜡能溶解在柴油中。当将柴油存放在金属容器后,在整个柴油流动过程中,其压力和温度逐渐降低。当温度和压力降到析蜡点时,蜡即从原油中结晶析出。随着温度的进一步降低,蜡中气体析出,其结晶析出的蜡聚积和沉积在储存容器壁上,就出现柴油储存过程的结蜡现象。

[0004] 柴油批发在运输柴油过程中,温度是逐渐降低的。当温度低于析蜡点时,柴油中会析出固体石蜡结晶,有的石蜡结晶会粘附在管道内壁上,形成石蜡结晶中心,或悬浮于柴油中形成固态与液态的两相物质。当温度继续降低时,管壁蜡晶开始长大、扩展,形成厚度不均匀的结蜡层,致使管道内径逐渐变小。当柴油中蜡晶大量析出后,管道会降低集输油的能力、增加运输油的能耗。这对柴油批发运输柴油是不利的。

发明内容

[0005] 本发明的目的就是针对现有技术存在的上述缺陷,提供一种柴油蜡含量的测定方法,以得到柴油中确切的蜡含量,为预防油品析蜡提供依据。

[0006] 本发明提到的一种柴油蜡含量的测定方法,其技术方案是按如下步骤进行:

- (1) 用甲苯冲洗柴油试样通过装有氧化铝的吸附柱,洗脱出其油蜡部分;
- (2) 将柴油油蜡部分在低于柴油凝点的温度下冷却半小时,同时进行搅拌;
- (3) 用真空泵进行抽滤,得到蜡饼;
- (4) 用石油醚将蜡饼溶解至恒重的试杯中;
- (5) 将试杯放在100±1度的电热板上烘至近干,移入真空烘箱内,在100-110度及53.3-66.7kpa负压下,保持60min,取出试杯放在干燥器内冷却40min称量,至恒重,得到烘干后的质量,减去空试杯质量,即为柴油中蜡含量。

[0007] 优选的,氧化铝柱的制备如下:

将氧化铝放入瓷蒸发皿中并置于高温炉内,在550度下焙烧6h,取出后先放置3-5min,再放入干燥器内,待冷却至室温后装入已称量过的细口瓶中,称量出氧化铝质量;按焙烧后氧化铝的质量,加入蒸馏水,盖紧塞子振摇,静置24h后备用。

[0008] 优选的,试杯的恒重步骤如下:

将试杯洗净,放在金属油浴中,在 105 ± 1 度下保持60min,取出后放在干燥器内冷却30min后称重,至恒重。

[0009] 优选的,甲苯-丙酮按体积比1:1混合并充分摇匀,制成脱蜡溶剂。

[0010] 本发明提到的柴油蜡含量的测定方法,包括以下具体步骤:

b1 在吸附柱下端塞脱脂棉,加入活化处理后的氧化铝30g,敲击吸附柱,保证吸附柱中氧化铝致密而均匀;将吸附柱与恒温循环水浴连接,调节水温温度为 45 ± 1 度,开启循环水浴;量取20ml石油醚倒入已装好氧化铝的吸附柱中润湿柱子,同时在吸附柱下端放一个锥形瓶接收流出液;

b2称取3g柴油试样于50ml烧杯内,准确至0.0001g,记录为m1;待吸附柱上部石油醚完全进入氧化铝层后,倒入柴油试样,烧杯中的残余物用10ml石油醚分三次洗涤,洗涤液倒入吸附柱中;

b3待柴油试样全部进入氧化铝层后,随即加入氧化铝0.3-0.5g于吸附柱上部;量取60ml甲苯加入吸附柱中,并用双链球加压调节,以2-3ml/min的流速冲洗柴油试样中的油蜡部分;

b4当吸附柱中的溶液全部流出后,取下试杯,放在 100 ± 1 度的电热板上蒸去溶剂,至近干,得到油蜡部分;

b5向油蜡部分中加入30ml脱蜡溶剂,在水浴上慢慢加热,待溶液透明后再冷却至室温,将此混合溶液转入试样冷却筒中,再用10ml脱蜡溶剂分三次洗涤试杯,洗涤液倒入试样冷却筒中;

b6降温至 -20 ± 0.5 度,将试样冷却筒与过滤漏斗、抽滤瓶相连接,不断搅拌混合液,保持30min;

b7将冷却筒中的玻璃塞拔出,使混合液进入砂芯玻璃漏斗中,开启真空泵进行抽滤,调节抽吸压力,保持滤速为每秒1滴;当脱蜡溶剂在蜡层上消失后,继续抽滤5min;

b8取出试样冷却筒,用预热至30-40度的石油醚将冷却筒、过滤漏斗上的蜡溶解在恒重记录质量m2的试杯中;将试杯放在 100 ± 1 度的电热板上烘至近干,移入真空烘箱内,在100-110度及53.3-66.7kpa负压下,保持60min;取出试杯放在干燥器内冷却40min称量,至恒重,记录质量m3;

b9计算

$$\omega = (M3 - M2) / M1 * 100\%$$

其中 ω ----- 油品中蜡含量, %

M1 ----- 柴油油品的质量, g

M2 ----- 恒重后试杯的质量, g

M3 ----- 烘干后样品和试杯的质量, g。

[0011] 优选的,在步骤b1之前的准备工作如下:

a1氧化铝的制备

将氧化铝放入瓷蒸发皿中并置于高温炉内,在550度下焙烧6h,取出后先放置3-5min,再放入干燥器内,待冷却至室温后装入已称量过的细口瓶中,称量出氧化铝质量;按焙烧后氧化铝的质量,加入蒸馏水,盖紧塞子用力振摇5min,静置24h后备用;

a2恒重试杯

将试杯洗净,放在金属油浴中,在 105 ± 1 度下保持60min,取出后放在干燥器内冷却30min后称重,至恒重;

a3脱蜡溶剂的制备

甲苯-丙酮按体积比1:1混合并充分摇匀。

[0012] 本发明的有益效果是:本发明采用甲苯冲洗,将柴油通过氧化铝色谱柱吸附分离出油蜡部分,再以甲苯-丙酮混合物为脱蜡溶剂,在-20度下用冻结结晶法脱蜡测定油品中的蜡含量;以确定柴油中确切的含蜡量,控制低标号柴油的含蜡量范围,就能保证柴油在低温下的使用感受性良好,在规定温度范围内不会出现析蜡现象。

附图说明

[0013] 附图1是本发明的柴油蜡含量测定仪的示意图;

上图中:压力表1、温度显示器2、电源开关3、控制器主体4、冷浴主体5、真空泵接口6、搅拌机7、冷浴8、压力调节钮9、搅拌器电机10、照明开关11、制冷开关12、搅拌开关13、泵开关14、抽滤15、真空泵16。

具体实施方式

[0014] 以下对本发明的优选实施例进行说明,应当理解,此处所描述的优选实施例仅用于说明和解释本发明,并不用于限定本发明。

[0015] 本发明提到的一种柴油蜡含量的测定方法,包括以下具体步骤:

a准备工作

a1氧化铝的制备

将氧化铝放入瓷蒸发皿中并置于高温炉内,在550度下焙烧6h,取出后先放置3-5min,再放入干燥器内,待冷却至室温后装入已称量过的细口瓶中,称量出氧化铝质量。按焙烧后氧化铝的质量,用移液管(或注射器)加入1%(质量分数)的蒸馏水,盖紧塞子用力振摇5min,静置24h后备用。

a2恒重试杯

将试杯洗净,放在金属油浴中,在 105 ± 1 度下保持60min,取出后放在干燥器内冷却30min后称重,至恒重。

a3脱蜡溶剂的制备

甲苯-丙酮按体积比1:1混合并充分摇匀。

b实验步骤

b1 在吸附柱下端塞脱脂棉,加入活化处理后的氧化铝30g,敲击吸附柱,保证吸附柱中氧化铝致密而均匀;将吸附柱与恒温循环水浴连接,调节水温温度为 45 ± 1 度,开启循环水浴;量取20ml石油醚倒入已装好氧化铝的吸附柱中润湿柱子,同时在吸附柱下端放一个锥形瓶接收流出液;

b2称取3g柴油试样于50ml烧杯内,准确至0.0001g,记录为m1;待吸附柱上部石油醚完全进入氧化铝层后,倒入柴油试样,烧杯中的残余物用10ml石油醚分三次洗涤,洗涤液倒入吸附柱中;

b3待柴油试样全部进入氧化铝层后,随即加入氧化铝0.3-0.5g于吸附柱上部;量取

60ml甲苯加入吸附柱中,并用双链球加压调节,以2-3ml/min的流速冲洗柴油试样中的油蜡部分;

b4当吸附柱中的溶液全部流出后,取下试杯,放在 100 ± 1 度的电热板上蒸去溶剂,至近干,得到油蜡部分;

b5向油蜡部分中加入30ml脱蜡溶剂,在水浴上慢慢加热,待溶液透明后再冷却至室温,将此混合溶液转入试样冷却筒中,再用10ml脱蜡溶剂分三次洗涤试杯,洗涤液倒入试样冷却筒中;

b6降温至 -20 ± 0.5 度,将试样冷却筒与过滤漏斗、抽滤瓶相连接,不断搅拌混合液,保持30min;

b7将冷却筒中的玻璃塞拔出,使混合液进入砂芯玻璃漏斗中,开启真空泵进行抽滤,调节抽吸压力,保持滤速为每秒1滴;当脱蜡溶剂在蜡层上消失后,继续抽滤5min;

b8取出试样冷却筒,用预热至30-40度的石油醚将冷却筒、过滤漏斗上的蜡溶解在恒重记录质量 m_2 的试杯中;将试杯放在 100 ± 1 度的电热板上烘至近干,移入真空烘箱内,在100-110度及53.3-66.7kpa负压下,保持60min;取出试杯放在干燥器内冷却40min称量,至恒重,记录质量 m_3 ;

b9计算

$$\omega = (M_3 - M_2) / M_1 * 100\%$$

其中 ω -----油品中蜡含量,%

M_1 -----柴油油品的质量,g

M_2 -----恒重后试杯的质量,g

M_3 -----烘干后样品和试杯的质量,g。

[0019] 本发明可以确定柴油中确切的含蜡量,控制低标号柴油的含蜡量范围,就能保证柴油在低温下的使用感受性良好,在规定温度范围内不会出现析蜡现象。

[0020] 参照附图1,本发明提到的柴油蜡含量测定仪,包括压力表1、温度显示器2、电源开关3、控制器主体4、冷浴主体5、真空泵接口6、搅拌器7、冷浴8、压力调节钮9、搅拌器电机10、照明开关11、制冷开关12、搅拌开关13、泵开关14、抽滤15、真空泵16,所述的控制器主体4的一侧安设冷浴主体5,在控制器主体4的底部安设有搅拌器电机10和真空泵16,在控制器主体4的上侧设有压力表1、温度显示器2、电源开关3、压力调节钮9、照明开关11、制冷开关12、搅拌开关13、泵开关14、抽滤15,在控制器主体4的一侧设有真空泵接口6;所述的冷浴主体5内部安装有冷浴8,在冷浴8的上部设有多个搅拌器7。

[0021] 柴油蜡含量测定仪的操作方法如下:

第一步:打开仪器电源,打开制冷、照明、搅拌开关,调节冷浴温度为 -20 ± 0.5 。

[0022] 第二步:将试样冷却筒与过滤漏斗、抽滤瓶相连接,用带尖头的玻璃棒堵住冷却筒上的圆孔,将待测试样倒入冷却筒内(保证试样不会流入冷却筒内)。

[0023] 第三步:将搅拌圈套在玻璃棒上,另一端与搅拌器连接,将抽滤瓶的支管一端与蜡含量测定仪的真空泵接口相连接,打开搅拌器后面的电源开关,开始搅拌,时间为30分钟。

第四步:冷却时间达到30分钟后,关闭搅拌器后电源开关,停止搅拌,将玻璃棒拔出,使析出蜡结晶的样品流入砂芯漏斗中。

[0024] 第五步:,当试样充满漏斗后,打开真空泵开关,进行抽滤,调节压力控制器,使滤

速控制在每秒1滴左右。当蜡层上消失后,继续抽滤5min。

[0025] 第六步:抽滤结束后,关闭泵开关,见压力控制器调回0位置,关闭搅拌、制冷、照明开关,关闭电源开关。

[0026] 以上所述,仅是本发明的部分较佳实施例,任何熟悉本领域的技术人员均可能利用上述阐述的技术方案加以修改或将其修改为等同的技术方案。因此,依据本发明的技术方案所进行的任何简单修改或等同置换,尽属于本发明要求保护的范围。

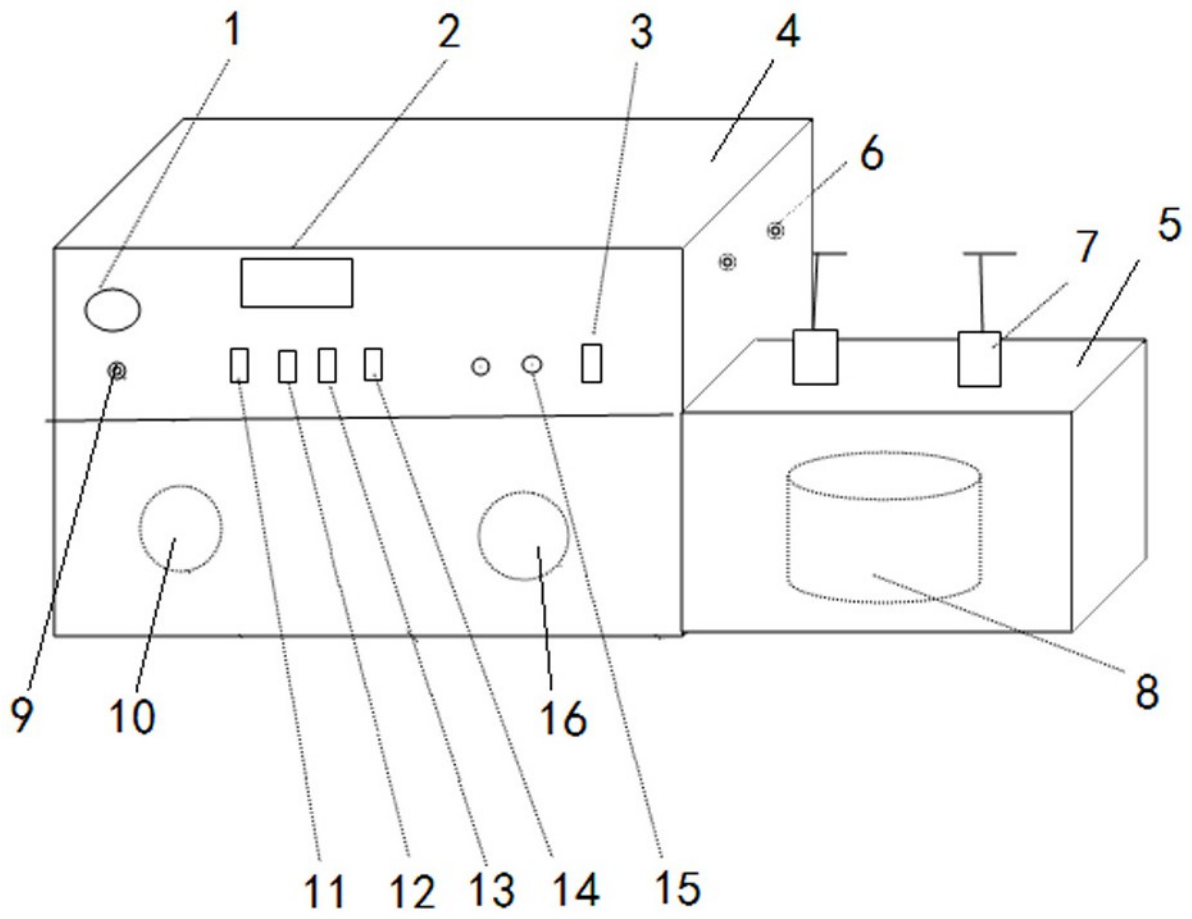


图1