

石油產品之蒸餾率檢測法—自動蒸餾儀測試法

中華民國 90 年 10 月 26 日 (90) 環署檢字第 67441 號公告
自中華民國 91 年 1 月 26 日起實施
NIEA A203.70B

一、方法概要

取 100 mL 體積之樣品在規定之條件下進行蒸餾，並有系統的記錄溫度及其相對蒸餾液之體積，計算求得蒸發體積百分率。

二、適用範圍

本試驗方法適用於石油產品之蒸餾率檢測，石油產品可依蒸氣壓、初沸點及終沸點等性質進行檢測時條件之選定，共分四組，規格如表一。

三、干擾

樣品中若含有水，則不適合作測試，若含微量水（樣品呈混濁）則須以無水硫酸鈉除水。

四、設備及材料

(一) 自動蒸餾儀

1. 測試溫度範圍（溫度計型號：7 C / 8 C）：30 ~ 400 °C 解析度 0.1 °C。

註 1：溫度計型號 7 C / 8 C 為 ASTM 標準溫度計（攝氏）之號碼；7 C 之適用範圍：- 2 ~ 300 °C，8 C 之適用範圍：- 2 ~ 400 °C。

2. 收集量筒：100 mL ± 1 mL，容積解析度為 0.1 mL，準確度 ± 1 mL，量筒經過校正。

3. 冷凝槽溫度範圍：0 ~ 60 °C。

4. 貯存槽溫度範圍：0 ~ 40 °C。

5. 蒸餾速率：2.0 ~ 9.9 mL / min。

6. 蒸餾瓶；蒸餾瓶與溫度計之安裝位置如圖一。

7. 無塵紙。

(二) 印表機。

(三) 冷藏櫃：可冷卻至 $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

五、試劑

甲苯（純度 99 % 以上）及工業級正己烷。

六、採樣與保存

(一) 採樣依 CNS 1217 或 ASTM D4057 及 ASTM D5842 方法執行。

(二) 若進行第二組試驗，樣品（如汽油）須保存於 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以內之冷藏櫃中至少 1 小時以上。

(三) 若進行第四組試驗，則樣品（如柴油）置於室溫下即可。

七、步驟

(一) 樣品處理

樣品中若有水，取上層樣品分析，若上層樣品仍含微量水（樣品呈混濁），則先用無水硫酸鈉除水後再進行試驗。

(二) 試驗準備

1. 先用通條加無塵紙通過蒸餾儀之管道內，以除去任何原有之殘留液體、水份和雜質。

2. 確定試驗樣品貯放於規定之條件如表一。

3. 測溫計校正：每年至少校正一次；校正點（ $^{\circ}\text{C}$ ）為：30、50、100、150、200、250 及 300；容許誤差： $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4. 大氣壓力校正：當儀器之壓力顯示值與大氣壓力計差 $\pm 15\text{ mbar}$ 時，請儀器廠商進行校正；廠商進行校正時係以當時之大氣壓力計壓力值為準，當儀器之顯示值與實際值產生差異時，將儀器之顯示值調整為實際大氣壓測值。

(三) 樣品測試

1. 進行設備相關測試條件之檢查及設定；相關條件如表一。
2. 取 100 mL 之樣品倒入蒸餾瓶內，溫度計置於蒸餾瓶頸中間，溫度計底部球狀之內部毛細管最下端與蒸餾瓶之蒸氣出口之內壁出口最高點對齊，如圖一。
3. 將蒸餾瓶安裝好後按 " START " 鍵即可進行測試。
4. 測試結束待蒸餾瓶冷卻後，將殘餘液倒入 5 mL 之量筒中，並將該殘餘量鍵入電腦內。
5. 按 " PRINT " 鍵，即可將測試結果列印出來，列印結果必須包含冷凝管溫度、收集量筒溫度、大氣壓力值、室溫、及原始測試數據、大氣壓力校正後數據與損失率校正後數據（此數據之蒸餾溫度至少含初沸點、5 %、10 %、20 %、30 %、40 %、50 %、60 %、70 %、80 %、90 %、終沸點、及 E 200、E 300、殘餘率、回收率等訊息），一般測試結果以損失率校正後數據為準。

註 2：E 200、E 300 定義為蒸餾溫度為 200 °F、300 °F 時之蒸餾體積百分比。
6. 記錄溫度至 0.1 °C，體積至 0.1 mL，壓力至 0.1 kPa (0.75 mmHg)，回收百分率至 0.1。
7. 每次試驗完成後，用正己烷清洗蒸餾瓶及收集量筒至少二次，清洗完後再用高壓空氣吹乾，以利下次使用。

八、結果處理

從列印之結果中看其蒸餾時間是否符合標準方法中規定之時間內，若超出則須重新進行測試；相關規定條件如表一。

註 3：重新測試時，則依測試結果做相關設定之適當調整，例如蒸餾速率、最後修正值 (Last correction value) 等。

九、品質管制

- (一) 每天試驗未知油樣前，以甲苯參考油品作品管查核，T 50 管制

範圍為 109 ± 0.5 °C。

(二) 將測試結果記錄於管制圖中。

註 4：T 50 為當蒸餾至 50 % 時之溫度。

十、精密度與準確度

(一) 單一實驗室取市售無鉛汽油，進行 5 次的重覆分析（不同天分析），所得的精密度標準偏差：E 200 為 0.09 vol %，E 300 為 0.05 vol %。

(二) 單一實驗室取 Alpha 標準油進行分析，準確度測試結果 T 50 為 122.5 °C，標準油數據為 123.0 °C，偏差值為 0.5 °C。

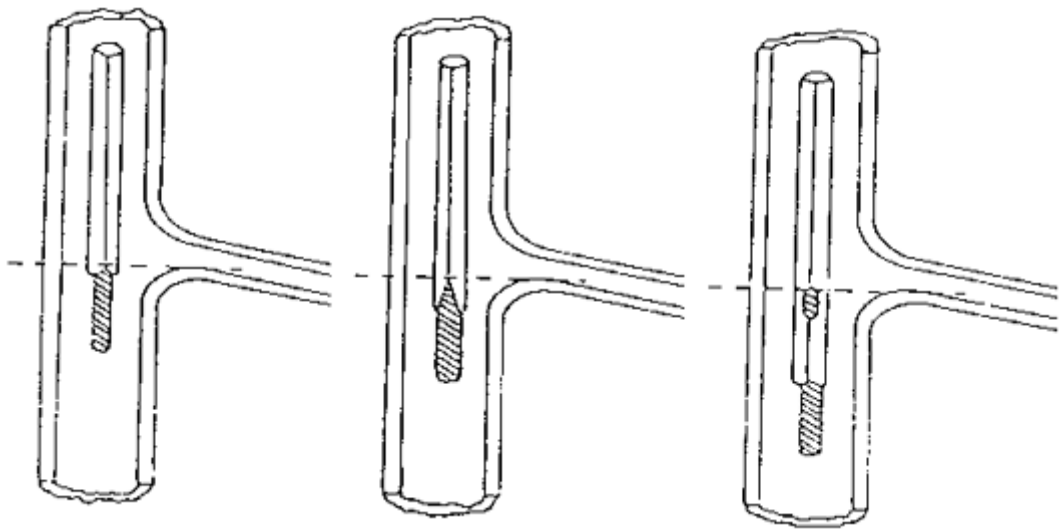
十一、參考文獻

(一) 行政院環境保護署環境檢驗所”建立汽、柴油中污染物及物理性質檢測標準方法驗證計畫”，EPA - 89 - 1601 - 03 - 03，中華民國八十九年十二月。

(二) ASTM D86 - 1996, "Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products", 2000。

表一 蒸餾試驗之基本設定規定條件表

	第一組 (如溶劑類)	第二組 (如汽油類)	第三組 (如煤油類)	第四組 (如柴油類)
樣品性質：				
蒸氣壓力 (RVP), at 37.8 °C, Kpa(100°F, psi)	≥ 65.5(9.5)	< 65.5(9.5)	< 65.5(9.5)	< 65.5(9.5)
初沸點攝氏(華氏)	-	-	≤ 100(212)	> 100(212)
終沸點攝氏(華氏)	≤ 250(482)	≤ 250(482)	> 250(482)	> 250(482)
儀器準備：				
溫度計 (ASTM)	7C(7F)	7C(7F)	7C(7F)	8C(8F)
試驗進行中情況：				
樣品保存溫度, °C(°F)	0 至 10 (32 至 50)	0 至 10 (32 至 50)	室溫	室溫
冷卻槽溫度攝氏(華氏)	0 至 1 (32 至 34)	0 至 4 (32 至 40)	0 至 4 (32 至 40)	0 至 60 (32 至 140)
收集量筒冷卻槽溫度攝氏(華氏)	13 至 18 (55 至 65)	13 至 18 (55 至 65)	13 至 18 (55 至 65)	13 至室溫 (55 至室溫)
自加熱至初沸點時間, 分	5 至 10	5 至 10	5 至 10	5 至 15
自初沸點至 5% 時間, 秒	60 至 75	60 至 75	-	-
自 5% 至 95% 間之平均蒸餾速度(約), mL/min	4 至 5	4 至 5	4 至 5	4 至 5
自殘餘 5mL 至終沸點時間, 分	3 至 5	3 至 5	5max	5max



圖一 蒸餾瓶之溫度計安裝位置