

ICS 75.040
E 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 26982—2011

GB/T 26982—2011

原油蜡含量的测定

Crude petroleum—Determination of wax content

中华人民共和国
国家标准
原油蜡含量的测定
GB/T 26982—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

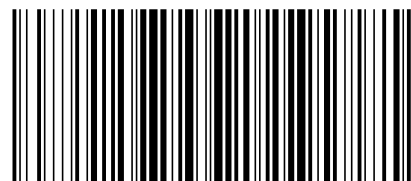
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2012年1月第一版 2012年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43992 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 26982-2011

2011-09-29 发布

2012-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

m_3 ——脱出蜡的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行试验结果的算术平均值作为原油蜡含量,结果表示到 0.1%。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内从同一被测对象取得相互独立的两个测试结果的绝对差值不超过表 1 所规定的重复性限的概率为 95%。

表 1 重复性

原油蜡含量质量分数 $w/\%$	重复性限 r (算术平均值的百分数)/%
<1.5	19
1.5~6.0	18
>6.0	17

10.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,从同一被测对象取得相互独立两个测试结果的绝对差值不超过表 2 所规定的再现性限的概率为 95%。

表 2 再现性

原油蜡含量质量分数 $w/\%$	再现性限 R (算术平均值的百分数)/%
<1.5	68
1.5~6.0	68
>6.0	69

11 质量保证和控制

11.1 通过分析一种受控的质控样品保证仪器的性能和试验步骤的准确。

11.2 检测机构应制定质量控制和质量评价方法,并能确保试验结果的可靠性。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容:

- 识别被试验的样品所需的全部资料;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 试验结果,包括各单次试验结果和它们的平均值,按第 9 章的规定计算;
- 与规定的分析步骤的差异;
- 在试验中观察到的异常现象;
- 试验日期。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 GOCT 11851-85《原油蜡含量测定法》(俄文版)中的方法 A。

本标准与 GOCT 11851-85 主要差异如下:

——GOCT 11851《原油蜡含量测定法》分为方法 A 和方法 B 两部分,本标准只采用了方法 A 部分;

——第 1 章中增加“适用于水含量的质量分数或体积分数不大于 0.5%的原油”和“警告”;

——增加第 2 章“规范性引用文件”;

——增加第 3 章“术语和定义”;

——增加第 7 章“取样”;

——增加第 11 章“质量保证和控制”;

——增加第 12 章“试验报告”;

——删除原标准方法 A 中用初馏点~50℃溶剂油溶解原油试样,除去沥青质的步骤。保留了原标准方法 A 中用正庚烷溶解原油试样除去沥青质的步骤。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由全国石油天然气标准化技术委员会(SAC/TC 355)归口。

本标准起草单位:大庆油田工程有限公司、中石化石油化工科学研究院、中国石油管道分公司科技研究中心、塔里木油田公司质量检测中心、中石化管道储运公司华东管道设计研究院。

本标准主要起草人:宋一青、曹谊华、刘吉良、秦萍、陈红、赵中福、宋守国。

7 取样

7.1 采样步骤

取样应按 GB/T 4756 或 SY/T 5317 执行。

7.2 试样的制备

按 GB/T 8929 规定的试验方法测定原油水含量。当水含量大于 0.5% 时,应按照 SY/T 6520 规定的试验方法或其他适合的方法进行脱水处理。

8 分析步骤

8.1 恒重锥形瓶

将 50 mL 和 100 mL 锥形瓶洗净,在 105 °C ± 1 °C 下干燥 60 min,取出后冷却 40 min,恒重。

8.2 硅胶活化

8.2.1 将硅胶放入瓷坩埚中约 3/4 容积的量,在 180 °C ± 10 °C 恒温条件下活化 6 h。然后勿需冷却,将硅胶转移至事先加热至相同温度(在恒温箱中放置 15 min 以上)、干燥的 1 000 mL 烧瓶中。用橡胶塞将装有硅胶的瓶口封严,以免吸收空气中的水分。

8.2.2 对于使用后的硅胶可以再生利用。应用无水乙醇-甲苯混合溶剂(1+1)于锥形瓶中洗涤硅胶至溶剂无色。用蒸馏水继续洗涤硅胶,置于空气中晾干 6 h,然后在烘箱中 180 °C ± 10 °C 恒温条件下恒温活化 6 h。

8.3 脱除沥青质

8.3.1 在 500 mL 烧瓶中称取约 5 g 原油试样,精确到 0.01 g。若试样中的胶质和沥青质的质量分数大于 10% 时,应称取约 3 g 试样,精确到 0.01 g。用相当于 40 倍试样体积的正庚烷加热溶解,在室温下于避光处沉降 16 h。

8.3.2 将沉降后的正庚烷溶液用双层的定量滤纸过滤。瓶中的残留物用正庚烷清洗后全部转移至滤纸中,用正庚烷洗涤滤纸直到滤液澄清,且滤纸中不再留有油的斑迹,得到滤液 A。

8.3.3 将滤纸放入抽提管中,加入 50 mL 的正庚烷于 100 mL 烧瓶中,按图 1 组装好仪器,于电热套中加热抽提滤纸,以每秒(2~4)滴的速度回流 30 min,冷却至室温,得到抽提液 B。换上另一个 100 mL 的烧瓶,加入 50 mL 的无水乙醇,再抽提 5 min~10 min,以抽提滤纸上高熔点地蜡,得到抽提液 C。

8.3.4 将滤液 A 和抽提液 B 转移至 250 mL 的烧瓶中,加热蒸出溶剂,当剩余溶液约为 50 mL~70 mL 停止加热,得到溶液 D。

8.3.5 将抽提液 C 转移至溶液 D 中,于油浴中在通氮气的情况下将所有溶剂完全蒸出,然后将烧瓶中的残留物用 30 mL~50 mL 的溶剂油(见 5.6)溶解,得到溶液 E。

8.4 脱除胶质

8.4.1 在玻璃吸附柱下端塞上少量脱脂棉,从上端用漏斗加入已活化硅胶(见 8.2)100 g,敲击玻璃吸附柱,保证柱中硅胶填装均匀而紧密。用 200 mL 的溶剂油(见 5.6)润湿柱中的硅胶,柱下用 1 000 mL 烧瓶接收流出液,当溶剂油完全渗入硅胶之后,关上旋塞。

8.4.2 向硅胶柱中加入溶液 E,用少量的溶剂油冲洗烧瓶,一并倒入硅胶柱中。再向硅胶柱中加入 100 mL 的溶剂油,以使硅胶被完全浸润。用一小块脱脂棉塞在硅胶柱的顶部,保持 1 h~2 h,然后撤掉

原油蜡含量的测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了原油中蜡含量的测定方法以及对脱出的蜡进行质量评价的方法。

标准适用于水含量的质量分数或体积分数不大于 0.5% 的原油。对于水含量的质量分数或体积分数大于 0.5% 的原油应进行脱水处理。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 2539 石蜡熔点测定法(冷却曲线法)(GB/T 2539—2008,ISO 3841:1997,IDT)

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)

GB/T 8929 原油水含量测定法(蒸馏法)(GB/T 8929—2006,ISO 9029:1990,MOD)

SY/T 5317 石油液体自动取样法(SY/T 5317—2006,ISO 3171:1988,IDT)

SY/T 6520 原油脱水试验方法(压力釜法)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

蜡 wax

原油先用正庚烷溶解过滤除去沥青质,再用硅胶吸附分离法除去胶质后得到油和蜡的混合物,最后用丙酮-甲苯混合溶液为脱蜡溶剂在 -20 °C 的条件下经冷冻结晶析出的组分。

4 原理

一定量原油试样先用正庚烷溶解滤除沥青质,滤液蒸出大部分溶剂。残留物经硅胶柱吸附分离出的油和蜡混合物,在 -20 °C 的条件下用丙酮-甲苯混合物为溶剂进行脱蜡,脱出的蜡经过滤、洗涤、恒重,最后计算出原油中的蜡含量。

5 试剂和材料

除非另有规定,本标准中仅使用分析纯的试剂: