

中华人民共和国国家标准

原油中水和沉淀物测定法 (离心法)

UDC 665.51:543

GB/T 6533--86

Crude petroleum—Determination of water and
sediment—Centrifuge method

本标准是用离心分离方法测定原油中的水和沉淀物。这种方法测得的原油中水含量一般低于实际的水含量。当测定精度要求较高时,水分测定必须使用 GB/T 260《石油产品水分测定法》,沉淀物测定必须使用 GB/T 6531《原油和燃料油中沉淀物测定法(抽提法)》。

1 方法概要

将等体积的原油和经水饱和的甲苯溶液装入锥形离心管中,离心后,读出在管底部的水和沉淀物的体积。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 离心机

2.1.1.1 能转动装满试样的两个或两个以上长约 203 mm 的锥形离心管,能控制转速,使离心管末端的相对离心力至少为 600。

2.1.1.2 旋转头、离心杯和离心环包括缓冲垫都应有良好的结构,以能经受动力源发出的最大离心力。离心时,离心杯底部垫圈和上部垫片应牢固地支持着离心管。离心机应由一个足够牢固的金属防护罩围起来,以免离心管破裂时发生危险。

2.1.1.3 离心机应能加热,并在整个离心期间控制温度在 $60 \pm 3^\circ\text{C}$ 。

2.1.1.4 离心机,电动机和加热器都应符合有关实验室的安全规定。

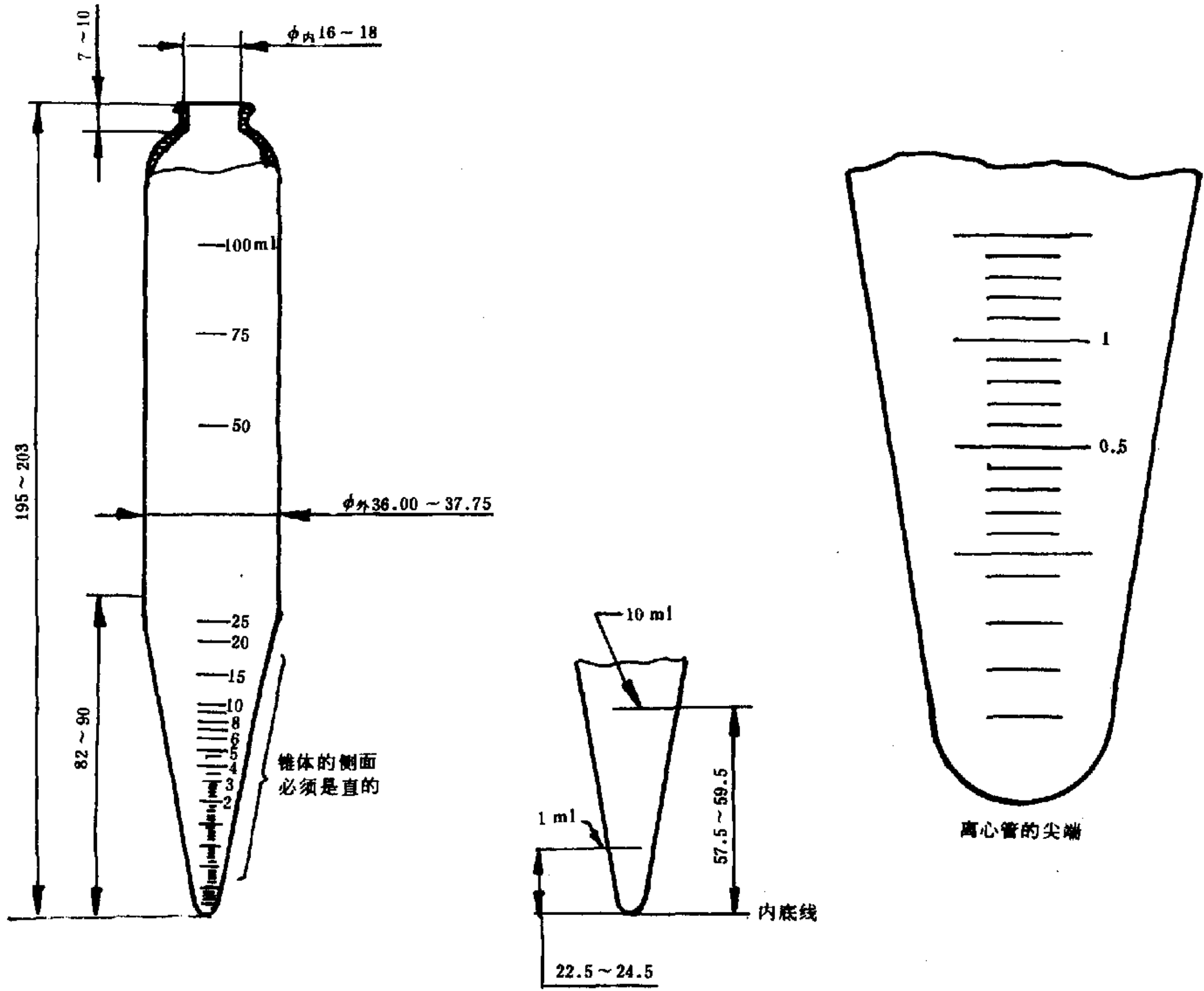
2.1.1.5 离心机每分钟转速 x (r/min)按下式计算:

$$x = 1\,335 \sqrt{\frac{rcf}{d}}$$

式中: rcf ——相对离心力;

d ——在转动情况下,相对两管尖端之间旋转直径,mm。

2.1.2 离心管:锥形,尺寸符合图 1 要求,离心管应经充分退火。刻度数字如图 1 所示,应清晰明显,离心管口可用塞子盖紧。刻度允许公差和各标记间最小刻度在表 1 中给出,可用新煮沸过的 20°C 的蒸馏水来校正,以弯月面的下缘读数。



注：体积的容许误差见表1。

图1 离心管

2.1.3 恒温浴：能把离心管垂直浸入到100 mL刻线处的液体浴或金属块浴，并能控制温度 $60 \pm 3^\circ\text{C}$ 。

表1 离心管标定公差

mL

范 围	细 分 刻 度	体 积 公 差
0~0.1	0.05	± 0.02
>0.1~0.3	0.05	± 0.03
>0.3~0.5	0.05	± 0.05
>0.5~1.0	0.10	± 0.05
>1.0~2.0	0.10	± 0.10
>2.0~3.0	0.20	± 0.10
>3.0~5.0	0.50	± 0.20
>5.0~10	1.0	± 0.50
>10~25	5.0	± 1.00
>25~100	25	± 1.00

2.2 材料

破乳剂：破乳剂可加速水从油中分离出来并避免水粘附在离心管壁上。破乳剂溶液推荐用甲苯配制

成 25% (按重量) 破乳剂溶液。对某些原油, 破乳剂对甲苯的比例可按需要改变。使用的破乳剂类型应适用于被试原油的破乳。使用的具体类型和数量由买卖双方确定。使用破乳剂溶液的数量不加入到测定的水和沉淀物的体积上。破乳剂溶液必须贮存在深色瓶子里, 并应密封。

3 试剂

甲苯: 化学纯。甲苯应在 $60 \pm 3^\circ\text{C}$ 下用水配制成饱和的甲苯溶液, 制备方法按附录 A。

注意: 甲苯易燃烧, 应远离热源、明火。甲苯蒸气有毒, 应特别小心不能吸入蒸气, 并保护眼睛。容器要密封, 使用时保持通风。

4 取样

4.1 应按 GB/T 4756《石油和液体石油产品取样法(手工法)》的有关规定取得有代表性试样。

4.2 试样应对被试油品具有充分的代表性, 试样在转移到离心管以前, 应将整个试样用力摇匀。粘稠的试样应加热以利于混合均匀。

5 试验步骤

5.1 在两支离心管中各加入已在 $60 \pm 3^\circ\text{C}$ 被水饱和的甲苯溶液, 加到 50 mL 刻线处, 然后, 把试样直接从容器中加入到两支离心管的 100 mL 刻线处。加试样时, 必须小心, 不能超过 100 mL 刻线。以弯月面的下缘读取 50 和 100 mL 体积数。用移液管向每支离心管中加入 0.2 mL 破乳剂溶液(见 2.2), 也可以使用自动滴定管。用塞子塞紧, 并颠倒十次, 保证油和甲苯溶液混合均匀。

5.2 轻轻地松开塞子, 把离心管放在 $60 \pm 3^\circ\text{C}$ 恒温浴中, 浸没到 100 mL 刻线处, 至少停留 15 min, 塞紧塞子上下颠倒十次, 保证试样和甲苯溶液混匀均匀。

注意: 60°C 下甲苯蒸气压约为 40°C 时的两倍, 管中压力较大, 开盖时应注意。

5.3 把离心管放入离心机相对的离心杯中, 以保持平衡。按 2.1.1.5 中公式计算的最小相对离心力为 600 条件下旋转 10 min。

5.4 停止转动后, 立即读出并记录每支管底部水和沉淀物的体积。水和沉淀物为 0.1~1 mL 时读准到 0.05 mL; 1 mL 以上读准到 0.1 mL; 小于 0.1 mL, 估计读到 0.025 mL。具体读数按图 2 规定。不搅动离心管, 再放到离心机原来的位置上, 以相同的转速旋转 10 min。