

原油中水和沉淀物测定法
(离心法)Crude petroleum—Determination of water and
sadtiment—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 260《石油产品水分测定法（蒸馏法）》，沉淀物测定必须使用GB 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203mm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 ± 3 ℃。

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。

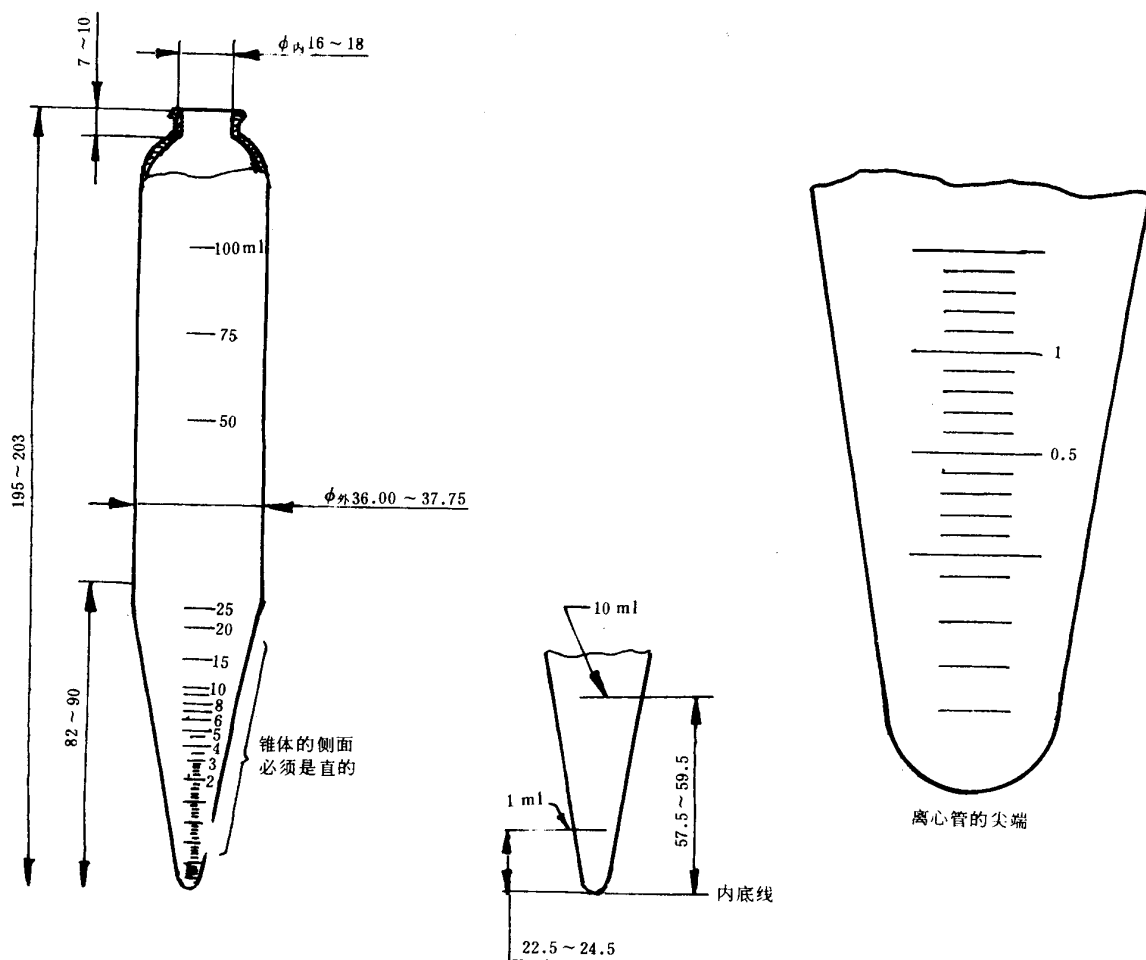
2.1.1.5 离心机每分钟转速 x (r/min)按下式计算：

$$x = 1335 \sqrt{\frac{rcf}{d}}$$

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℃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 $60 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$ 。

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 ± 3 ℃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 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 ± 3 ℃被水饱和的甲苯溶液，加到50ml刻线处，然后，把试样直接从容器中加入到两支离心管的100ml刻线处。加试样时，必须小心，不能超过100ml刻线。以弯月面的下缘读取50和100ml体积数。用移液管向每支离心管中加入0.2ml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 ± 3 ℃恒温浴中，浸没到100ml刻线处，至少停留15min，塞紧塞子上下颠倒十次，保证试样和甲苯溶液混合均匀。

注意： 60 ℃下甲苯蒸气压力约为 40 ℃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10min。

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0.1~1ml时读准到0.05ml；1ml以上读准到0.1ml；小于0.1ml，估计读到0.025ml。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10min。

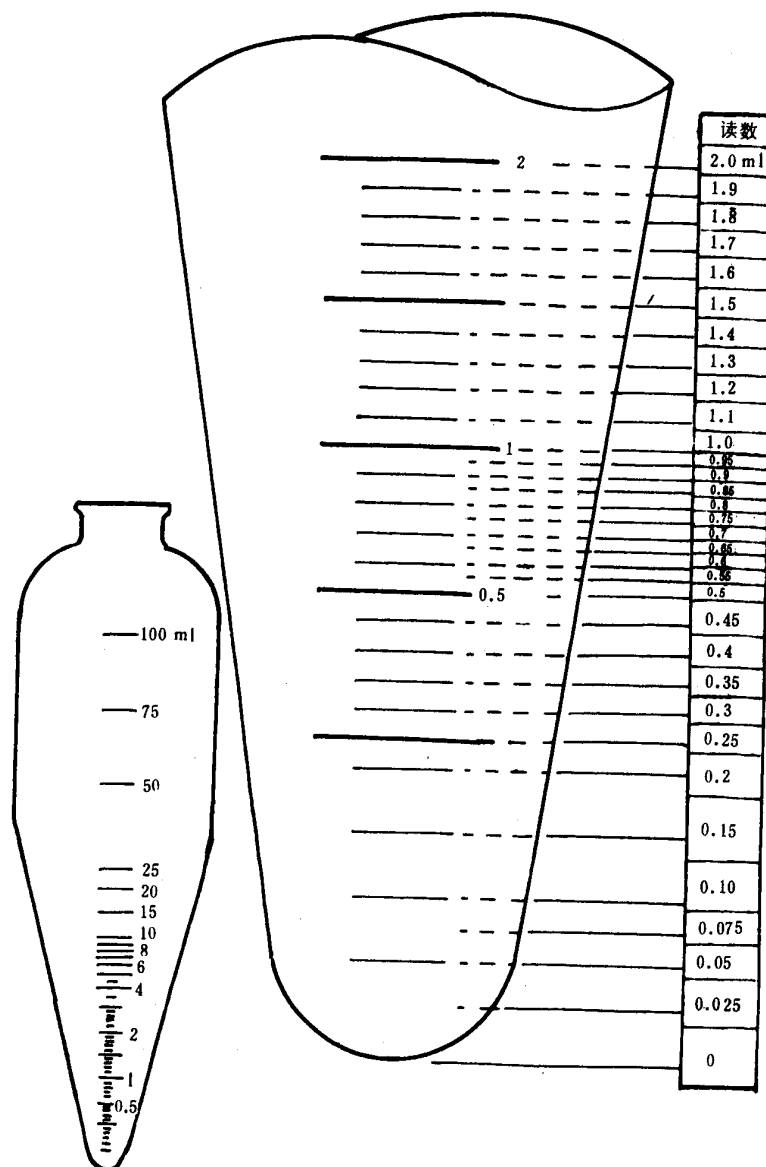


图 2 离心试管的读数方法

- 5.5 重复试验直到水和沉淀物的体积，连续两次读数保持不变。
- 5.6 在整个离心机试验过程中，试样的温度应保持在 60 ± 3 °C。
- 5.7 为避免离心管在离心杯中破裂，必须小心地使离心管座在底部垫圈上，以使管的任何部分都不与离心杯的边缘接触。

6 结果表示

6.1 记录每个离心管里水分和沉淀物的最终体积。如果两个读数之间的差值大于离心管上的一个分度（见表1）或最终体积为0.1ml和更低的读数，其差值大于0.025 ml时，试验结果不能采用，应重新测定。

6.2 把两个可采用的读数（见6.1）的总和，作为试验的水和沉淀物的体积百分数，或按表2所示

报告试验结果。

表 2 结果的表示

体积%

管 1	管 2	水和沉淀物的总和
无可见水和沉淀物	无可见水和沉淀物	无
无可见水和沉淀物	0.025	0.025
0.025	0.025	0.05
0.025	0.05	0.075
0.05	0.05	0.10
0.05	0.075	0.125
0.075	0.075	0.15
0.075	0.10	0.175
0.10	0.10	0.20
0.10	0.15	0.25

7 精密度

用下述规定判断试验结果的可靠性（95%置信水平）。

7.1 重复性

同一操作者连续测定两个结果之差，不应超过下列数值：

测定值为0.0%~0.3%，见图3；

测定值大于0.3%~1.0%，不大于0.12%。

7.2 再现性

由不同操作者，在不同实验室提出的两个结果之差，不应超过下列数值：

测定值为0.0%~0.3%，见图3；

测定值大于0.3%~1.0%，不大于0.28%。

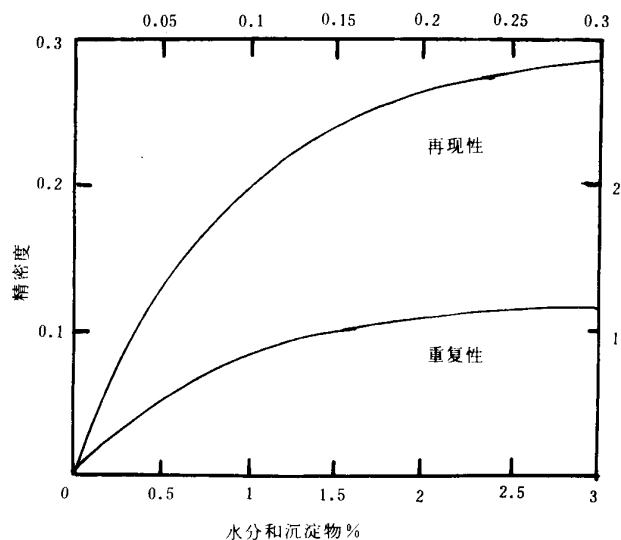


图 3 水和沉淀物精密度

8 报告

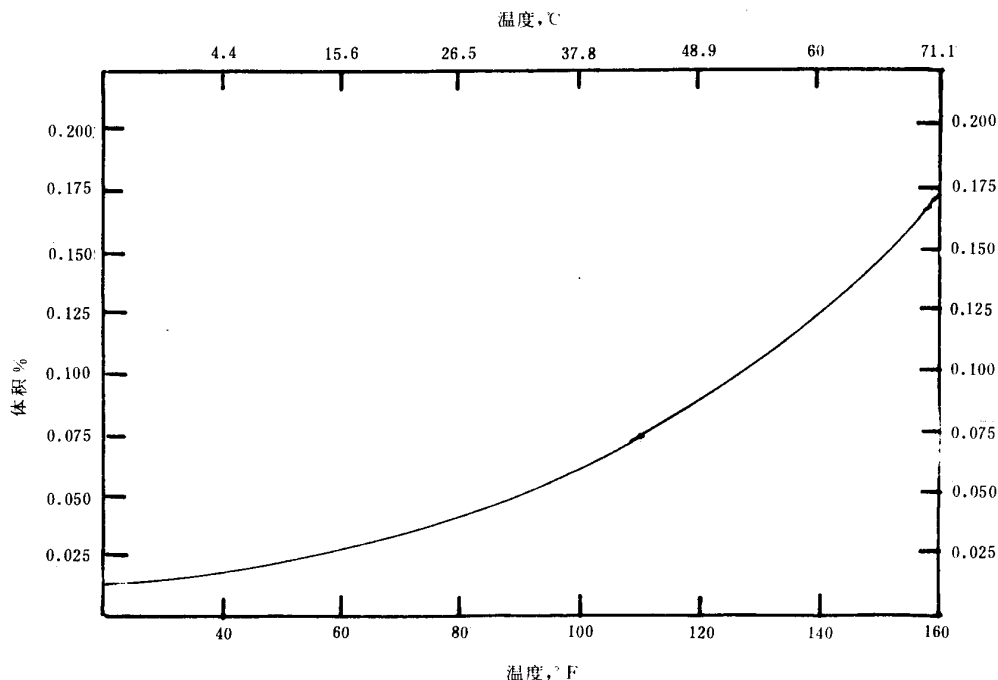
取连续测定两个试验结果的算术平均值，作为离心法测得试样的水和沉淀物。

附录 A
配制水饱和甲苯溶液的方法
(补充件)

本方法用作配制原油中水和沉淀物测定法(离心法)所用水饱和甲苯溶液。

A.1 意义

下图表明水溶于甲苯中的量是值得注意的。水溶解在甲苯中的百分含量随温度升高而增加,在 21℃ 约为 0.03%, 而到 70℃ 为 0.17%。由于一般供应的甲苯相对来说是“无水的”, 如果直接使用, 将溶解原油样品中部分甚至全部存在的水, 将明显降低原油中水和沉淀物的测定值。为用离心法准确地测定原油中水和沉淀物, 甲苯必须在离心试验的温度下预先进行饱和。



甲苯在水中的溶解度

A.2 仪器

- A.2.1 液体恒温浴: 至少能浸入 1 L 容器, 温度能控制在 60 ± 3 °C。
A.2.2 带盖玻璃瓶: 1 L。

A.3 试剂

- A.3.1 甲苯: 符合 GB 684 《甲苯》, 化学纯, 或 GB 3406 《石油甲苯》2 号。
A.3.2 蒸馏水或自来水。

A.4 试验步骤

A.4.1 调节液体恒温浴的温度 60 ± 3 ℃。

A.4.2 将700~800 ml甲苯装到带盖玻璃瓶中，加入25 ml水，盖紧盖子，用力摇动30 s。

A.4.3 松开盖，瓶子放在 60 ± 3 ℃浴中，恒温30 min，取出瓶子，盖紧盖子，小心摇动30 s。

A.4.4 重复A.4.3试验步骤三次。

注意：甲苯在60℃的蒸气压约为40℃时的两倍。

A.4.5 把装有水和甲苯的瓶子，在恒温浴中放置48 h。这样保证甲苯和游离水之间完全平衡，并在要求的温度下完全饱和。如果在48 h平衡以前需要使用水饱和甲苯溶液，则甲苯溶液必须注入离心管中，在相同的离心机中，以离心试验所用的离心力和温度下离心，小心把甲苯从离心管中吸出，而不要搅动沉在管底部任何的游离水。

A.4.6 用水饱和甲苯取决于时间和温度，建议水饱和甲苯溶液的瓶子总是放在试验温度的恒温浴中，以便什么时间试验都可以得到水饱和甲苯溶液。

附加说明：

本标准由中国石油化工总公司提出，由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准主要起草人管焕铮。

本标准是等效采用美国试验与材料协会标准ASTM D 4007—81《原油中水和沉淀物测定法（离心法）》制定的。