中华人民共和国专业标准

SY/T 0537-94
（原编号为 ZBE 21002-89）

原油中蜡含量测定法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用氧化铝吸附、溶剂脱蜡测定原油中的蜡含量。本方法所指的蜡是在室温下为固体的烃类。

本标准适用于各种原油。

2 方法概要

原油经石油醚溶解，通过装有氧化铝的吸附柱脱除极性物，得到蜡和油，再将此蜡和油溶解在苯-丙酮二元混合溶液中，在－20℃下脱蜡。脱出蜡经过滤、洗涤、恒重等操作，最后计算出蜡的百分含量。

3 仪器与材料

3.1 仪器

a. 吸附柱：带有循环水夹套（见图1）。
b. 超级恒温水浴。
c. 高温炉：不低于600℃。
d. 恒温水浴。
e. 真空干燥箱。
f. 真空泵。
g. 三角瓶：100mL 或150mL。
h. 低温温度计：－30～60℃。
i. 广口保温瓶。
j. 吸滤装置：见图2。
k. 真空干燥器。
l. 耐酸漏斗：G4或 G3型，40mL。
m. 瓷蒸发皿。
n. 细口瓶。
o. 移液管。

3.2 材料

a. 快速定量滤纸。
b. 固体二氧化碳（干冰）。

中国石油化工总公司1989-05-12批准　　1990-05-01实施

标准下载网(www.bzxzw.com)

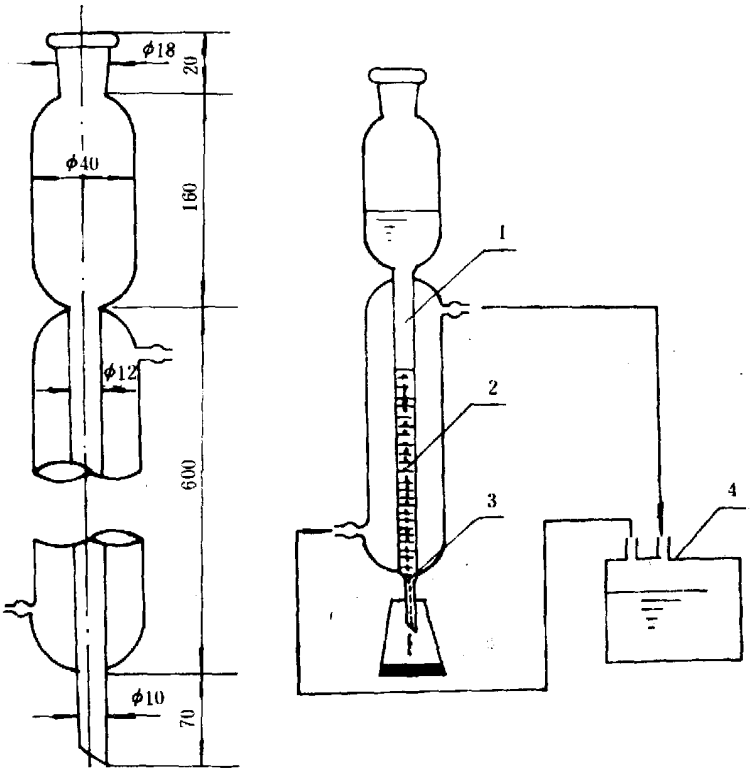


图 1　吸附柱尺寸及吸附流程图

1—溶剂；2—氧化铝；3—棉花；4—超级恒温浴

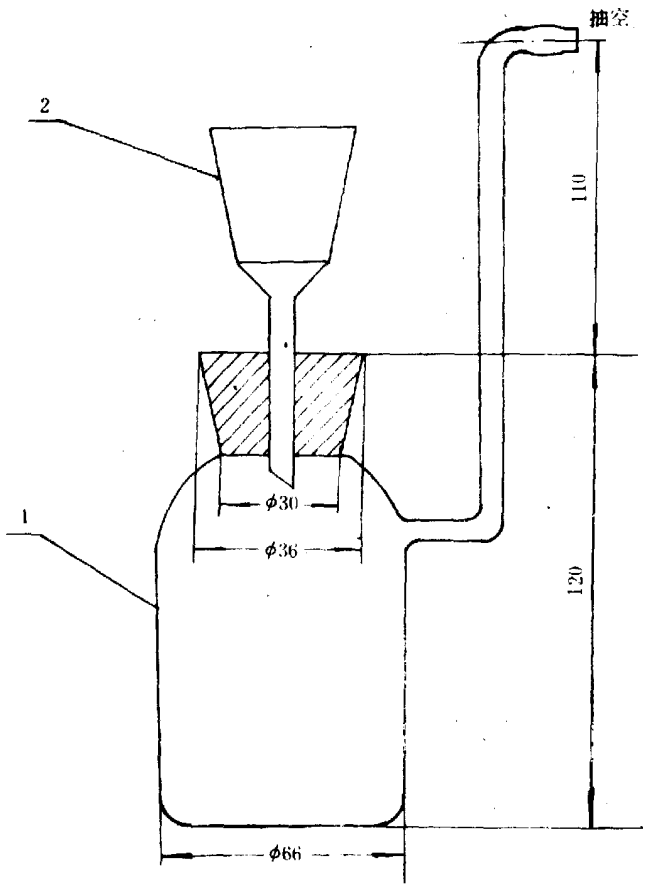


图 2　吸滤装置

1—吸滤瓶；2—耐酸烧结漏斗

4 试剂

4.1 氧化铝：层析用，中性，100～200目。

符合沪 Q/HG12—253—81《氧化铝》。

4.2 石油醚：60～90℃，分析纯。

4.3 苯：化学纯。

4.4 丙酮：化学纯。

4.5 工业乙醇。

5 准备工作

5.1 含1%水氧化铝的制备：将氧化铝放入瓷蒸发皿中，再将其放入高温炉中，在500℃下焙烧6h，取出，立即放入真空干燥器中，冷却到室温，装入称量过的细口瓶中，称出氧化铝重量。用移液管加入1%的蒸馏水于氧化铝中，塞紧橡皮塞，充分摇匀，放置24h。

5.2 苯-丙酮混合溶剂：苯和丙酮的比例为1:1(体积比)混合并充分摇匀。

5.3 恒重三角瓶：将100mL 三角瓶洗净，在105±1℃下烘至恒重。

6 试验步骤

6.1 在50mL 三角瓶(或烧杯)中称1g 试样，称至0.0001g，在水浴上加热熔化，再加10mL 石油醚溶解。

6.2 将吸附柱与超级恒温槽按图1联接，调节恒温槽温度为40～45℃，并通水循环。

6.3 在吸附柱下端塞上少量脱脂棉，从上端用漏斗加入30g 氧化铝并敲紧[1)]。

6.4 量取20mL 石油醚，倒入已装好氧化铝的吸附柱中，将氧化铝润湿，同时，在柱下端放一恒重过的三角瓶，接收流出液[1)]。

6.5 当吸附柱上面的石油醚全部进入氧化铝后，倒入6.1条中溶解好的试样。瓶中残留物用10mL 石油醚分三次洗涤，洗液分别倒入吸附柱中。

6.6 待石油醚全部润湿氧化铝后，再加入少量氧化铝(0.3～0.5g)于吸附柱中。

6.7 加入60mL 苯于吸附柱中，冲洗试样中油蜡部分[1)]。

注：1) 当原油密度大于0.9g/cm³时，氧化铝用量为40g，润湿剂石油醚用量为30mL，冲洗剂苯用量为80mL。

6.8 当吸附柱中溶液全部流出后，将三角瓶移到水浴上，将溶剂蒸出。

6.9 溶剂蒸完后，瓶中油蜡混合物趁热用30mL 苯-丙酮混合溶剂溶解，如瓶中有不溶物，需在水浴上微热溶解，再冷至室温。

6.10 在保温瓶中，用工业乙醇和固体二氧化碳调节冷浴温度为－25±1℃(也可用其他冷冻设备作冷浴)。

6.11 将冷至室温的混合液放在－25±1℃的保温瓶中冷却，在冷却过程中，不断搅拌混合液，当混合液温度达到－20℃时，继续保持3～5min。

6.12 将一张快速定量滤纸铺在玻璃耐酸漏斗上，再按图2将吸滤装置安装好，调节冷浴温度为－25±1℃，将已冷到－20℃的混合液，在过滤装置上过滤，当混合液全部被吸干后，有冷到－20℃的苯-丙酮混合溶剂20mL，分两次洗涤漏斗中的蜡，洗涤时，把溶剂与蜡充分搅拌，再进行吸滤。盛混合液的三角瓶待用。注意！保持耐酸漏斗上端边缘距冷却剂液面为5mm 左右。避免冷却剂进入耐酸漏斗中。

6.13 吸滤完毕，用热石油醚洗涤漏斗，将蜡溶于6.12条待用的三角瓶中(如果漏斗上的蜡较多，可先用小钢铲将蜡移到三角瓶中，然后再用热石油醚洗涤漏斗上残留的蜡)并将其放在水浴上蒸出溶剂。

6.14 溶剂蒸完后，将三角瓶放在真空干燥箱中，在100℃、66.7kPa(500mmHg)下烘1h 后，取出冷却、称重。直至恒重。

标准下载网(www.bzxzw.com)

7 计算

试样中蜡含量 X〔%(m/m)〕按下式计算：

$$X=\frac{m_1-m_2}{m}\times 100$$

式中：m_1——蜡和三角瓶质量，g；

m_2——三角瓶质量，g；

m——试样质量，g。

8 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

8.1 重复性：同一操作者重复测定两个结果之差不应大于下列数值：

原油中蜡含量，%(m/m)	重复性，%(m/m)
≤10	1.0
>10	2.0

8.2 再现性：不同实验室各自提出的两个结果之差不应大于下列数值：

原油中蜡含量，%(m/m)	再现性，%(m/m)
≤10	2.5
>10	6.5

9 报告

取重复测定两个结果的算术平均值，作为试验结果。

附加说明：

本标准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。

本标准主要起草人朱秀琴。

标准下载网(www.bzxzw.com)