



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2782—2011

原油中盐含量的测定 电测法

Determination of salts in crude oil—Electrometric method

2011-02-25 发布

2011-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D3230-09《原油中盐含量的标准试验方法(电测法)》。

本标准对 ASTM D3230-09 的部分内容作了下列修改：

- 引用标准采用我国相对应的国家标准；
- 删除原标准中与技术性要求无关的内容(章节号为 5、15)；
- 删除原标准附录 A 中自制仪器部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭武、管嵩、邬蓓蕾、吴序锋。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

原油中盐含量的测定 电测法

1 范围

本标准规定了电测法测定原油中氯化物(盐)近似浓度的方法,测定范围为(0~500)mg/kg。
本标准适用于原油中氯化物(盐)浓度的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8019 车用汽油和航空燃料实际胶质测定法(喷射蒸发法)

GB/T 8929—2006 原油水含量的测定 蒸馏法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

原油中的盐 salts in crude oil
溶解在原油中的氯化钠、氯化钙、氯化镁。其他无机氯化物也可能存在。

4 方法概要

把均质原油试样溶于混合醇溶剂,并置于由烧杯和一套电极组成的测试单元中。在电极上施加一定电压,测得电流,对照电流-盐含量标准曲线,得到试样中盐含量。建立标准曲线所用标准物质与待测原油中氯化物的类型和浓度要近似。

5 仪器

- 5.1 仪器由能够产生和显示几个电压水平的控制单元组成,此控制单元能对悬置于盛有试液的烧杯中的电极施加电压。该仪器应能够测定和显示每一电压水平下两电极间试液的电流(mA)。见附录 A。
注:有些仪器能够测量电压和电流,并且在与内部存储的标准曲线比较后,直接显示盐含量。
- 5.2 测试用烧杯:见附录 A。
- 5.3 移液管:10 mL(单刻度),在原油样品黏度合适的情况下,用于 9.3 和 10.1 步骤中移取中性油和原油样品。移液管应便于清洗,以确保试液完整转移。在原油样品黏度较大的情况下,难以用移液管移取样品,可用 10 mL 量筒量取样品。为了一致,中性油也用量筒量取。本标准的精密度是在使用移液管的情况下得到的。
- 5.4 量筒:100 mL,具塞。
- 5.5 其他体积和刻度的移液管和容量瓶。

6 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

6.1 水,符合 GB 6682 二级水规格。

6.2 二甲苯。

6.3 混合醇溶剂:按照 63 : 37 的体积比将正丁醇和无水甲醇混合均匀,每升此混合液加 3 mL 水。

注:混合醇溶剂在 125 V 交流电下的电流小于 0.25 mA 才是适用的,电流高可能是由于溶剂中存在过量的水,意味着使用的甲醇不是无水的。

6.4 石脑油。

注:也可以用石油醚、溶剂油。

6.5 精制中性油:任何无氯化物的精制油,40 ℃运动黏度约为 20 mm²/s,不含添加剂。

6.6 氯化钙溶液(10 g/L):称取 1.00 g±0.01 g 氯化钙或等量含结晶水盐置于 100 mL 容量瓶中,加 25 mL 水溶解,用混合醇溶剂稀释到刻度。

6.7 氯化镁溶液(10 g/L):称取 1.00 g±0.01 g 氯化镁或等量含结晶水盐置于 100 mL 容量瓶中,加 25 mL 水溶解,用混合醇溶剂稀释到刻度。

6.8 氯化钠溶液(10 g/L):称取 1.00 g±0.01 g 氯化钠置于 100 mL 容量瓶,加 25 mL 水溶解,用混合醇溶剂稀释到刻度。

6.9 混合盐溶液(浓溶液):分别移取 10.0 mL 氯化钙溶液、20.0 mL 氯化镁溶液、70.0 mL 氯化钠溶液,并充分混合。

注:10 : 20 : 70 代表了很多原油中存在的 CaCl₂、MgCl₂、NaCl 这些氯化物的含量比例。当某特定原油中 CaCl₂、MgCl₂、NaCl 的相对比例已知时,用已知比例会得到最准确的结果。

6.10 混合盐溶液(稀释液):移取 10.0 mL 混合盐溶液(浓溶液)于 1 000 mL 容量瓶中,用混合醇溶剂稀释至刻度。

7 制样

7.1 根据 GB/T 8929—2006 的附录 A 进行样品处理,采用适当的搅拌器确保试样完全均匀。

7.2 对于很黏稠的样品,可以等加热到具有适度流动性后再制备样品;但是任何样品都不可以为了制样而过度加热。

7.3 含有水和沉淀物的原油样品本身是不均匀的,水和沉淀物的存在会影响样品的电导率,因此,要尤其注意制取均匀性的代表性样品。

8 仪器的准备

8.1 把仪器放在水平、稳固的台面上。

8.2 按照制造商提供的指导书校准、检查和操作仪器,完成仪器的操作准备。

8.3 测试前按照 9.4 充分清洗并干燥烧杯、电极,确保不粘附任何清洗仪器的溶剂。

9 校准

9.1 测试时试样的温度会影响电导率,试样温度应控制在建立标准曲线时温度的±3 ℃范围内。

9.2 按照 9.3 和 9.4 步骤,进行一次不加混合盐的空白溶液测试。在 125 V 电压下,若显示电极间电

流大于 0.25 mA,说明有水或者其他导电杂质存在,找出根源并消除,否则就无法完成校准。在每次更换二甲苯或者混合醇溶剂时,都要进行上述的空白溶液测试。

9.3 向干燥的 100 mL 具塞量筒中加入 15 mL 二甲苯,用移液管或量筒移入 10 mL 中性油,用二甲苯清洗移液管直到中性油全部转入具塞量筒中,然后用二甲苯补充至 50 mL,盖上塞子,剧烈振荡量筒 60 s,以达到互溶。按照表 1,加入一定量的混合盐溶液(稀释液),标准溶液的盐含量范围要与待测样品盐含量范围接近。用混合醇溶剂稀释至 100 mL,再次剧烈振荡量筒 30 s,以达到互溶,将量筒静置约 5 min 后,把溶液倒入干燥的测试用烧杯中。

9.4 立即把电极插入烧杯溶液中,要确保电极的上沿低于液面,调节电极电压到一系列值,如 25 V、50 V、125 V、200 V 和 250 V 交流电,在每一电压下,观测电流读数,记录显示电压和电流(准确至 0.01 mA)。从溶液中取出电极,先用二甲苯清洗,再用石脑油清洗,并干燥。

注: 因为有些仪器内置自动调量程电子系统,无需进行电压等详细设置,测定标准溶液时会采用和空白溶液相同的测定条件。

9.5 重复 9.3 和 9.4 步骤,加入其他体积的混合盐溶液(稀释液),以覆盖所需的盐含量测定范围。

9.6 每个标准样品的净电流通过显示电流减去空白电流获得,对于每个电压,在双对数(或者其他合适的格式)坐标纸上分别建立以盐含量为纵坐标,净电流(mA)为横坐标的标准曲线。

- 注 1: 有些仪器本身可以在测量电压和电流后记录存储电压、电流、标准浓度和空白值,生成标准曲线并存储在仪器中。
- 注 2: 由于原油和盐水的混和物保持均匀状态极其困难,所以仪器校准采用中性油和混合盐溶液与二甲苯混合制成的标准溶液。如需要,校准可以通过反复用热水抽提原油样品中的盐,并对抽提液中的氯化物进行滴定来确认。
- 注 3: 在校准宽范围的氯化物浓度时,有必要施加不同电压以获得仪器限定电流范围内(0~10)mA 的电流,低浓度采用高电压而高浓度采用低电压。

表 1 标准样品

原油中盐含量 g/m ³	混合盐溶液(稀释液)加入量 mL	原油中盐含量 g/m ³	混合盐溶液(稀释液)加入量 mL
3	0.3	115	12.0
9	1.0	145	15.0
15	1.5	190	20.0
30	3.0	215	22.5
45	4.5	245	25.5
60	6.0	290	30.5
75	8.0	430	45.0
90	9.5		

10 测定

10.1 在干燥的 100 mL 具塞量筒中加入 15 mL 二甲苯,用移液管或量筒移入 10 mL 原油样品,用二甲苯清洗移液管直到原油全部转入具塞量筒中,然后用二甲苯补充至 50 mL,盖上塞子,剧烈振荡量筒 60 s,以达到互溶。用混合醇溶剂稀释至 100 mL,再次剧烈振荡量筒 30 s,以达到互溶,将量筒静置约 5 min 后,把溶液倒入干燥的测试用烧杯中。

10.2 按照 9.4 步骤得到电压和电流读数,记录电压、电流(电流准确至 0.01 mA)。

10.3 从样品溶液中取出电极,按照 9.4 进行清洗并干燥。

11 计算

11.1 试样电流减去空白溶液电流,得到净电流。通过标准曲线,读取试样净电流(mA)对应的盐含量。

11.2 试样盐含量按式(1)计算:

$$X' = \frac{1\,000X}{d} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X'——盐含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X——盐含量的数值,单位为克每立方米(g/m³);
- d——试样在 15℃下的密度,单位为千克每立方米(kg/m³)。

12 报告

采用 mg/kg 表示电测法测得的原油中盐含量,如需要,也可直接以 g/m³ 报告。

13 精密度

13.1 重复性 r

同一操作者使用同一仪器,在同样的操作条件下,对同一试样进行测定,所得的连续测定结果的差值,在正确操作条件下,20 次中只有 1 次超过下列值:

$$r = 0.340\,1Y'^{0.75} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- Y'——两次试验结果的平均值,单位为毫克每千克(mg/kg)。

13.2 再现性 R

不同的操作者在不同的实验室,对同样的试样进行的两个独立的试验结果的差值,在正确的操作条件下,20 次中只有 1 次超过下列值:

$$R = 2.780\,3Y'^{0.75} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- Y'——两次试验结果的平均值,单位为毫克每千克(mg/kg)。

附 录 A
(规范性附录)
仪 器

A.1 商品化仪器

仪器由能够产生和显示几个电压水平的控制单元组成,此控制单元能对悬置于盛有试液的烧杯中的电极施加电压。该仪器应能够测定和显示每一电压下两电极间试液的电流(mA)。

A.2 商品化测试单元组件

A.2.1 烧杯,通常使用如 GB/T 8019 中描述的 100 mL 无唇高型烧杯;但是不同生产厂家在大小尺寸上做出微小的变化也是可以接受的,如图 A.1。

A.2.2 电极,如图 A.1 和图 A.2 所示。

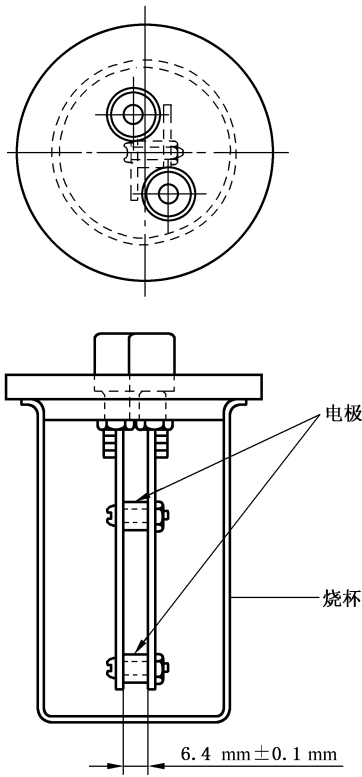


图 A.1 烧杯

Technical drawing showing the front and side views of a vertical rod assembly. The front view (left) shows a vertical rod with a total height of 65. The rod has a diameter of $\phi 3.6$. The distance from the top to the first horizontal support is 50.8. The distance between the two horizontal supports is 38.1. The distance from the bottom support to the base is 25.4. The distance from the top support to the top of the rod is 6.35. The distance from the bottom support to the bottom of the rod is 6.35. The side view (right) shows the rod with a diameter of $\phi 18.9$ and a distance of 1.6 from the base to the bottom of the rod.

图 A.2 电极

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

SN/T 2782—2011

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
原油中盐含量的测定 电测法
SN/T 2782—2011

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

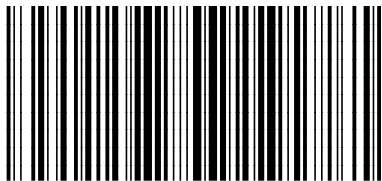
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字

2011年6月第一版 2011年6月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 · 2-22058 定价 16.00 元



SN/T 2782—2011