

ICS 75.040

E 21

备案号: 14092—2004

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 7550—2004

代替 SY/T 7550—2000

原油中蜡、胶质、沥青质含量测定法

Determination of wax, resins and asphaltenes contents in crude oil

2004—07—03 发布

2004—11—01 实施

国家发展和改革委员会 发布

标准下载网(www.bzxzw.com)

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法概要	1
5 试剂及材料	1
6 仪器	2
7 准备工作	4
8 试验步骤	4
9 计算	5
10 精密度	6
11 报告	6

前 言

本标准代替 SY/T 7550—2000《原油中蜡、胶质、沥青质含量测定法》。

本标准与 SY/T 7550—2000 相比，主要有如下变化：

- 细化 7.3 的蒸馏过程；
- 明确使用 120℃油浴蒸去甲苯溶剂；
- 将“蜡含量测定器”改为“蜡含量测定仪”；
- “在真空烘箱内干燥 60min，称量”改为“在真空烘箱内干燥 60min，冷却 40min，称量至恒重”；
- “静止析蜡”改为“搅拌析蜡”；
- 增加残油收率的计算公式。

本标准由油气计量及分析方法专业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国石油化工集团公司管道储运公司华东管道设计研究院。

本标准主要起草人：陈红、叶烈波、李荣晖、吴怀颖。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SY/T 7550—2000。

原油中蜡、胶质、沥青质含量测定法

1 范围

本标准规定了原油中蜡、胶质及沥青质含量的测定法。

本标准适用于水含量不超过 0.5% 的原油。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 255 石油产品馏程测定法

GB/T 260 石油产品水分测定法

GB/T 2538 原油试验法

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 8929 原油水含量测定法（蒸馏法）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

沥青质 asphaltenes

原油中不溶于正庚烷、溶于甲苯的组分。

3.2

胶质 resins

预处理后的原油在氧化铝色谱柱上吸附，用石油醚和甲苯冲洗时不能脱附的部分，扣除沥青质后的组分。

3.3

蜡 wax

氧化铝吸附色谱法得到的油蜡组分，用甲苯—丙酮（1：1）为脱蜡溶剂经冷冻结晶析出的组分。

4 方法概要

一份试样用正庚烷溶解，滤出不溶物，用正庚烷回流除去不溶物中夹杂的油蜡及胶质后，用甲苯回流溶解沥青质，除去溶剂，求得沥青质的含量。另一份试样经氧化铝色谱柱分离出油蜡部分，再以甲苯—丙酮混合物为脱蜡溶剂，用冷冻结晶法测定蜡含量。用减法得到胶质含量（测定流程见图 1）。

5 试剂及材料

5.1 正庚烷：分析纯。

5.2 甲苯：分析纯。

5.3 石油醚：分析纯，60℃~90℃。

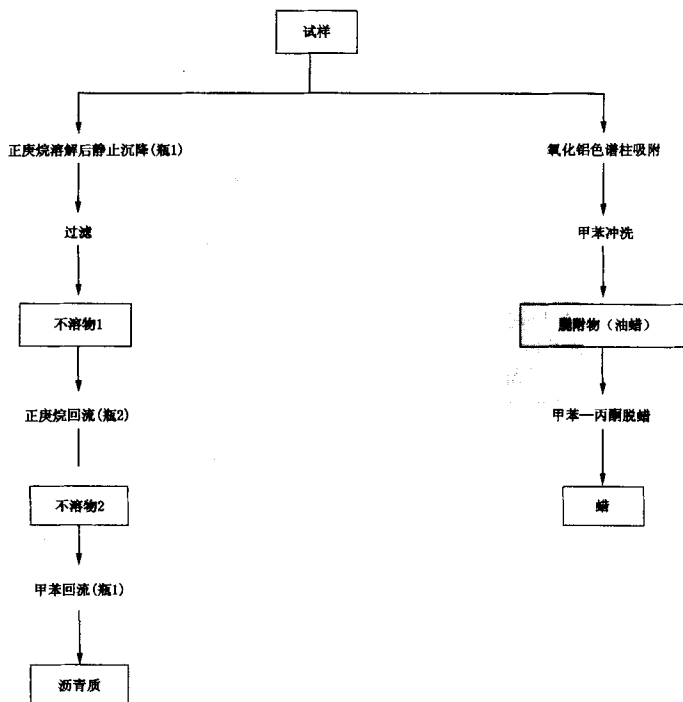


图1 原油中蜡、沥青质含量测定流程图

5.4 氧化铝：层析用，0.15mm~0.076mm（100目~200目），中性。

5.5 丙酮：分析纯。

5.6 乙醇：工业级。

6 仪器

6.1 沥青质测定器：见图2，包括两个24号磨口锥型瓶、抽提器及冷凝器。

6.2 蜡含量测定仪：见图3，滤板孔径20 μ m~30 μ m。

6.3 超级恒温水浴：能控制温度波动范围 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 电热套：0.6kW~1.8kW，功率可调。

6.5 油浴：可设定温度120 $^{\circ}\text{C}$ 。

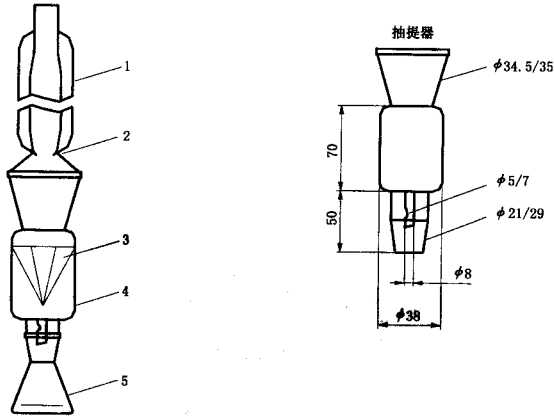
6.6 水浴：0.6kW~1.8kW，功率可调。

6.7 真空烘箱：可使温度保持在105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.8 玻璃吸附柱：见图4，吸附柱外面带循环水夹套。

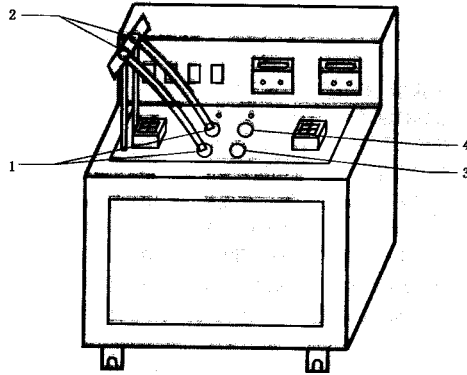
6.9 高温炉：最高温度不低于800 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.10 锥形瓶：100mL。



1—冷却器；2—四个爪；3—滤纸；
4—抽提器；5—磨口三角瓶。

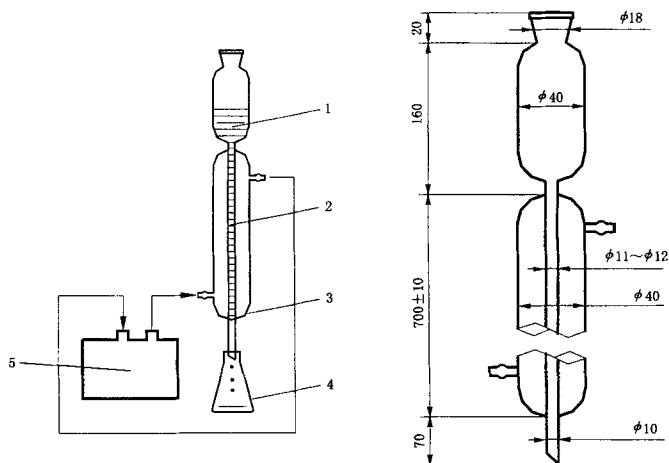
图2 沥青质测定器及抽提器尺寸



1—折蜡筒；2—搅拌器；3—预冷过滤漏斗筒；
4—脱蜡溶剂筒。

图3 蜡含量测定仪示意图

- 6.11 烧杯：50mL。
- 6.12 真空泵：吸滤用。
- 6.13 分析天平：感量0.0001g。
- 6.14 干燥器。



1—溶剂；2—活性氧化铝；3—脱脂棉花；
4—接受器；5—超级恒温水浴。

图4 吸附柱尺寸及吸附装置图

7 准备工作

7.1 取样应按 GB/T 4756 执行。样品应放在密闭容器中。

7.2 按 GB/T 260 或 GB/T 8929 方法测定水含量。当水含量大于 0.5% 时，则应先按照 GB/T 2538 进行脱水。

7.3 在蒸馏瓶中称取 100g 左右的油样，准确至 0.01g 记为 W_1 ，常压蒸馏至液相温度达 260℃。蒸馏装置符合 GB/T 255 规定的石油产品馏程测定装置技术条件，但温度计需插入液相相距瓶底 2mm ± 0.5mm。控制流出速率约每秒钟 1 滴，不间断连续蒸馏至 260℃，结束蒸馏。油样冷却至室温，称取残油量记为 W_2 ，按第 9 章计算求得残油收率 Y ，将残油进行各组分的测定。

7.4 将氧化铝于高温炉内在 550℃ 焙烧 6h，取出后立即放入干燥器中，冷却至室温后装入细口瓶中，按焙烧后氧化铝质量加入 1% 蒸馏水，盖紧塞子用力振荡 5min，静置 24h 后备用。

8 试验步骤

8.1 测定沥青质含量

8.1.1 在恒重的 24 号磨口锥形瓶（瓶 1）中称取按 7.3 处理过的残油试样 1g~2g，称准至 0.0001g 记为 W_3 ，按每克试样加溶剂 30mL 之比例加入正庚烷。

8.1.2 按图 2 所示将瓶 1 与冷凝器相连，置于电热套上，打开冷却水，加热回流 30min。

8.1.3 停止加热，待溶剂冷却后取下瓶 1，盖好塞子，在暗处静置至少 60min。

8.1.4 在装有定量中速滤纸的玻璃漏斗上用倾泻法过滤，滤液收集于瓶 2 中，用 50℃~60℃ 的正庚烷 30mL 分三次洗涤瓶 1 中的残留物，洗涤滤液入瓶 2 中。

8.1.5 折叠带有不溶物 1 的滤纸并放入抽提器内，将瓶 2（盛有滤液）与抽提器、冷凝器相连，在电热套上回流 60min。

8.1.6 回流完毕后，冷却，取下瓶 2。在瓶 1 中加甲苯 30mL 并与抽提器、冷凝器相连，在电热套上回流 60min。

8.1.7 回流完毕后，冷却，取下瓶 1，在通风橱内将锥形瓶放入 120℃ 油浴中蒸去大部分溶剂，至近干，然后移入真空烘箱内，在 105℃~110℃ 及 53.3kPa~66.7kPa 负压下干燥 60min，取出放在干燥器内冷却 40min 称量，至恒重，准确至 0.0001g，求得沥青质质量 m_1 。

8.2 测定蜡含量及胶质含量

8.2.1 按图 4 所示将吸附柱与超级恒温水浴相连，循环水温保持在 45℃ ± 1℃，吸附柱下端塞少许脱脂棉，加入按 7.4 活化处理后的氧化铝 30g 并敲紧，用 20mL 石油醚润湿柱子，吸附柱下面用恒重的锥形瓶（100mL）接收流出液。

8.2.2 在小烧杯（50mL）中称取按 7.3 处理过的残油试样约 1g，准确至 0.0001g，记为 W_4 。在水浴上加热至试样熔化后，加入 10mL 石油醚稀释试样。待吸附柱上部石油醚进入氧化铝层时，倒入稀释的试样，并用 10mL 石油醚分三次洗涤锥形瓶，洗涤液倒入吸附柱，待溶液全部进入氧化铝层后，随即加入少量氧化铝于吸附柱中。

8.2.3 加入 60mL 甲苯冲洗油蜡，流出液流出速度应保持在 2mL/min~3mL/min，至无馏出液为止。

8.2.4 取下锥形瓶，在通风橱内将锥形瓶放入 120℃ 油浴中蒸去大部分溶剂，至近干，然后将锥形瓶放到真空烘箱中，在 100℃~110℃ 及 21kPa~35kPa 负压下，保持 60min，取出放在干燥器内冷却 40min 称量，至恒重，准确至 0.0001g，求得油蜡质量 m_2 。

8.2.5 向油蜡中加入 30mL 脱蜡溶剂（甲苯与丙酮 1:1 混合），然后在水浴上慢慢加热，待溶液透明后再冷却至室温，将此混合液转入蜡含量测定仪（见 6.2）的试样冷却筒中，再用 10mL 脱蜡溶剂分三次洗涤锥形瓶，洗涤液倒入试样冷却筒中。

8.2.6 将蜡含量测定仪降温至 -20℃ ± 0.5℃，把试样冷却筒放入蜡含量测定仪中，不断搅拌试样，保持 30min。

8.2.7 把蜡含量测定仪的过滤漏斗（预冷至 -20℃）吊置在试样冷却筒中，用真空泵（见 6.12）抽滤被析出的蜡，保持滤速为每秒 1 滴左右。当蜡层上的溶液将滤尽时，一次加入 20mL 预冷至 -20℃ 的脱蜡溶剂，洗涤蜡含量测定仪的过滤漏斗、试样冷却筒内壁和蜡层，当脱蜡溶剂在蜡层上消失后，继续抽滤 5min。

8.2.8 从测定仪中取出试样冷却筒，用预热至 30℃~40℃ 的石油醚 100mL 将冷却筒、蜡含量测定仪过滤漏斗上的蜡溶解在恒重的锥形瓶（100mL）中。

8.2.9 在通风橱内将锥形瓶放入水浴中蒸去大部分溶剂，至近干，移入真空烘箱内，在 100℃~110℃ 及 53.3kPa~66.7kPa 负压下，保持 60min。取出锥形瓶放在干燥器中冷却 40min 称量，至恒重，准确至 0.0001g，求得蜡质量 m_3 。

9 计算

沥青质含量 ω_1 、蜡含量 ω_2 及胶质含量 ω_3 以质量分数（%）表示，分别按式（1）、式（2）、式（3）计算，残油率 Y 按式（4）计算。

$$\omega_1 = \frac{m_1}{W_3} \times Y \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$\omega_2 = \frac{m_3}{W_4} \times Y \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$\omega_3 = \left(1 - \frac{m_2}{W_4} - \frac{m_1}{W_3}\right) \times Y \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$Y = \frac{W_2}{W_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ω_1 ——沥青质含量,以质量分数表示,%;

ω_2 ——蜡含量,以质量分数表示,%;

ω_3 ——胶质含量,以质量分数表示,%;

m_1 ——沥青质质量,g;

m_2 ——油蜡质量,g;

m_3 ——蜡质量,g;

W_1 ——蒸馏前所用试样质量,g;

W_2 ——蒸馏后试样质量,g;

W_3 ——测沥青质含量所用试样质量,g;

W_4 ——测蜡含量所用试样质量,g;

Y ——样品残油质量收率,%。

10 精密度

按下述规定判断试样结果的可靠性(95%置信度)。

10.1 重复性

同一操作者对同一样品两次平行测定结果的相对偏差不应超过下述值:

沥青质:5%;

蜡和胶质:10%。

10.2 再现性

同一样品在不同实验室两次测定结果的相对偏差不应超过下述值:

沥青质:10%;

蜡和胶质:20%。

11 报告

同一样品,同时取两份试样进行平行测定,以两次结果的平均值作为测定结果,结果保留三位有效数字。
