



高等院校石油天然气类规划教材

油气储运工程实验

龙安厚 张树文 王志华 编
于 达 审



石油工业出版社
Petroleum Industry Press

内 容 提 要

本书是根据油气储运专业特点，结合原油及成品油储运生产实际，以培养理论联系实际的能力、分析解决相关工程问题的能力，提高科学实验的技能为目的，针对油气储运工程专业对实验教学的需求而编写的。全书内容包括：原油及石油产品物性测试、油品蒸发及安全性能评定、油田采出液性质分析、油田化学助剂性能评价和油气储运生产系统模拟。

本书可作为石油高等院校油气储运工程专业的实验教材，也可作为专业工程技术人员的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

油气储运工程实验/龙安厚，张树文，王志华编.
北京：石油工业出版社，2010.3
(高等院校石油天然气类规划教材)
ISBN 978 - 7 - 5021 - 7664 - 8

- I. 油…
- II. ①龙…②张…③王…
- III. 石油与天然气储运-实验-高等学校-教材
- IV. TE8 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 031387 号

出版发行：石油工业出版社
(北京安定门外安华里 2 区 1 号 100011)
网 址：www.petropub.com.cn
编辑部：(010) 64523612 发行部：(010) 64523620
经 销：全国新华书店
印 刷：中国石油报社印刷厂

2010 年 3 月第 1 版 2010 年 3 月第 1 次印刷

787 × 1094 毫米 开本：1/16 印张：11

字数：282 千字 印数：1 - 3000 册

定价：16.00 元

(如出现印装质量问题，我社发行部负责调换)

版权所有，翻印必究

前　　言

油气储运作为一个运用科学的理论、方法、技术与装备，安全经济有效地进行油气分离、计量、运输、储存及城市配气系统设计与管理的工程技术领域，它连接着石油工业内部产、运、销的各个环节，对人才知识和技能共性的要求越来越高，适应性的要求也越来越强，因此，高质量地培养油气储运工程专业应用型人才显得非常必要。

本实验教材充分贯彻 2008 年石油高等院校“石油工程与油气储运工程专业教学与教材规划研讨会”精神，内容涵盖了“储运油料学”、“油气集输与矿场加工”、“油库设计与管理”、“输油管道设计与管理”及“输气管道设计与管理”等油气储运专业课程的全部重要实验，囊括了演示性、验证性、综合性和设计性四类性质的实验，并且结合石油工业生产实际，比较详细地介绍了这些实验的必要理论背景。

本书共分为五章，在实际应用中可根据实验室基础设施条件和具体培养计划进行遴选开设。第一章“原油及石油产品物性测试”，涉及了许多油料性质的实验，编写过程中围绕本专业对石油产品分析的基本知识和基本操作技能要求，以相关国家标准和行业标准为主线，精选了一些使用普遍和实用性强的实验方法，以适应实践教学的需要。第二章“油品蒸发及安全性能评定”，以验证和巩固理论为出发点，通过对实验现象的观察、实验数据的分析和处理，提高学生分析、归纳、解决问题的能力。第三章“油田采出液性质分析”及第四章“油田化学助剂性能评价”属于工程技术基础实验，涵盖了目前油田地面工程领域的主要实验内容，能够培养学生理论联系实际的能力和科学实验的技能。第五章“油气储运生产系统模拟”所设置内容，力求使学生在掌握实验的原理、技术、方法与设备使用的基础上，突出灵活性、综合性、创新性及探索性，培养其综合应用理论知识的能力和解决较复杂实际问题的能力，包括实验理论的系统性、实验方案的完整性与可行性。

本书为油气储运工程专业本科生实验课教材，也可作为矿场工程技术人员的参考资料，其中部分实验内容也可指导硕士研究生开展科研课题及论文研究工作。

本书由龙安厚、张树文和王志华编写，其中龙安厚编写第一章及第五章第四节；张树文编写第二章及第五章第五节；王志华编写第三章、第四章及第五章第一、第二、第三节。长江大学宋建平副教授也为部分章节的编写提出了许多宝贵意见。全书由大庆石油学院龙安厚教授统稿主编，中国石油大学（北京）于达教授主审。

在教材编写过程中，相关石油高等院校油气储运专业的领导、老师和学者给予了大力支持，提出了宝贵意见，在此一并表示感谢。

由于编写时间仓促，加之编者水平所限，不妥之处在所难免，敬请批评指正。

编 者

2010 年 1 月

目 录

第一章 原油及石油产品物性测试	1
第一节 油品的密度测定.....	1
第二节 油品的凝点及倾点测定.....	7
第三节 原油中胶质、沥青质及蜡含量测定	10
第四节 原油析蜡特性参数测定	14
第五节 油品的粘度测定	17
第六节 含蜡原油的流变性测定	22
第七节 石油产品的冷滤点、冰点、浊点及结晶点测定	27
第八节 油品的腐蚀性测定	32
第九节 石油产品的水分离性能测定	35
第十节 油品的硫含量测定	37
第十一节 油品的盐含量测定	46
第二章 油品蒸发及安全性能评定	50
第一节 石油产品蒸气压测定	50
第二节 石油产品馏程测定	52
第三节 油品小呼吸蒸发损耗模拟实验	56
第四节 油品的闪点、燃点测定	60
第五节 石油产品辛烷值测定	65
第三章 油田采出液性质分析	68
第一节 表/界面张力测定.....	68
第二节 原油含水率测定	73
第三节 原油乳状液破乳脱水实验	76
第四节 采出污水含油量测定	79
第五节 采出污水浊度、悬浮固体含量及其粒径中值测定	82
第六节 采出污水化学需氧量测定	88
第七节 采出污水细菌含量测试	92
第八节 采出污水硫化物含量测定	94
第九节 采出污水 pH 值及电导率测定	98
第十节 采出污水总铁含量及腐蚀性分析.....	100
第十一节 聚驱采出液含聚浓度及其相对分子质量测定.....	103

第四章 油田化学助剂性能评价	109
第一节 原油破乳剂	109
第二节 原油降凝剂	111
第三节 缓蚀阻垢剂	114
第四节 杀菌剂	118
第五节 絮凝剂	120
第六节 除氧剂	122
第七节 浮选剂	124
第八节 减阻剂	126
第五章 油气储运生产系统模拟	130
第一节 油田集输系统、油库及原油管道泵站工艺流程模拟	130
第二节 长距离输油管道运行工况计算机离线仿真	141
第三节 气—液两相流动实验	151
第四节 “从泵到泵”密闭输送实验	159
第五节 输气管道调压特性实验	166
参考文献	170

第一章 原油及石油产品物性测试

原油及石油产品的物理化学性质是分析油品性能、评价油品质量、衡量油库管理水平、控制油品输送过程的重要指标，也是设计原油及石油产品输送管道、储油库以及原油加工装置的基本依据。因此，为了做好油品的生产、储存、管理及使用工作，必须掌握测试分析油品理化特性的目的意义、方法原理、仪器设备及影响因素等知识点和基本技能。

原油及石油产品的物性主要包括密度、凝点、倾点、蜡含量、胶质及沥青质含量、粘度、流变性、冷滤点、冰点、浊点、结晶点、腐蚀性及抗乳化性能等，它们与油品本身化学组成和结构特点密切相关。由于原油及石油产品属于复杂的混合物，组成不易确定，且很多性质不具备可加性，它们某一物性的实质是组成它们的各种烃类和非烃类化合物的性质在某一方面的综合表现。所以为了便于表征、比较和对照，油品的物性常常采用一些条件性实验方法来确定，即采用规定的仪器，在规定的实验条件、方法和步骤下进行测试分析。根据通用性，油品物性测试一般规定有国际标准(ISO)、国家标准(GB)、行业标准(SY、SH)及企业标准(QB)等统一的实验方法标准，各级标准在不同范围内均具有法规性，并互相建立有对应的换算关系，以便使用。本章就是以各级标准为基础，结合油气储运工程专业特点和行业技能需求，以遵循实验条件、简化实验过程、突出实用性为原则，详尽介绍油品物性测试的相关实验内容。

第一节 油品的密度测定

一、实验目的及意义

(1) 在油料的储运、管理、收发中，密度是计量的重要参数，因此，需掌握密度的实验室测定方法与原理，熟悉相应的测试仪器。

(2) 根据密度的大小可判定原油中含轻、重组分的情况，以及油品的组成情况，这是由于组成原油的各种烃类，其密度间有很大差异，一般环烷烃的密度比烷烃大，芳香烃的密度比环烷烃大，原油中含硫、氮、氧等有机化合物越多，含胶质、沥青质越多，密度就越大。

(3) 在油库中，可根据油品密度大致区分油品种类，并可依照油品在储存过程中密度的变化判断是否存在问题，如发现燃料的密度与原来测定结果相差 $0.01\text{g}/\text{cm}^3$ 以上，可以推断燃料在储存中与其他油品发生了掺混事故或存在过多的蒸发损耗。

(4) 密度是多种油品，特别是喷气燃料的重要质量标准，对喷气燃料的热值和低温性能影响很大，是生产中必须严加控制的指标。喷气燃料密度大就意味着在相同的油箱容积中，装入燃料的质量就越多，则续航能力就越强。

(5) 密度作为衡量物质纯度的重要物理参数，对于一些石油产品，可根据其密度测定

结果，估计其纯度和判断加氢生成油的反应深度。

(6) 由于混合后体积具有可加性的石油产品，其密度也有可加性质，所以，可根据密度进行调和、掺配油品。

二、实验方法及原理

密度是指规定温度下，单位体积内所含物质的质量数，其单位符号为 kg/m^3 ，或 g/cm^3 。在 20°C 和 101.325kPa 条件下的密度为标准密度，在其他温度下测得的密度称为视密度。一般地，温度升高，油品体积膨胀，因而密度减小。但由于液体几乎是不可压缩的，在温度不高的情况下，压力对液态油品密度的影响便可以忽略不计，只有在极高的压力下才考虑外压的影响。油品密度的实验室测定方法主要有密度计法、比重瓶法和 U 形振动管法。

1. 密度计法

密度计法适用于测定透明或不透明液体原油、石油产品及相关混合物的密度，该方法基于阿基米德原理，当玻璃密度计沉入液体时，排开一部分液体，并受到自下而上的等于所排开液体重量的浮力。在排开液体重量等于密度计本身的重量时，密度计处于平衡状态；液体石油产品密度越大，则密度计处于平衡状态时直立得越高；液体石油产品密度越小，则沉入越深。当密度计量筒中的试样处于规定温度并达到平衡后，读取密度刻度读数和试样温度，并按照《石油计量表》(GB/T 1885—1998)把观察到的密度计读数换算成标准密度。密度计法测定油品密度所用仪器如下所述。

(1) 玻璃密度计。SY - I 型(最小分度值为 $0.0005\text{g}/\text{cm}^3$) 或 SY - II 型(最小分度值为 $0.001\text{g}/\text{cm}^3$) 石油密度计，技术要求《石油密度计》见表 1-1。

(2) 密度计量筒。该量筒由透明玻璃、塑料或金属制成，边缘带有斜嘴，其内径比密度计外径大 25mm ，高度应使密度计在试样中漂浮时，密度计底部距量筒底部至少有 25mm 。

(3) 程控恒温浴。可容纳密度计量筒，并使试样完全浸没在恒温浴介质表面以下，试验温度可保持在 $\pm 0.25^\circ\text{C}$ 以内。

(4) 温度计。经检定合格分度值为 $0.1 \sim 0.2^\circ\text{C}$ 的全浸式水银温度计。

(5) 玻璃或塑料搅拌棒。

表 1-1 密度计技术要求 (SH/T 0316)

型号	单位	密度范围	每支单位	刻度间隔	最大刻度误差	弯月面修正值
SY - 02	g/cm^3 (20°C)	600 ~ 1100	20	0.2	± 0.2	+0.3
SY - 05		600 ~ 1100	50	0.5	± 0.3	+0.7
SY - 10		600 ~ 1100	50	1.0	± 0.6	+1.4
SY - 02		0.600 ~ 1.100	0.02	0.0002	± 0.0002	+0.0003
SY - 05		0.600 ~ 1.100	0.05	0.0005	± 0.0003	+0.0007
SY - 10		0.600 ~ 1.100	0.05	0.0010	± 0.0006	+0.0014

2. 比重瓶法

比重瓶法适用于测定液体或固体石油产品的密度，但不适宜测定高挥发性液体(如液化石油气等)的密度。比重瓶法测定油品密度所用仪器如下所述。

(1) 比重瓶。瓶颈上带有标线或毛细管磨口塞子，体积为 25mL 的比重瓶，如图 1-1

所示。

磨口塞型上部带有一磨口塞，中部为一毛细管，通常多用于汽油等较易挥发产品的密度测定，有膨胀室，可用于室温高于测定温度的情况；毛细管塞型上部为带有毛细管的锥形塞，它适用于如润滑油等不易挥发液体的密度测定；广口型上部为一带毛细管的磨口塞，它适用于测定高粘度稠油或固体石油产品的密度。



图 1-1 比重瓶

(2) 温度计。0 ~ 50℃ 或 50 ~ 100℃，分度为 0.1℃。

(3) 恒温水浴。深度大于比重瓶高度的水浴，能保持水浴温度控制在 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内。

(4) 比重瓶支架。能支持比重瓶，使其垂直于恒温浴的正确位置，可用金属或其他材料制成。

3. U 形振动管法

U 形振动管法就是把少量样品(一般小于 1mL)注入控制温度的试样管中，记录振动频率或周期，用事先得到的试样管常数计算试样的密度。其中试样管常数是用试样充满已知密度标定液时的振动频率确定的。U 形振动管法测定油品密度所用仪器如下所述。

- (1) 密度计。密度分辨率为 $\pm 0.1 \text{ kg/m}^3$ 或更高。
- (2) 循环恒温浴。循环液温度控制在要求温度的 $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 内。
- (3) 温度传感器。测量试样管的温度精确到 $\pm 0.10^\circ\text{C}$ 以上。
- (4) 均化器。用于样品的均匀。

三、实验过程及步骤

1. 密度计法

1) 试样准备

加热油样(雷德蒸气压大于 50kPa 的挥发性油品除外)使其能充分地流动，然后将试样混合，以使测试的试样尽可能代表整个样品。但为避免轻组分损失，加热温度不宜过高，且样品应在原来的取样容器和密闭系统中混合。

2) 实验步骤

- (1) 根据所测试样的性质及实验具体要求，设定程控恒温水浴温度。
- (2) 将调好温度的试样，小心地沿内壁转入密度计量筒中，避免试样飞溅和生成空气泡，当试样表面有气泡聚集时，可用一片清洁的滤纸除去。
- (3) 将量筒平稳置于浴槽中，利用搅拌棒做垂直旋转运动搅拌试样，以使量筒中试样的密度和温度达到均匀。
- (4) 将选好的清洁、干燥密度计小心地放入搅拌均匀的待测试样中，让密度计自由地漂浮，注意液面以上的密度计干管浸湿不得超过两个最小分度值，因为干管上多余的液体会影响所得读数，待其稳定后，读取测定结果：对于透明液体，先使眼睛稍低于液面的位置，慢慢地升到表面，先看到一个不正的椭圆，然后变成一条与密度计刻度相切的直线(如图 1-2 所示)。

示)，密度计读数为液体主液面与密度计刻度相切的那一点；对于不透明液体，使眼睛稍高于液面的位置观察(如图 1-3 所示)，密度计读数为液体弯月面上缘与密度计刻度相切的那一点。

(5) 记录读数，同时测量试样的温度，温度计保持全浸(水银线)，温度读准至 0.1°C ，将密度计在量筒中轻微转动一下，再放开，按上述步骤再测定一次，立即再用温度计小心搅拌试样，读准至 0.1°C ，若这个温度读数和前次读数相差超过 0.5°C ，应重新读取密度和温度，直到温度变化稳定在 0.5°C 以内。

(6) 记录连续两次测定温度和对应视密度的结果。

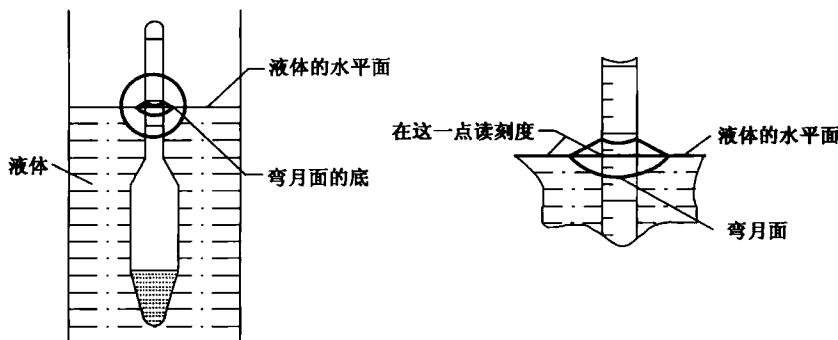


图 1-2 试样为透明液体时密度计刻度读数示例

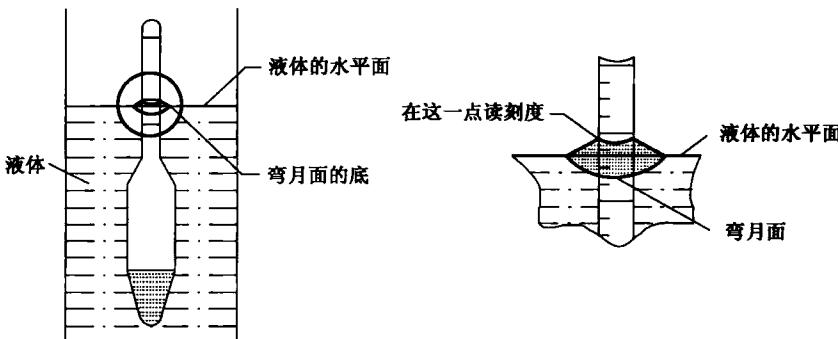


图 1-3 试样为不透明液体时密度计刻度读数示例

3) 结果处理

由于密度计读数是按液体主液面测定的，所以对于不透明液体应按表 1-1 给出的弯月面修正值对观察到的密度计读数做弯月面修正，记录到 0.1kg/m^3 (0.0001g/cm^3)，最后按不同的测试油品，参照《石油计量表》把修正后的密度计读数换算到 20°C 下的标准密度。

4) 注意事项

- (1) 密度计量筒规格必须符合规范要求，否则影响测定结果的准确度。
- (2) 密度计在使用前必须全部擦拭干净，擦拭后不要用手握最高分度线以下各部位，以免影响读数，在取(放)密度计时，切忌悬臂拿取密度计细端，以免折断密度计。
- (3) 测定前应事先消除试样内或其表面存在的气泡，否则会使结果偏小。
- (4) 将密度计浸入试样时，需轻轻放入，达到平衡位置时放开，在整个测定过程中不得与量筒擦壁。
- (5) 读数时眼睛必须与液体主液面或弯月面上边缘保持水平，并立即记录当时的温度。

2. 比重瓶法

1) 实验准备

(1) 依次利用铬酸洗液、清水及蒸馏水清洗比重瓶和塞子的油污，应清洗到瓶的内外壁上不挂水珠，水能从比重瓶内壁或毛细管塞内完全流出。

(2) 测定比重瓶 20℃ 时的水值：将仔细洗涤，干燥好并冷却至室温的比重瓶准确称量至 0.0002g，使得空比重瓶质量为 m_1 ，用注射器将新煮沸并冷却至 18~20℃ 的蒸馏水装满至比重瓶顶端，加上塞子，然后放入 (20 ± 0.1)℃ 的恒温水浴中，但不要浸没比重瓶或毛细管上端。将上述装有蒸馏水的比重瓶在恒温浴中至少保持 30min。待温度达到平衡，没有气泡，液面不再变动时，将过剩的水用滤纸吸去，对磨口塞比重瓶，擦去标线以上部分的试样后，盖上磨口塞。取出比重瓶，仔细用绸布将比重瓶外部擦干，称量至 0.0002g，得到装有水的比重瓶质量为 m_2 。比重瓶的 20℃ 水值 m_{20} 按下式计算：

$$m_{20} = m_2 - m_1 \quad (1-1)$$

式中 m_{20} —— 比重瓶 20℃ 的水值，g；

m_2 —— 装有 20℃ 水的比重瓶质量，g；

m_1 —— 空比重瓶质量，g。

取 3~5 次测定的算术平均值作为该比重瓶的水值。

(3) 如果需要测定 t ℃ 下的密度，可在所需温度 t ℃ 下测定比重瓶的水值 m_t ，并且在一定时期后应重新测定比重瓶的水值。

(4) 对明显含有水和机械杂质的试样应除去水和机械杂质，而固体石油产品则需要粉碎成小块。

2) 实验步骤

(1) 根据试样选择适当型号的比重瓶，将恒温浴设置到所需的温度。

(2) 将清洁、干净的比重瓶称量至 0.0002g。

(3) 将试样用注射器小心地装入已确定水值的比重瓶中，加上塞子，比重瓶浸入恒温浴直到顶部，注意不要浸没比重瓶塞或毛细管上端，在浴中恒温时间不得少于 20min，待温度达到平衡，没有气泡，试样表面不再变动时，将毛细管顶部(或毛细管中)过剩的试样用滤纸(或注射器)吸去，对磨口塞型比重瓶盖上磨口塞，取出比重瓶，仔细擦干其外部并称量至 0.0002g，使得装有试样的比重瓶质量为 m_3 。

(4) 对固体或半固体试样，最好采用广口型比重瓶，加入半瓶试样，勿使瓶壁污浊。如试样为脆性固体(如沥青)，则在粉碎或熔融后装入，然后用加热、抽空等方法以除去气泡，冷却到接近 20℃。然后将上述比重瓶称量至 0.0002g，使得装有半瓶试样的比重瓶质量为 m_3 。再用蒸馏水充满比重瓶，并放在 20℃ 恒温水浴中，恒温时间不少于 20min，待温度达到平衡，没有气泡，液面不再变动时，将毛细管顶部过剩的水用滤纸吸去，取出比重瓶，仔细擦干其外部并称量至 0.0002g，使得装有半瓶试样和水的比重瓶质量为 m_4 。

3) 结果处理

(1) 液体试样 20℃ 的密度 ρ_{20} 按下式计算：

$$\rho_{20} = \frac{(m_3 - m_1)(0.99820 - 0.0012)}{m_{20}} + 0.0012 \quad (1-2)$$

式中 m_3 —— 在 20℃ 时装有试样的比重瓶质量，g；

m_1 ——空比重瓶质量, g;

m_{20} ——在 20℃ 时比重瓶的水值, g;

0.99820 ——水在 20℃ 时的密度, g/cm³;

0.0012 ——在 20℃, 大气压力为 760mmHg 柱时的空气密度, g/cm³。

(2) 固体或半固体试样的 20℃ 密度 ρ_{20} , 按下式计算:

$$\rho_{20} = \frac{(m_3 - m_1)(0.99820 - 0.0012)}{m_{20} - (m_4 - m_3)} + 0.0012 \quad (1-3)$$

式中 m_3 ——在 20℃ 时装有半瓶试样的比重瓶质量, g;

m_1 ——空比重瓶质量, g;

m_{20} ——在 20℃ 时比重瓶的水值, g;

m_4 ——在 20℃ 时装有半瓶试样和水的比重瓶质量, g;

0.99820 ——水在 20℃ 时的密度, g/cm³;

0.0012 ——在 20℃, 大气压力为 760mmHg 柱时的空气密度, g/cm³。

(3) 液体试样的 t ℃ 密度, 按下式计算:

$$\rho_t = \frac{(m_3 - m_1)(d - 0.0012)}{m_1} + 0.0012 \quad (1-4)$$

式中 m_3 ——在 t ℃ 时装有试样的比重瓶质量, g;

m_1 ——空比重瓶质量, g;

m_t ——在 t ℃ 时比重瓶的水值 (在 t ℃ 下装有水的比重瓶质量减去空比重瓶质量), g;

d ——水在 t ℃ 时的密度, 可参阅水的密度表, g/cm³;

0.0012 ——在温度 20℃, 大气压力为 760mmHg 柱时的空气密度, g/cm³。

4) 精度

在 20℃ 时, 对于液体石油产品, 其两次平行测定结果之差不应超过 0.0004g/cm³; 对于固体或半固体石油产品, 其两次平行测定结果之差不应超过 0.0008g/cm³。取两次测定结果的算术平均值作为测定结果。

3. U 形振动管法

1) 实验步骤

(1) 用洗涤溶剂清洗密度计的试样管, 连接恒温浴, 设定实验温度。

(2) 根据必要预热油样, 在原始容器中晃动、混合。

(3) 用合适的注射器或自动取样器把待测油样注入试样管中至充满。

(4) 当密度计显示的密度读数稳定在 0.1kg/m³ 或振动周期达到五位有效数字, 记录显示的数字和精确至 0.1℃ 的试样管的温度。

2) 结果处理

(1) 由实验中试样管的振动周期, 由已知试样管常数计算所测油品的密度。

(2) 把密度换算到标准温度下的密度: 首先作玻璃密度计膨胀系数修正后, 再根据《石油计量表》把密度换算到标准温度下的密度, 标准温度为 20℃、15℃:

$$\text{系数} = 1 - 0.000023(t - 20) - 0.00000002(t - 20)^2 \quad (1-5)$$

$$\text{系数} = 1 - 0.000023(t - 15) - 0.00000002(t - 15)^2 \quad (1-6)$$

式中 t ——实验温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

由观察密度乘以该系数的倒数即得修正后密度。

四、实验报告

将重复实验测定的 2~3 个结果的算术平均值作为测定结果, 密度报告到 0.1kg/m^3 或 0.0001g/cm^3 , 并注明温度条件, 报告表示例见表 1-2。

表 1-2 油品密度测定结果报告表

油品类别或名称	测定温度, $^{\circ}\text{C}$		视密度, kg/m^3 (g/cm^3)		标准密度, kg/m^3 (g/cm^3)		
	t_1	t_2	t_1	t_2	t_1	t_2	平均值

第二节 油品的凝点及倾点测定

一、实验目的及意义

(1) 凝点是原油地面集输技术界限确定及油品储存、输送工艺方案制定的重要依据, 原油的凝点还与其粘温关系、触变性和屈服应力的测定密切相关。

(2) 油品的凝点高低与其含蜡量有直接关系, 含蜡越多, 凝点越高, 所以凝点可以作为估计油品中蜡含量的间接指标, 同时反映油品的脱蜡程度, 在原油生产加工中指导脱蜡操作。

(3) 凝点用以表示石油产品, 如轻柴油、变压器油的牌号, 0 号轻柴油的凝点要求不高于 0°C , 45 号变压器油的凝点要求不高于 -45°C 。

(4) 与凝点一样, 倾点也是反映油品低温流动性的指标, 是原油物理状态发生转变的温度分界点, 对于同一油品, 一般倾点较凝点高 $2\sim 3^{\circ}\text{C}$ 。

二、实验方法及原理

油品在规定条件下冷却, 在 1min 时间内将测试管倾斜 45° , 试样液面停止移动时的最高温度, 称为凝点。而在规定条件下, 试样液面刚刚能够流动时的最低温度, 则称为倾点, 二者单位均以 $^{\circ}\text{C}$ 表示。但由于油品是各种烃类的复杂混合物, 测定条件不同, 同一种油品的凝固点及倾点也会有差异。对于含蜡量较高的油品, 其凝固的实质是析出的蜡晶颗粒已足够多, 并已从分散相转变为连续相, 形成蜡晶网络, 导致油品粘度不断增大。这种网络进而延展到全部液体, 把液态的油品包围在其中, 当所形成蜡晶网络的结构强度足以抵抗一定外力作用时, 便已观察不到油品的流动, 则认为油品已达到了结构凝结, 此时对应的油温即定义为该油品的凝点。此后对油品加热升温, 蜡晶网络不断遭到破坏, 油品又开始恢复流动。反映低温流动性的凝点及倾点主要和油品中馏分的轻重, 特别是与化学组成有关。一般地说, 馏分轻则凝点低, 馏分越重凝点也越高, 同时含蜡量的多少对凝点高低也有决定作用。此外, 胶质等表面活性物质能阻碍石蜡晶体网络的形成, 从而破坏油品失去流动性的条件, 所

以，油品中胶质的存在在一定程度上能使凝点降低。

三、实验仪器及材料

1. 凝点测定

- (1) 圆底试管：高度(160 ± 10)mm，内径(20 ± 1)mm，在距管底30mm的外壁处有一环形标线。
- (2) 圆底的玻璃套管：高度(130 ± 10)mm，内径(40 ± 2)mm。
- (3) 装冷却剂用的广口保温瓶或筒形容器：高度不少于160mm，内径不少于120mm。
- (4) 水银温度计：用于测定凝点高于 -35°C 的原油及石油产品。
- (5) 液体温度计：用于测定凝点低于 -35°C 的原油及石油产品。
- (6) 任何形式的温度计：用于测量冷却剂温度。
- (7) 实验支架、浴槽及秒表或其他准确计时器。
- (8) 冷却剂：实验温度在 0°C 以上用水和冰，在 $0 \sim -20^{\circ}\text{C}$ 用盐和碎冰或雪，在 -20°C 以下用工业乙醇(溶剂汽油、直馏的低凝点汽油或直馏的低凝点煤油)和干冰(固体二氧化碳)。
- (9) 无水乙醇：化学纯。

2. 倾点测定

- (1) 平底试管：高度115~125mm，内径30~33.5mm，在试管的45mL体积处，标有一条长刻线，刻线上、下3mm位置处标有允许试样量波动的短刻线。
- (2) 套管：高度约115mm，内径大于平底试管外径9.5~12.5mm。
- (3) 高倾点、低倾点温度计、浴槽及秒表或其他准确计时器等，如图1-4所示。
- (4) 实验试剂同于凝点测定。

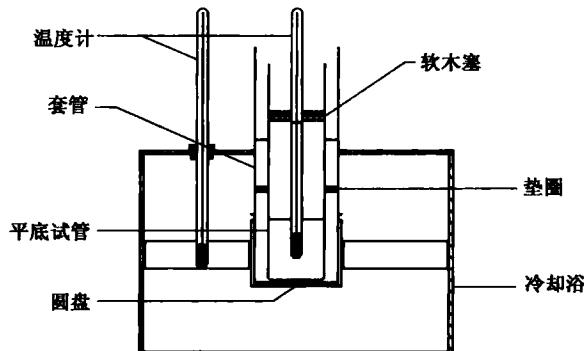


图1-4 倾点测定仪器示意图

四、实验过程及步骤

1. 凝点测定

1) 实验步骤

- (1) 根据需要预热油样，在原始容器中晃动、混合，以使测试的试样尽可能代表整个样品。对于含水多而在原油或石油产品标准允许范围之内的试样应先脱水。
- (2) 将待测油样转入干燥、清洁的圆底试管中，使液面达到环形标线处，用软木塞将

温度计固定在试管中央，使水银球距离管底 8 ~ 10mm。

(3) 将装好试样和温度计的圆底试管垂直地浸入 50℃ 以上的浴槽中，直至试样中的蜡晶等完全溶解，试样能够充分流动。

(4) 预估试样的凝点范围，设定冷却温度，冷却液的温度应比试样的预期凝点低 7 ~ 8℃，然后将上述试管从浴槽中取出，放入对应圆底玻璃套管中并垂直固定在支架上，整体浸于冷却的广口保温瓶或筒形容器中。

(5) 观察温度计读数，当试样温度冷却到预期凝点时，1min 时间内将整体测试系统倾斜 45°，但此时测试部分仍应浸没在冷却液中，然后取出，垂直放置，透过套管观察试管内液面是否有移动迹象。

(6) 当试样液面的位置没有移动时，从套管中取出试管，并将试管重新预热至试样能够完全充分流动，然后用比上次设定的冷却温度高 4℃ 或其他更高的温度重新进行测定，直至某温度时能使液面位置有移动为止；当液面位置有移动时，从套管中取出试管，并将试管重新预热至试样能够完全充分流动，然后用比上次设定的冷却温度低 4℃ 或其他更低的温度重新进行测定，直至某温度时能使液面位置停止移动为止。

(7) 找出液面位置从不移动到移动或从移动到不移动的温度范围之后，采用比不移动的温度高 2℃ 或采用比移动的温度低 2℃，重新进行(4)、(5)步骤，直至确定某温度能使试样的液面不移动而提高 2℃ 又能使液面移动时，取使液面不移动的温度，作为所测试油品的凝点。

2) 注意事项及影响因素

(1) 待测油样含水超过标准允许范围之内时，过多的水分会在 0℃ 结冰，影响油样流动，使测定结果偏高，所以应首先进行脱水。

(2) 当实验过程中的冷却温度低于 -20℃ 时，重新测定中应将装有试样和温度计的试管放在室温中，待试样温度升高到 -20℃ 后，才可将试管浸在浴槽中加热。

(3) 每次观察完试管内液面是否有移动迹象后，一定要将试样重新加热至完全溶解状态，再进行下一步实验。

(4) 温度计在试管内的位置要固定好，否则温度计活动会搅动试样使蜡晶网络不易形成，导致测定结果偏低。

(5) 实验冷却设定温度与油样预期凝点的温差不宜过大，否则冷却迅速，油品中的石蜡来不及形成较大的网状骨架，而形成很多小结晶，导致测定结果偏低；温差也不宜过小，否则往往会长测定时间，使结果偏高。

2. 倾点测定

1) 实验步骤

(1) 与测定油品凝点一样，先用相同的实验方法准备待测试样。

(2) 将试样按标注刻线的量转入试管，用插好温度计的软木塞紧紧塞住试管，并调整位置使温度计和试管在同一轴线上，试样液面浸没温度计水银球。

(3) 预估试样的倾点范围，并对试样进行预处理：

试样倾点高于 33℃ 时：在不搅动试样的情况下，连同试管将试样放入 (48 ± 1)℃ 的浴槽中加热至高于预期倾点温度大约 9℃，按步骤(4)继续实验。

试样倾点低于 -33℃ 时：按同样方法加热试样，再放入 (7 ± 1)℃ 的浴槽中冷却至 (15 ± 1)℃，换用低倾点温度计，按步骤(4)继续实验。

试样倾点在 $-33 \sim 33$ ℃ 时：按同样方法加热试样，在室温中冷却试样至 (36 ± 1) ℃，按步骤(4)继续实验。

(4) 清洁并干燥圆盘、垫圈和套管内外，将圆盘放在套管的底部，垫圈放在距试管内试样液面上方约 25 mm 处，试管放入套管内。

(5) 设定冷却浴温度在 $-1 \sim 2$ ℃，将带有试管的套管稳定安装在冷却浴的垂直位置上，使套管露出冷却介质液面不大于 25 mm。

(6) 试样开始冷却，每当温度计读数为 3℃ 倍数时，小心取出试管，倾斜观察试管内试样是否流动，如果流动，迅速放回，继续实验。

(7) 若温度已降到 9 ℃，试样仍然流动，则设定冷却浴温度为 $-18 \sim -15$ ℃；若温度已降到 -6 ℃，试样仍然流动，则设定冷却浴温度为 $-35 \sim -32$ ℃，依次类推，测定极低倾点时冷却浴温度的降温幅度大约为 17 ℃，然后再按(5)、(6)步骤实验。

(8) 当倾斜试管观察到试样不流动时，立即将试管放在水平位置上，仔细观察试样表面，若在 5s 内还有流动，则立即放回，待再降低 3℃ 时，重复进行流动试验。直到试管保持水平位置 5s 而试样无流动时，记录此时观察到的温度计读数。

(9) 所记录温度计读数加 3℃ 作为测定油品的倾点结果。

2) 注意事项及说明

(1) 试样冷却过程中，避免搅动试样或晃动温度计，因为对石蜡结晶网有任何扰动都会导致结果偏低或不真实。

(2) 对于深色油、汽缸油和非馏分燃料油按上述步骤测得的结果属于最高(上)倾点。如有需要，可在搅拌的情况下加热试样到 (105 ± 1) ℃，并倒入试管，如前所述冷却至 (36 ± 1) ℃，再按上述步骤测得的便是最低(下)倾点。

五、实验报告

将两次重复实验测取的平均值作为所测油品的凝点或倾点结果，按表 1-3 示例进行报告。

表 1-3 油品凝点及倾点测定结果报告表

油品类别或名称	凝点, ℃			倾点, ℃		
	第 1 次	第 2 次	平均值	第 1 次	第 2 次	平均值

第三节 原油中胶质、沥青质及蜡含量测定

一、实验目的及意义

原油中胶质、沥青质及蜡的含量能够反映原油的基本性质，是决定原油流变性的三个关键因素，测定各组分在原油中的含量，对于指导和评价原油输送工艺技术，选择原油加工方

案均具有重要的意义。

二、实验方法及原理

胶质、沥青质是原油中含元素种类最多、结构最复杂、相对分子质量最大的一部分物质，除含有碳、氢元素外，还含有硫、氮、氧等元素，成分不够固定，热稳定性差，性质差异大，是多种物质的综合体。目前，一般根据胶质、沥青质在不同溶剂中的溶解度差异和不同吸附剂对它们的吸附能力不同，以及其他物理性质的差异进行区分。原油中所含碳氢化合物的相对分子质量变化很大，由于碳氢化合物的相对分子质量和分子结构的变化，其熔解和沸腾温度的变化范围也很大，当温度降低时，一些白色片状或带状结晶从原油中析出，这一析出物称为石蜡。石蜡分子的碳原子数为 16 ~ 35，即 $C_{16} \sim C_{35}$ ，相对分子质量约为 300 ~ 450，单个固态石蜡的熔点约为 30 ~ 70℃，固态石蜡的密度约为 0.865 ~ 0.940 g/cm³。以高沸点结晶烃（其中包括环烷族烃、芳香烃和异构烷烃）占多数的固态烃类混合物则称为地蜡。地蜡分子中碳原子数约为 36 ~ 55，即 $C_{36} \sim C_{55}$ ，相对分子质量约为 500 ~ 730，它的熔点约为 60 ~ 90℃，它的构成更为复杂。固态石蜡和地蜡易溶于液态烃类化合物中，其溶解度与温度有关，当温度降低时，石蜡在甲烷族中的溶解度将急剧下降。

原油中的胶质具有抗凝作用，会影响蜡的结晶，并与蜡一起沉淀，因此，在测定蜡的含量之前，需先除去胶质。除去胶质的方法有两类：一类是快速蒸馏法；另一类是吸附法。两种方法所测结果不同，一般吸附法测得的含蜡量要高于蒸馏法，原因是快速蒸馏在除去胶质时，可能会有部分蜡在高温蒸馏时受热裂化成小分子。蒸馏法又称霍特（Holde）法，国外至今仍在使用，可用于数据的对比。吸附法所用的吸附剂，以前多为硅胶，近年来采用效果更好的氧化铝。氧化铝吸附法测定沥青质、胶质和蜡含量，需要两份试样，其中一份试样用正庚烷沉淀出沥青质，并用正庚烷回流除去沉淀中夹杂的油蜡及胶质后，用苯回流溶解沉淀，除去溶剂，得到沥青质的含量；另一份试样经氧化铝吸附色谱分为油加蜡及沥青质加胶质两部分，其中油蜡部分以苯—丙酮混合物为脱蜡溶剂，用冷冻析出法测定蜡含量，而从沥青质加胶质中减去沥青质含量，便得到胶质含量。测定流程如图 1-5 所示。

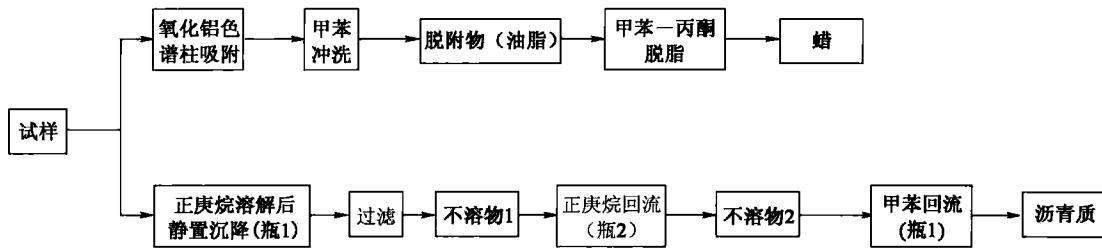


图 1-5 原油中胶质、沥青质及蜡含量测定流程

三、实验仪器及材料

玻璃吸附柱；沥青质含量测定器；蜡含量测定器：滤板孔径 20 ~ 30 μm；吸滤真空泵；电热恒温水浴；油浴；烘箱；干燥器及分析天平等，如图 1-6 ~ 图 1-8 所示。