



石油技工学校试用教材

水质分析与原油化验

李 平 郭以政 编



(北京)

22

5

石油工业出版社

100670

TE622

006

石油技工学校试用教材

水质分析与原油化验

李 平 郭以政 编



00960144



石油工业出版社

(京)新登字 082 号

内 容 提 要

本书结合我国输油生产实际,介绍了在生产中使用的分析化验方法和有关水质分析和原油化验的基础知识,同时也介绍了化验室的有关常识和操作方法。适用于作输油专业的技校学生、培训技术工人的教材,也可供有关人员阅读参考。

62 011 1.1 5+ 5

7751/05

石油技工学校试用教材

水质分析与原油化验

李 平·郭以政 编

石油工业出版社出版

(北京安定门外安华里二区一号楼)

北京门头沟妙峰山印刷厂排版

北京顺义燕华印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

787×1092毫米 32开本 5印张 2插页 108千字 印3,001—7,000

1989年11月北京第1版 1993年7月北京第2次印刷

ISBN 7-5021-0348-1/TE·338

定价: 3.45元

前 言

本书是根据中国石油天然气总公司劳资部（原石油工业部劳资司）1984年审定的石油技工学校输油专业“化学及油水分分析教学大纲”中油水分分析的教学要求与教学内容进行编写的。近年来，随着输油生产的不断发展，化验分析工作的重要性充分地显示出来。输油工人需要既懂化验分析专业的基本知识，又能够准确进行分析测定。为此，我们编写了这本技工教材。

本教材的第二章及学生实验一、二、三、四，由东北输油管理局技工学校郭以政编写，并为第一章的编写提供了部分材料；第一章、第三章及学生实验六、七、八、九由华东输油管理局技工学校李平编写。在教材审定过程中，东北输油管理局技工学校肖学诗对全书提出了许多宝贵意见，在此表示感谢。最后全书由李平统稿。

书中多处引用我国有关规定标准，今后标准如有修订应以最新版本为准。

由于编者水平有限，参考资料不多，书中定会出现许多不妥之处或谬误，希望读者批评指正。

编者

1988.8

目 录

第一章 化验分析的一般知识和基本操作	(1)
第一节 试样的采取和制备	(1)
第二节 化验室常用玻璃仪器及其洗涤	(2)
第三节 天平	(5)
第四节 容量分析的基本操作	(16)
第五节 溶液的配制及浓度计算	(24)
第六节 化验室的管理	(30)
第七节 分析误差和数据处理	(33)
第二章 水质分析	(47)
第一节 概述	(47)
第二节 硬度的分析	(58)
第三节 碱度的分析	(65)
第四节 氯离子的分析	(73)
第三章 原油化验	(78)
第一节 有机化学基础知识	(78)
第二节 原油的化学组成	(91)
第三节 原油的某些物理化学性质	(97)
第四节 石油产品	(105)
第五节 原油化验知识	(109)
学生实验	(115)
实验一 分析天平的使用	(115)
实验二 容量分析器皿的准备和使用	(116)
实验三 硬度的测定	(117)
实验四 碱度的测定	(122)
实验五 水中氯离子的测定	(126)
实验六 原油密度的测定	(129)

实验七	原油水分的测定	(135)
实验八	原油凝固点的测定	(141)
实验九	原油运动粘度的测定(逆流法)	(146)

附录

附表1 石油视密度修正值表

附表2 原油20°C的平均密度系数

第一章 化验分析的一般知识和 基本操作

第一节 试样的采取和制备

1. 采样的重要性

试样的采取各有关部门都制订有严格的操作规程。就一般而言，在实际工作中化验的物料是大量的，而化验所称取的分析试样却是很少的，为使分析结果能代表全部物料的平均组成，所以必须作到分析的试样要有代表性。此外，采样误差常大于分析误差，所以正确掌握采样和制样方法是十分重要的。否则下一步分析化验再准确也是枉然。

2. 采样的方法

通常遇到的分析试样，归结起来有固体、液体、气体三种形态。按试样中各组分的分布情况看，有分布比较均匀和分布不均匀之分。分析的试样不同，采取和制备试样的方法也不同。步骤和细节由国家标准和专业技术标准详细规定。

水质分析中所需要的水样，其组成比较均匀、任意取一部分或稍加混合后取一部分，即成为具有代表性的分析试样。由于各种水的性质不同，水样的采取方法也不同。一般对确定物理性质与化学成分分析用的水样有2升即可。当水样中油类或其它有机物的含量较多时，以玻璃瓶盛放为宜；当测定微量金属离子时，采用聚乙烯塑料瓶为宜。

采样瓶一定要洗得很干净，并且在采样前用水样至少冲洗3次，采集水样时，只须将水龙头或泵打开。放水数分钟，使积留在水管中的杂质冲洗掉。采样时，水要缓缓流入

样瓶，不要完全装满，应留有一点空间，以防水温改变时瓶塞被挤掉。

水样采集后应及时化验，保存时间愈短，分析结果则愈可靠。

有关原油试样的采取方法将在第三章中讲述。

第二节 化验室常用玻璃仪器及其洗涤

一、常用玻璃仪器

化验室的玻璃仪器很多，我们主要介绍与本课有关的一般通用的玻璃仪器。

(1) 烧杯 主要用于配制溶液、溶解试样等。

(2) 锥形瓶 主要用于加热处理试样和进行容量分析滴定。

(3) 圆底烧瓶 主要用于加热及蒸馏液体。

(4) 圆底蒸馏烧瓶 主要用于蒸馏；也可用作少量气体发生反应器。

(5) 洗瓶 主要用于装纯水洗涤仪器；也可用于装洗涤液洗涤沉淀物。

(6) 量筒、量杯 用于粗略地量取一定体积的液体。

(7) 容量瓶（量瓶） 用于配制准确体积的标准溶液或被测溶液。

(8) 滴定管 用于容量分析滴定操作。

(9) 移液管 用于准确地移取一定体积的液体。

(10) 直管吸量管 用于准确地移取各种不同量的液体。

(11) 称量瓶 用于测定水分或称量基准物、样品。

(12) 试剂瓶、细口瓶、广口瓶、下口瓶 用于存放液体试剂；广口瓶用于装固体试剂；棕色瓶用于存放见光易分解

的试剂。

(13)滴瓶 用于装需滴加的试剂。

(14)漏斗 长颈漏斗用于定量分析，过滤沉淀；短颈漏斗用作一般过滤。

(15)分液漏斗 用于分开两种互不相溶的液体。

(16)冷凝管 用于冷却蒸馏出的液体。

(17)表面皿 用于盖烧杯及漏斗等。

(18)研钵 用于研磨固体试剂及试样等。

(19)水分测定器 用于原油中水分的测定。见实验七。

(20)凝点测定器 用于原油的凝点测定，见实验八。

(21)原油逆流粘度计 用于原油运动粘度的测定，见实验九。

二、玻璃仪器的洗涤

1. 洁净剂及使用范围

最常用的洁净剂是肥皂。肥皂液、洗衣粉、洗液、有机溶剂等。肥皂、肥皂液、洗衣粉、去污粉，用于可以用刷子直接刷洗的仪器，如烧杯、锥形瓶、试剂瓶、量筒等。洗液多用于不使用刷子的仪器，如滴定管、移液管等，也用于洗涤长久不用的杯皿、器具和刷洗不下的结垢。用洗液洗涤仪器，是利用洗液本身与污物起化学反应的原理，将污物去除。因此要用浸泡法，需浸泡一定时间，使其有一定的机会充分起反应。有机溶剂是借助能溶解油脂的作用洗除油渍；借助某些有机溶剂能与水混合并挥发快的特性，冲洗掉仪器中滞留的水分。甲苯、汽油等均可洗油垢。酒精、乙醚可以冲洗刚洗净而带水的仪器。

2. 洗涤液（洗液）的制备及使用注意事项

(1)强酸氧化剂洗液 它是用20g重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)

和400ml密度为 1.84g/cm^3 的浓硫酸(H_2SO_4)配成。配制方法是取一定量的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 先约1~2倍的水加热溶解,稍冷后,将工业品浓硫酸所需体积数缓缓加入 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 水溶液中(千万不能将水或 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液加入浓 H_2SO_4 中!),边倒边用玻璃棒小心搅拌,并注意不要溅出,混合均匀,待冷却后装入洗液瓶中。洗液瓶要加盖,避免硫酸吸水减弱洗涤能力。使用时不要溅到身上。洗液倒入要洗的仪器中,应该使仪器周壁全部浸泡过洗液后稍停一会再倒回洗液瓶内。废水应倒入废液缸中,若倒入水池里时,要边倒边用大量的水冲洗,以免腐蚀水池和下水管道。

(2)碱性洗液:常用的碱性洗液有:碳酸钠液(Na_2CO_3 ,即纯碱)、碳酸氢钠液(NaHCO_3 ,小苏打)、磷酸钠液(Na_3PO_4 ,磷酸三钠)等。个别难洗的油污器皿也有用氢氧化钠(NaOH)液的。碱洗液浓度一般都在5%左右。

碱洗液用于洗涤有油污物的仪器,用此洗液是采用长时间(24小时以上)浸泡法,或者浸煮法。从碱液中捞出仪器时,要戴医用乳胶手套,切忌用手直接拿取,以免烧伤。

(3)有机溶剂 对带有油脂性污物较多的器皿,可以用汽油、甲苯、二甲苯、丙酮、酒精、乙醚等有机溶剂擦洗或浸泡。但用有机溶剂作为洗液浪费较大,因此能用刷子洗刷的大件仪器尽量采用碱性洗液。只有无法使用刷子的小件或特殊形状的仪器才使用有机溶剂洗涤。

此外还有碱性高锰酸钾洗液、纯酸(HCl 、 H_2SO_4 、 HNO_3)、纯碱(NaOH 、 KOH)洗液。

3. 洗涤玻璃仪器的方法和要求

一般地说,要求数据不太精密和定性的实验工作中,如配制一般浓度的和精密度要求不高的试剂;只要仪器用洗液或

肥皂、去污粉洗净后，用自来水冲洗净洗涤剂，再用蒸馏水冲洗1~2次即可。如果是定量分析实验，要求精密度高，应严格按一定操作来洗刷仪器，具体操作如下：

洗刷仪器时，应首先将手用肥皂洗净，免得手上的油污附在仪器上，增加洗刷的困难。如仪器长久存放附有尘灰，先用清水冲去，再按要求用洁净剂洗刷和洗涤。如采用去污粉，可用刷子蘸上少量去污粉，将仪器内外全刷一遍，再边用水冲、边刷洗至肉眼看不见有去污粉时，用自来水冲洗3~6次，然后用蒸馏水冲三次以上。一个洗干净的玻璃仪器应该以挂不住水珠为准。

复 习 题

1. 用于量取液体体积的常用玻璃仪器有哪些？区别其用途。
2. 洗液分为哪几种？
3. 在铬酸洗液的制备过程中应注意些什么？
4. 玻璃仪器应如何洗刷？判断一件玻璃仪器是否洗干净的标志是什么？

第三节 天 平

天平是化验室最主要最常用的仪器之一。分析化验工作常需要准确称量一些物质，称量的准确度直接影响测定的准确度和精密度。所以，我们要正确地掌握天平的使用方法，学会准确地称量物质。我们常见的天平按结构分有托盘天平、阻尼分析天平、部分机械加码的电光天平；按用途分有工业天平、分析天平、精密天平、标准天平等。

分析天平是定量分析中最重要的仪器之一，分析结果的

精确度与称量的准确度有密切的关系。因此进行化验分析必须首先掌握分析天平的构造性能和使用方法。

1. 分析天平称量原理

分析天平在定量分析中称量的精确度一般可达0.001g或

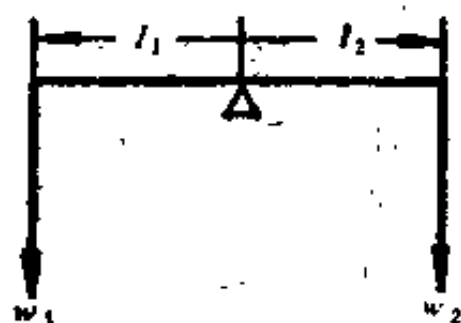


图 1-1 等臂天平原理

0.0001g。分析天平是根据杠杆原理设计制造的。图1-1为等臂天平示意图， l_1 等于 l_2 ，将质量为 m_1 的被称量物体和质量为 m_2 的砝码分别放在天平的左右称盘上，当达到平衡时，根据杠杆原理，支点两边的力矩相等，则

$$w_1 l_1 = w_2 l_2$$

(w_1 、 w_2 分别为 m_1 、 m_2 的重量)

因为 $w_1 = m_1 g$

$w_2 = m_2 g$ (g 为重力加速度)

所以 $m_1 g \times l_1 = m_2 g \times l_2$

即 $m_1 = m_2$

由此可知，在天平上称量时，测得的不是物体的重量，而是物体的质量。

2. 分析天平的构造

下面只介绍两种常用的分析天平的构造：

(1) 电光分析天平 图1-2为双盘电光分析天平，也是目前一般化学实验中使用较多的半机械加码电光天平。它的主要部件是由铝铜合金制成的横梁。梁上装有三个三角棱柱形的玛瑙刀。中间的一个刀口向下，称为支点刀，工作时它的刀刃与一个玛瑙水平板接触。是天平的支点。梁的两侧

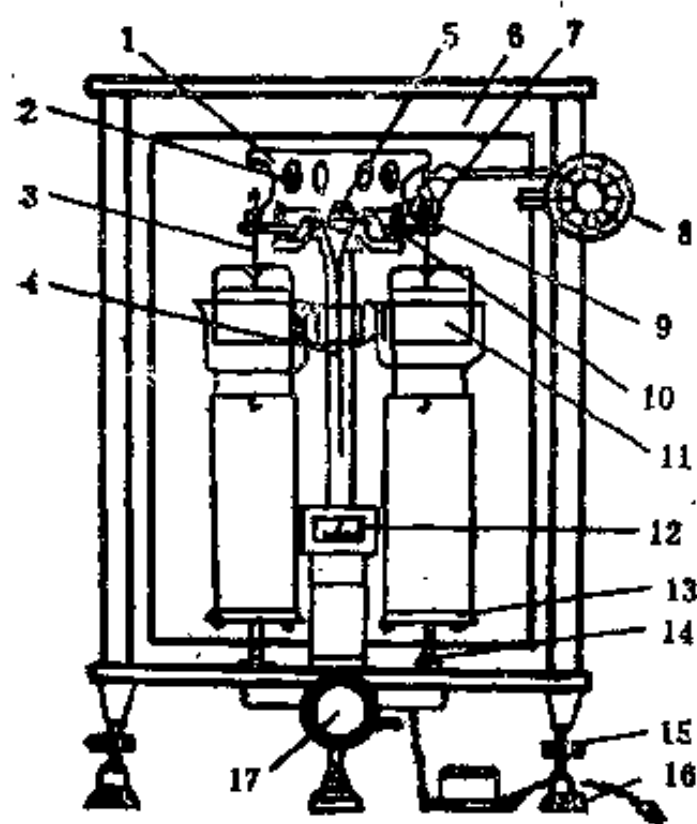


图 1-2 电光半机械加码阻尼天平

1—天平梁；2—平衡调节螺丝；3—吊耳；4—指针；5—支点刀；6—框罩；7—环码；8—指数盘；9—支柱；10—托叶；11—阻尼器；12—投影屏；13—盘；14—盘托；15—天平足；16—垫脚；17—升降旋钮

各有一个刀口向上的刀，支承着两个称盘，称为承重刀。

承重刀上面分别挂有两个吊耳（蹬），吊耳下面各挂一个称盘。可分别放砝码和被称物。为了使天平尽快停止摆动，在吊耳下面分别安装了阻尼器，阻尼器是由内外两个互相套合而又不接触的铝制圆筒组成的。外筒固定在中央支柱上，内筒挂在吊耳钩上，两筒保持一定间隙，没有摩擦。当横梁摆动时，内筒也随着上下摆动，由于空气的阻力增大，使天平梁较快地停止摆动而达到平衡。以加快称量速度。天平关闭时旋转下部的旋钮使托叶上升托起横梁，所有

刀口便都悬空。

在天平梁的正中间有一根指针，在指针的下端装有一个透明的微分标尺，称量 10mg 以下的质量就是利用光学读数装置观察这个标尺的移动情况（即指针倾斜程度）来确定。

在转动旋钮开启天平的同时，天平下后方光源座中的小灯泡便立即亮了。灯光经过聚光管，透过微分刻度标尺，再经放大，反射，刻度便在投影屏上显示出来。微分标尺上刻有十大格，每一大格相当于 1mg ；每一大格又划分为十小格，每一小格相当于 0.1mg ，所以在投影屏上可直接读出 $0.1\sim 10\text{mg}$ 的质量。

用半机械加码电光分析天平称量时， 1g 以上的砝码直接加在右盘上， 1g 以下 10mg 以上的质量，靠旋转指数盘，在右边的承码架上增、减圈码来表示。如果大、小砝码都通过指数盘的转动来加减，这种天平称为全机械加码电光分析天平，也就是全自动电光分析天平。

天平是装在一个玻璃箱罩内，箱罩主要起到保护天平的作用。同时在称量时，减少外界温度、空气流动、人呼吸等的影响。箱下有三支脚，前面两个是供调整天平水平位置的螺旋脚，三支脚都放在垫脚上。

在中央支柱上装有水平泡（水平仪），借水平调节螺丝使天平达到水平状态。

（2）空气阻尼式天平 阻尼天平除了不具备机械加码系统和光学读数系统之外，其他主要部件都与电光分析天平相同，见图1-3。阻尼天平的指针下端没有微分刻度标尺，而在指针下端的后面，装有一块刻度标牌。指针在刻度标牌前所指示的位置即表示天平梁的倾斜程度。在天平梁上面还装有游码标尺。 10mg 以下的质量，可借游码在标尺上移动位

置达到平衡。

(3) 砝码 每部分析天平都配有一套(盒)精致而准确的砝码,见图1-4,最小的砝码重为10mg,最大的为50g(少数的为100g)。

每个砝码在盒内都有固定的位置,不得随便放置。取砝码时只能用砝码镊子夹取,不能用手直接拿砝码。

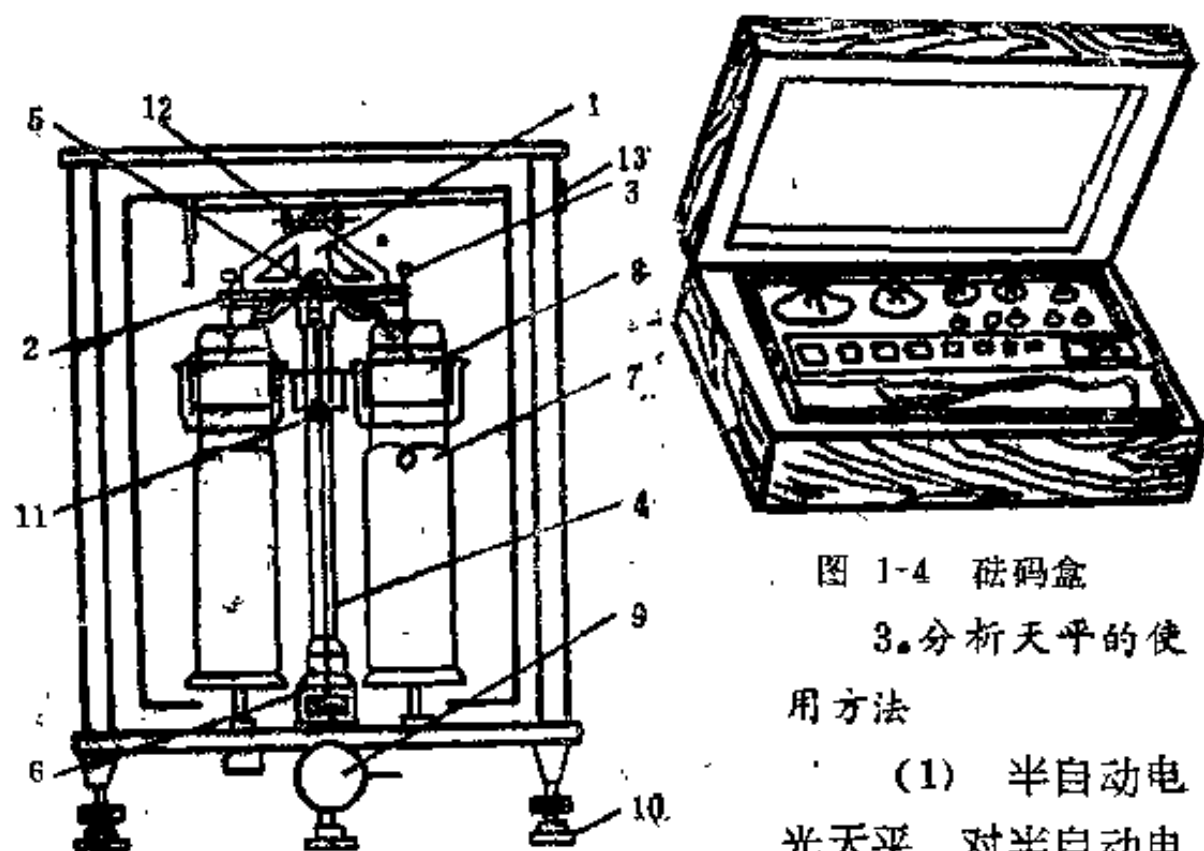


图 1-3 空气阻尼式天平

1—天平梁, 2—游码标尺, 3—吊耳,
4—指针, 5—支点刀, 6—刻度标牌,
7—盘, 8—阻尼器, 9—升降旋钮,
10—垫脚, 11—感量调节圈, 12—平
衡调节螺丝, 13—游码操纵杆

图 1-4 砝码盒

3. 分析天平的使用方法

(1) 半自动电光天平 对半自动电光天平的使用方法,分三步介绍如下:

1) 零点的调节: 天平在每次使用前,首先要测定零点,

即不载重的天平停止摆动后(平衡时)指针在标牌上所指的位置。在天平两边均不载重的情况下,慢慢的开启天平,使指针摆动,等指针静止后,读取指针在标牌上所指的

位置，即是零点。若零点与投影屏上的标线不重合，可拨动旋钮下面的扳手，移动一下投影屏的位置，使其重合，若相差较大，可借用平衡调节螺丝调整使其重合，即为电光天平的零点。

2) 灵敏度的调节：天平的灵敏度是指每增加1mg质量使天平指针偏转的格数。在承码架上增加一个10mg圈码时，在投影屏上刻度牌的零点应从标线移至9.9~10.1mg的刻度范围内。如果超出了这个范围，则应调节其灵敏度，使之符合要求。

3) 物体的称量：灵敏度和零点调好后关闭天平。将称量物从侧门放在天平左盘正中。1mg以上的砝码，由砝码盒中加取。1g以下的砝码，通过指数盘加在右盘上的环码支架上。10mg以下重量，从投影屏上指示的分度数读出。根据指针的偏移方向来变换砝码。例如，根据事前在托盘天平上粗称的质量，加30g砝码于右盘正中。开启天平后如果发现指针偏向右方（刻度标牌的零点则偏向标线左方），这说明砝码太轻了，随即关上天平。当增加1g砝码并再开启天平时，如果发现指针仍偏向右方（刻度标牌的零点还偏向标线左方），再次关闭天平。再增加1g砝码开启天平后，如果发现指针偏向左方（刻度标牌的零点偏向右方）。则根据几次称量得知：被称物的质量在31~32g之间。立即关闭天平及右侧门，旋转指数盘，由小到大（或由大到小）地加减圈码。当发现投影屏上标线处于0~10mg之间时，天平平衡后直接读出并记下10mg以下的质量。关闭天平。然后根据右盘中的砝码和图1-5所示的指数盘、投影屏上的读数，便可求出被称物的质量。即：

$$31\text{g} + 0.230 + 0.0016 = 31.2316\text{g}$$

全自动电光天平的使用方法，除大、小砝码全部由指数盘控制加减外，其余与半自动电光天平相同。

(2) 阻尼天平 阻尼天平的使用方法，与半自动电光天平的使用方法大致相同：

1) 零点的测定：天平在没有载重的情况下，慢慢开启天平，等天平停止摆动后，读取指针在天平标牌上所指的位置，即得零点。标牌上刻有20个等分刻度，通常把右边的刻度定为0，中间为10，最左边的刻度是20，见图1-6。读数

时应读到小数点后一位。一般天平的零点应在8~12之间，如果零点不在这一范围之内，可用平衡调节螺丝进行调节。

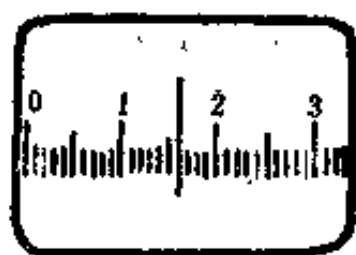
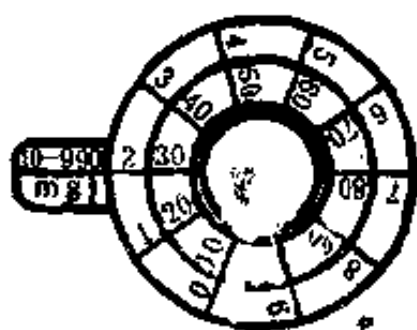


图 1-5 指数盘投影屏

图 1-6 标牌刻度

2) 灵敏度的测定：先测零点。然后将游码向左或向右移动1 mg，慢慢开启天平，等天平停止摆动后，记录其平衡点（零点）。若零点为10.0格，增加1 mg后平衡点为13.0格，则灵敏度为：

$$13.0 - 10.0 = 3.0 \text{ 格/mg}$$

分度值为：

$$\frac{1}{3.0} = 0.33 \text{ mg/格。}$$