

## 石油蜡含油量测定法

GB 3554—83  
~ISO 2908—1974

Petroleum waxes—Determination of oil content

本方法适用于测定石油蜡含油量。蜡的冻凝点要在30℃以上。含油量不大于15%。

注：蜡的冻凝点用 ISO 2707《石油蜡冻凝点测定法》，待建立。目前暂用 GB 2539—81《石油蜡熔点测定法(冷却曲线法)》代替。

对于某些含油量大于5%的蜡，如果油在丁酮中不能完全溶解而分层，则不宜采用本方法。

本方法是将试样溶解于丁酮中，冷却至-32℃，析出蜡，过滤并将滤液中的丁酮蒸出，称重残留油，计算蜡的含油量。

本方法是参照 ISO 2908—1974 制订的，与之等效。

## 1 仪器和设备

1.1 过滤管：包括管式浸液滤器和试管（图1），并用磨口连接。管式浸液滤器按附录A方法测定滤片孔径为10~15微米；试管直径25毫米，长170毫米。

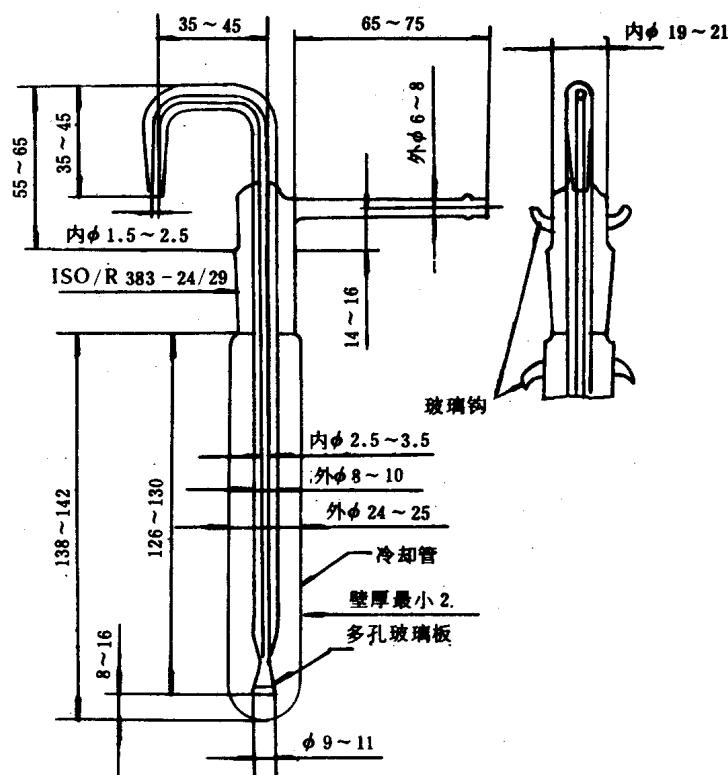


图 1 过滤管

1.2 取样移液管：取液体蜡样  $1 \pm 0.05$  克。

1.3 溶剂移液管： $15 \pm 0.06$  毫升。

1.4 锥形称量瓶：带磨口塞，容量为15毫升。

**1.5 玻璃搅拌棒：**直径约5毫米，长约300毫米，在30~40毫米处稍加弯曲，使之容易接触瓶壁。

**1.6 温度计：**半浸棒式，应符合下列规格。

温度范围  $-37 \sim 21^{\circ}\text{C}$

最小分度  $0.5^{\circ}\text{C}$

长线分度 1和 $5^{\circ}\text{C}$

刻字分度  $5^{\circ}\text{C}$

示值误差 最大 $0.2^{\circ}\text{C}$

膨胀室允许加热温度  $105^{\circ}\text{C}$

浸没深度 76毫米

刻度段全长  $105 \sim 140$  毫米

全长  $350 \sim 355$  毫米

水银球底至 $-37^{\circ}\text{C}$ 线长  $170 \sim 185$  毫米

棒直径  $7.0 \sim 8.0$  毫米

水银球长  $15 \sim 20$  毫米

水银球直径  $6.0 \sim 7.0$  毫米

水银球形状 圆柱形

顶部封口 平顶

试验期间温度计露出部分周围介质的平均温度  $21^{\circ}\text{C}$

**1.7 化蜡烘箱：**能恒温在 $70 \sim 100^{\circ}\text{C}$

**1.8 冷浴：**冷浴孔直径25.4毫米，深度大于130毫米，要能冷至 $-34.5 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 并恒温。

**1.9 蒸发装置：**如图2所示，保证每个喷嘴 $2 \sim 3$ 升/分的洁净空气喷入瓶中，并保持瓶周围的温度为 $35 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

**1.10 空气压缩机：**能为蒸发装置提供稳定足量清洁干燥的空气流。

**1.11 减压阀：**能为过滤器提供均匀流速和适当压力的空气流。

**1.12 分析天平：**准确到0.0001克。为此，天平室要恒温、恒湿。

## 2 溶剂

**丁酮：**用规定方法或相当的方法检验应符合下列规格。为保证丁酮无水，可加入重量比5%的无水硫酸钙，使用前进行过滤。

项 目	指 标	方 法
比 重 ( $20^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$ )	$0.805 \sim 0.807$	准确到三位数的任何方法
色 度	水白色最大1.0	IP 17 (B)
馏 程	$78 \sim 81^{\circ}\text{C}$ 100%	ASTM D1078
酸 度	量大0.003% (重量比) (以乙酸表示)	ASTM D1613
水 分	不大于0.3% (重量比)	ASTM D1364
蒸 发 残渣	蒸 发 4 毫升溶剂剩余残渣不得超过0.0001克	详见本方法3.8
折 光 率 ( $20^{\circ}\text{C}$ )	$1.378 \pm 0.002$	ASTM D1218

注：方法——待溶剂分析建立ISO方法后即行代替ASTM和IP方法号。

## 3 操作步骤

**3.1 取有代表性的试样在洁净的烧杯中熔化，化蜡在化蜡烘箱或水浴上进行，化蜡温度不超过试样**

估计熔点 $20^{\circ}\text{C}$ , 待蜡完全熔化后, 立即充分搅拌并取样, 不要在烘箱中久置, 以防氧化。

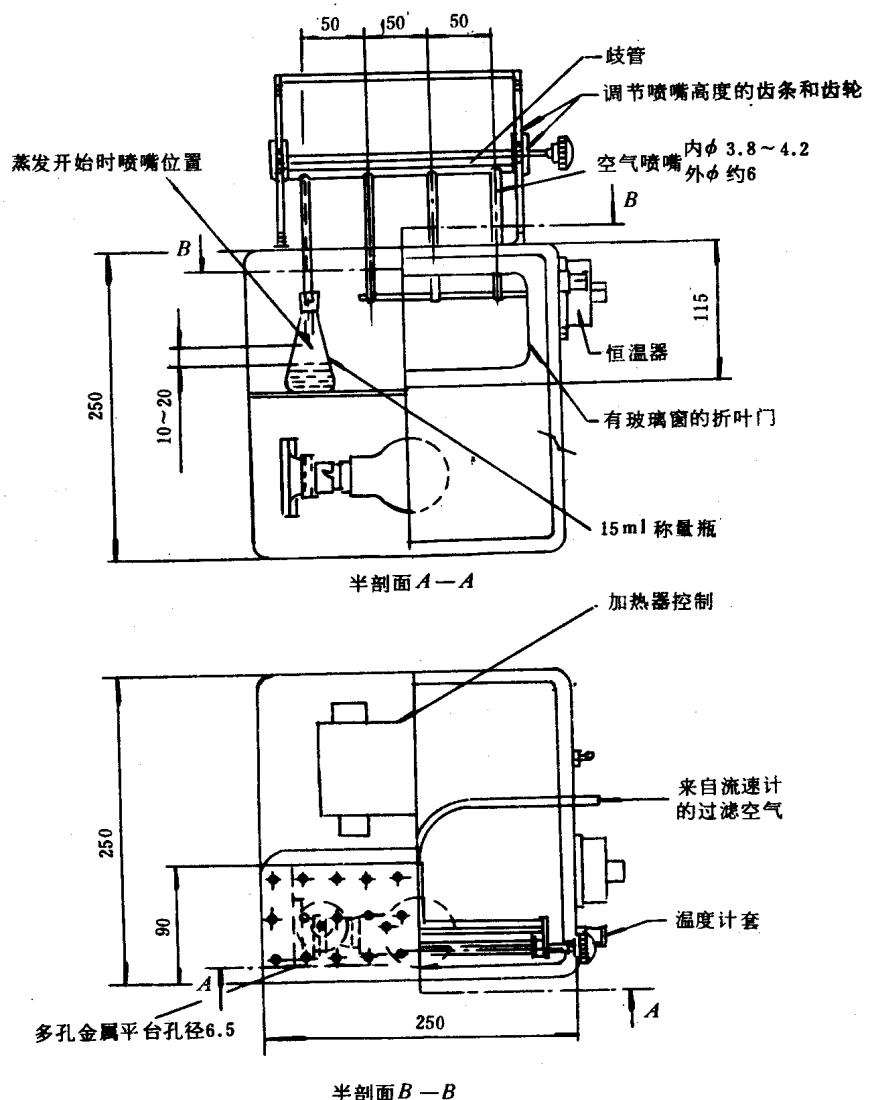


图 2 蒸发装置

**3.2** 用洁净预热过的取样移液管取 $1 \pm 0.05$ 克蜡样, 放入预先称准到 $0.001$ 克洁净干燥的试管中。转动试管使蜡均匀地凝固在试管底部, 待冷却至室温后, 称准至 $0.001$ 克。为使试管不滚动, 可在天平盘上放一试管架。

**3.3** 用溶剂移液管取丁酮 $15$ 毫升于试管中, 在 $80\sim90^{\circ}\text{C}$ 的水浴中迅速加热, 并用玻璃棒搅拌, 使蜡完全溶解在溶剂中, 形成透明溶液(高熔点蜡允许形成均匀的雾状混合液)。不要使丁酮沸腾, 水浴温度较高使蜡溶解迅速, 方能保证溶剂损失在 $1\%$ 以下。

**3.4** 将试管在冰-水中冷却 $10$ 分钟, 使溶液呈糊状, 擦干外部, 称准至 $0.1$ 克, 如果多次称量溶剂重量大于 $11.9$ 克, 则该数值可做为常数使用。这一步骤可以省略。

**3.5** 将试管置于盛有乙醇或其他介质的 $-34.5 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的冷浴中, 先用玻璃棒剧烈搅拌, 防止蜡结块或粘附在管壁, 造成蜡包油。待蜡形成细粒结晶后插入温度计, 在温度计搅拌下使糊状物冷至 $-31.7 \pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 。

**3.6** 在此同时, 将管式浸液滤器用过滤纸包好插入无介质的 $-34.5^{\circ}\text{C}$ 的冷浴中约 $10$ 分钟, 用滤纸迅速擦拭管壁放入取出温度计的试管中, 注意不要因在空气中停留过长在管壁上形成霜层, 插入后磨口

塞密封，并用弹簧或橡皮圈连接玻璃钩。

**3.7** 将空气由空气进入管压入，用预先经丁酮冲洗并用蒸发装置（见图2）干燥称准至0.0001克的称量瓶在滤液喷嘴收集约4毫升滤液，立刻盖上瓶塞，不待升至室温，称准至0.01克，以避免溶剂损失，同时要避免因瓶壁过冷，凝固空气中水分而增加重量。

**3.8** 将不带盖的锥形称量瓶置于恒温 $35 \pm 1$ ℃的蒸发装置（见图2）中，使空气喷嘴与瓶颈同心，喷嘴尖端比液面高 $15 \pm 5$ 毫米，以2~3升/分的流速吹30分钟，移入不带干燥剂的干燥器中。盖上瓶盖、在天平附近静置10分钟称准至0.0001克，重复操作，每次吹5分钟，直至连续两次称重不超过0.0002克为止。要防止因空气湿度过大或因空气中灰尘造成结果偏高。

## 4 计算

石油蜡含油量以重量百分数（X）表示，按下式计算：

$$X = \frac{100 m_1 \cdot m_3}{m_2 \cdot m_4} - 0.15$$

式中： $m_2$ ——蜡样重，克（蜡样加试管减试管重）；

$m_3$ ——溶剂丁酮重，克（溶解蜡样后试管加蜡样加溶剂减去试管加蜡样重，正常操作下溶剂量不少于11.9克，该数值可作为常数使用）；

$m_1$ ——残留油分重，克（称量瓶加残留油分减去称量瓶重）；

$m_4$ ——蒸发溶剂重，克（称量瓶加滤液减去称量瓶加油分重）；

0.15——在-31.7℃时，蜡在溶剂中溶解度的平均校正值。

## 5 精密度

### 5.1 重复性

同一操作者重复试验差值如大于0.06加平均值的8%，应被认为是可疑的。

### 5.2 再现性

两个实验室提供的试验结果，其差值，如大于0.2加平均值的11%，应被认为是可疑的。

## 6 试验结果

取重复试验的平均值作为含油量试验结果，如为负值，则含油量为零。

**附录 A**  
**滤器孔径测定法**  
**(补充件)**

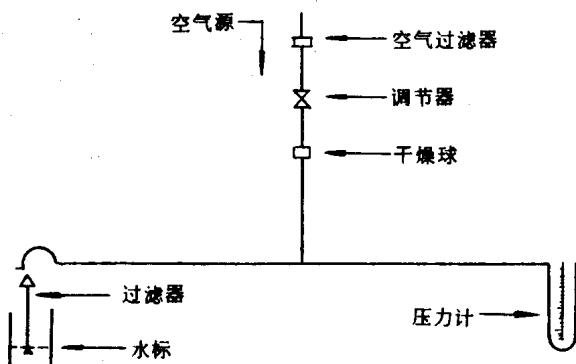
本方法用来检验管式浸液滤器是否合格。方法是将滤器洗净并用水润湿、浸没在水中，对滤器上表面施加空气压力。直到第一个空气泡通过滤器。用水的表面张力和施加的压力计算孔径。

#### A.1 仪器

- A.1.1 压力计，装有水银并读准到0.5毫米。
- A.1.2 针形阀式空气压力调节器。
- A.1.3 空气源，清洁并经过滤。

#### A.2 试验步骤

- A.2.1 将滤器浸泡在浓盐酸内清洗，再用蒸馏水洗涤，丙酮淋洗后空气干燥，再放在105℃烘箱中30分钟。
- A.2.2 将洁净滤器浸泡在蒸馏水中润湿。
- A.2.3 按图所示安装仪器，从一清洁空气源慢慢施加压力。



检验滤器孔径仪器安装图

- A.2.4 要使滤器低于水的表面，滤片上的水层要尽量减少。
- A.2.5 升高空气压力到低于估计气泡穿过压力10毫米汞柱，然后以每分钟约3毫米汞柱的速度缓慢增压，直到第一个气泡通过滤器，记下第一个气泡离开滤器时的压力。为便于观察，水杯底可放一面镜子。

#### A.3 计算

按下式计算孔径

$$D = \frac{2180}{P}$$

式中：D —— 孔径，微米；

P —— 压力计读数，毫米汞柱。

用上式计算出10~15微米的相应压力为218~145毫米汞柱。在这一压力范围内的滤器即认为合格。

GB 3554-83

---

附加说明：

本标准由中华人民共和国石油工业部提出，由抚顺石油炼制研究所归口。

本标准由抚顺石油炼制研究所负责起草。

本标准主要起草人杨令儒。