

抽提-微库仑法测定原油水含量

李玉书¹ 李晓东² 乔美娟²

(1.洛阳石化设计研究院;2.洛阳高新开发区双阳仪器有限公司)

摘要：本文描述抽提-微库仑法测定原油水含量，操作简单、节省时间和试剂、硫醇对原油水含量的测定没有干扰。

关键词：原油 水含量 微库仑法 卡尔费休试剂

一 前言

测定原油水含量的方法有蒸馏法[1]和基于卡尔费休试剂的容量法[2]与微库仑法[3]，前者设备简单，但操作极其麻烦，后者操作简单，但硫醇有干扰。

本文提出用乙二醇抽提原油中的水分，再用微库仑法测定抽提液中水分后换算成原油水含量，可以消除硫醇硫的干扰，可测量原油中0.02%—12%的水含量。

二 实验条件和方法

1. 仪器：

- 1.1 LC-4 原油水含量测定仪。[洛阳高新开发区双阳仪器有限公司生产]
- 1.2 混合器：[洛阳高新开发区双阳仪器有限公司生产]。
- 1.3 旋涡混合器：一台。
- 1.4 螺纹试管：用于抽提，直径 11×110。
- 1.5 试管炉：一台。
- 1.6 离心机：一台。
- 1.7 取样和进样注射器：2ml 一支。

2. 试剂

- 2.1 无吡啶卡尔费休试剂[洛阳高新开发区双阳仪器有限公司生产]，专用于原油水含量的测定。
- 2.2 二甲苯：分析纯，水含量小于0.01%。
- 2.3 乙二醇：分析纯，水含量小于0.01%。
- 2.4 辛硫醇：化学纯，水含量小于0.0005%。

3. 试验方法：

- 3.1 基本操作步骤：基本操作步骤与资料[3]描述的一致。
- 3.2 确定抽提条件与效率：在螺纹试管内，加入不同量的脱水乙二醇、二甲苯、辛硫醇或油样，加盖后，加热到不同温度，混合不同时间，离心分离后，测量乙二醇和上层油样中水含量，就可确定抽提条件和效率。
- 3.3 测定各种各样的原油水含量，确定方法的重复性和适用性，并与直接进样方法测定结果进行比较，确定样品中硫醇硫含量。

三 结果与讨论

1. 抽提条件的确定：在螺纹试管内，加脱水乙二醇 3g 左右，二甲苯(0.5-2)ml，再加入加水或硫醇的油样(0.5-2)g，加盖后，加热到 60℃，混合 3min，离心分离 3min，测量乙二醇中水含量，换算成原油水含量。结果如表 1 和表 2。表 1 数据表明，样品中加入 2% 以上的硫醇硫，对抽提法测定原油水含量没有影响，硫醇硫不进入乙二醇中。表 2 数据表明，测得的水含量与加水后样品水含量基本一致，而在油层中未测得影响计量的水含量，说明原油中的水全部进入乙二醇中。表中原油硫醇硫含量系直接进样和抽提法结果之差乘以 3.57[2]。

表 1 加入硫醇测定结果

原油名称	原油水含量 [抽提法] ($\times 10^{-6}$)	原油硫醇 硫含量 ($\times 10^{-6}$)	加硫醇硫后原油中硫醇 硫含量(%)	抽提法测 定水含量 ($\times 10^{-6}$)	相对偏 差(%)
无原油			21.9	0.00	0.0
胜利原油	692	399	2.59	733	5.92
金门原油	2143	0.0	3.25	2102	-1.91
混合原油	17774	0.0	3.65	17618	-0.88

表 2 加入水分测定结果

原油名称	原油水含量(%)	加水后原油水含量(%)	测定平均值(%) *	相对偏差(%)
旅大原油	0.025	0.9458	0.9708	2.64
胜利原油	0.0653	1.1200	1.174	-4.82
金门原油	0.2834	1.3562	1.3440	-0.90
南阳原油	0.3020	1.3308	1.3421	0.85
天津原油	0.1070	7.891	7.609	-3.57

*6 次的测定平均值

2. 测量结果的重复性和适用性：.表 3 列举了部分原油水含量测量结果的重复性，数据表明，相对标准偏差小于 5%。表 4 列举了抽提法和直接进样的对比数据，数据表明，对于有些样品，两者结果基本一致，说明原油中不含硫醇。而大部分原油都含有少量硫醇。

表 3 原油水含量测定结果

原油名称	原油水含量 ($\times 10^{-6}$)	平均值 ($\times 10^{-6}$)	相对偏差 (%)
胜利厂油	723,639,690,711,733,684,663	692	4.74
金门油	2221, 2166, 2087, 2198, 2043,2140	2143	3.15
南阳原油	2998, 2821, 2961, 2901, 2880,3020	2930	2.60
混合原油	17611,18243,17403,17873,17898,17618	17774	1.51
天津加水油	75155,75515,77205,76983,75765,75900	76087	1.19

表 4 与直接进样结果比较

原油名称	抽提法测量水含量 ($\times 10^{-6}$)	直接进样测量水 含量 ($\times 10^{-6}$)	差值 ($\times 10^{-6}$)	相当的硫醇硫 ($\times 10^{-6}$)
旅大原油	309	280	29	
胜利原油	692	1098	-406	1450
独山子油	4632	4682	-50	179
金门原油	2143	2133	10	
伊朗原油	557	685	-128	457
东明原油	2639	2838	-199	711
天津原油	934	949	-15	54
东营原油	4304	4573	-269	961
委内瑞拉油	3120	3326	-206	736
塔河原油	2698	3018	-320	1143
南阳原油	2930	3137	-207	739
甘肃原油	4721	5378	-657	2347
混合原油	19853	19929	-76	271

四 结 论

1. 基于抽提的微库仑法测定原油水含量，操作简单、节省时间和试剂，可用于含硫醇样品的测定。硫醇的存在对测定原油水含量没有干扰。
2. 与 GB/T 11146-1999 标准方法相比，不要标定滴定溶液，外界环境影响小，操作更简单，试剂更节约。

参 考 文 献

- 1、GB/T 8929—2006 原油水含量测定法[蒸馏法]
- 2、GB/T 11146-1999 原油水含量测定法[卡尔·费休法]
- 3、LC-4 原油水含量测定仪的研制和使用

Determination of water in crude petroleum used microcoulometry based on extraction. Li YuShu¹, Li XiaoDong² Zheng ZhiZhong², (1.Luoyang Petrochemical Design Research institute; 2.Luoyang high-tech development zones Shuangyang Instrument Co., Ltd.)

This article describes the determination of water in crude petroleum used microcoulometry based on extraction. saving time and reagents, operation is simple , mercaptan is no interference on the determination of water in crude petroleum.