

石油产品水分测定法

Petroleum products—Determination of water

本方法适用于测定石油产品中的水含量，用百分数表示。

1 方法概要

一定量的试样与无水溶剂混合，进行蒸馏测定其水分含量并以百分数表示。

2 仪器

水分测定器（图1）：包括圆底玻璃烧瓶1容量为500毫升，接受器2（图2）和直管式冷凝管3长度为250~300毫米。

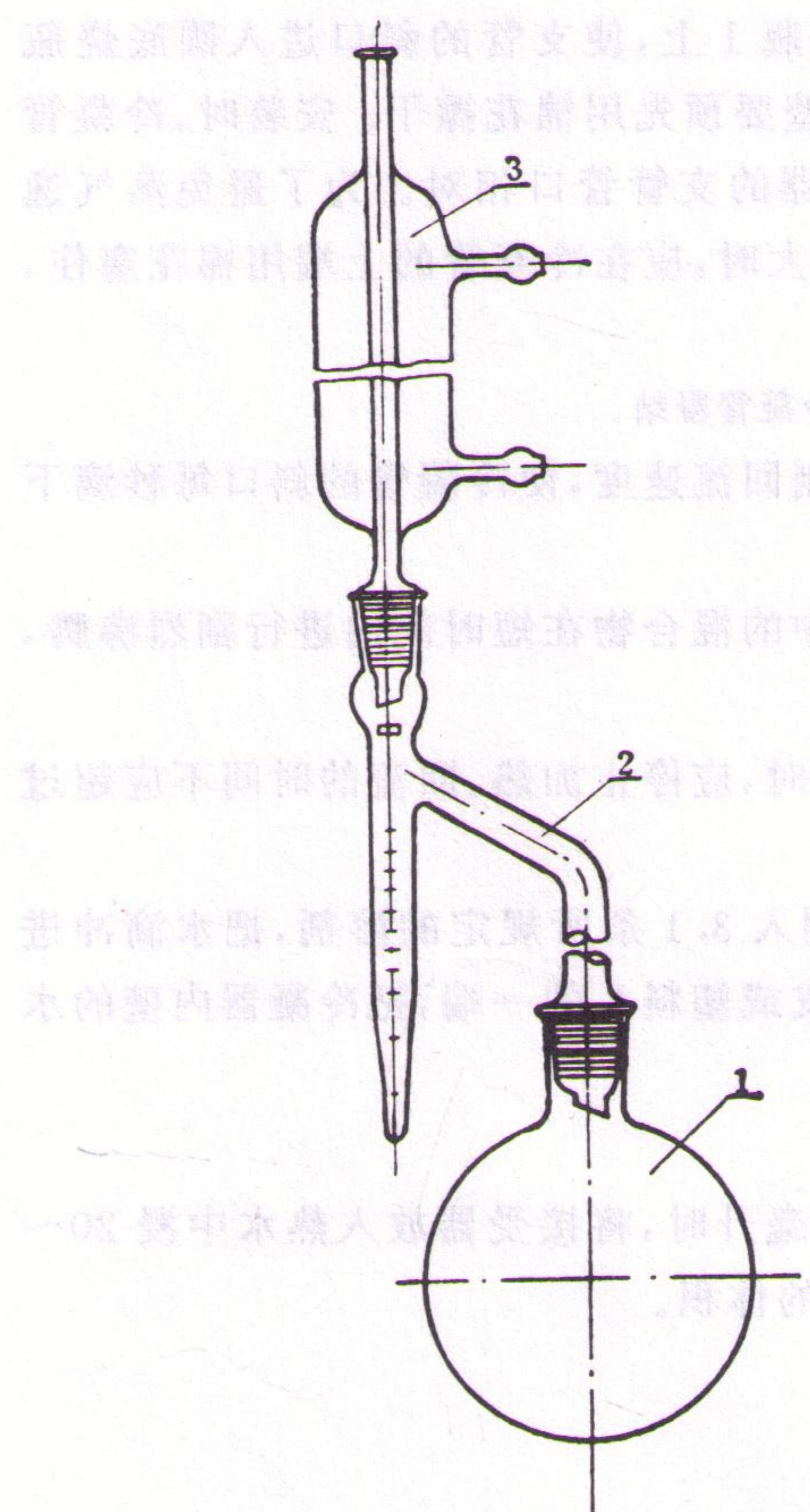


图 1

1—圆底烧瓶；2—接受器；3—冷凝管

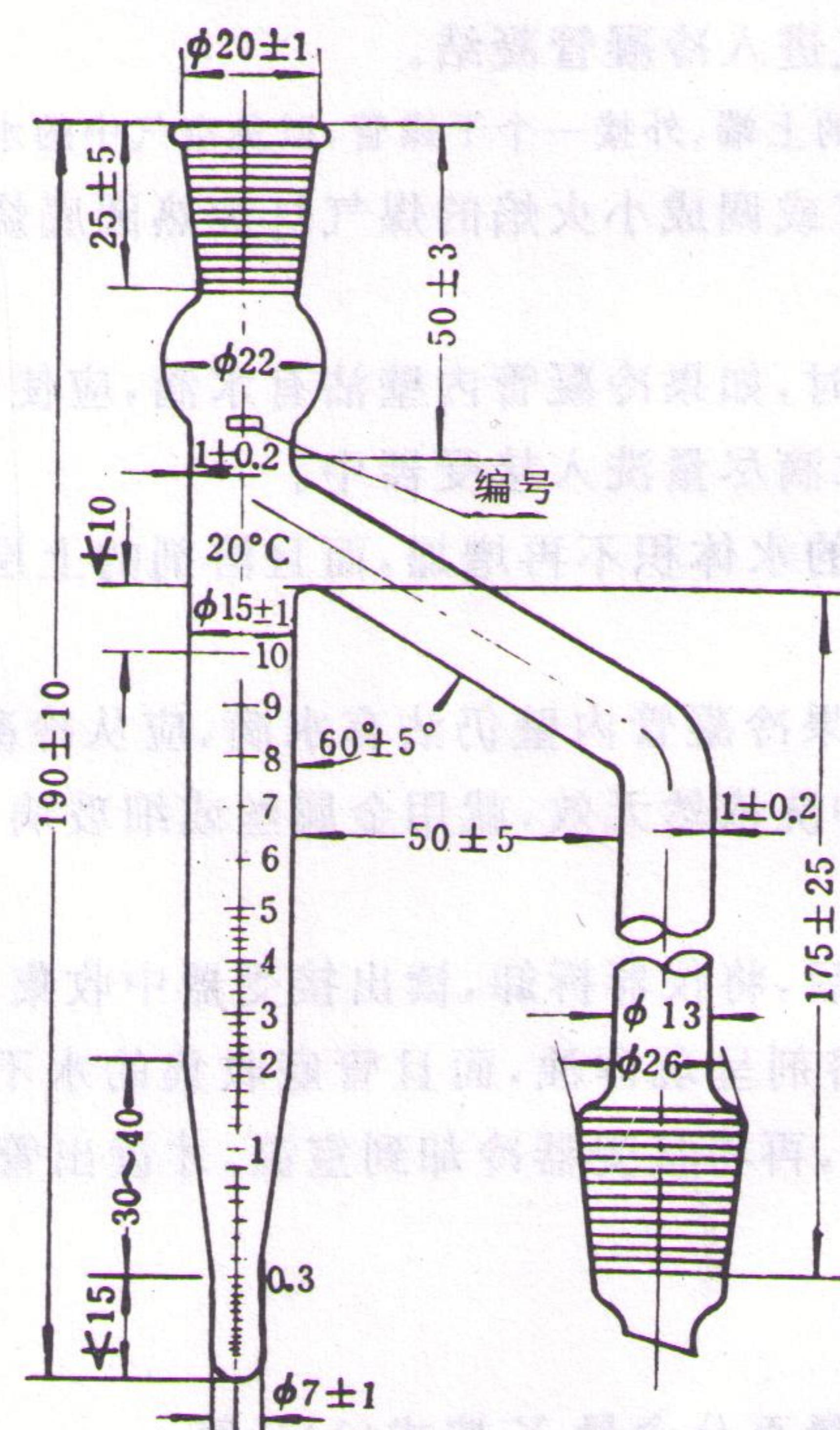


图 2

水分测定器的各部分连接处，可以用磨口塞或软木塞连接（仲裁试验时必须用磨口塞连接）。接受器的刻度在0.3毫升以下设有十等分的刻线；0.3~1.0毫升之间设有七等分的刻线；1.0~10毫升之间每分度为0.2毫升。

3 材料

- 3.1 溶剂:工业溶剂油或直馏汽油在80℃以上的馏分,溶剂在使用前必须脱水和过滤。
- 3.2 无釉瓷片、浮石、或一端封闭的玻璃毛细管,在使用前必须经过烘干。

4 试验步骤

4.1 将装入量不超过瓶内容积3/4的试样摇动5分钟,要混合均匀。粘稠的或含石蜡的石油产品应预先加热至40~50℃,才进行摇匀。

4.2 向预先洗净并烘干的圆底烧瓶1称入摇匀的试样100克,称准至0.1克。

用量筒取100毫升溶剂,注入圆底烧瓶中。将圆底烧瓶中的混合物仔细摇匀后,投入一些无釉瓷片、浮石或毛细管。

注:①粘度小的试样可以用量筒量取100毫升,注入圆底烧瓶中,再用这只未经洗涤的量筒量出100毫升的溶剂。

圆底烧瓶中的试样重量,等于试样的密度乘100所得之积。

②试样的水分超过10%时,试样的重量应酌量减少,要求蒸出的水不超过10毫升。

4.3 洗净并烘干的接受器2要用它的支管紧密地安装在圆底烧瓶1上,使支管的斜口进入圆底烧瓶15~20毫米。然后在接受器上连接直管式冷凝管3。冷凝管的内壁要预先用棉花擦干。安装时,冷凝管与接受器的轴心线要互相重合,冷凝管下端的斜口切面要与接受器的支管管口相对。为了避免蒸气逸出,应在塞子缝隙上涂抹火棉胶。进入冷凝管的水温与室温相差较大时,应在冷凝管的上端用棉花塞住,以免空气中的水蒸气进入冷凝管凝结。

注:允许在冷凝管的上端,外接一个干燥管,以免空气中的水蒸气进入冷凝管凝结。

4.4 用电炉、酒精灯或调成小火焰的煤气灯加热圆底烧瓶,并控制回流速度,使冷凝管的斜口每秒滴下2~4滴液体。

4.5 蒸馏将近完毕时,如果冷凝管内壁沾有水滴,应使圆底烧瓶中的混合物在短时间内进行剧烈沸腾,利用冷凝的溶剂将水滴尽量洗入接受器中。

4.6 接受器中收集的水体积不再增加,而且溶剂的上层完全透明时,应停止加热。回流的时间不应超过1小时。

停止加热后,如果冷凝管内壁仍沾有水滴,应从冷凝管上端倒入3.1条所规定的溶剂,把水滴冲进接受器。如果溶剂冲洗依然无效,就用金属丝或细玻璃棒带有橡皮或塑料头的一端,把冷凝器内壁的水滴刮进接受器中。

4.7 圆底烧瓶冷却后,将仪器拆卸,读出接受器中收集水的体积。

当接受器中的溶剂呈现浑浊,而且管底收集的水不超过0.3毫升时,将接受器放入热水中浸20~30分钟,使溶剂澄清,再将接受器冷却到室温,才读出管底收集水的体积。

5 计算

5.1 试样的水分重量百分含量X按式(1)计算:

$$X = \frac{V}{G} \times 100 \quad (1)$$

式中:V——在接受器中收集水的体积,毫升;

G——试样的重量,克。

注:水在室温的密度可以视为1,因此用水的毫升数作为水的克数。试样的重量为100±1克时,在接受器中收集水的毫升数,可以作为试样的水分重量含量测定结果。

5.2 试样的水分体积百分含量Y按式(2)计算:

式中： V ——接受器中收集水的体积，毫升；

ρ ——注入烧瓶时的试样的密度, 克/毫升;

G——试样的重量，克。

注：量取 100 毫升试样时，在接受器中收集水的毫升数，可以作为试样的水分体积百分含量测定结果。

6 精密度

在两次测定中，收集水的体积差数，不应超过接受器的一个刻度。

7 报告

- 7.1 取两次测定的两个结果的算术平均值,作为试样的水分。

7.2 试样的水分少于 0.03%,认为是痕迹。在仪器拆卸后接受器中没有水存在,认为试样无水。

附加说明:

本标准由中华人民共和国石油工业部提出。

本标准由石油化工科学研究院综合研究所起草。