

ICS 75.040
E 21
备案号: 37610—2012

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 7550—2012
代替 SY/T 7550—2004

原油中蜡、胶质、沥青质含量的测定

Determination of wax, resins and asphaltenes in crude oil

2012—08—23 发布

2012—12—01 实施

国家能源局 发布

目 次

| | |
|----------------------------------|----|
| 前言 | II |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 方法概要 | 2 |
| 5 试剂和材料 | 2 |
| 6 仪器 | 3 |
| 7 取样 | 3 |
| 8 准备工作 | 3 |
| 9 分析步骤 | 5 |
| 10 计算 | 7 |
| 11 精密度 | 7 |
| 12 质量保证和控制 | 8 |
| 13 试验报告 | 8 |
| 附录 A (规范性附录) 通过蒸馏制备原油残油的方法 | 9 |

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 SY/T 7550—2004《原油中蜡、胶质、沥青质含量测定法》，与 SY/T 7550—2004 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“警告”的内容；
- 增加了规范性引用文件“GB/T 6536《石油产品常压蒸馏特性测定法》”、“SY/T 5317《石油液体管线自动取样法》”和“SY/T 6520《原油脱水试验方法 压力釜法》”（见第 2 章）；
- 删除了规范性引用文件中的“GB/T 255《石油产品馏程测定法》”、“GB/T 260《石油产品水分测定法》”和“GB/T 2538《原油试验法》”（见第 2 章，2004 年版的第 2 章）；
- 将“……用甲苯—丙酮（1：1）为脱蜡溶剂……”修改为“……用苯—丙酮（1：1）为脱蜡溶剂……”（见 3.1，2004 年版的 3.3）；
- 增加了“表 1 试样量、24[#] 磨口锥形瓶的规格及正庚烷溶剂用量”（见 9.1.2，2004 年版的 8.1.1）；
- 增加了原油中蜡含量测定样品预处理的内容（见 9.2.1）；
- 将“加入 60mL 甲苯……”修改为“量取 60mL 苯……”（见 9.2.8，2004 年版的 8.2.3）；
- 将“……锥形瓶放入 120℃ 油浴中蒸去大部分溶剂，……在 100℃～110℃ 及 21kPa～35kPa 负压下，保持 60min……”修改为“……锥形瓶放入 90℃～95℃ 水浴中蒸出溶剂，……在 100℃～110℃ 及 53.3kPa～66.7kPa 负压下，保持 60min……”（见 9.2.9，2004 年版的 8.2.4）；
- 将“……用预热至 30℃～40℃ 的石油醚……”修改为“……用 40℃～45℃ 的热石油醚……”（见 9.2.13，2004 年版的 8.2.8）；
- 增加了“质量保证和控制”（见第 12 章）；
- 增加了“试验报告”（见第 13 章）；
- 增加了规范性附录 A “通过蒸馏制备原油残油的方法”。

本标准中沥青质含量测定部分是使用重新起草法参考 ASTM D6560：2000（2005）《原油和石油产品中沥青质（正庚烷不溶物）测定标准试验方法》编制，与 ASTM D6560：2000（2005）的一致性程度为非等效。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国石油天然气标准化技术委员会（SAC/TC 355）油气计量及分析方法分技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：大庆油田工程有限公司、中国石油化工有限公司石油化工科学研究院、中国石油天然气股份公司管道分公司管道科技研究中心。

本标准主要起草人：宋一青、蔺玉贵、李晶森。

本标准代替了 SY/T 7550—2004。

SY/T 7550—2004 的历次版本发布情况为：

—SY/T 7550—2000。

原油中蜡、胶质、沥青质含量的测定

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

1.1 本标准规定了原油中蜡、胶质及沥青质含量的测定方法。

1.2 本标准适用于水含量（质量分数或体积分数）不大于0.5%的原油，对于水含量大于0.5%的原油应进行脱水处理。

1.3 沥青质含量（质量分数）的测量范围为0.5%~30.0%，超出此范围仍然可以使用本标准，但不能保证满足本标准中精密度要求。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法（密度计法）（GB/T 1884—2000，ISO 3675：1998，MOD）

GB/T 4756 石油液体手工取样法（GB/T 4756—1998，eqv ISO 3170：1988）

GB/T 6536 石油产品常压蒸馏特性测定法（GB/T 6536—2010，ASTM D86：2007a，MOD）

GB/T 8929 原油水含量的测定 蒸馏法（GB/T 8929—2006，ISO 9029：1990，MOD）

SY/T 5317 石油液体管线自动取样法（SY/T 5317—2006，ISO 3171：1988，IDT）

SY/T 6520 原油脱水试验方法 压力釜法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

蜡 wax

氧化铝吸附色谱法得到的油蜡组分，用苯—丙酮（1：1）为脱蜡溶剂经冷冻至-20℃结晶析出的组分。

3.2

胶质 resins

预处理后的原油在氧化铝色谱柱上吸附，用石油醚和苯冲洗时不能脱附的部分，扣除沥青质后的组分。

3.3

沥青质 asphaltenes

原油中不溶于正庚烷、溶于甲苯的组分。

4 方法概要

一份试样经蒸馏后用正庚烷加热溶解沉淀出沥青质，滤出不溶物，并用正庚烷回流除去不溶物中夹杂的油蜡及胶质后，用甲苯回流溶解沥青质，除去溶剂，求得沥青质的含量。另一份试样经蒸馏后用石油醚溶解、苯溶剂冲洗，通过氧化铝色谱柱吸附分离出油蜡部分，再以苯—丙酮混合物为脱蜡溶剂，在 -20°C 下用冻结结晶法脱蜡测定原油中的蜡含量。用差减法计算得到胶质含量（测定流程见图1）。

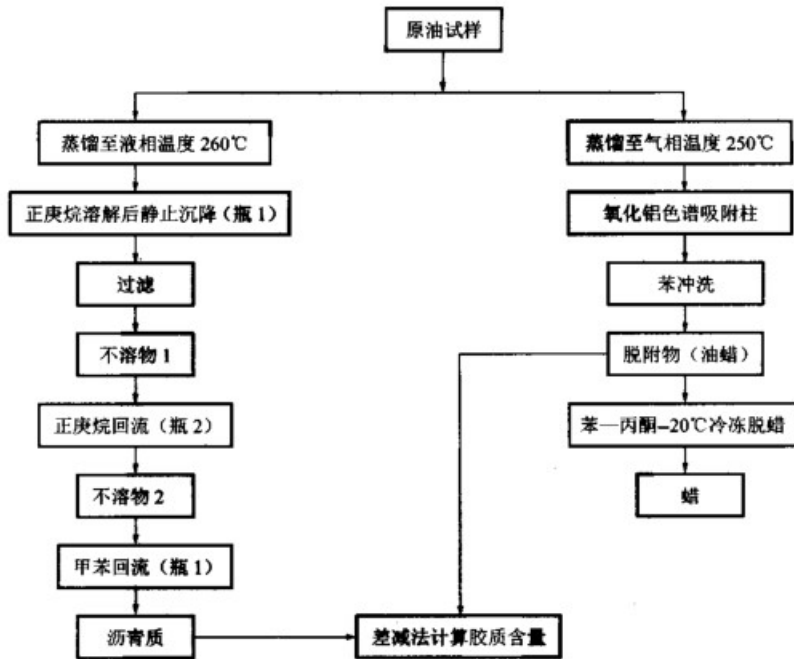


图1 原油中蜡、胶质和沥青质含量测定流程图

5 试剂和材料

5.1 苯：分析纯。

警告：苯有毒、易燃。

5.2 甲苯：分析纯。

警告：甲苯有毒、易燃。

5.3 丙酮：分析纯。

警告：丙酮有毒、易燃。

5.4 正庚烷：分析纯。

5.5 石油醚： $60^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ ，分析纯。

5.6 乙醇：工业级。

5.7 中性氧化铝： $0.15\text{mm}\sim 0.076\text{mm}$ （100目 \sim 200目），分析纯。

5.8 干燥剂：无水氯化钙或变色硅胶，分析纯。

5.9 脱脂棉。

5.10 定量滤纸：直径为 $\phi 110\text{mm}$ 或 $\phi 125\text{mm}$ ，慢速。

6 仪器

- 6.1 沥青质测定器：见图 2，包括球形冷凝器、抽提器和两个 24° 磨口锥形瓶（瓶的规格见表 1）。
- 6.2 蜡含量测定仪：见图 3，能控温至 $-30^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.3 玻璃吸附柱：见图 4，吸附柱外面带循环水夹套。
- 6.4 蒸馏仪器：由蒸馏烧瓶、冷凝器和相连的冷凝浴、接收量筒及加热器组成，详见 GB/T 6536。
- 6.5 超级恒温循环水浴：能控制温度波动范围 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.6 电热恒温水浴：能控温至 $95^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.7 油浴：能控温至 $120^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.8 真空烘箱：能控温至 $100^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ ，负压控制至 $53.3\text{kPa} \sim 66.7\text{kPa}$ 。
- 6.9 恒温干燥箱：能控温至 $100^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.10 电热套：0.6kW~1.8kW，功率可调。
- 6.11 高温炉：最高温度不低于 800°C 。
- 6.12 真空泵：吸滤用。
- 6.13 分析天平：感量 0.1mg。
- 6.14 干燥器：内盛干燥剂。
- 6.15 温度计： $-30^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.16 19° 磨口锥形瓶：100mL。
- 6.17 烧杯：50mL。
- 6.18 砂心玻璃漏斗：G₄型，滤板孔径 $\phi 3\mu\text{m} \sim \phi 4\mu\text{m}$ ，40mL（或 G₃型，滤板孔径 $\phi 4.5\mu\text{m} \sim \phi 9\mu\text{m}$ ，40mL）。
- 6.19 瓷蒸发皿：活化氧化铝用。
- 6.20 细口瓶：500mL 或 1000mL。
- 6.21 移液管：5mL 或 10mL。

7 取样

- 7.1 按 GB/T 4756 或 SY/T 5317 的规定取样，样品应储存在密闭容器中。
- 7.2 按 GB/T 8929 的规定测定水含量，当样品水含量大于 0.5% 时，则应先按照 SY/T 6520 或其他适合的方法进行脱水。

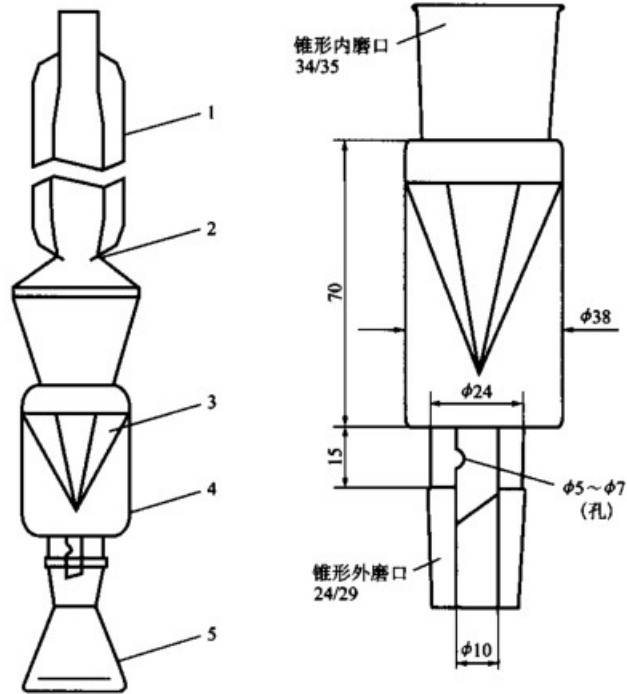
8 准备工作

8.1 含有 1% 水的氧化铝的制备

将氧化铝放入瓷蒸发皿中并置于高温炉内，在 550°C 下焙烧 6h，取出后先放置 3min~5min，再放入干燥器中，待冷却至室温后装入已称量过的细口瓶中，称量出氧化铝质量。按焙烧后氧化铝质量用移液管加入 1%（质量分数）的蒸馏水，盖紧塞子用力振荡 5min，静置 24h 后备用。

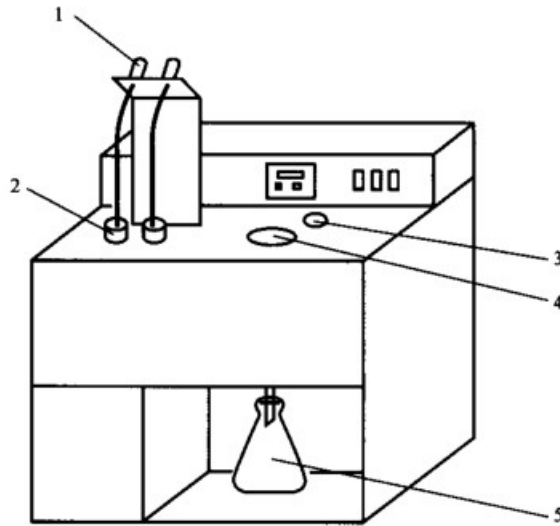
8.2 恒重锥形瓶

将锥形瓶洗净，放在恒温干燥箱中，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 下保持 60min，取出放在干燥器内冷却 30min 后称量，至恒重，准确至 0.0002g。



a) 沥青质测定器示意图
 b) 抽提器尺寸
 1—冷凝器；2—四个爪；3—滤纸；4—抽提器；5—磨口锥形瓶

图2 沥青质测定器示意图及抽提器尺寸



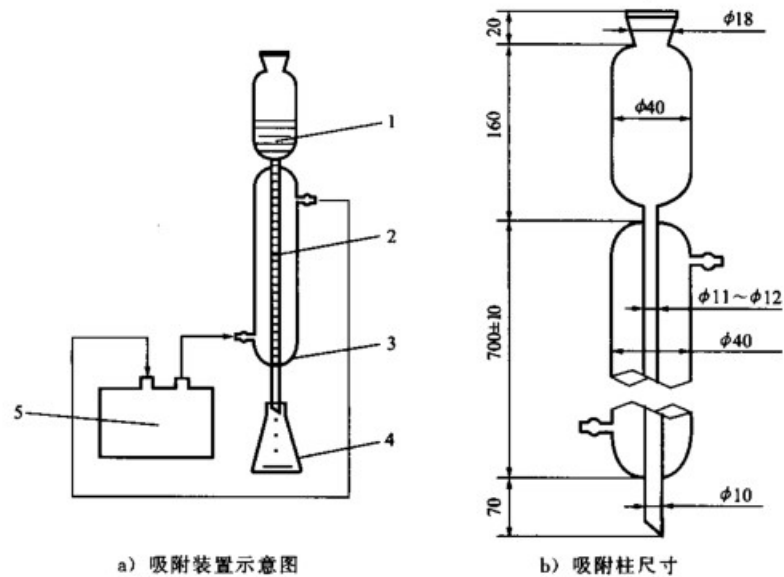
1—搅拌器；2—试样管；3—溶剂管；4—砂芯漏斗；5—接收瓶

图3 蜡含量测定仪示意图

8.3 脱蜡溶剂的制备

苯—丙酮按体积比1:1混合并充分摇匀。

单位为毫米



a) 吸附装置示意图
 b) 吸附柱尺寸
 1—溶剂；2—活性氧化铝；3—脱脂棉花；4—接受器；5—超级恒温水浴

图4 吸附柱尺寸及吸附装置示意图

9 分析步骤

9.1 原油中沥青质含量测定

9.1.1 称取约 100g 的原油试样于蒸馏瓶中，准确至 0.01g，记录为 m ，用符合 GB/T 6536 试验条件的仪器，按照附录 A 中规定的条件常压蒸馏至液相温度达 260℃。蒸馏结束后，待残油冷却至室温时称量，残油质量记录为 m_1 ，残油用于沥青质含量的测定。

9.1.2 称取按 9.1.1 处理过的残油试样（试样量的选择见表 1）于恒重的 24# 磨口锥形瓶 1 中，准确至 0.0001g，试样质量记录为 m_2 ，然后按表 1 中的规定选择正庚烷溶剂的用量加入到锥形瓶 1 中。

表 1 试样量、24# 磨口锥形瓶的规格及正庚烷溶剂用量

| 预期沥青质含量（质量分数） % | 称取残油试样质量 g | 锥形瓶规格 mL | 正庚烷溶剂用量 mL |
|--------------------|---------------|-------------|---------------|
| <0.5 | 10 ± 2 | 1000 | 300 ± 60 |
| 0.5~2.0 | 8 ± 2 | 500 | 240 ± 60 |
| >2.0~5.0 | 4 ± 1 | 250 | 120 ± 30 |
| >5.0~10.0 | 2 ± 1 | 150 | 60 ± 15 |
| >10.0~25.0 | 0.8 ± 0.2 | 100 | 25~30 |
| >25.0 | 0.5 ± 0.2 | 100 | 25 ± 1 |

9.1.3 按图 2 所示将锥形瓶 1 与抽提器及冷凝器相连，置于电热套上，打开冷却水，加热回流 60min ± 5min。

9.1.4 停止加热，待溶液冷却后取下锥形瓶 1，盖好塞子，在暗处静置 90min~150min。

9.1.5 在装有定量滤纸的玻璃漏斗上用倾泻法过滤，无须搅拌，用少量热的正庚烷洗涤锥形瓶 1 中的残留物，置于滤纸上。

9.1.6 折叠带有不溶物 1 的滤纸，放入抽提器内，使用另一个 24[#] 磨口锥形瓶 2 加入 50mL 正庚烷回流抽提，控制正庚烷从冷凝器末端滴下的速度为 2 滴/s~4 滴/s，回流抽提时间不少于 60min，除去沥青质中夹杂的油蜡及胶质得到不溶物 2。

9.1.7 回流完毕后稍冷却，取下锥形瓶 2。在锥形瓶 1 中加入甲苯 30mL 并与抽提器及冷凝器相连，在电热套上继续加热回流不溶物 2，直到抽提器中滤纸上沥青质全部溶于甲苯中。

9.1.8 待锥形瓶 1 冷却后，取下锥形瓶 1，在通风橱内将锥形瓶 1 放入 120℃ 油浴中蒸馏除去溶剂甲苯，然后移入真空烘箱中，在 100℃~110℃ 及 53.3kPa~66.7kPa 负压下保持 60min。取出放在干燥器中冷却 40min 后称量，至恒重，准确至 0.0001g，沥青质质量记录为 m_3 。

注：沥青质非常容易氧化，按规定条件操作非常重要。因此，在规定的温度下，烘干沥青质时，干燥时间精确至 ± 1 min。

9.2 原油中蜡含量测定

9.2.1 称取 100g 左右的原油试样于蒸馏瓶中，准确至 0.01g，记录为 m_4 ，按照 GB/T 6536 规定的条件常压蒸馏至气相温度达 250℃。蒸馏结束后，待残油冷却至室温时称量，残油质量记录为 m_5 ，残油用于蜡含量的测定。

9.2.2 在吸附柱下端塞少许脱脂棉，加入按 8.1 活化处理后的氧化铝 30g，敲击吸附柱，保证柱中氧化铝致密而均匀。

9.2.3 将吸附柱与超级恒温循环水浴按图 4 所示连接，调节水浴温度为 $45^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ，开启循环水浴。

9.2.4 量取 20mL 石油醚，倒入已装好氧化铝的吸附柱中润湿柱子，同时在吸附柱下端放一个已称量的 19[#] 磨口锥形瓶接收流出液。

9.2.5 称取按 9.2.1 处理过的残油试样约 1g 于 50mL 烧杯中，准确至 0.0001g，记录为 m_6 。在水浴上加热至试样融化后，加入 10mL 石油醚稀释试样。

9.2.6 待吸附柱上部石油醚完全进入氧化铝层后，倒入稀释的试样，烧杯中的残留物用 10mL 石油醚分三次洗涤，洗涤液倒入吸附柱中。

9.2.7 待试样全部进入氧化铝层后，随即加入少量氧化铝 (0.3g~0.5g) 于吸附柱上部。

9.2.8 量取 60mL 苯加入吸附柱中，并用双链球加压调节，以 2mL/min~3mL/min 的流速冲洗试样中的油蜡部分。

注：当原油试样密度大于 $900\text{kg}/\text{m}^3$ 时，氧化铝用量为 40g，润湿用石油醚用量为 30mL，冲洗剂苯的用量为 80mL。

9.2.9 当吸附柱中的溶液全部流出后，取下锥形瓶，在通风橱内将锥形瓶放入 $90^\circ\text{C} \sim 95^\circ\text{C}$ 水浴中蒸出溶剂，至近干，然后将锥形瓶放到真空烘箱中，在 $100^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 及 53.3kPa~66.7kPa 负压下，保持 60min，取出锥形瓶放在干燥器内冷却 40min 后称量，至恒重，准确至 0.0001g，得到油蜡质量记录为 m_7 。

9.2.10 向油蜡中加入 30mL 脱蜡溶剂，然后在水浴上慢慢加热，待溶液透明后再冷却至室温，将此混合液转入蜡含量测定仪 (见 6.2) 的试样管中，再用 10mL 脱蜡溶剂分三次洗涤锥形瓶，洗涤液倒入试样管中。

9.2.11 开启蜡含量测定仪，预设蜡含量测定仪温度为 $-20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。将试样管在蜡含量测定仪上安装好，开启搅拌，待混合物温度达到 -20°C 后，继续搅拌 30min；同时将 20mL 的脱蜡溶剂装入溶剂管中冷却，再将一张定量滤纸剪成合适大小置于砂芯玻璃漏斗上冷却。

9.2.12 取出试样管，迅速将管中混合液倒入砂芯玻璃漏斗中，开启真空泵，待吸滤完毕，再用已冷却到 -20°C 的脱蜡溶剂洗涤试样管两次，每次 10mL，洗涤液倒入砂芯玻璃漏斗，将漏斗中的蜡和脱

蜡溶剂充分搅匀后再进行吸滤。

9.2.13 吸滤完毕后，用 40℃~45℃ 的热石油醚将砂芯玻璃漏斗上的蜡溶解于已恒重的 19# 磨口锥形瓶内，再将锥形瓶置于 90℃~95℃ 水浴上蒸出石油醚，至近干。

9.2.14 将盛有蜡的锥形瓶置于真空烘箱中，在 100℃~110℃ 及 53.3kPa~66.7kPa 负压下保持 60min，取出锥形瓶放入干燥器内冷却 40min 后称量，至恒重，准确至 0.0001g，得到蜡质量记录为 m_8 。

10 计算

10.1 原油中的沥青质含量以质量分数 w_1 计，用百分数表示，按公式 (1) 进行计算：

$$w_1 = \frac{m_3}{m_2} \cdot \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——测定沥青质样品蒸馏前所用试样质量，单位为克 (g)；

m_1 ——测定沥青质样品蒸馏后所得残油质量，单位为克 (g)；

m_2 ——测定沥青质所用残油试样质量，单位为克 (g)；

m_3 ——沥青质质量，单位为克 (g)。

取重复测定两个结果的算术平均值作为试验结果。

当沥青质含量 (质量分数) <1.00% 时，精确至 0.05%。

当沥青质含量 (质量分数) ≥1.0% 时，精确至 0.1%。

10.2 原油中的胶质含量以质量分数 w_2 计，用百分数表示，按公式 (2) 进行计算：

$$w_2 = \left(1 - \frac{m_7}{m_6}\right) \cdot \frac{m_5}{m_4} \times 100\% - w_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_4 ——测定蜡含量样品蒸馏前所用试样质量，单位为克 (g)；

m_5 ——测定蜡含量样品蒸馏后所得残油质量，单位为克 (g)；

m_6 ——测定蜡含量所用残油试样质量，单位为克 (g)；

m_7 ——油蜡质量，单位为克 (g)。

取重复测定两个结果的算术平均值作为试验结果，精确至 0.1%。

10.3 原油中的蜡含量以质量分数 w_3 计，用百分数表示，按公式 (3) 进行计算：

$$w_3 = \frac{m_8}{m_6} \cdot \frac{m_5}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_8 ——蜡质量，单位为克 (g)。

取重复测定两个结果的算术平均值作为试验结果，精确至 0.1%。

11 精密度

11.1 重复性

按下述规定判断试验结果的可靠性 (95% 置信度)。

同一操作者对同一样品重复测定的两个结果的相对偏差应不大于下述值：

a) 蜡：10%。

SY/T 7550—2012

b) 胶质：10%。

同一操作者对同一样品重复测定的两个结果之差应不大于下述值：

沥青质：0.1X (X 为平均值)。

11.2 再现性

按下述规定判断试验结果的可靠性 (95%置信度)。

同一样品不同实验室各自测定的两个结果的相对偏差应不大于下述值：

a) 蜡：20%。

b) 胶质：20%。

同一样品在不同实验室各自测定的两个结果之差应不大于下述值：

沥青质：0.2X (X 为平均值)。

12 质量保证和控制

12.1 通过分析一种受控的质控样品保证仪器的性能和试验步骤的准确。

12.2 检测机构应制定质量控制和质量评价方法，并能确保试验结果的可靠性。

13 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 识别被试验的样品所需的全部资料。
- b) 使用的标准 (包括发布或出版年号)。
- c) 试验结果。
- d) 与规定的分析步骤的差异。
- e) 在试验中观察到的异常现象。
- f) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
通过蒸馏制备原油残油的方法

A.1 范围

本附录规定了制备原油残油（蒸馏至液相温度达到 260℃）的方法，以用于沥青质含量的测定（见 9.1.1）。

A.2 方法概要

称量一份原油试样到蒸馏瓶中，在规定的加热和蒸馏速率条件下蒸馏原油试样。蒸馏到液相温度至 260℃时停止，获得残油。冷却蒸馏瓶，称量得到残油质量。

A.3 仪器**A.3.1 蒸馏仪器**

A.3.1.1 蒸馏仪器：符合 GB/T 6536 的规定，温度传感器除外。温度传感器应是一个全浸型的液体玻璃温度计，总长度 300mm~320mm，温度范围为 -4℃~360℃，最大刻度误差是 2℃，或者是其他温度测量装置或至少精度相当的温度测定系统。透明水浴，可恒温至 15℃±3℃。

A.3.1.2 蒸馏脱水仪器：应符合 A.3.1.1 的规定，其中用 500mL 蒸馏烧瓶代替规定的蒸馏烧瓶，用浸没在碎冰中的 200mL 分离漏斗代替接受器。

A.3.2 干燥装置

干燥装置可选用下列之一：

- a) 离心机。
- b) 过滤装置：操作时可减压（真空过滤装置）。
- c) 不锈钢容器：可耐压 1000kPa 且可加热到 200℃。
- d) Cottrell 型静电分离器。

A.4 样品准备

如果原油中含水量较大，蒸馏时易产生暴沸。应采用避免轻组分损失的方法除去原油中的水，以下试验方法均适用：

- a) 自然沉降分离或将样品装在密闭容器中，用离心机在可操作的最低温度下分离出原油中的水。
- b) 在可操作的最低温度下，通过装有无水氯化钙、硫酸钠或其他合适的干燥剂的过滤器，在一个密闭杜瓦瓶中抽真空过滤试样。
- c) 在带有温度和压力传感器的密闭不锈钢容器中加热样品。盛装样品约占容器体积的 70%，加热样品直至样品达到 200℃ 或者直至压力达到 700kPa。将容器冷却至室温，并使油水

分离。

- d) Cottrell 型分离器由一个具有柱形黄铜纱网的筒型玻璃烧杯构成，内部衬有法兰绒已被水饱和，然后挤出水，紧紧固定在里边。黄铜纱网筒安装在实验室搅拌器的玻璃转轴上，转速为 30r/min，形成中央电极。将样品倒入烧杯中，提供电压给电极。为避免轻组分挥发损失，应不时中断水的沉降，并且允许将样品冷却。样品中的水则被聚集到法兰绒衬里中。
- e) 蒸馏脱水装置见 A.3.1.2 描述。在烧瓶中盛装 300mL 原油试样，在样品中插入全浸式温度计，加热烧瓶使样品缓慢升至 150℃，蒸汽进入冷凝器回流，水滴收集烧瓶壁上，当无水蒸出时停止蒸馏。将蒸余物冷却，并在分液漏斗中放出馏出物中的水分，且将剩余馏出物加入到蒸余物中，充分混合。如果仍存在可见水，则通过 A.4 中 b) 过滤。

A.5 试验步骤

A.5.1 采用 GB/T 1884 规定的方法测定原油 20℃ 时的密度。

A.5.2 称量蒸馏烧瓶质量，准确至 0.1g。向其中加入在 20℃ 相当于 100mL 的试样，或称量 100g 试样，准确至 0.1g，记录试样的质量为 m 。操作时要确保试样不流入烧瓶支管处，放置温度计，温度计水银球底部距离烧瓶底部 $2.0\text{mm} \pm 0.5\text{mm}$ ，或者放置其他温度传感器在规定的位置上，以指示出相同温度读数。

注：温度传感器允许在试验前放入烧瓶中。

A.5.3 擦洗冷凝管，安装蒸馏烧瓶，蒸馏烧瓶的支管进入冷凝管内 25mm~50mm。通过支撑架或塞子使烧瓶支管与冷凝管紧密相连。

A.5.4 将一个干净的接收器放置在冷凝管出口或距离出口至少 25mm 距离，接收器体积不低于 100mL，接收器浸入透明浴中至少达到 100mL 刻度处，蒸馏期间用一张滤纸盖住接收器以防止轻组分损失和对抗水的浮力，冷凝管应置于低于 4℃ 冷浴中。

A.5.5 加热蒸馏烧瓶，以不超过 2.5mL/min 馏出速度蒸馏原油直至沸腾。然后保持 2.0mL/min~2.5mL/min 的恒定速度（约 1 滴/s），继续蒸馏直至温度达到 260℃。停止加热，待冷凝管中无液体流出为止。

A.5.6 等待残油在蒸馏烧瓶中冷却，取出温度传感器，称量蒸馏烧瓶得到残油质量。记录残油质量为 m_1 。

A.5.7 将获得的残油用于原油沥青质含量的测定。

中华人民共和国
石油天然气行业标准
原油中蜡、胶质、沥青质含量的测定
SY/T 7550—2012

石油工业出版社出版
(北京安定门外安华里二区一号楼)
北京中石油彩色印刷有限责任公司排版印刷
新华书店北京发行所发行

880×1230 毫米 16 开本 1 印张 26 千字 印 1—1000
2013 年 4 月北京第 1 版 2013 年 4 月北京第 1 次印刷
书号：155021·6931 定价：12.00 元
版权专有 不得翻印

BZ002104339

