



中华人民共和国国家标准

GB/T 11146—2009
代替 GB/T 11146—1999

原油水含量测定 卡尔·费休库仑滴定法

Crude petroleum—Determination of water—
Coulometric Karl Fischer titration method

(ISO 10337:1997,MOD)

2009-03-16 发布

2009-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 10337:1997《原油水的测定 卡尔·费休库仑滴定法》(英文版)。

本标准与 ISO 10337:1997 的主要差异如下:

——本标准第 8 章公式注释 ρ 中,按我国规定的密度标准计量温度,将温度由“15 ℃”改为“20 ℃”,此修改对结果精密度无影响。

本标准对 ISO 10337:1997 做了下列编辑性修改:

——“该国际标准”一词改为“本标准”;

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;

——删除国际标准的目次和前言;

——重复性和再现性的文字表述按我国的习惯进行了修改。

本标准代替 GB/T 11146—1999《原油水含量测定法(卡尔·费休法)》。

本标准对 GB/T 11146—1999 的主要修订内容如下:

——用库仑滴定法代替了容量滴定法;

——对硫化物的干扰情况进行了详细说明;

——增加了对样品处理过程混合器及混合样品步骤的描述;

——根据 ISO 10337:1997,对方法的测量范围、取样量和精密度进行了修改。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由全国石油天然气标准化技术委员会 SAC/TC 355 归口。

本标准负责起草单位:中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准参加起草单位:大庆油田工程有限公司、中国石油化工股份有限公司镇海炼化分公司。

本标准主要起草人:王树青、康威、姚淑华、肖学喜。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 11146—1989,GB/T 11146—1999。

原油水含量测定

卡尔·费休库仑滴定法

1 范围

1.1 本标准规定了用卡尔·费休库仑滴定法直接测定原油中水含量的方法。

1.2 对于硫醇硫或二价硫离子硫的含量或二者的总量(质量分数)在 0.005%~0.05%范围内的原油,该方法对水的测定范围(质量分数)是 0.050%~5.00%;对于硫醇硫或二价硫离子硫的含量或二者(质量分数)的总量少于 0.005%的原油,该方法对水的测定范围(质量分数)是 0.020%~5.00%。

注 1:大量物质和多种化合物凝聚或发生氧化还原反应会干扰卡尔·费休库仑滴定法测定水含量。然而,原油中的干扰物质仅可能是硫醇和离子硫化物,并且,当测定水的(质量分数)范围在 0.050%~5.00%时,(质量分数)少于 0.05%的硫干扰很小。

注 2:对于硫醇硫或二价硫离子硫的含量或二者的总量(体积分数)少于 0.05%的原油,且水的(体积分数)不在 0.050%~5.00%范围之内时,附录 B 给出了另一可选择的用体积测量试样的试验方法。使用这种可选的体积测量法的限制参见附录 B。如果上述干扰物质硫醇硫或二价硫离子硫的含量或二者的总量(体积分数)少于 0.005%,该体积测量法也可用于测定 0.020%~5.00%范围的水含量(体积分数)。

1.3 本标准的应用可能涉及到危险物质、操作和设备,但本标准没有说明与其使用有关的所有安全问题。本标准的使用者有责任制定适当的安全和健康措施,并在使用之前确定出限制规章的适用范围。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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

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

ISO 3696:1987 分析实验室用水——技术规格和实验方法

ISO 3733:1999 石油产品和沥青材料——水的测定——蒸馏法

ISO 3734:1997 石油产品 残余燃料油中水和沉积物的测定——离心法

3 原理

原油经混合器混合均匀后,称取一定量的试样注入到卡尔·费休库仑仪的滴定池中,在阳极电解生成用于卡尔·费休库仑反应的碘。当所有的水被滴定,过量的碘通过电量终点检测器检测,滴定结束。基于反应的化学定量关系,1 摩尔碘与 1 摩尔水反应。根据法拉第定律即可求出样品含水量。

4 试剂

4.1 二甲苯,分析纯

4.2 卡尔·费休库仑试剂

使用满足 7.3 所述性能要求的可购买到的试剂。

4.2.1 阳极液

将商用卡尔·费休库仑阳极液和二甲苯按 6:4 的体积比混匀。倘若满足 7.3 的性能要求,也可使用其他比例的卡尔·费休库仑阳极液与二甲苯的混合液。