

# 中华人民共和国国家标准

## 原油及其产品的盐含量测定法

Crude petroleum and products—Determination  
of salt content

UDC 665.5.543

GB/T 6532—86  
(1991 年确认)

本方法适用于测定原油、拔顶原油、裂化渣油和燃料油中浓度为 0.002~0.02% (重量) 的卤化物总量。本方法也可用于判断用过的汽轮机油和船用燃料油被海水污染的情况。

当所要求的精密度不大于本方法规定的范围时,也可用于其他产品。

### 1 方法概要

试样在溶剂和破乳剂存在的情况下,在规定的抽提器(见图)中用水抽取,抽出液经脱除硫化物后,用容量法测定其卤化物。试验结果以氯化钠的重量百分数(或每升毫克数)表示。

### 2 仪器

- 2.1 抽提器(见图)。
- 2.2 磨口三角瓶:250 毫升。
- 2.3 恒温水浴:自动调节温度。

抽提器图

3.1 丙酮:分析纯。  
3.2 无水乙醇:分析纯。  
3.3 异戊醇:分析纯。  
3.4 甲苯:分析纯。  
3.5 硝酸:分析纯。

- 3.6 硝酸银:分析纯。  
 3.7 硫氰酸钾:分析纯。  
 3.8 铁铵矾:分析纯。  
 3.9 乙酸铅:分析纯。  
 3.10 荧光素(荧光黄或荧光红):分析纯。  
 3.11 淀粉:分析纯。新配制的 0.5% 水溶液。  
 3.12 氯化钠:基准试剂。

#### 4 准备工作

- 4.1 0.5% 淀粉指示剂的配制:称取 0.5 克可溶性淀粉,加 10 毫升水,在搅拌下再注入到 90 毫升水中,煮沸 2 分钟,放置,取上层清液使用。试验均要用新配制的 0.5% 淀粉指示剂。  
 4.2 0.5% 荧光素指示剂的配制:称取 0.5 克荧光素(荧光黄或荧光红),溶于无水乙醇中,并用无水乙醇稀释至 100 毫升。  
 4.3 0.05M 硝酸银标准溶液的配制:称取 8.7 克硝酸银,溶于 1 000 毫升水中,摇匀。溶液保存于棕色具塞瓶中。标定时,称取经 500~600℃ 灼烧至恒重的氯化钠 0.1 克,称准至 0.000 2 克。溶于 70 毫升水中,加 5 毫升 0.5% 淀粉指示剂,用 0.05M 硝酸银溶液滴定,近终点时加 3 滴 0.5% 荧光素指示剂,继续滴定至溶液由黄色变为粉红色(也可用其他方法进行标定)。

硝酸银标准溶液的摩尔浓度  $M_1$  按式(1)计算:

$$M_1 = \frac{m_1}{V_1 \times 0.05844} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_1$ ——氯化钠的重量,克;

$V_1$ ——滴定时所用硝酸银溶液的体积,毫升;

0.058 44——每毫克分子氯化钠之克数。

- 4.4 铁铵矾指示剂的配制:将 350 克硫酸铁铵溶于 1 升蒸馏水中,再加入 200 毫升 5M 硝酸。  
 4.5 5M 硝酸溶液的配制:用 2:1 体积的蒸馏水稀释浓硝酸,并煮沸至无色。使溶液冷却,并用空气吹,以除去氮的氧化物。  
 4.6 0.05M 硫氰酸钾标准溶液的配制:称取 4.9 克硫氰酸钾,溶于 1 000 毫升水中,摇匀。标定时,准确量取 20~25 毫升 0.05M 硝酸银标准溶液,加 70 毫升水,2 毫升铁铵矾指示剂及 5 毫升 5M 硝酸,溶液用 0.05M 硫氰酸钾溶液滴定,终点前摇至溶液完全清亮后再滴定至溶液呈淡棕色,保持 30 秒钟(也可用其他方法进行标定)。

硫氰酸钾标准溶液的摩尔浓度  $M_2$  按式(2)计算:

$$M_2 = \frac{M_1 \cdot V_2}{V_3} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $M_1$ ——硝酸银标准溶液的摩尔浓度;

$V_2$ ——所用硝酸银标准溶液的体积,毫升;

$V_3$ ——滴定时所用硫氰酸钾溶液的体积,毫升。

#### 4.7 乙酸铅试纸的制备:

- 4.7.1 乙酸铅溶液的制备:把 25 克乙酸铅加入到 12.5 毫升冰乙酸、40 毫升丙三醇(甘油)及约 100 毫升去离子水的混合溶液中,待乙酸铅全部溶解后,再用去离子水稀释到 250 毫升。  
 4.7.2 乙酸铅试剂的制备:将定量滤纸剪成 1 厘米×5 厘米的纸条,放在上述溶液中浸泡 20 分钟,取出后,用干滤纸将纸条上的水分吸至近干,再放在具塞磨口瓶中,密封待用。

#### 5 取样

取样应遵守 GB/T 4756《石油和液体石油产品取样法(手工法)》中规定的注意事项,不能用水置换

法取样。

在称样前,将试样用温水熔化,再用力摇动盛试样的容器,以使试样混合均匀。

## 6 试验步骤

6.1 在 250 毫升烧杯中,称入  $80 \pm 0.5$  克试样,加热到  $60 \pm 5^\circ\text{C}$ 。将加热至同样温度的 40 毫升甲苯缓慢地加到试样中,并不断搅拌至完全溶解。将此溶液经加料漏斗定量转移至抽提器烧瓶中,并用 2 份 15 毫升、 $60^\circ\text{C}$  左右的热甲苯分两次洗涤烧杯和漏斗。

注意:蒸气有毒,试验应在通风柜中进行。

6.2 趁热再加入 25 毫升热的无水乙醇和 15 毫升稍热的丙酮。

6.3 剧烈地煮沸混合物 2 分钟,停止加热,待沸腾刚停止,立即加入 125 毫升蒸馏水。再煮沸混合物 15 分钟。

6.4 让混合物冷却并分层。放出下层溶液(由于部分无水乙醇和丙酮溶解在甲苯和试样的混合相中,因此,能抽出的抽出液体积为 160 毫升),必要时经定性滤纸进行过滤。

6.5 向烧杯中加入 100 毫升抽出液和 5 毫升 5M 硝酸溶液。用表面皿盖住烧杯,加热使溶液沸腾。用乙酸铅试纸检验蒸气中的硫化氢。待硫化氢脱除后(试纸不变色),再继续煮沸 5 分钟。冷却后用蒸馏水将烧杯内溶液洗入磨口三角瓶中。加入 10 毫升异戊醇和 3 毫升铁铵矾指示剂。

6.6 由滴定管加入 0.5 毫升硫氰酸钾标准溶液。混合液在不断地摇动下,用硝酸银标准溶液滴定至无色,再加入 5 毫升硝酸银标准溶液。用塞子盖紧磨口三角瓶,并剧烈地摇动 15 秒,使沉淀物凝聚。

注:打开瓶塞时必须小心。避免在摇动过程中可能产生的压力使少量酸液从磨口三角瓶口喷出。

6.7 用硫氰酸钾标准溶液缓慢地滴定,直至红色退色变化缓慢显示已接近终点时,再摇动磨口三角瓶并继续 1 滴 1 滴地滴定,直至剧烈地摇动后微红色持久不退为止。

6.8 用 95 毫升甲苯代替 80 克试样,重复上述步骤做一空白滴定。

## 7 计算

试样的卤化物含量  $X(\%)$ ,以氯化钠重量百分数表示或  $X'$  以毫克  $\text{NaCl}/\text{升}$  表示,按式(3)或式(4)计算:

$$X = \frac{58.44[(V_1 - V_2)M_1 - (V_3 - V_4)M_2]}{m_2 \times 1000} \times \frac{160}{100} \times 100$$

$$= 9.35[(V_1 - V_2)M_1 - (V_3 - V_4)M_2]/m_2 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$X' = \frac{58.44[(V_1 - V_2)M_1 - (V_3 - V_4)M_2]}{\frac{m_2}{d_{15.6}^{15.6}}} \times \frac{160}{100} \times 100$$

$$= 9.35 \times 10^4 \times d_{15.6}^{15.6}[(V_1 - V_2)M_1 - (V_3 - V_4)M_2]/m_2 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $V_1$ ——滴定试样所用的硝酸银标准溶液体积,毫升;

$V_2$ ——空白滴定所用的硝酸银标准溶液体积,毫升;

$V_3$ ——滴定试样所用的硫氰酸钾标准溶液的体积(包括 6.6 中加入的 0.5 毫升),毫升;

$V_4$ ——空白滴定所用的硫氰酸钾标准溶液的体积(包括 6.6 中加入的 0.5 毫升),毫升;

$M_1$ ——硝酸银标准溶液的摩尔浓度;

$M_2$ ——硫氰酸钾标准溶液的摩尔浓度;

$m_2$ ——试样的重量,克;

$d_{15.6}^{15.6}$ ——试样的比重<sup>注</sup>;

58.44——每克分子氯化钠的克数。

注:测定(或查得) $20^\circ\text{C}$ 密度,再参照 GB/T 1884《石油和液体石油产品密度测定法(密度计法)》及 GB/T 1885《石油

计量换算表》中表 7 和表 A1 把 20℃ 密度换算成 60/60 F (即 15.6/15.6℃) 的比重。

## 8 精密度

用下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

### 8.1 重复性

两次测定结果之差不应大于下列数值:

0.002% 或 12 毫克 NaCl/升。

### 8.2 再现性

两个实验室测定结果之差不应大于下列数值:

0.004% 或 24 毫克 NaCl/升。

## 9 报告

报告所得结果,取至 0.000 2% 或 2 毫克 NaCl/升作为本方法的盐含量。

---

### 附加说明:

本标准由中国石油化工总公司提出,由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准主要起草人朱秀琴。

本方法是等效采用英国石油学会标准 IP 77/72(79)《原油及其产品的盐含量测定法》制订的。