

中华人民共和国国家标准

GB/T 260—2016
代替 GB/T 260—1977

石油产品水含量的测定 蒸馏法

Test method for water in petroleum products—Distillation method

(ISO 3733:1999, Petroleum products and bituminous materials—
Determination of water—Distillation method, MOD)

2016-12-13 发布

2017-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 260—1977《石油产品水分测定法》，与 GB/T 260—1977 相比主要技术变化如下：

- 修改了标准名称，由《石油产品水分测定法》修改为《石油产品水含量的测定 蒸馏法》；
- 第 1 章范围中增加了测定品种焦油以及石油产品和焦油的衍生产品，规定了水含量的测定范围不大于 25%，说明了精密度的考察范围；
- 增加第 2 章规范性引用文件；
- 仪器中增加了蒸馏瓶和接收器的规格种类，增加了带旋塞接收器蒸馏装置的装配示意图 2 和接收器规格要求的表 1；修改了直式水冷凝器的长度；在 4.1 后增加注，建议玻璃仪器的接口统一采用 19/24[#] 磨口，但符合测定精度要求的其他标号的磨口也可采用；增加了对天平及量筒的要求（见第 4 章，1977 年版第 2 章）；
- 第 5 章试剂中修改了溶剂的内容，将“工业溶剂油或直馏汽油在 80℃ 以上的馏分”，修改为三类溶剂：芳烃溶剂、石油馏分溶剂和石蜡基溶剂；
- 增加第 6 章“校验和回收试验”内容；
- 增加第 7 章“取样”内容；
- 在试验步骤中，对装取试样的方式有所修改，本标准规定对流动液体采用量筒量取试样，对固体或黏稠样品，采用称取试样的方式（见 8.3 和 8.4，1977 年版的 4.2）；
- 第 8 章中增加了“表 3 被测试样与其相匹配的抽提溶剂”内容；
- 修改了蒸馏速率，冷凝液的馏出速率由 2 滴/s～4 滴/s 修改为 2 滴/s～9 滴/s（见 8.8，1977 年版的 4.4）；
- 修改了蒸馏时间，将“蒸馏时间不超过 1 h”，改为“蒸馏至蒸馏装置中不再有水（接收器内除外），接收器中的水体积在 5 min 内保持不变”（见 8.8，1977 年版的 4.6）；
- 增加 8.10 试剂空白试验内容；
- 计算公式的表示方式进行了修改，增加了以体积方式量取试样的计算公式（见第 9 章，1977 年版的第 5 章）；
- 在结果表示中增加以“体积分数”或“质量分数”表示水含量结果；并增加了使用不同规格接收器，其测定结果的精度要求（见第 10 章，1977 年版的第 7 章）；
- 增加了方法精密度的规定（见第 11 章，1977 年版的第 6 章）；
- 增加了规范性附录 A“样品处理”。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 3733:1999《石油产品及沥青材料中水含量的测定 蒸馏法》。

本标准与 ISO 3733:1999 相比存在结构变化，将第 4 章和第 5 章对调，增加 4.3、4.4、4.6、4.7、8.5、10.1 和 10.3。

本标准与 ISO 3733:1999 主要技术差异及其原因如下：

- 修改了标准名称，由《石油产品及沥青材料中水含量的测定 蒸馏法》修改为《石油产品水含量的测定 蒸馏法》，因本标准不包括沥青材料的水含量测定内容；
- 本标准仅采用了 ISO 3733:1999 中的石油产品及焦油中水含量的测定内容，涉及沥青材料的内容均未采用，且相应对 ISO 3733:1999 不包括乳化产品的内容也未采用；

- 在规范性引用文件中引用了相应的我国国家标准和行业标准；
- 考虑到我国石油产品指标有“痕迹”的要求，因此在表 1 接收器的规格中增加了 GB/T 260—1977 规定的 10 mL 接收器，即精密锥形接收器，见图 3；
- 删除了 ISO 3733:1999 图 3 的典型的接收器详细示意图；
- 考虑到我国石油产品指标有“痕迹”的要求，第 5 章“试剂”中修改了关于溶剂水含量的规定内容，将 ISO 3733:1999 中规定的“不含水或水含量不超过体积分数 0.02% 的溶剂”，修改为溶剂在使用前应脱水和过滤，且通过蒸馏测定，水含量测定结果应为“无”；
- 在 5.2 后增加注，给出了可选用的商品溶剂或调配的符合要求的石油馏分溶剂；
- 在 6.2 中增加了精密锥形接收器在 0.0 mL~0.3 mL 刻度间的校验规定；
- 在 8.4 后增加注，说明在使用 10 mL 接收器测定试样时，如果水含量大于 10%，可以减少试样量的处理措施；
- 增加 8.5 有痕迹指标要求时的测试规定；
- 计算公式的表示方式进行了修改。因规定试剂空白为“无”，所以取消了对试剂空白的差减；
- 在第 10 章规定了以“体积分数”或“质量分数”表示水含量结果；增加了“痕迹”及“无”结果的说明；并增加了使用精密锥形接收器，其测定结果的精度要求；
- 在 11.1 重复性中增加了“使用 10 mL 精密锥形接收器测定水含量时，接收器所接收水量在 0.3 mL(含)以下时，所得测定结果之差，不应超过接收器的一个刻度”；
- 增加了参考文献。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC 280/SC 1)归口。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、深圳计量质量检测研究院负责起草，中国石油化工股份有限公司燕山分公司参加起草。

本标准主要起草人：顾洁、蔺玉贵、杨婷婷、李思源、赵彦、凌列祥、季明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 260—1964、GB/T 260—1977。

引 言

测定石油产品的水含量,对石油产品的炼制、购销及运输是非常重要的。用本标准测出的水含量,可以用于石油产品计量交接时的校正。

石油产品水含量的测定 蒸馏法

警告：本标准的使用可能涉及某些有危险的材料、操作和设备，但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。使用者在应用本标准之前有责任制定相应的安全和保护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本标准规定了采用蒸馏法测定石油产品中水含量的方法。

本标准适用于石油产品、焦油及其衍生产品，水含量的测定范围为不大于 25%。

本标准可以测定水含量超过 25% 的试样，但其精密度未被考查过。

若试样中存在挥发性水溶性物质，将被作为水测出。

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 1922—2006 油漆及清洗用溶剂油

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 15894—2008 化学试剂 石油醚（ISO 6353-3:1987，NEQ）

GB/T 27867 石油液体管线自动取样法（GB/T 27867—2011，ISO 3171:1988，IDT）

SH/T 0229 固体和半固体石油产品取样法

3 方法概要

将被测试样和与水不相溶的溶剂共同加热回流，溶剂可将试样中的水携带出来。不断冷凝下来的溶剂和水在接收器中分离开，水沉积在带刻度的接收器中，溶剂流回蒸馏器中。

4 仪器

4.1 概述

仪器包括玻璃蒸馏瓶、带刻度的玻璃接收器、回流冷凝器和加热器。蒸馏瓶、接收器和冷凝器之间应采用适当的方式密封连接，最好采用磨口连接。典型的装配示意图见图 1 和图 2。实验的仪器要匹配，按照 6.2 和 6.3 的描述操作，可以得到精确的结果。

注：建议玻璃仪器的接口统一采用 19/24* 磨口，以便于相互适配。符合测定精度要求的其他标号的磨口也可采用。

4.2 蒸馏瓶

短颈玻璃容器，其短颈接口适合连接接收器的回流管，容器的容量一般为 500 mL，也可以使用

1 000 mL 和 2 000 mL 的容器。

4.3 接收器

接收器的规格列于表 1 中。根据预计的样品量和水含量选择试验所需的蒸馏瓶和接收器型号。如果接收的水量超过 25 mL,可采用带旋塞的 25 mL 接收器,将超出刻度的水放入 10 mL 带刻度的量筒中。

10 mL 锥形接收器分精密锥形和标准锥形两种。10 mL 精密锥形接收器适用于产品规格有痕迹指标的试样,刻度在 0.3 mL 以下设有十等分的刻线;0.3 mL~1.0 mL 之间设有七等分的刻线;1.0 mL~10 mL 之间每分度为 0.2 mL(见图 3)。

4.4 冷凝器

推荐长度为 400 mm 的直式水冷凝器。

4.5 加热器

玻璃蒸馏瓶可以使用电加热器,选配有磁力搅拌的电加热器可以防止溶液的暴沸。

4.6 天平

感量为 0.1 g。

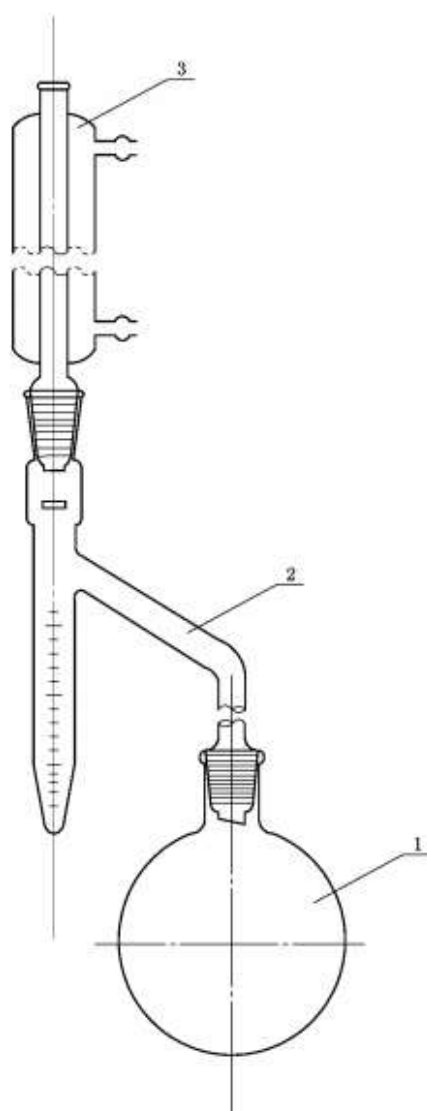
4.7 量筒

4.7.1 10 mL 带刻度量筒:分度值为 0.2 mL。

4.7.2 100 mL 带刻度量筒:分度值为 1 mL。

表 1 接收器的规格要求

接收器的体积/mL	2	5	10						25	
刻度范围/mL	0~2	0~5	0~0.3	>0.3~1	>1~10	0~1	>1~10	0~10	0~1	>1~25
最小分度值/mL	0.05	0.05	0.03	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2
最大刻度误差/mL	0.025	0.05	0.03	0.05	0.1	0.05	0.1	0.1	0.05	0.1
接收器底部形状	圆形	圆形	精密锥形(见图 3)			标准锥形		圆形	锥形	
接收器刻度部分长度/mm	85~105	120~140	85~105			120~140		120~140	140~160	



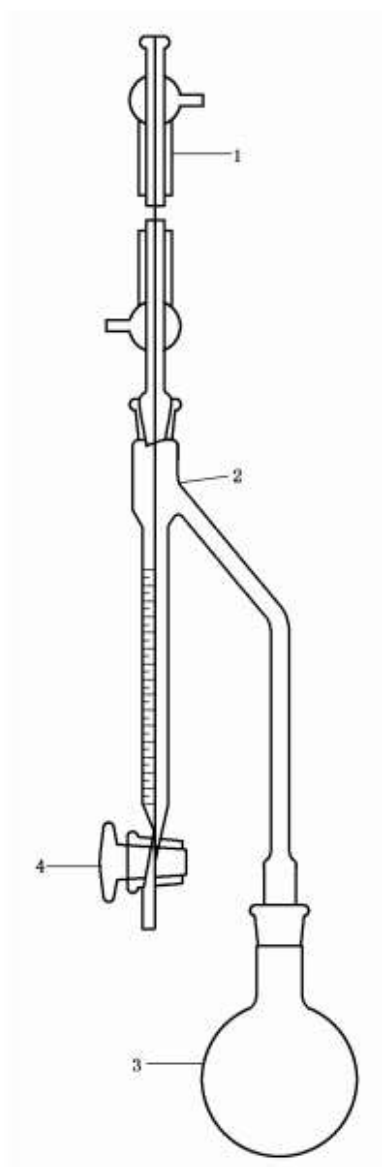
说明：

1——蒸馏瓶；

2——接收器；

3——冷凝器。

图1 未带旋塞接收器蒸馏装置



说明：

- 1——冷凝器；
- 2——接收器；
- 3——蒸馏瓶；
- 4——旋塞。

图2 带旋塞接收器蒸馏装置

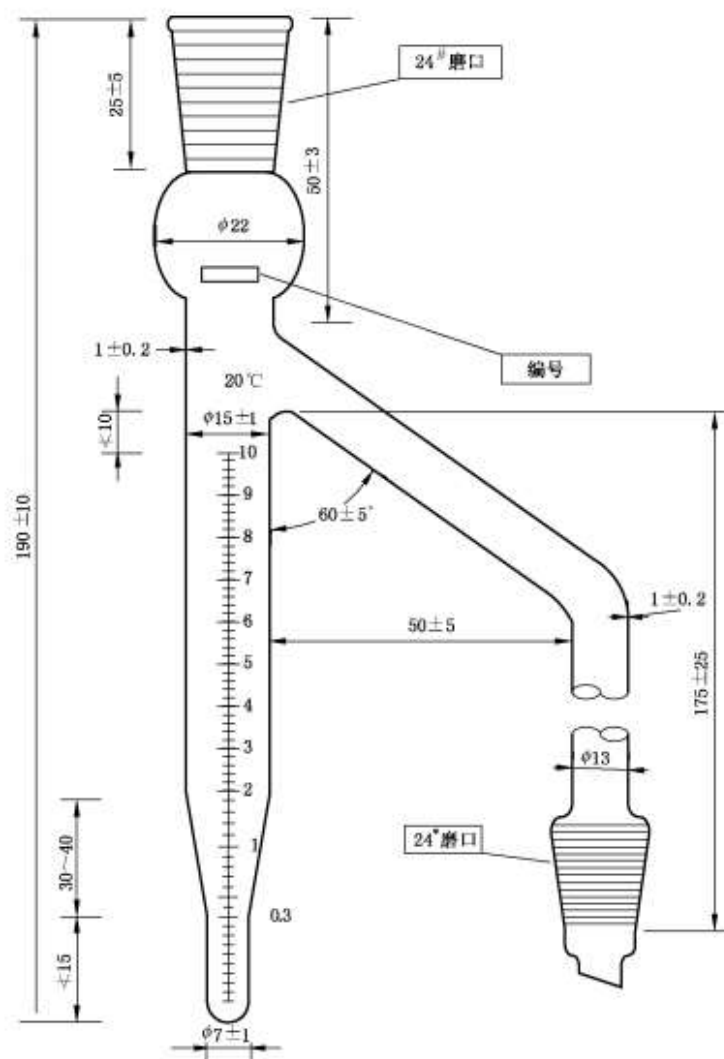


图3 10 mL 精密锥形接收器

5 试剂

根据试样的不同使用不同的抽提溶剂(见 8.3),可参考表 3。溶剂在使用前应脱水和过滤,按 8.6~8.9 的步骤测定溶剂的水含量,测定结果应为“无”。

5.1 芳烃溶剂

下面所列的芳烃溶剂可以使用:

- 工业级以上的二甲苯(混合二甲苯);
- 体积分数 20% 工业级的甲苯和体积分数 80% 工业级的二甲苯(混合二甲苯)的混合溶剂;
- 石油馏分按照 GB/T 6536 进行测试,其在 125 °C 的馏出量不超过体积分数 5%,且 160 °C 的馏出量不少于体积分数 20%,且在 20 °C 时的密度不低于 852 kg/m³。

5.2 石油馏分溶剂

石油馏分溶剂按照 GB/T 6536 进行测试,其体积分数 5% 的馏出温度在 90 ℃~100 ℃,且体积分数 90% 的馏出温度在 210 ℃以下。

注:可选用符合 GB/T 15894—2008 中 90 ℃~120 ℃的石油醚,或将 90 ℃~120 ℃的石油醚与符合 GB 1922—2006 中 1 号或 2 号溶剂油,按适当比例调配成符合上述要求的石油馏分溶剂。

5.3 石蜡基溶剂

下面所列的不含水的石蜡基溶剂可以使用:

- a) 石油醚(轻质石油烃),其沸点范围在 100 ℃~120 ℃之间;
- b) 2,2,4-三甲基戊烷(异辛烷),纯度 95% 以上。

6 校验和回收试验

6.1 概述

初次使用前,按照 6.2 校验接收器的精度。使用蒸馏装置前按 6.3 做回收试验。

6.2 校验

初次使用前,需要校验接收器刻度的精度,使用一个可读至 0.01 mL 的微量滴定管,或者使用一个 5 mL 微量移液管,根据所需,每次以 0.03 mL 或 0.05 mL 的增量将蒸馏水添加到接收器中,对可能用到的刻度进行校验。如果加入的水值与读出的水值之差超出 0.05 mL(对 10 mL 精密锥形接收器在 0.0 mL~0.3 mL 刻度间,如果加入的水值与读出的水值之差超出 0.03 mL),则接收器不能使用。

6.3 回收试验

在使用蒸馏装置测定水分之前,需要对整个蒸馏装置做水的回收试验。根据 4.2 所列的 500 mL~2 000 mL 的蒸馏瓶相应加入 250 mL~1 000 mL 的二甲苯(5.1),按第 8 章进行操作。蒸馏完成后,弃掉接收器中的溶剂,待蒸馏瓶冷却后,按表 2 要求用移液管将适量的蒸馏水直接加入蒸馏瓶中,按第 8 章进行操作。若接收器中得到的水的体积符合表 2 中允许的误差,则表明试验仪器符合要求。

如果试验结果超出表 2 中的允许误差,建议检查蒸馏过程中是否存在蒸汽泄漏,蒸馏速度过快、接收器校准不准确,或有湿气进入的现象。消除这些影响因素后,重新进行校验,并重复回收试验。

表 2 回收水分的允许限值 单位为毫升

20 ℃时接收器的容量	20 ℃时添加在蒸馏器中的水量	20 ℃时回收水分的允许限值
2	1.00	1.0 ± 0.025
5	1.00	1.0 ± 0.025
5	4.50	4.5 ± 0.025
10	1.00	1 ± 0.1
10	5.0	5 ± 0.25
25	12.0	12 ± 0.25

7 取样

7.1 概述

取样定义为从管线、罐或其他系统中获得有代表性的试验试样,并将其放入实验室试验用的容器中所需的所有步骤(见附录 A)。

7.2 实验室试样

除非另有规定,取样应按照 GB/T 4756、GB/T 27867 或 SH/T 0229 进行。

试验用的试样量根据预期的水含量来确定,要求水的收率不应超过接收器刻度的上限。除非接收器带有旋塞,可将超出刻度的水放入 10 mL 带刻度量筒里。

7.3 试验试样的准备

除按 GB/T 4756、GB/T 27867 或 SH/T 0229 的规定进行之外,还需按下述步骤制备试样。

7.3.1 易碎的固体试样,要完全磨碎并混合均匀。试验所用试样要从中获取。

7.3.2 液体试样要在原装容器内混匀,必要时加热混匀。样品的混合时间、混合力度(速度)以及搅拌器距样品容器底部的高度,都应按附录 A 进行操作,使样品达到分析要求。样品的体积和水含量均不应超过附录 A 中规定的最大值。

注:如果对按照 7.3.1 或 7.3.2 混合后的试样的均匀度有疑虑,在测定试样时,如果试样量与预期水含量相适配,可一次测定全部试样。如果试样量大,不能一次测定,则至少取出 3 份的测试试样,并将 3 次测定结果记录在测试报告中,结果的平均值作为试样水含量的结果。

8 试验步骤

8.1 试样测试前,需按 7.3 步骤混匀。

8.2 根据试样类型,取适量的试样,准确至 $\pm 1\%$,按 8.3 或 8.4 要求转入蒸馏瓶中。

8.3 对流动的液体试样,用量筒量取适量的试样。用一份 50 mL 和两份 25 mL 选好的抽提溶剂(见第 5 章和表 3),分次冲洗量筒,将试样全部转移到蒸馏器中。在试样倒入蒸馏器后或每次冲洗后,应将量筒完全沥净。

表 3 被测试样与其相匹配的抽提溶剂

抽提溶剂的种类	被测样品
芳烃溶剂	焦油、焦油制品
石油馏分溶剂	燃料油、润滑油、石油磺酸盐、乳化油品
石蜡基烃溶剂	润滑脂

8.4 对于固体或黏稠的样品,将试样直接称入蒸馏瓶中,并加入 100 mL 所选用的抽提溶剂(见表 3)。对于水含量低的样品,需要增加称样量,所以抽提溶剂的量也需要大于 100 mL。

注:在使用 10 mL 接收器测试试样时,如果水含量大于 10%,可以减少试样量,使蒸馏出的水量不超过 10 mL。

8.5 如果所测试样有产品指标“痕迹”的要求时,建议使用 10 mL 精密锥形接收器(见图 3)。试样量为 100 g 或 100 mL,加入溶剂量为 100 mL。

8.6 磁力搅拌可以有效防止暴沸,也可在蒸馏器中加入玻璃珠或助沸材料,以减轻暴沸。

8.7 按图 1 或图 2 组装蒸馏装置,通过估算样品中的水含量,选择适当的接收器,确保蒸汽和液体相接处的密封。冷凝管及接收器需清洗干净,以确保蒸出的水不会粘到管壁上,而全部流入接收器底部。在冷凝管顶部塞入松散的棉花,以防止大气中的湿气进入。在冷凝管的夹套中通入循环冷却水。

8.8 加热蒸馏瓶,调整试样沸腾速度,使冷凝管中冷凝液的馏出速率为 2 滴/s~9 滴/s。继续蒸馏至蒸馏装置中不再有水(接收器内除外),接收器中的水体积在 5 min 内保持不变。如果冷凝管上有水环,小心提高蒸馏速率,或将冷凝水的循环关掉几分钟。

8.9 待接收器冷却至室温后,用玻璃棒或聚四氟乙烯棒,或其他合适的工具将冷凝管和接收器壁粘附的水分拨移至水层中。读出水体积,精确至刻度值。

8.10 如果使用新的一批溶剂,需按 8.6~8.9 的步骤测定试验所需的溶剂,水含量测定结果应为“无”。

9 计算

根据试样的量取方式,按式(1)、式(2)或式(3)计算水在试样中的体积分数 $\varphi(\%)$ 或质量分数 $w(\%)$ 。

$$\varphi = \frac{V_1}{V_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\varphi = \frac{V_1}{m/\rho} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$w = \frac{V_1 \rho_{*}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_0 ——试样的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定试样时接收器中的水分,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

ρ ——试样 20℃ 的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

ρ_{*} ——水的密度,取值为 1.00 g/cm³。

注:试样中如果存在挥发性水溶性物质,也会以水的形式测定出来。

10 结果的表示

10.1 报告水含量结果以体积分数或质量分数表示。

10.2 对 100 mL 或 100 g 的试样,若使用 2 mL 或 5 mL 的接收器,报告水含量的测定结果精确至 0.05%;若使用 10 mL 或 25 mL 的接收器,则报告结果精确至 0.1%。

10.3 使用 10 mL 精密锥形接收器时,水含量小于(含等于)0.3%时,报告水含量的测定结果精确至 0.03%;水含量大于 0.3%时,则报告结果精确至 0.1%。试样的水含量小于 0.03%,结果报告为“痕迹”。在仪器拆卸后接受器中没有水存在,结果报告为“无”。

11 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%的置信水平)。

11.1 重复性, r

同一操作者,使用同一仪器,对同一个试样进行测定,所得两个重复测定结果之差,不应大于下述规

定或表 4 所示数值。

使用 10 mL 精密锥形接收器测定水含量时,接收器的接收水量在 0.3 mL(含)以下时,所得两个测定结果之差,不应超过接收器的一个刻度。

11.2 再现性, R

不同的操作者,在不同的实验室,对同一个试样进行测定,所得两个单一和独立的结果之差,不应大于表 4 所示数值。

表 4 精密度

单位为毫升

接收的水量	重复性	再现性
0.0~1.0	0.1	0.2
1.1~25	0.1 mL 或接收水量平均值的 2%, 取两者之中的较大者	0.2 mL 或接收水量平均值的 10%, 取两者之中的较大者
注: 使用 10 mL 精密锥形接收器测定水含量时,接收器的接收水量在 0.3 mL(含)以下时的精密度,见 11.1。		

12 试验报告

试验报告至少应该包括下述内容:

- 注明本标准编号;
- 被测产品的类型及相关信息;
- 试验结果(见第 10 章);
- 注明按协议或其他原因,与规定试验步骤存在的任何差异;
- 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
样品处理

A.1 概述

A.1.1 样品的处理方法应使样品在其提取点或在实验室试验台或在样品贮存点各处,都可使样品的性质和完整性得到保持。

A.1.2 样品处理的方法取决于取样的目的。要使用的实验室分析方法常常会要求一个要同它结合的特殊处理方法。由于这个原因,参考适当的试验方法,并把涉及样品处理的必要说明交给取样者。如果要应用的分析方法有不一致的要求,就要分开抽取样品,并对每个样品采用合适的取样方法。

A.1.3 对于下列各项要特别注意:

- a) 含有挥发性物质的液体,会出现蒸发损失;
- b) 含有水和(或)沉淀物的液体,水和(或)沉淀物在样品容器中有分离的倾向;
- c) 具有潜在蜡沉淀的液体,如不保持足够温度,可能出现沉淀物。

A.1.4 制备组合样时,要特别注意,不能使挥发性液体损失轻组分,也不能改变其水和沉淀物的含量。这是一个很难的操作,如有可能,应尽量避免进行这一操作。

A.1.5 不应在取样地点将挥发性液体的样品转移到其他容器中,而应用初始的样品容器将样品运输到实验室再进行样品转移,如需要,转移时应冷却和倒置样品容器。样品中含有挥发性组分和游离水时,在转移时必须特别小心。

A.2 样品的均化

A.2.1 引言

本章叙述了将含有水和沉淀物或其他任何形式的不均匀样品,从样品容器转移到更小的容器或实验室仪器之前进行均化的方法。A.3 中给出了检验转移前样品是否被充分均化的步骤。

含有水和沉淀物的少量液体样品是不可能采用手工搅拌来充分地分散样品中的水和沉淀物的。为了在转移或细分样品之前均化样品,必须使用剧烈地机械混合或液力混合。

均化可以使用不同方法。但不论使用哪种方法,都建议均化系统要使水滴小于 $50\ \mu\text{m}$,而又不能小于 $1\ \mu\text{m}$ 。因为小于 $1\ \mu\text{m}$ 的水滴会形成稳定的乳化液,从而不能使用离心法测定水分含量。

A.2.2 用高剪切机械混合器均化

把一个高剪切力的机械搅拌器插进样品容器中,使旋转元件距离容器底不超过 $30\ \text{mm}$ 。搅拌器的转速通常控制为约 $3\ 000\ \text{r/min}$ ($50\ \text{s}^{-1}$)。其他的装置,如果可以达到满意的效果,也可以使用。

记录混合前的样品温度,为了减少原油或含有挥发性化合物的其他样品的轻组分损失,要通过装在样品容器盖上的装置操纵搅拌器,把样品搅拌到完全均匀为止。

注 1: 一般混合 $5\ \text{min}$ 就足够了,但是样品容器的大小和样品的性质影响均化时间。

混合后立即记录样品的温度,如果混合期间,样品的温度升高超过 $10\ ^\circ\text{C}$,冷却样品,以稍低的搅拌功率进行搅拌。

注 2: 如果样品的温度升高超过 $10\ ^\circ\text{C}$,会使沉淀物的黏性降低,而易于沉积。

检验样品是否已均匀(见 A.3)。

注 3: 高剪切混合器常常产生稳定的乳化液,因此搅拌后的样品不能用离心法测定其水含量。

A.2.3 用外部搅拌器循环搅拌

使用一个小泵,通过安装在小内径管道上的静力混合器,来搅拌固定和便携式容器里的样品。对于后者,要使用一个快速拆卸的联接器。根据制造厂的操作说明来选择所用泵的型号。

使用的循环流速要足以使样品每分钟至少循环一次。

注:典型的混合时间是 15 min,但可根据水含量、烃的类型和系统的设计而改变。

当全部样品被完全混合时,不停泵,从循环管线上的阀放出要求数量的样品。然后抽空样品容器,泵入溶剂并彻底清洗整个系统,直到全无样品痕迹为止。

A.3 混合时间的检验

A.3.1 如果样品在混合后保持均匀和稳定(例如,像掺合了添加剂的润滑油各组分是完全可溶的),应继续进行混合,直到从样品中相继抽出的试样可得到相同的试验结果为止。以此确定最短的混合时间。

注:当样品在这个时间以后是均匀的,并保持这种状况,则不用进一步混合,就可以进行从样品主体中的转移。

A.3.2 如果样品混合后在短时间内不能保持均匀时(例如,水和沉淀物是混合物的一部分),就要使用特殊的方法按 A.3.3 所述检验混合时间。

注:由于烃的特性,也许需要在不断混合的情况下分取样品。

A.3.3 要确保抽出的样品装到容器中约四分之三,按已知的时间均化样品,做好均化记录。在这个时间内,定时抽出一小部分,并立即用标准方法测定水含量(见 A.3.4)。当结果恒定时,记录得到的值作为空白水含量。

A.3.4 加入 1%~2%准确计量的水,用与空白均化时间相同的时间进行均化,然后取样。如果所测定的水含量之间能较好的吻合(在标准方法的重复性范围之内),则再加入 1%~2%准确计量的水,重复此操作。如果试验结果仍然有较好的吻合,就认为这个混合时间足够了。

A.3.5 如果试验结果未能较好的吻合,则废弃它们。回到方法开始,并延长混合时间。

A.3.6 不应采用离心法(ISO 3734:1997)所测定的水含量来检验此混合体系,因为该方法不能测定总水含量。

A.4 样品的转移

A.4.1 如果样品容器不是便携式的,或者不能方便地把样品直接从容器中抽取转移到实验室试验仪器中时,需要把代表性样品先转移到便携式容器中,再运到实验室。

A.4.2 在每一次转移样品前,使用 A.2 中规定的方法之一均化容器中的被测样品是非常重要的。

A.4.3 采用 A.3 中规定的方法之一,对每一样品容器和混合器组合进行样品混合时间的检验。

A.4.4 应在已知混合物是均匀和稳定的期间内完成样品转移。这个时间很短,应在不超过 20 min 的时间内完成。

参 考 文 献

- [1] ISO 3734:1997 石油产品 残渣燃料油中水和沉淀物含量的测定 离心法
-