



# 中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 7551—2004

---

## 原油倾点测定法

Standard test method for pour point of crude oils  
(ASTM D 5853—95, MOD)

2004—07—03 发布

2004—11—01 实施

---

国家发展和改革委员会 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 方法概述 .....	1
5 装置 .....	1
6 样品准备 .....	3
7 测试步骤 .....	3
8 计算和报告 .....	5
9 重复性 .....	5
附录 A (资料性附录) 样品的处置 .....	6

## 前 言

本标准修改采用 ASTM D 5853—95《原油倾点标准试验方法》(2000年重新确认,英文版)。本标准根据 ASTM D 5853—95重新起草,按 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》规定编制。

本标准在重新起草中对原标准进行了如下修改,并在相应条款旁用垂直单线标识。

- 由于 ASTM D 5853—95 中的引用标准 ASTM D 97《石油产品倾点的测试方法》、ASTM D 130《利用铜片测试法确定石油产品对铜腐蚀的检测方法》、ASTM D 323《石油产品蒸汽压测定方法》,在标准条文中并未有实际应用仅作为参考,本标准予以删除。
- 根据 GB/T 20000.2《标准化工作指南 第2部分:采用国际标准的规则》规定,本标准以 GB/T 514《石油产品试验用液体温度计 技术条件》以及 GB/T 4756《石油液体手工取样法》,代替 ASTM D 5853—95 中引用的 ASTM E 1《ASTM 温度计规范》和 ASTM E 77《温度计检验与确认的实验方法》、ASTM D 4075《石油和石油产品手动取样法》和 ASTM D 4177《石油和石油产品自动取样法》。
- ASTM D 5853—95 对再现性的规定过分粗略,也注明其精密度试验但并不充分。考虑到在我国的实际情况和已有经验,本标准删除了 ASTM D 5853—95 的“再现性”,仅规定了重复性。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由油气计量及分析方法专业标准化技术委员会提出并归口;

本标准起草单位:中国石油天然气股份有限公司管道分公司管道科技研究中心。

本标准主要起草人:时京、权忠舆。

## 原油倾点测定法

### 1 范围

本标准规定了测定原油倾点的方法,包括最高(上)倾点和最低(下)倾点。  
本方法适用于倾点不低于 $-36^{\circ}\text{C}$ 的原油。

### 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 514 石油产品试验用液体温度计 技术条件

GB/T 4756 石油液体手工取样法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

##### 倾点 pour point

在本标准试验条件下观察到的试样流动的最低温度。

#### 3.2

##### 最高(上)倾点 maximum (upper) pour point

试样经过旨在增进蜡晶胶凝及试样凝固的特定处理后观察到的倾点。

#### 3.3

##### 最低(下)倾点 minimum (lower) pour point

试样经过旨在延缓蜡晶胶凝及试样凝固的特定处理后观察到的倾点。

### 4 方法概述

试样经预热后,按规定的速度冷却并每间隔 $3^{\circ}\text{C}$ 观察其流动特性。将观察到试样能够流动的最低温度记录为倾点。

### 5 装置

#### 5.1 倾点测试装置(见图1)

##### 5.1.1 试管

透明玻璃制,平底圆柱形,外径 $33.2\text{mm}\sim 34.8\text{mm}$ ,高度 $115\text{mm}\sim 125\text{mm}$ 。试管内径可为 $30.0\text{mm}\sim 32.4\text{mm}$ ,壁厚不应超过 $1.6\text{mm}$ 。应标有试样高度为距试管内底面 $54\text{mm}\pm 3\text{mm}$ 的刻度线。试管侧壁(直到刻度线处)应清洁透明无划痕。

##### 5.1.2 温度计

符合GB/T 514要求的温度计。温度范围见表1。

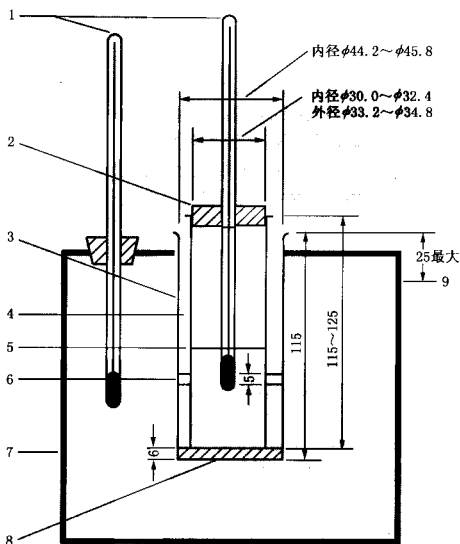
##### 5.1.3 软木塞

与试管配套,中心带有插温度计的圆孔。

SY/T 7551—2004

表 1 温度计类型与适用温度范围

温度计类型	温度范围
倾点用 2 号温度计	-38℃~+50℃
倾点用 1 号温度计	-80℃~+20℃
熔点用 1 号温度计	+30℃~+100℃



1—温度计；2—软木塞；3—套管；4—试管；5—样品液面；  
6—垫圈；7—冷浴；8—圆盘；9—冷浴液面。

注：图中单位为 mm。

图 1 倾点测试装置示意图

#### 5.1.4 套管

玻璃或金属制，平底圆筒状，不漏水，深度为  $115\text{mm} \pm 3\text{mm}$ 、内径为  $44.2\text{mm} \sim 45.8\text{mm}$ 。在冷浴中（见 5.1.7）保持垂直位置并使其露出冷浴液面的部分不超过 25mm。套管应能清洗。

#### 5.1.5 圆盘

软木或毛毡制，厚度为 6mm，塞入或粘在套管内部，与套管底紧贴。

#### 5.1.6 垫圈

环形，松紧合适地套在试管外壁，宽松地贴靠套管内壁。垫圈应是用橡胶、皮革或其他具有足够弹性、能使垫圈紧套试管并足够硬可保持其形状不变的材料制成。

#### 5.1.7 冷浴

一个或几个，应能达到规定的温度要求。冷浴的尺寸和形状可任选，但应能使套管稳定地保持在

垂直位置。使用致冷剂或适当的致冷混合物（见表 2）保持冷浴的温度，应能保持指定温度变化不超过  $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 。

表 2 常用混合致冷剂

混合致冷剂	用于温度降至
冰水混合物	$9^{\circ}\text{C}$
碎冰和氯化钠晶体	$-12^{\circ}\text{C}$
碎冰和氯化钙晶体	$-27^{\circ}\text{C}$
丙酮或石脑油，首先在装有冰—盐混合物的带盖金属烧杯中冷却至 $-12^{\circ}\text{C}$ ，再用足够的固体二氧化碳冷却至所需的温度	$-57^{\circ}\text{C}$

## 5.2 水浴

水浴的尺寸和形状可任选。应配备有支架，以使试管浸没在水浴中的深度大于试管中试样的高度，并使试管稳定地保持垂直位置。应能够监测和控制水浴到指定温度  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  的温度。

## 5.3 压力容器

不锈钢制，焊接结构，按图 2 所标尺寸，并能承受 700kPa 试验压力。只要压力容器的内部尺寸与图 2 所示尺寸相同，容器盖和合成橡胶垫圈也可以使用其他形式。

## 5.4 秒表

计时时间达到 30s，分辨力 0.1s，不确定度 0.2s。

## 6 样品准备

6.1 按 GB/T 4756 要求取得实验室样品。

6.2 应保证原油中微量高熔点蜡全部熔化。易挥发样品不能通过加热使这类蜡完全熔化时，按附录 A 操作，应保证高熔点蜡均匀悬浮在样品中。检查原始容器的内壁确保未粘有高熔点物质。

## 7 测试步骤

### 7.1 最高（上）倾点的测试

7.1.1 将样品装入试管并达到液位刻度线。必要时将样品按 6.2 要求重新加热到至少高于预计倾点  $20^{\circ}\text{C}$ ，但不应高于  $60^{\circ}\text{C}$ 。

7.1.2 立即用带有倾点用 2 号温度计的软木塞盖紧试管。如果预计倾点高于  $36^{\circ}\text{C}$ ，则使用熔点温度计。调整软木塞和温度计的位置保证塞紧，且温度计与试管同轴，并保证温度计的液泡与毛细管起点处浸没到试样表面以下 3mm 的深度。

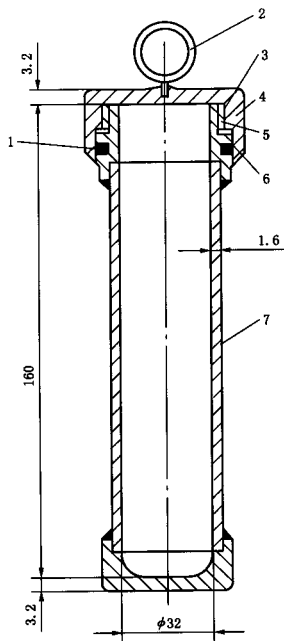
7.1.3 将装有试样的试管在室温下（ $18^{\circ}\text{C}\sim 24^{\circ}\text{C}$ ）放置至少 24h。

7.1.4 如果预计倾点高于  $36^{\circ}\text{C}$ ，保持水浴温度高于预计倾点  $12^{\circ}\text{C}$ ，将试样加热到高于预计倾点  $9^{\circ}\text{C}$ 。如果预计倾点低于  $36^{\circ}\text{C}$ ，保持水浴温度为  $(48\pm 1)^{\circ}\text{C}$ ，将试样加热到  $(45\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 。

7.1.5 试样达到 7.1.4 要求的温度，立即将带有温度计的软木塞打开，用搅拌棒轻轻搅拌试样，然后按 7.1.2 要求将软木塞放回原来的位置并塞紧。确保圆盘、垫圈以及套管内部清洁干燥。将圆盘置于套管的底部。圆盘和套管在冷却介质中至少放置 10min，空套管冷却过程中可使用套管盖。将试管从水浴中取出并用布擦干。垫圈套在距试管中试样液面以下 25mm 处。将试管放入温度保持在  $21^{\circ}\text{C}$  的第一个冷浴中的套管内并开始观察。不可将试管直接放在冷却介质中。

7.1.6 小心不要扰动试样整体，不允许温度计在试样中移动。

7.1.7 当试样温度达到预计倾点（应按  $3^{\circ}\text{C}$  的倍数进行估计）以上  $9^{\circ}\text{C}$  时开始检查试样。从套管中取出试管，倾斜试管到可以看出试管中的试样是否发生流动。当观察到有流动发生时，立即将试管放回



- 1—不含硫合成橡胶垫圈；2—拉环；3—压力泄放凹槽；4—带凸边的盖；  
5—螺纹；6—关闭容器时保护垫圈的盖的内斜面；7—不锈钢筒。

注：图中单位为 mm。

图 2 压力容器

套管。取出及放回的操作应在 3s 内完成。以后每间隔 3℃ 检查一次。如试管外壁有潮气影响观察时，可用沾有酒精的干净布擦拭试管表面后观察。

7.1.7.1 如果试样的温度达到 30℃ 时仍未停止流动，将试管转置到下一级温度更低的冷浴中，按以下条件选择冷浴，当属于 d) 情况时，更换为倾点用 1 号温度计。

- 如果试样温度处于 +30℃，移至 0℃ 的冷浴；
- 如果试样温度处于 +9℃，移至 -18℃ 的冷浴；
- 如果试样温度处于 -9℃，移至 -33℃ 的冷浴；
- 如果试样温度处于 -24℃，移至 -51℃ 的冷浴。

7.1.7.2 当倾斜试管试样不发生流动，用秒表计时，将试管保持水平状态 5s，并仔细观察。如果试样发生任何流动，立即更换装有新试样按 7.1.1~7.1.7.1 处置的试管，并在下一观察温度重复试验。

7.1.8 连续试验，若：

- 直到试管保持水平 5s 试样不发生流动为止，记录此时的温度读数。

b) 如果试样达到 $-36^{\circ}\text{C}$ 仍未停止流动,即停止试验。

### 7.2 最低(下)倾点的测试

7.2.1 将50g样品倒入清洁的压力容器。必要时将样品按6.2要求重新加热至预计倾点以上 $20^{\circ}\text{C}$ ,但不应超过 $60^{\circ}\text{C}$ 。检查橡胶环定位并且拧紧盖子。

7.2.2 用合适的方法将压力容器加热至 $(105 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ ,并保持此温度至少30min。

7.2.3 轻摇容器使其内容物均匀,并将压力容器在室温下放置20min。

7.2.4 小心打开压力容器,将样品倒入试管达到液位刻度线,试管在 $(48 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的水浴中预热。

7.2.5 立即用带有倾点用2号温度计的软木塞盖紧试管。调整软木塞和温度计的位置保证塞紧,且温度计与试管同轴,并保证温度计的液泡与毛细管起点位置浸没到试样表面以下3mm的深度。

7.2.6 按7.1.5~7.1.8进行。

## 8 计算和报告

8.1 按7.1.8a)记录的温度再加 $3^{\circ}\text{C}$ ,报告为样品的最高(上)倾点;如果按7.2要求的步骤进行操作,报告为样品的最低(下)倾点。

8.2 如果试验按7.1.8b)规定中止,则报告倾点小于或等于 $-36^{\circ}\text{C}$ 。

## 9 重复性

用下列规定判断结果的可靠性(95%置信水平):在同一操作条件下,由同一操作人员使用同一装置对同一样品进行的连续试验结果之差,最高(上)倾点应不超过 $3^{\circ}\text{C}$ ,最低(下)倾点应不超过 $6^{\circ}\text{C}$ 。

**附录 A**  
**(资料性附录)**  
**样品的处置**

**A.1 概述**

**A.1.1** 样品的处置方法与测定样品的目的有关。如果与使用的测定方法步骤存在矛盾，则应分别采样并对每一样品使用合适的处置方法。

**A.1.2** 原油采样时应特别小心，因为：

- a) 原油含有易挥发成分，因此可能发生蒸发损耗。
- b) 原油含有水、沉积物或两者兼有，它们有在容器中沉降的趋势。
- c) 如果不保持足够高的温度，蜡即会在容器内壁沉积或出现结晶。

**A.1.3** 配制样品时，应小心不造成轻组分损失并确保配制样品均匀。

**A.1.4** 若需要测试原油的蒸气压、密度或进行任何与轻组分有关的其他试验，在按其他的处置方法准备再次分出另外试验（例如倾点）的样品前，应首先留出用于这些试验的样品。

**A.1.5** 不得将需要再次分样的原油放在塑料容器或任何其他不能保存气体或轻组物质以及加热会变形的容器中。

**A.2 样品的加热**

**A.2.1** 为彻底将蜡溶解，将原油样品加热到析蜡点以上的温度。根据经验，通常高于预计倾点 20℃ 以上的温度一般能满足析蜡点的要求。

**A.2.2** 大多数原油即使在环境温度下也具有很大的蒸气压。静止的原油的饱和蒸气压一般稳定在 50kPa 或更低。然而，也有高蒸气压原油（80kPa）。试验前不应将原油加热超过 60℃ 或达到泡点温度以上（蒸气压  $\geq 100\text{kPa}$ ）。根据经验，温度每提高 20℃，蒸气压将增加一倍。

**A.3 样品的均匀化**

对使用以下容器盛装样品时的处置。

**A.3.1 15L~20L 桶**

将桶放在温度为 40℃~60℃ 的热室内的滚架上混合桶内物质 48h；或是将桶的温度保持在高于预计倾点 20℃ 以上 48h（见 A.2.2），并在取样前至少滚动油桶 15min。如果不可能把桶加热，则应不停地滚动油桶 30min 以使蜡及蜡颗粒尽可能扩散。在进行加热、混合程序或两者之前，确保桶和塞能够承受预计达到的压力，并且在处置过程中不会发生泄漏。为了避免混合大容器内样品的繁琐程序，宜抽取足够数量的子样放在较小的容器中（见 A.1）。

**A.3.2 1L~15L 听**

在能保持合适温度的水浴中，以高于预计倾点 20℃ 以上的温度存放该容器，或是将容器存放在防爆烘箱内，要记住局部表面温度可能比显示的烘箱温度高许多。溶解蜡所需的时间与蜡的类型以及容器大小有关。对于 1L 的小听，2h 即可；对于较大的听，则需要更长的时间。加热时应将容器盖拧紧，建议大约 30min 以后，轻轻地释放超出的压力再继续加热。摇振使之混合均匀。

**A.3.3 瓶子**

遵照 A.3.2 要求，对盖有木塞或橡胶塞的瓶子加热时应特别小心，加热产生的压力有可能顶开瓶塞，应采取措加以避免。

**A.3.4 塑料容器**

不应使用塑料容器盛装原油样品。如果向实验室提供的正是这种容器，惟一的处置方法是在保持

合适温度的水浴中将其加热至高于预计倾点 20℃ 以上的温度。但应防止容器内发生局部高温，避免造成容器可能发生薄弱部分的破裂。

---