

# SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/ T 7509—1996

---

## 液化石油气残留物测定法

Determination of LPG residues

1996-12-15 发布

1997-06-30 实施

---

中国石油天然气总公司 发布

# 目 次

## 前言

1 范围 .....	( 1 )
2 方法概述 .....	( 1 )
3 定义 .....	( 1 )
4 仪器与材料 .....	( 1 )
5 试剂 .....	( 2 )
6 实验准备 .....	( 2 )
7 测试步骤 .....	( 3 )
8 计算 .....	( 3 )
9 结果表示 .....	( 3 )
10 精密度 .....	( 4 )

# 前 言

本标准是对 SY 7509—87《液化石油气残留物测定法》的首次修订。SY 7509—87 等效采用 ASTM D2158—80《液化石油气残留物测定法》，经过调查，SY 7509—87 在我国是可行的。本次修订是根据 ASTM D2158—92 进行修订的。

本标准与 ASTM D2158—92 的主要技术差异是明确给出了取样时“冷却温度为 $-55^{\circ}\text{C}$ 以下”。这主要是为了使试验人员便于应用本标准。本标准与 SY 7509—87 的主要技术差异是将液化石油气的挥发温度由  $37.8^{\circ}\text{C}$  修订为  $38^{\circ}\text{C}$ 。

本标准从实施之日起，代替 SY 7509—87。

本标准由中国石油天然气总公司规划设计总院提出并归口。

本标准起草单位：华北石油勘察设计研究院。

本标准主要起草人 刘 静 吴应松

本标准首次发布时间：1987 年 12 月。

## 液化石油气残留物测定法

## Determination of LPG residues

## 1 范围

本标准适用于液化石油气在 38℃ 挥发后残留物含量的测定。

注：本方法用于测定含醇液化石油气时会有误差。液化石油气加入醇类物质，是为了提高其抗冻性。

## 2 方法概述

将 100mL 液化石油气试样置于离心管中挥发，测定并记录 38℃ 时遗留下的残留物体积，同时记录下以一定量的溶剂与残留物混合液滴加在滤纸上所产生的现象。

## 3 定义

本标准采用下列定义。

## 3.1 残留物 residue

在规定的条件下，100mL 试样 38℃ 挥发后所余物质的体积数，精确到 0.05mL。

## 3.2 R 值 R Number

残留物体积数乘以 200。

## 3.3 油渍观察值 oil stain observation

在规定条件下，在指定的滤纸上产生能保持 2min 油环所需的溶剂—残留物混合液的体积。

## 3.4 O 值 O Number

10 除以油渍观察值。

## 4 仪器与材料

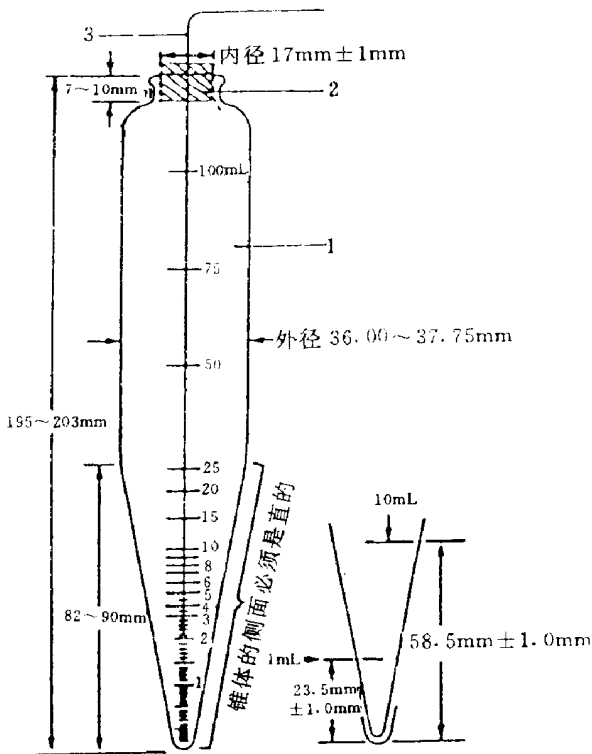
4.1 离心管：100mL，其形状尺寸如图 1 所示。0mL~0.5mL 刻度范围内的分刻度为 0.05mL。管的下端锥度必须均匀，底部应是圆形的。用耐热玻璃制造并经充分退火处理。壁厚不少于 1.5mm。离心管的刻度公差见表 1。

表 1 离心管刻度值允许公差

mL

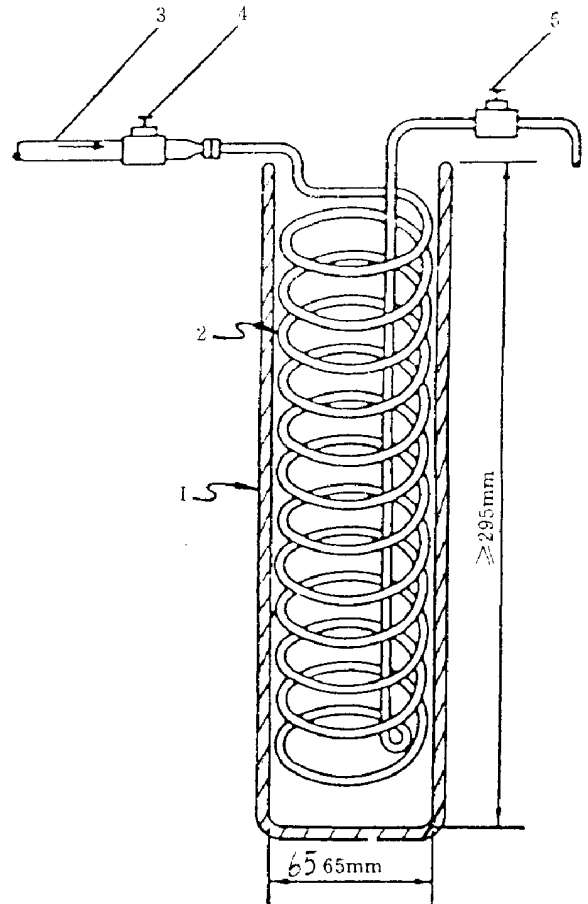
刻度范围	最小刻度值	公差
0.0~0.1	0.05	0.02
0.1~0.3	0.05	0.03
0.3~0.5	0.05	0.05
0.5~1.0	0.1	0.05
1.0~3.0	0.1	0.1
3.0~5.0	0.5	0.2
5.0~25.0	1.0	0.5
25.0~100.0	1.0	1.0

4.2 冷却器：如图 2 所示。用长 6m、直径为 5mm~7mm 的铜管绕制成外径为  $63.5\text{mm} \pm 1.5\text{mm}$  的盘管，安装在合适的冷浴中。



1—离心管(100mL); 2—软木塞; 3—铜丝

图 1 离心管



1—金属或玻璃冷却器; 2—冷却盘管;

3—取样管线; 4—入口阀; 5—针形阀

图 2 冷却器示意图

4.3 注射器：1mL 医用注射器，分刻度为 0.1mL，装配  $200\text{mm} \pm 5\text{mm}$  长的针头，也可用 0.1mL 移液管代替。

4.4 温度计：温度范围  $-38^{\circ}\text{C} \sim +50^{\circ}\text{C}$ ， $-80^{\circ}\text{C} \sim +20^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 滤纸：中速定性滤纸，白色，直径为 12.5cm。

4.6 洗瓶：250mL 或 500mL。

4.7 水浴：温度控制在  $38^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.8 铜丝：直径  $1.6\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ，长  $300\text{mm} \pm 10\text{mm}$ 。

4.9 夹子：固定离心管用。

## 5 试剂

溶剂：戊烷或环戊烷。

注：虽然戊烷是本方法优先选用的溶剂，但是当环境温度太高或海拔太高，戊烷不适合保存时，可用环戊烷代替。

## 6 实验准备

6.1 用本实验所选用的溶剂，将所有的玻璃器皿清洗干净。再取 10mL 溶剂加入离心管中。在滤纸

中心处作一标记。用注射器或移液管从离心管中抽取部分溶剂，将 0.1mL 溶剂直接滴在滤纸标记处。让溶剂蒸发并注意观察油环的持续性。溶剂以 0.1mL 的增量滴加在滤纸上，每次滴加都应使滤纸上的溶剂覆盖圈直径大约为 30mm~35mm。如果在滴加了 1.5mL 溶剂以后无油环出现，则溶剂和玻璃器皿达到要求。如果出现油环，则表明玻璃器皿不够干净，或者是溶剂已被污染。

6.2 将蒸发干的滤纸，对着白炽灯或强日光进行观察来确定油环的存在与否。

6.3 加溶剂时，滤纸要放平。放平滤纸的一种办法是将它放在 250mL 的烧杯上。

## 7 测试步骤

### 7.1 残留物:

将冷却盘管与取样口连接起来，将盘管冷却至 $-55^{\circ}\text{C}$ 以下，并用样品冲洗冷却盘管及取样管线。

7.1.1 用所取试样涮洗离心管，然后装入有代表性的样品至 100mL 刻度处。

7.1.2 立即用干净的开孔软木塞或干净的疏松脱脂棉团，或干净的清洁纸塞住离心管口，并将铜丝插入其中。铜丝有助于防止过热并防止引起突沸（反常或过度的沸腾）。塞子则是在样品静置时防止空气或湿气进入离心管。如果由于突沸使样品损失 10mL 以上，则应重新取样试验。

7.1.3 如果室温过低或样品类型的需要，可用人工加热使样品挥发。当挥发停止，并且离心管已达到室温，有残留物存在时，则将离心管尖端部分置于  $38^{\circ}\text{C}$  水浴中，放置 5min。

7.1.4 记录残留物的体积，精确到 0.05mL。如果观察到有其他物质存在，也需进行记录。

### 7.2 油渍观察值:

在 7.1.4 所述的盛有残留物的离心管中，用洗瓶加入溶剂，仔细冲洗离心管壁，使总体积达 10mL。用注射器针头或移液管小心搅拌，使管底部的残留物均匀溶入溶剂中。

7.2.1 在干净的白色滤纸中心作一标记，用注射器或移液管抽取溶剂—残留物混合液 1.5mL，以保持湿圆直径大约为 30mm~35mm 的速度滴加在滤纸中心。

7.2.2 将挥发干的滤纸对着明亮的白炽灯或强日光观察，2min 以后无油环存在，则终止实验。

7.2.3 如果观察到油环，则用新的滤纸，以 0.1mL 的增量，滴加溶剂—残留物混合液，确定溶剂—残留物混合液在油环能持续存在 2min 时的体积。

7.2.4 记录产生持续油环存在所需溶剂—残留物混合液体积，精确到 0.1mL，此值为油渍观察值。

7.3 储存于聚乙烯洗瓶中的溶剂几天即被污染。进行该实验所用的溶剂必须是实验当天装入洗瓶的，否则废弃。

7.4 已发现在低的环境温度下（大约低于  $5^{\circ}\text{C}$ ），汽油沸点范围内的物质也会留下存在 2min 以上的油环，为防止以上情况发生，油环的确定应在  $5^{\circ}\text{C}$  以上进行。如果必须在  $5^{\circ}\text{C}$  以下测定油渍观察值，则应将确定油环能持续存在的时间定为 10min。

注：在已确定了产品规格的情况下，7.2 中的规定步骤可作适当改变，即将溶剂—残留物混合液连续滴加在滤纸上，滴加量相当于产品规格中的限定值，若无油环出现，实验结果可报告为合格。

## 8 计算

### 8.1 R 值的计算

用 7.1 测定的残留物体积数乘以 200，即为试样的 R 值，将数值修约到“十”数位。

### 8.2 O 值的计算

用 10 除以 7.2.4 中测定的油渍观察值，此值为试样的 O 值，将数值修约到个位数。如果油渍观察值超过 1.5mL，其结果报告为 0。

## 9 结果表示

实验结果可以用残留物的体积和油渍观察值表示，也可用 R 值和 O 值表示。

## 10 精密度

用下列规则判断  $R$  值在 0~60,  $O$  值在 0~100 范围内结果的可靠性 (95%置信水平)。

### 10.1 重复性

由同一操作者使用相同实验仪器, 在恒定的实验条件下, 对同一试样连续两次所测得的实验结果之差值, 不应超出下列数值:

$R$ 值范围	重复性
0~20	5
20~40	10
40~60	20
$O$ 值范围	重复性
0~20	4
20~40	6
40~100	8

### 10.2 再现性

由不同操作者在不同实验室, 对同一试样使用相同分析方法, 独立测得两个实验结果之差值, 不应超出下列数值:

$R$ 值范围	再现性
0~20	10
20~40	20
40~60	30
$O$ 值范围	再现性
0~20	6
20~40	8
40~100	12

### 10.3 误差

本实验方法的步骤在测定液化石油气中残留物时, 无误差, 因为残留物仅是用本实验方法定义的值。