

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/ T 6300—1997

采油用清防蜡剂通用技术条件

General specification of paraffin inhibition and
removal agent for the use of oil production

1997—12—31 发布

1998—07—01 实施

中国石油天然气总公司 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 都是标准的附录。

本标准由石油工业标准化技术委员会秘书处提出并归口。

本标准起草单位：大庆石油管理局油田建设设计研究院。

本标准主要起草人 潘广平 王贵林 葛树生 杜向荣 杨学军 周保春 张凤芹

采油用清防蜡剂通用技术条件

General specification of paraffin inhibition and
removal agent for the use of oil production

1 范围

本标准规定了采油用清防蜡剂的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于采油用清防蜡剂的实验室评价和质量检验。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/ T 510—1983 石油产品凝点测定法
GB/ T 601—1988 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
GB/ T 675—1993 化学试剂 碘
GB/ T 676—1990 化学试剂 乙酸（冰醋酸）
GB/ T 679—1994 化学试剂 乙醇（95%）
GB/ T 1272—1988 化学试剂 碘化钾
GB/ T 2306—1980 氢氧化钾
GB 6324.1—1986 有机化工产品水溶性试验方法
GB/ T 6678—1986 化工产品采样总则
GB/ T 6680—1986 液体化工产品采样通则

3 技术要求

采油用清防蜡剂按其在水中的溶解性分为水基的和油基的两类。
采油用清防蜡剂的技术要求应符合表 1 的规定。

4 试验方法

4.1 外观

在非直射的自然光下用肉眼观察。

4.2 凝点的测定

按 GB/ T 510 规定测定。

4.3 溶解性的测定

按 GB 6324.1 规定测定。

4.4 pH 值的测定

用精密 pH 试纸测定。

4.5 防蜡率的测定

按附录 A（标准的附录）规定测定。

4.6 溶蜡速率的测定

按附录 B (标准的附录) 规定测定。

4.7 有机氯含量的测定

按附录 C (标准的附录) 规定测定。

4.8 二硫化碳含量的测定

按附录 D (标准的附录) 规定测定。

表 1 技术要求

项 目	质 量 指 标	
	水 基	油 基
外观	均匀液体	
凝点 ℃	低于当地冬季最低气温	
溶解性	溶于水	不溶于水
pH 值	7.0~10.0	8.0~11.0
防蜡率 %	>15	>20
溶蜡速率 g/min	—	>0.016
有机氯含量 %	无	无
二硫化碳含量 %	无	无

5 检验规则

5.1 消防蜡剂由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。并附有产品合格证。

5.2 消防蜡剂按批检验。每 3t 为一批，不足 3t 按一批计。

5.3 采样方法：

5.3.1 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样数量。按 GB/T 6680—1986 中 1.5.7a) 的规定进行全液位采样。采样总量不得少于 1000mL。

5.3.2 将采到的样品充分混合后，等量分装于两个清洁、干燥的瓶中，密封并贴上标签。标签上应注明生产厂名称、产品名称、批号和采样日期。一瓶作检验用，另一瓶保留备查，保留期为 3 个月。

5.4 检验分为出厂检验和型式检验。

5.4.1 出厂检验项目为外观、凝点、溶解性、pH 值、防蜡率、溶蜡速率。

5.4.2 型式检验项目为表 1 规定的全部项目。

5.5 如检验结果中有一项不符合本标准要求时，应加倍采样检验。重新检验的结果仍有一项指标不符合本标准要求时，应判定该批产品不合格。

符合本标准要求时，则判为不合格产品。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时，由仲裁单位按照本标准规定的检验方法进行仲裁检验。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 包装桶壁上应有明显牢固的标志，其内容包括产品名称、产品标准编号、商标、生产厂名称、地址、净质量、总质量、生产日期并有易燃品标志。

6.2 清防蜡剂用铁桶包装。净质量误差不大于1%。

6.3 装卸运输过程中，应小心轻放，严禁撞击，以免泄漏。

6.4 贮存时应放于阴凉通风处，远离火源。在标准规定条件下，保质期为一年。

附录 A

(标准的附录)

采油用清防蜡剂防蜡率测定方法

A1 方法提要

采用防蜡率测定装置, 通过控制石蜡—柴油溶液与结蜡管的温差使石蜡沉积在结蜡管上。分别测定加与不加清防蜡剂的石蜡—柴油溶液在结蜡管上的蜡沉积量, 计算清防蜡剂的防蜡率。

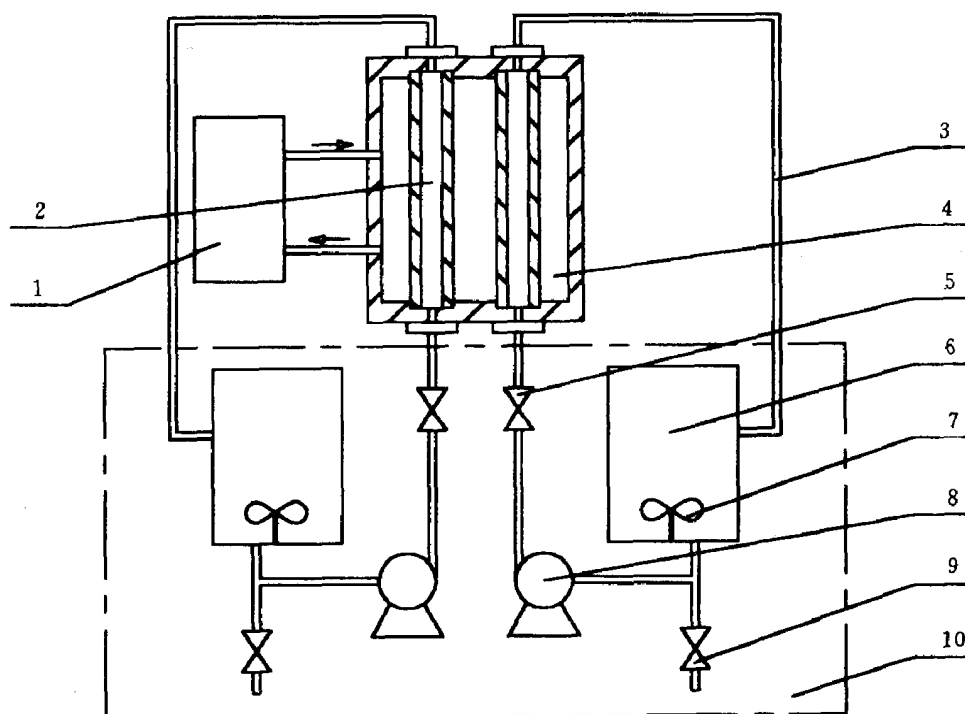
A2 试剂和材料

A2.1 柴油: 0 号。

A2.2 石蜡: 58 号。

A3 仪器和设备

A3.1 防蜡率测定装置: 能分别控制石蜡—柴油溶液与结蜡管 (结蜡管采用外径为 14mm, 长度为 150mm 的铝合金管) 的温度, 控温精度为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$; 循环泵 (循环泵扬程为 2.2m, 排量为 $0.6\text{m}^3/\text{h}$) 能使石蜡—柴油溶液在试液罐与结蜡管内循环。装置原理见图 A1。



1—制冷源; 2—结蜡管; 3—循环管; 4—低温室; 5—流速调节器;

6—试液罐; 7—搅拌器; 8—循环泵; 9—排液口; 10—高温室

图 A1 防蜡率测定装置原理示意图

A3.2 天平: 鉴别力阈 0.01g。

A3.3 高速搅拌器: 6000r/min。

A3.4 电热恒温干燥箱。

A4 试验步骤

A4.1 试液的制备

A4.1.1 油基清防蜡剂防蜡率测定用试液的制备

在两个 1000mL 的烧杯中各加入 100g 石蜡及 300g 柴油, 加热至 50℃, 使石蜡完全溶解, 分别倒入两个试液罐中。在其中一个试液罐中加入 4.00g 油基清防蜡剂, 搅拌均匀即为加药试液。另一罐不加清防蜡剂, 称为空白试液。

A4.1.2 水基清防蜡剂防蜡率测定用试液的制备

在两个 1000mL 的烧杯中各加入 100g 石蜡及 300g 柴油, 加热至 50℃, 使石蜡完全溶解。再各加入 100g 乙醇及 100g 蒸馏水, 用高速搅拌器搅拌 10min, 使其乳化后, 分别倒入两个试液罐中。在其中一个试液罐中加入 3.00g 水基清防蜡剂, 搅拌均匀即为加药试液。另一罐不加清防蜡剂, 称为空白试液。

A4.2 结蜡管的处理和安装

将结蜡管先后用石油醚、蒸馏水、乙醇洗净, 放入 100℃ 烘箱中烘干, 冷却至室温后称量, 精确至 0.01g。然后将结蜡管安装在测定装置中。

A4.3 试验温度的控制

A4.3.1 调节高温室温度, 将试液的温度控制在 40℃ ± 1℃。

A4.3.2 调节低温室温度, 将结蜡管温度控制在 30℃ ± 1℃。

A4.4 结蜡试验

启动循环泵并记时, 运行 30min 后关闭循环泵。在运行过程中不断用搅拌器搅拌试液, 使其均匀。循环泵关闭 5min 后, 拆下结蜡管, 冷却至室温后称量, 精确至 0.01g。

A5 计算

A5.1 蜡沉积量的计算

蜡沉积量按公式 (A1) 计算。

$$m_a = m_t - m_e \quad \dots\dots\dots(A1)$$

式中: m_a ——蜡沉积量, g;

m_t ——蜡沉积量与结蜡管的总质量, g;

m_e ——结蜡管的质量, g。

A5.2 防蜡率的计算

防蜡率按公式 (A2) 计算。

$$f = \frac{m_0 - m_f}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A2)$$

式中: f ——防蜡率, %;

m_0 ——空白试液的蜡沉积量, g;

m_f ——加药试液的蜡沉积量, g。

A6 允许差

同一操作者，在同一实验室内，使用同一仪器，对相同试样所作的两次测定结果之差不应大于1.0%。

A7 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。

附录 B

(标准的附录)

采油用清防蜡剂溶蜡速率测定方法

B1 方法提要

在方法规定的条件下,测定蜡球在清防蜡剂中溶解的时间,计算得到清防蜡剂的溶蜡速率,以 g/min 表示。

B2 试剂和材料

石蜡: 58 号。

B3 仪器和设备

B3.1 天平: 鉴别力阈 0.01g。

B3.2 恒温水浴: 温度范围 0~100℃, 控温精度±1℃。

B3.3 比色管: 50mL。

B3.4 温度计: 0~100℃, 分度值为 1℃。

B3.5 蜡球模具: 直径为 14mm 半球形金属模具。

B4 试验步骤

B4.1 将石蜡溶化后倒入两个半球形金属模具中, 冷却 1min 左右, 再将两个半球形金属模具合为一体压紧。装入小烧杯中, 放入温度为 58~60℃ 的恒温水浴中, 10min 后取出。待蜡完全冷却后, 轻轻转动模具, 取出蜡球称量, 精确到 0.01g。

B4.2 将恒温水浴温度控制在 45℃±1℃。在 50mL 比色管中加入 15mL 清防蜡剂, 放入水浴中, 待比色管中的清防蜡剂恒温后, 将蜡球 (B4.1) 放入比色管中, 观察并记录蜡球溶完所用的时间 t , 精确到 1min。

B5 计算

溶蜡速率按公式 (B1) 计算。

$$\gamma = \frac{m_b}{t} \dots\dots\dots (B1)$$

式中: γ ——溶蜡速率, g/min;

m_b ——蜡球质量, g;

t ——蜡球溶完所用的时间, min。

B6 允许差

同一操作者, 在同一实验室内, 使用同一仪器, 对相同试样所作的两次测定结果之差不应大于 0.003g/min。

B7 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。

附录 C

(标准的附录)

采油用清防蜡剂中有机氯含量测定方法 (氧瓶燃烧法)

C1 方法提要

清防蜡剂样品经氧瓶燃烧分解后, 有机氯转变为无机氯, 用 NaOH 溶液吸收后, 以 K_2CrO_4 为指示剂, 用 $AgNO_3$ 滴定。因使用硫酸纸包样品, 燃烧后吸收液中产生的 SO_4^{2-} 对 Ag^+ 产生干扰, 故用 $Ba(NO_3)_2$ 掩蔽。滴定后计算出清防蜡剂中的总氯含量, 再减去无机氯, 即为清防蜡剂中的有机氯含量。

C2 试剂和材料

- C2.1 过氧化氢: 质量分数为 30%。
 C2.2 氢氧化钠: 配制成 $0.1mol/L$ 的水溶液。
 C2.3 硝酸钡: 配成质量分数为 2% 的水溶液。
 C2.4 K_2CrO_4 指示剂: 配成质量分数为 0.1% 的水溶液。
 C2.5 硝酸: 配成 $0.1mol/L$ 的水溶液。
 C2.6 硝酸银标准溶液: $0.01mol/L$ 。
 C2.7 铂丝。
 C2.8 硫酸纸。
 C2.9 脱脂棉。
 C2.10 氧气。

C3 仪器和设备

- C3.1 氧燃烧瓶: 结构及各部尺寸见图 C1。

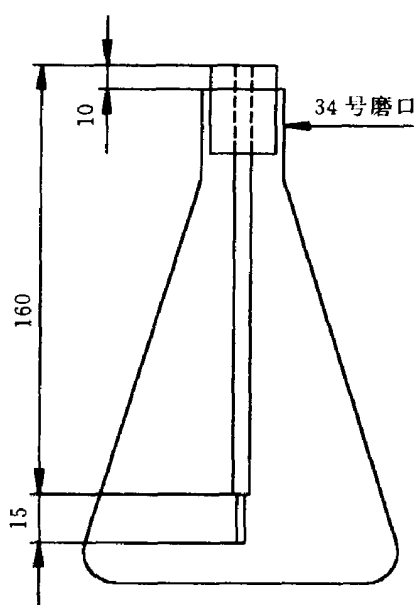


图 C1 氧燃烧瓶

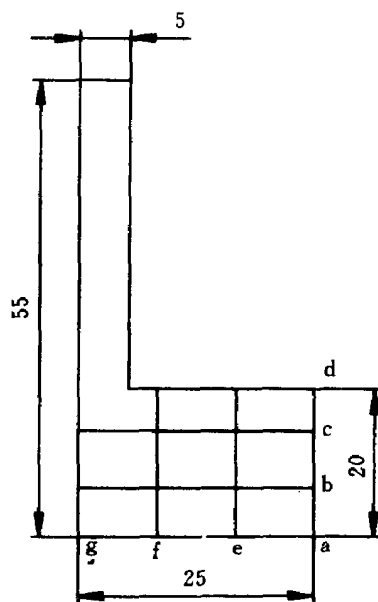


图 C2 硫酸纸旗

C3.2 分析天平; 鉴别力阈 0.1mg。

C3.3 注射器: 1mL。

C3.4 滴定管: 5,25mL。

C4 试验步骤

C4.1 消防蜡剂中总氯含量的测定

C4.1.1 按图 C2 要求剪两张硫酸纸, 一张用于空白, 一张用于样品。在一张用于样品的硫酸纸旗中央放置约 0.05g 的脱脂棉, 在脱脂棉上用 1mL 注射器滴加 0.005~0.05g 消防蜡剂样品, 迅速包好, 称量后记录其质量为 m_{cl} , 然后将其夹紧在氧燃烧瓶中支持杆的铂丝上。

C4.1.2 在 1L 的氧瓶中加入质量分数为 30% 的过氧化氢和 0.1mol/L 的氢氧化钠各 2mL, 以适当流速 (液面呈微波纹状) 向氧瓶内通入氧气 1~2min, 然后一手紧握氧瓶, 另一手拿起瓶塞在酒精灯上点燃硫酸纸条, 迅速将瓶塞小心插入瓶口, 盖好瓶塞, 用手顶住瓶塞将氧瓶底向上倾斜, 使吸收液封住瓶口。燃烧完毕稍冷却后, 轻摇氧瓶几次, 使吸收液润湿瓶壁, 然后放置 30min 至白烟消失。

C4.1.3 用 10mL 蒸馏水分次冲洗氧瓶壁和支持杆, 再将吸收液移至 100mL 烧杯中。在吸收液中加入质量分数为 2% 的硝酸钡 1mL (消除 SO_4^{2-} 对 Ag^+ 的干扰), 然后用 0.1mol/L 的硝酸中和吸收液至 pH=7~8。

C4.1.4 加入 K_2CrO_4 指示剂 0.5mL, 用 0.01mol/L 的硝酸银标准溶液滴定至砖红色为终点。

C4.1.5 用以上同样的方法做空白试验。

C4.2 消防蜡剂中无机氯含量的测定

C4.2.1 在 150mL 锥形瓶中加入 0.03~0.05g 的消防蜡剂, 称量后记录其质量为 m_{c2} , 加入 10mL 蒸馏水, 摇匀。

C4.2.2 按 C4.1.4 进行试验, 记录硝酸银消耗量为 V_1 。

C4.2.3 在 150mL 锥形瓶中加入 10mL 蒸馏水进行空白试验, 记录硝酸银消耗量为 V_2 。

C5 计算

C5.1 消防蜡剂中的总氯含量按公式 (C1) 计算。

$$A_{\text{总}} = \frac{(V_c - V_{01}) \times 10^{-3} \times c \times 35.45}{m_{cl}} \times 100$$

$$= \frac{(V_c - V_{01}) c \times 3.545}{m_{cl}} \quad \dots\dots\dots(C1)$$

式中: $A_{\text{总}}$ ——总氯的质量分数, %;

V_c ——滴定试样时消耗 $AgNO_3$ 标准溶液的体积, mL;

V_{01} ——滴定空白时消耗 $AgNO_3$ 标准溶液的体积, mL;

35.45——氯的摩尔质量, g/mol;

c ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;

m_{cl} ——试样质量, g。

C5.2 消防蜡剂中无机氯含量按公式(C2)计算。

$$A_{\text{无}} = \frac{(V_1 - V_2) \times 10^{-3} \times c \times 35.45}{m_{c2}} \times 100$$

$$= \frac{(V_1 - V_2)c \times 3.545}{m_{c2}} \dots\dots\dots(C2)$$

式中: $A_{\text{无}}$ ——无机氯的质量分数,%;
 V_1 ——滴定清防蜡剂时消耗 AgNO_3 标准溶液的体积,mL;
 V_2 ——滴定蒸馏水时消耗 AgNO_3 标准溶液的体积,mL;
 m_{c2} ——清防蜡剂的质量,g。

C5.3 清防蜡剂中有机氯含量按公式(C3)计算。

$$A_{\text{有}} = A_{\text{总}} - A_{\text{无}} \dots\dots\dots(C3)$$

式中: $A_{\text{有}}$ ——有机氯的质量分数,%。

C6 允许差

同一操作者, 在同一实验室内, 使用同一仪器, 对相同试样进行的两次测定结果之差不应大于 $0.029(A+2)$, A 为两个测定结果的平均值。

C7 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。

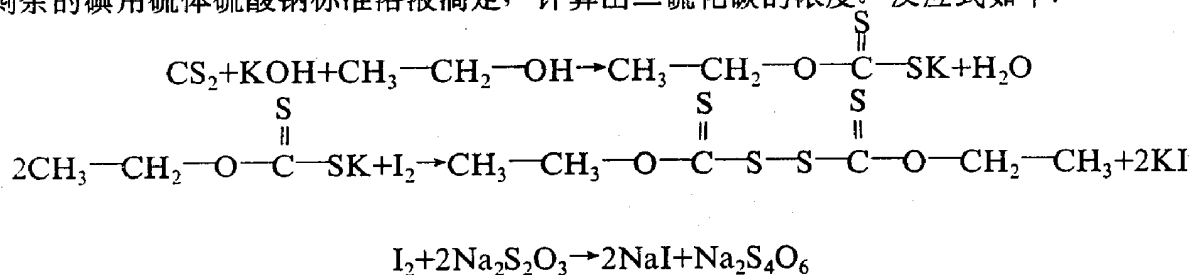
附录 D

(标准的附录)

采油用清防蜡剂中二硫化碳含量测定方法(碘量法)

D1 方法提要

清防蜡剂中的二硫化碳在乙醇—碱溶液中发生反应,生成黄原酸盐,加过量的碘溶液与黄原酸盐反应,剩余的碘用硫代硫酸钠标准溶液滴定,计算出二硫化碳的浓度。反应式如下:



D2 试剂和材料

D2.1 乙醇(95%)(GB/T 679): 分析纯。

D2.2 乙酸(GB/T 676): 分析纯。

D2.3 氢氧化钾(GB/T 2306): 分析纯。

D2.4 碘(GB/T 675): 分析纯。

D2.5 碘化钾(GB/T 1272): 分析纯。

D3 仪器和设备

D3.1 分析天平: 鉴别力阈 0.1mg。

D3.2 酸式滴定管: 25mL。

D3.3 碘量瓶: 150mL。

D3.4 移液管: 1, 10mL。

D3.5 量筒: 50mL。

D4 溶液配制

D4.1 吸收液: 称取 25g 氢氧化钾于烧杯中, 加质量分数为 95% 的乙醇, 搅拌至完全溶解, 倒入 250mL 容量瓶中, 再加质量分数为 95% 的乙醇至标线摇匀, 临用前配制。

D4.2 0.1mol/L 碘溶液: 称取 12.7g 碘于烧杯中, 加入 40g 碘化钾和 25mL 水, 搅拌至完全溶解后, 倒入 1000mL 棕色容量瓶中, 用蒸馏水稀释至标线, 摇匀。

D4.3 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液: 按 GB 601 规定配制并标定。

D4.4 0.5% 淀粉溶液: 称取 0.5g 可溶性淀粉于烧杯中, 用少量水调成糊状, 再倒入 100mL 沸水, 继续煮沸至溶液澄清, 冷却后贮于细口瓶中。

D5 试验步骤

D5.1 在 150mL 碘量瓶中加入 5mL 吸收液, 再称量 0.5g 左右的清防蜡剂加入碘量瓶中, 充分摇匀, 放置 2~3min, 再加入 20mL 蒸馏水, 摇匀。

D5.2 加 0.5% 酚酞指示剂两滴, 滴加乙酸至红色消失。加 0.1mol/L 碘溶液 4mL, 盖塞摇匀, 于暗处放置 30min。

D5.3 加 0.5% 淀粉溶液 0.5~1mL (如溶液未变色, 再加入 0.1mol/L 碘溶液 4mL), 用 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定, 至蓝色消失为终点。记录硫代硫酸钠溶液消耗量 V_d 。

D5.4 同时用质量分数为 95% 的乙醇 5mL 代替吸收液做空白试验, 记录硫代硫酸钠消耗量 V_{02} 。

D6 计算

清防蜡剂中的二硫化碳含量按公式 (D1) 计算

$$B = \frac{(V_{02} - V_d) \times 10^{-3} \times c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 76.1}{m_d} \times 100$$

$$= \frac{(V_{02} - V_d) \times c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times 7.61}{m_d} \dots\dots\dots(\text{D1})$$

式中: B ——二硫化碳的质量分数, %;

V_{02} 、 V_d ——分别为滴定空白溶液、样品溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

76.1——二硫化碳的摩尔质量, g/mol;

m_d ——加入清防蜡剂的量, g。

D7 允许差

同一操作者, 在同一实验室内, 使用同一仪器, 对相同试样所作的两次测定结果之差不应大于 0.2%。

D8 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。