



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117309667 A

(43) 申请公布日 2023. 12. 29

(21) 申请号 202310963325.9

(22) 申请日 2023.08.02

(71) 申请人 中国科学院力学研究所

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

(72) 发明人 何云腾 张健 张军 李华
钟兴福

(74) 专利代理机构 北京和信华成知识产权代理
事务所(普通合伙) 11390

专利代理师 席卷

(51) Int. Cl.

G01N 5/04 (2006.01)

G01N 33/28 (2006.01)

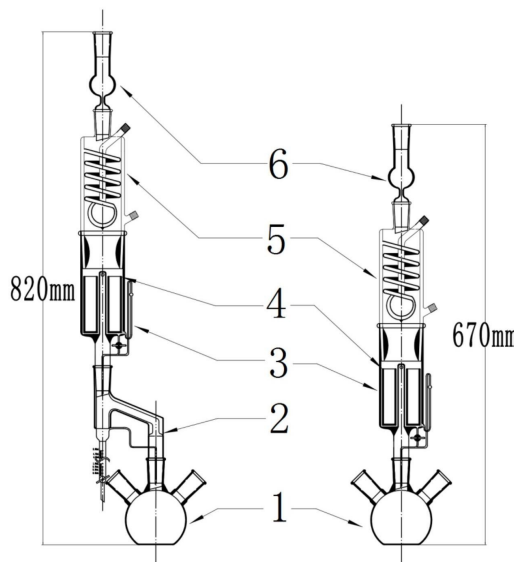
权利要求书2页 说明书12页 附图8页

(54) 发明名称

一种用于测定试样中特定组分的实验装置及分析方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于测定试样中特定组分的实验装置及分析方法,实验装置包括:三口平底烧瓶,内部装有实验溶剂和磁力搅拌子;蒸汽喷射抽提器,连接安装在三口平底烧瓶上,使三口平底烧瓶内产生的蒸汽上升至蒸汽喷射抽提器内,并从蒸汽喷管喷出到围绕蒸汽喷管放置的至少一个疏水过滤套上,疏水过滤套内装有待测定试样;螺旋冷凝器,连接蒸汽喷射抽提器,用于使蒸汽沿通有冷却水的中心螺旋盘管冷凝回落至蒸汽喷射抽提器内进行循环萃取,以测定沉淀物含量;低颈干燥管,安装在螺旋冷凝器上,用于隔绝空气中的水分。本发明还提供了基于上述实验装置的分析方法,本发明能够用于测定试样中特定组分的含量,且整体高度不超过1米,能够放置在通风橱中。



1. 一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,所述实验装置包括:

三口平底烧瓶,内部装有实验溶剂和磁力搅拌子;

蒸汽喷射抽提器,连接安装在所述三口平底烧瓶上,使所述三口平底烧瓶内产生的蒸汽上升至所述蒸汽喷射抽提器内,并从蒸汽喷管喷出到围绕蒸汽喷管放置的至少一个疏水过滤套上,所述疏水过滤套内装有待测定试样;

螺旋冷凝器,连接所述蒸汽喷射抽提器,用于使蒸汽沿通有冷却水的中心螺旋盘管冷凝回落至所述蒸汽喷射抽提器内进行循环萃取,以测定沉淀物含量;

低颈干燥管,安装在所述螺旋冷凝器上,用于隔绝空气中的水分。

2. 根据权利要求1所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,

所述实验装置还包括并行管下沉式分水器,通过所述并行管下沉式分水器的蒸汽管和上端出口分别连接所述三口平底烧瓶和所述蒸汽喷射抽提器,经过所述螺旋冷凝器冷凝后的蒸汽由所述蒸汽喷射抽提器中回落至所述并行管下沉式分水器的接受管中以分离试样中的水;

其中,所述蒸汽管和所述接受管之间的平行管间距大于所述三口平底烧瓶的最大半径,所述接受管下沉式位于所述三口平底烧瓶的侧边,其底部能够低于所述蒸汽管的底部。

3. 根据权利要求2所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,

所述三口平底烧瓶的中间瓶口安装所述下沉式分水器或所述蒸汽喷射抽提器,两侧的瓶口分别用于安装分液漏斗进行加标回收和放置温度传感器。

4. 根据权利要求1所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,

所述蒸汽喷管为位于所述蒸汽喷射抽提器中心的直通管,所述直通管的底部端口连通所述蒸汽喷射抽提器的进气口,在所述蒸汽喷管的顶部侧壁上对称设有至少三个喷射口,所述直通管的壁面和所述蒸汽喷射抽提器的外壁之间形成容纳腔,用于放置所述疏水过滤套,所述蒸汽喷射抽提器的底部设有入口相邻、出口连通的虹吸回液管和开关回液支管。

5. 根据权利要求4所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,

所述虹吸回液管的顶端高度低于所述直通管的喷射口高度,放置在容纳腔中的所述疏水过滤套的高度低于所述喷射口的高度高于所述虹吸回液管的顶端高度,使得从所述喷射口喷出的蒸汽能够直接喷射到所述疏水过滤套上。

6. 根据权利要求1所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,

所述疏水过滤套为采用PTFE真空熔融烧结爆炸模具成型工艺制备的具有外粗内细孔隙的过滤套,所述疏水过滤套表面张力为 $27 \sim 32 \text{mN/m}$ 。

7. 根据权利要求1所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,

所述螺旋冷凝器为切向起旋-螺旋康达效应高效冷凝器,在其内壁和外壁之间形成夹套,所述中心螺旋盘管位于内壁的内部,在其外壁下端设有连通所述夹套的斜向下的冷却水切向入口A,在所述夹套的内部上端设有连通所述中心螺旋盘管的冷却水切向出口;

所述中心螺旋盘管由上升直管和绕上升直管的螺旋盘管连通组成,所述上升直管的端部为冷却水出口B,冷却水由A口斜向下切向进入所述夹套中旋转上升,到达所述冷却水切向出口后沿切向进入所述螺旋盘管下降至集液脊后通过所述上升直管上升,从B口流出,所述集液脊位于所述蒸汽喷管的顶部上方;

其中,所述螺旋冷凝器的进气磨口处内壁面为康达效应面。

8. 根据权利要求1-7任一项所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,

所述实验溶剂包括对二甲苯、间二甲苯和重蒸馏D30溶剂油,三者之间的体积配比为30~50%:10~20%:20~40%,所述实验溶剂的表面张力小于所述疏水过滤套的表面张力。

9. 一种用于测定试样中特定组分的分析方法,采用权利要求8所述的一种用于测定试样中特定组分的实验装置,其特征在于,所述方法包括:

S100、确定实验的试样质量 $m_{\text{试样}}$;

S200、由下至上依次安装三口平底烧瓶、蒸汽喷射抽提器、疏水过滤套、螺旋冷凝器和低颈干燥管;其中,实验试样加装在所述疏水过滤套内;

S300、所述螺旋冷凝器内通有冷却水,加热所述三口平底烧瓶内的溶剂,使其内部产生蒸汽上升至所述蒸汽喷射抽提器内喷出,而后上升进入所述螺旋冷凝器内冷凝,冷凝后的溶液沿集液脊回落至所述蒸汽喷射抽提器的蒸汽喷管顶部,沿康达效应面导入所述蒸汽喷射抽提器的壁面,溶剂携带试样中的可溶物在回落过程中形成温差场,直至回流至所述三口平底烧瓶中;

S400、所述三口平底烧瓶对回流的溶液进行再次蒸发,直至萃取完成;

S500、关闭装置,将所述疏水过滤套取出,进行烘干称取其质量为 m_2 ,结合所述疏水过滤套的初始质量 m_0 ,得到试样中沉淀物的质量。

10. 根据权利要求9所述的分析方法,其特征在于,

所述分析方法能够同时测定试样中沉淀物和含水量,其过程为:

在所述三口平底烧瓶和所述蒸汽喷射抽提器之间安装并行管下沉式分水器,在接受管内加装溶剂至满刻线处;

加热所述三口平底烧瓶内的溶剂,使其内部产生蒸汽经所述下沉式分水器上升至所述蒸汽喷射抽提器内喷出,而后上升进入所述螺旋冷凝器内冷凝,冷凝后的溶液回落至所述蒸汽喷射抽提器内,溶剂携带试样中的可溶物流入两相互平行的接受管中,水相富集在接受管底部,剩余溶液回流至所述三口平底烧瓶中;

所述三口平底烧瓶对回流的溶液进行再次蒸发,直至萃取完成;

待装置冷却至室温后,根据所述接受管接受的全部水溶液体积 $V_{\text{水}}$ 得到试样中含水量 $m_{\text{水}}$;关闭装置,将所述疏水过滤套取出,进行烘干,得到试样中沉淀物的质量。

一种用于测定试样中特定组分的实验装置及分析方法

技术领域

[0001] 本发明属于原油沉淀物含量测定方向,具体涉及一种用于测定试样中特定组分的实验装置及分析方法。

背景技术

[0002] 在工作中需测定原油沉淀物含量及含水率。目前测定沉淀物含量主要由两种方法:分别是原油和燃料油中沉淀物测定法抽提法(GB 6531-86),以及原油中水和沉淀物的测定离心法(GB/T 6533-2012)。原油含水率的测试方法主要有:蒸馏法(GB/T 8929-2006)、卡尔费休法(电位滴定GB/T 26986-2011或库伦滴定GB/T 11146-2009)及前述离心法(GB/T 6533-2012)等。

[0003] 根据现行标准及行业共识,原油水含量测定以蒸馏法为仲裁方法,沉淀物含量测定以抽提法为仲裁方法,使得这两种方法具有特殊地位。但两种方法需要将试样分成两份分别独立操作,这无形之中增加了实验偶然误差的可能。且两个实验操作比较繁琐,所需药剂受到国家管制,在试样较多时操作难度大幅上升。而且抽提法中,所使用的仪器含有不锈钢零件及含银焊料等,在酸性压裂采油试样、二氧化碳驱油采油试样的测试中,仪器的耐腐蚀性大幅下降,不再耐用。

[0004] 所以,有关原油中沉淀物含量及含水率常用的仲裁测定方法,需要使用不同的设备装置,降低了实验装置的使用效能。而且需要分开测量沉淀物含量和含水量,测量精度因分开实验也存在误差风险。

[0005] 目前技术虽然也公开了能够通过一套实验装置定量测量沉淀物和含水量,如专利申请号201910289667.0公开的一种含油污泥三相分离与定量的系统及方法,但是由于球形烧瓶的宽度限制,结合分流器两个分管的体积容量需求使得分流器高度较大,以及旋流式冷凝器的长度需要根据蒸汽的降温时长设置长度,最终系统整体的高度至少为1.6米,无法放置在通风橱中,降低了实验安全性。而且该方法中使用的溶剂由于各组分沸点有一定差别,存在一定的爆沸风险,增大了实验危险性;玻璃纤维过滤套在含大量水分的试样中可能发生解体导致实验失败;系统结构多,分离实验后需要逐步骤冲洗,工作量大。

发明内容

[0006] 为解决上述问题,本发明提供了一种用于测定试样中特定组分的实验装置及分析方法。

[0007] 在本发明的第一个方面,提供了一种用于测定试样中特定组分的实验装置,所述实验装置包括:

[0008] 三口平底烧瓶,内部装有实验溶剂和磁力搅拌子;

[0009] 蒸汽喷射抽提器,连接安装在所述三口平底烧瓶上,使所述三口平底烧瓶内产生的蒸汽上升至所述蒸汽喷射抽提器内,并从蒸汽喷管喷出到围绕蒸汽喷管放置的至少一个疏水过滤套上,所述疏水过滤套内装有待测定试样;

[0010] 螺旋冷凝器,连接所述蒸汽喷射抽提器,用于使蒸汽沿通有冷却水的中心螺旋盘管冷凝回落至所述蒸汽喷射抽提器内进行循环萃取,以测定沉淀物含量;

[0011] 低颈干燥管,安装在所述螺旋冷凝器上,用于隔绝空气中的水分。

[0012] 进一步地,所述实验装置还包括并行管下沉式分水器,通过所述并行管下沉式分水器的蒸汽管和上端出口分别连接所述三口平底烧瓶和所述蒸汽喷射抽提器,经过所述螺旋冷凝器冷凝后的蒸汽由所述蒸汽喷射抽提器中回落至所述并行管下沉式分水器的接受管中以分离试样中的水;

[0013] 其中,所述蒸汽管和所述接受管之间的平行管间距大于所述三口平底烧瓶的最大半径,所述接受管下沉式位于所述三口平底烧瓶的侧边,其底部能够低于所述蒸汽管的底部。

[0014] 进一步地,所述三口平底烧瓶的中间瓶口安装所述下沉式分水器或所述蒸汽喷射抽提器,两侧的瓶口分别用于安装分液漏斗进行加标回收和放置温度传感器。

[0015] 进一步地,所述蒸汽喷管为位于所述蒸汽喷射抽提器中心的直通管,所述直通管的底部端口连通所述蒸汽喷射抽提器的进气口,在所述蒸汽喷管的顶部侧壁上对称设有至少三个喷射口,所述直通管的壁面和所述蒸汽喷射抽提器的外壁之间形成容纳腔,用于放置所述疏水过滤套,所述蒸汽喷射抽提器的底部设有入口相邻、出口连通的虹吸回液管和开关回液支管。

[0016] 进一步地,所述虹吸回液管的顶端高度低于所述直通管的喷射口高度,放置在容纳腔中的所述疏水过滤套的高度低于所述喷射口的高度高于所述虹吸回液管的顶端高度,使得从所述喷射口喷出的蒸汽能够直接喷射到所述疏水过滤套上。

[0017] 进一步地,所述疏水过滤套为采用PTFE真空熔融烧结爆炸模具成型工艺制备的具有外粗内细孔隙的过滤套,所述疏水过滤套表面张力为27-32mN/m。

[0018] 进一步地,所述螺旋冷凝器为切向起旋-螺旋康达效应高效冷凝器,在其内壁和外壁之间形成夹套,所述中心螺旋盘管位于内壁的内部,在其外壁下端设有连通所述夹套的斜向下的冷却水切向入口A,在所述夹套的内部上端设有连通所述中心螺旋盘管的冷却水切向出口;

[0019] 所述中心螺旋盘管由上升直管和绕上升直管的螺旋盘管连通组成,所述上升直管的端部为冷却水出口B,冷却水由A口斜向下切向进入所述夹套中旋转上升,到达所述冷却水切向出口后沿切向进入所述螺旋盘管下降至集液脊后通过所述上升直管上升,从B口流出,所述集液脊位于所述蒸汽喷管的顶部上方;

[0020] 其中,所述螺旋冷凝器的进气磨口处内壁面为康达效应面。

[0021] 进一步地,所述实验溶剂包括对二甲苯、间二甲苯和重蒸馏D30溶剂油,三者之间的体积配比为30~50%:10~20%:20~40%,所述实验溶剂的表面张力小于所述疏水过滤套的表面张力。

[0022] 在本发明的第二个方面,提供了一种用于测定试样中特定组分的分析方法,采用上述用于测定试样中特定组分的实验装置,所述方法包括:

[0023] S100、确定实验的试样质量 $m_{\text{试样}}$;

[0024] S200、由下至上依次安装三口平底烧瓶、蒸汽喷射抽提器、疏水过滤套、螺旋冷凝器和低颈干燥管;其中,实验试样加装在所述疏水过滤套内;

[0025] S300、所述螺旋冷凝器内通有冷却水,加热所述三口平底烧瓶内的溶剂,使其内部产生蒸汽上升至所述蒸汽喷射抽提器内喷出,而后上升进入所述螺旋冷凝器内冷凝,冷凝后的溶液沿集液脊回落至所述蒸汽喷射抽提器的蒸汽喷管顶部,沿康达效应面导入所述蒸汽喷射抽提器的壁面,溶剂携带试样中的可溶物在回落过程中形成温差场,直至回流至所述三口平底烧瓶中;

[0026] S400、所述三口平底烧瓶对回流的溶液进行再次蒸发,直至萃取完成;

[0027] S500、关闭装置,将所述疏水过滤套取出,进行烘干称取其质量为 m_2 ,结合所述疏水过滤套的初始质量 m_0 ,得到试样中沉淀物的质量。

[0028] 进一步地,所述分析方法能够同时测定试样中沉淀物和含水量,其过程为:

[0029] 在所述三口平底烧瓶和所述蒸汽喷射抽提器之间安装并行管下沉式分水器,在接受管内加装溶剂至满刻线处;

[0030] 加热所述三口平底烧瓶内的溶剂,使其内部产生蒸汽经所述下沉式分水器上升至所述蒸汽喷射抽提器内喷出,而后上升进入所述螺旋冷凝器内冷凝,冷凝后的溶液回落至所述蒸汽喷射抽提器内,溶剂携带试样中的可溶物流入两相互平行的接受管中,水相富集在接受管底部,剩余溶液回流至所述三口平底烧瓶中;

[0031] 所述三口平底烧瓶对回流的溶液进行再次蒸发,直至萃取完成;

[0032] 待装置冷却至室温后,根据所述接受管接受的全部水溶液体积 $V_{水}$ 得到试样中含水量 $m_{水}$;关闭装置,将所述疏水过滤套取出,进行烘干,得到试样中沉淀物的质量。

[0033] 本发明和现有技术相比具有如下有益效果:

[0034] 1.本发明提供的实验装置,采用了螺旋冷凝器,较之常规的直管冷凝器,中心螺旋盘管在保证冷凝管长度的基础上,降低了装置整体的高度,过滤套放置在蒸汽喷射抽提器内进一步降低了抽提器的高度,使得装置整体高度低于1米,能够放置到常规的通风橱中。

[0035] 2.基于本发明提供的实验装置,在保证整体高度不超过1米的限制下,可以同时测定试样中的沉淀物含量和含水量,装置整体由5-6个组件装配组成,简化了实验步骤,同时易于实验终了的冲洗环节。

附图说明

[0036] 为了更清楚地说明本发明的实施方式或现有技术中的技术方案,下面将对实施方式或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍。显而易见地,下面描述中的附图仅仅是示例性的,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据提供的附图引申获得其它的实施附图。

[0037] 图1为本发明实施例中实验装置的示意图(左图为测定沉淀物含量及含水率,右图为仅测定沉淀物含量);

[0038] 图2为本发明实施例中三口平底烧瓶的示意图;

[0039] 图3为本发明实施例中并行管下沉式分水器的示意图;

[0040] 图4为本发明实施例中蒸汽喷射抽提器的示意图;

[0041] 图5为本发明实施例中疏水过滤套的示意图;

[0042] 图6为本发明实施例中切向起旋-螺旋康达效应高效冷凝器的示意图;

- [0043] 图7为本发明实施例中图6中A-A处剖视图；
- [0044] 图8为本发明实施例中图6中B-B处剖视图；
- [0045] 图9为本发明实施例中低高度干燥管的示意图；
- [0046] 图10为本发明实施例中分析方法的流程示意图；
- [0047] 图中标号：
- [0048] 1为三口平底烧瓶,2为下沉式保温分水器,3为蒸汽喷射抽提器,4为PTFE疏水熔融微孔滤芯,5为螺旋冷凝器,6为低颈干燥管；
- [0049] 201为接受管,202为蒸汽管,203为回流管,204为节门结构,301为蒸汽喷管,302为喷射口,303为虹吸回液管,304为开关回液支管,305为容纳腔,501为夹套,502为螺旋盘管,503为上升直管,504为集液脊,505为康达效应面,506为冷却水切向出口,A口为倾斜向下的冷却水切向入口,B口为冷却水切向出口。

具体实施方式

[0050] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0051] 本发明公开了一种用于测定试样中特定组分的实验装置,实验装置包括：

[0052] 三口平底烧瓶,内部装有实验溶剂和磁力搅拌子；

[0053] 蒸汽喷射抽提器,连接安装在三口平底烧瓶上,使三口平底烧瓶内产生的蒸汽上升至蒸汽喷射抽提器内,并从蒸汽喷管喷出到围绕蒸汽喷管放置的至少一个疏水过滤套上,疏水过滤套内装有待测定试样；

[0054] 螺旋冷凝器,连接蒸汽喷射抽提器,用于使蒸汽沿通有冷却水的中心螺旋盘管冷凝回落至蒸汽喷射抽提器内进行循环萃取,以测定沉淀物含量；

[0055] 低颈干燥管,安装在螺旋冷凝器上,在最大限度的降低仪器整体高度的同时用于隔绝空气中的水分。

[0056] 上述装置,能够用于萃取试样中的特定组分如沉淀物,进而确定其含量。而且上述装置中,采用了螺旋冷凝器,较之常规的直管冷凝器,中心螺旋盘管在保证冷凝管长度的基础上,降低了装置整体的高度,过滤套放置在蒸汽喷射抽提器内进一步降低了抽提器的高度,装置整体最优可达670mm,低于1米,能够放置到常规的通风橱中。

[0057] 为进一步实现通过同一套设备测定含水量,实验装置还包括并行管下沉式分水器,通过并行管下沉式分水器的蒸汽管和上端出口分别连接三口平底烧瓶和蒸汽喷射抽提器,冷凝后的蒸汽由蒸汽喷射抽提器中回落至并行管下沉式分水器的接受管中以分离试样中的水；其中,蒸汽管和接受管之间的平行管间距大于三口平底烧瓶的最大半径,接受管下沉式位于三口平底烧瓶的侧边,其底部能够低于蒸汽管的底部。

[0058] 一般情况下,分水器安装在沸腾烧瓶上,由于烧瓶宽度和分水器中的接受管在空间位置上相互阻碍,和接受管的容量限制,导致传统分水器的蒸汽管一般较长,高度较高,使用不便利甚至无法使用。而本实施例中,蒸汽管和接受管之间的平行管间距A1经过加长设计,接受管水平位置能够低于蒸汽管底部,相当于接受管可以下沉到烧瓶的瓶体位置,从

而在保证了接受管内部容量的基础上缩短了分水器的高度,使得实验装置整体高度仍然不会超过1米,增强了实验装置的实用性,在一种典型布置中安装有并行管下沉式分水器的实验装置整体高度为820mm。

[0059] 如图3所示,接受管为两根相互平行、顶部连通分水器上部出口的并行管,使得接受管的容积能够保持在5ml,而且在接受管的底部均设有节门结构,以在实验过程中灵活地控制水量的富集。如试样比预测的含水量高,则可在实验过程中先放出一部分富集的水相并记录;在实验结束后,累加这部分水量,得到试样含水量。对于精度要求不高,且试样含水率不好预估的场合(如新开油井的勘探、钻井、试采测试等),相对于没有节门的分水器(如GB 8929所述款),特别适用于含水量相比预估结果过高导致超过刻度线而无法定量导致重做的实验情况,可以极大的减少现场测试人员的工作强度。

[0060] 在接受管的上方和蒸汽管之间连通有回流管,可打开排水。蒸汽管部分包括上部出口磨口都完全包覆真空隔热夹层,以进一步降低下沉式分水器高度。

[0061] 优选地,平行管间距 $A1 = \text{烧瓶最宽处外壁半径} + 10\text{mm}$,结合三口平底烧瓶, $A1$ 典型长度约为85mm。

[0062] 本发明中,通过测定特定组分的类型,如是否测量含水量,可以选择是否组装并行管下沉式分水器,在测量含水量的需求下,只需要加装一个分水器能够同步测定试样中沉淀物和含水量,如测定原油、中草药的特定组分及含水率等,装置组成仅上述5-6个结构组件,简化了实验装置。

[0063] 如图2所示,本发明优选使用三口平底烧瓶作为溶剂沸腾烧瓶,三口平底烧瓶的中间瓶口可用于安装并行管下沉式分水器或蒸汽喷射抽提器,两侧的瓶口为 45° 斜口,分别用于安装分液漏斗,用于水含量或标准液体含量测试的加标回收,和放置温度传感器,以加强磁力搅拌加热板的温度控制精度。

[0064] 上述蒸汽喷射抽提器如图4所示,蒸汽喷管为位于蒸汽喷射抽提器中心的直通管,直通管的底部端口连通蒸汽喷射抽提器的进气口,在蒸汽喷管的顶部侧壁上对称设有至少三个喷射口,喷射口为切向设计,可以让蒸汽在其中旋转喷出并上升,以增大蒸汽路径,提高抽提效率。蒸汽喷管为直通设计,相对于前代磨口组装设计,能够极大的提高蒸汽喷射量。而且直通管的壁面和蒸汽喷射抽提器的外壁之间形成容纳腔,可用于放置疏水过滤套,能够降低萃取装置整体高度。蒸汽喷射抽提器的底部设有入口相邻、出口连通的虹吸回液管和开关回液支管,支管汇流处为“y”型设计,相对于传统的“T”型设计,极大地减少了回流阻力,而且开关支管的设计减少了实验步骤,特别是实验终了的冲洗环节,得到了极大的改善。

[0065] 此外,虹吸回液管的顶端高度低于直通管的喷射口高度,放置在容纳腔中的疏水过滤套的高度低于喷射口的高度高于虹吸回液管的顶端高度,使得从喷射口喷出的蒸汽能够直接喷射到疏水过滤套上,促进蒸汽与试样进行接触并富集提取物质。并且在容纳腔中溶剂积攒到回流高度时,不会没过疏水过滤套,能够避免灌满其内部造成试样溢出实验失败,或导致溶剂从蒸汽喷射口流入蒸汽管造成危险。

[0066] 在一个优选实施例中,整个抽提器控制高度的一种典型布置为:上磨口71/60底边距离蒸汽喷射口中心为10mm,蒸汽喷射口底边距离过滤套平移中心高度2.5mm,过滤套上边沿距离虹吸管顶端高度5mm。在此种布置下,蒸汽溶剂可最大程度的与试样进行接触并富集

提取物质。抽提器内最小环空间距26mm,可兼容现行GB 6531-86所述抽提套筒。在仅测试沉淀物质量或只需知道平均水含量时,抽提器可一次在环空位置布置5~6个PTFE过滤套。相对于GB 6531-86的单个测试,极大提高了测试效率。

[0067] 如图5所示,疏水过滤套为采用PTFE真空熔融烧结爆炸模具成型工艺制备的具有外粗内细孔隙的疏水过滤套,具有高孔隙率,耐酸碱,过滤精度高等优点,相对于目前GB6531-86所使用的耐火材料滤芯,不仅造价上不到后者的1/10~1/20,且孔径指数为5 μm ,相对标准描述的10~16 μm 有大幅提高。孔径指数的减小,使得过滤套表面张力能够达到27-32mN/m之间,但是过滤套的表面张力大于实验溶剂的表面张力,能够使得滤芯有机溶剂最小渗透率降低60%,提高滤芯的过滤面积及流动速率。

[0068] 测试中对比使用了多种材质,在150 \pm 10 $^{\circ}\text{C}$ 温度下,热蒸汽喷射的环境中,只有PTFE材质可像GB 6531-86所述过滤套材质一样稳定存在,并维持孔隙率和孔径指数。测试过的不同材质滤筒包括:

- [0069] (1) 有胶玻璃纤维:蒸汽喷射下解体
- [0070] (2) 无胶玻璃纤维:高含水模拟工况下,浸泡解体
- [0071] (3) 聚酰亚胺:高温下水解,影响含水量检测结果
- [0072] (4) 聚丙烯PP等塑料:高温下溶胀
- [0073] (5) PEEK, FEP, PFA:材料成本无法接受

[0074] 由于材料为疏水PTFE,在干燥环境下,滤芯无法透过水等极性溶剂,使得对于高含水原油试样也可直接装入其中进行测试,无需沥水步骤,减小了操作强度,提高了试样的原初性。

[0075] 而且PTFE滤芯无脱粒现象,为沉淀物的质量测定提供了保证,GB6531所述滤芯在每次使用前需要耗费大量时间对滤芯进行敲击打磨等表面清理,以防止在测试过程中掉渣,而PTFE滤芯极大的节约了实验时间。PTFE滤芯表面光滑如蜡,孔隙基本呈现外粗内细的形态,使其不易嵌顿沉淀物微粒,方便清洗,便于复用,特别适合一些精度要求不高,非仲裁实验的场合,能够进一步减少实验成本。

[0076] 如图6-8所示,螺旋冷凝器为切向起旋-螺旋康达效应高效冷凝器,在其内壁和外壁之间形成有夹套,中心螺旋盘管位于内壁的内部,在其外壁下端设有连通夹套的斜向下的冷却水入口A,在夹套的内部上端设有连通中心螺旋盘管的冷却水切向出口,中心螺旋盘管由上升直管和绕上升直管的螺旋盘管连通组成,上升直管的端部为冷却水出口B,冷却水由A口斜向下切向进入夹套中旋转上升,到达冷却水切向出口后沿切向进入螺旋盘管下降至集液脊后通过直管上升,从B口流出。

[0077] 其中,冷凝水入口采用斜向下切入设计,结合夹套中的冷却水切向出口设计,可以将夹套冷凝水的流动由传统的慢速溢流式,转变为高速旋流式,延长了冷却水的运动路径,从而提高冷却效率,在此模式下,单位时间内冷凝管可以带走更多的热量。

[0078] 内部螺旋盘管的设置同样可使冷凝水在盘管内旋转下降与高流速一同增加冷凝效率,最后盘管自中心处直通上升,使冷凝器具备三个高效冷凝面,冷凝面之间的间隙较小,能够提高蒸汽接触冷媒效率,并适合实验终了后的淋洗。

[0079] 上述冷凝器具备三个冷凝面分别为:夹套内壁、螺旋管外壁和上升直管外壁,整个冷凝管路为低阻设计,使所有冷凝面发挥最大冷却效率。

[0080] 其中,螺旋盘管底部的集液脊位于蒸汽喷管的顶部上方,集液脊和蒸汽喷管的顶部之间留有间隙,使得螺旋管冷凝面及直管冷凝面冷凝的液体能够准确滴入蒸汽喷射抽提器的蒸汽喷管顶部,从而能够降低蒸汽喷管的顶点温度,通过热传递进一步减小蒸汽喷射阻力;即通过温度场的变化,提高蒸汽管喷射效率。同时集液脊液滴的低落速率可以反馈加热板功率是否合适,根据加热板温度调整提供参考,一种典型的使用方式下,中心低落速度为3~5滴/秒。

[0081] 靠近集液脊一端的进气磨口内壁面为康达效应面,夹套内的冷凝液形成环形导流,尽量使抽提器内冷凝的溶液沿蒸汽喷射抽提器的内壁流下,以使蒸汽喷射抽提器中的冷凝液体自蒸汽喷管中心和外壁之间形成温度差,加强热对流效果。本实施例中,进气磨口为冷凝夹套的一部分,可以保证这种大型磨口在实验中温度稳定,无明显上升,更可以计入有效冷凝长度,减小冷凝器高度,提高冷凝效率。

[0082] 本发明提供的螺旋冷凝器,经过优化设计为一体结构的高速旋流冷凝器,制作难度低,相应的降低了成本。而且在冷凝效率基本一致情况下,由于本实施例中螺旋冷凝器的具有多个冷凝面,在本应用条件下(溶剂沸点 $\leq 142^{\circ}\text{C}$)可以极大的缩减有效冷凝长度,进一步减少了仪器整体高度。

[0083] 通过实验室测试,基于上述螺旋冷凝器,冷凝水流量可以达到2L/min,夹套空直径为6.5mm,流速达到1.025m/s,螺旋管内径4mm,流速可以达到2.6m/s。结合 20°C 时水的黏度,密度,计算出雷诺数分别约为 $\text{Re}_{\text{夹套}}=6652.52$, $\text{Re}_{\text{螺旋管}}=10348.26$ 。夹套中冷凝水的雷诺数大于4000,已经可以定义为湍流,而螺旋管中冷凝水雷诺数大于10000,已进入流动阻力平方区,标志其中冷却水为完全的湍流状态,根据流体力学基础,在湍流状态下,物体表面的热量将被流体大量带走,所以相对于传统小流量的玻璃冷凝器,上述螺旋冷凝器能够极大地提高冷凝器的冷却效率。

[0084] 如图9所示,实验装置中的低颈干燥管为低高度干燥管,是直管干燥器的一种,作用为隔绝空气中的水分混入实验装置增加误差。相对于现有干燥管,降低了填装干燥剂的直管长度。

[0085] 上述实验装置中所有零部件材质为聚四氟乙烯(PTFE)和高硼硅玻璃,整套仪器装置具备优异的化学惰性与结构稳定性,耐受温差达到 200°C ,最大限度的保证了仪器的耐用性和测试结果的准确度。

[0086] 而且所有部件间的磨口,使用PTFE密封套替代凡士林或真空硅脂进行密封,不仅增强了密封性,更能够避免传统凡士林在高温下滴落影响原油含量的检测结果,或硅脂在实验完成后清洗困难的缺点。

[0087] 需要说明的是,本发明提供的实验装置使用的溶剂可以根据待测定试样选择适配的溶剂,可以通过溶剂的选择,对带测定试样中的特定组分进行抽提萃取并分别定量。如:中草药品质及煎药效果的评价,通过改变使用水-乙醇,间二甲苯等溶剂,对中草药中的特定成分进行萃取或水含量评价。还可以用于测定原油沉淀物含量及含水率,针对原油类型试样的测定实验,本发明提供了一种无需使用甲苯的实验溶剂。

[0088] 具体为,实验溶剂包括对二甲苯、间二甲苯和重蒸馏D30溶剂油,三者之间的体积百分数配比为30~50%:10~20%:20~40%。其中,对二甲苯,间二甲苯,重蒸馏D30溶剂油均为分析纯(A.R.级)。

[0089] 对二甲苯为非极性芳烃溶剂,可以针对性的溶解原油中的沥青质和胶质,改善其流变性。其与原油中的各组分皆有不错的溶解性,与重蒸馏D30溶剂油配伍使用可增加对于老化原油试样的溶解能力。此成分为GB 8929-2006中混合二甲苯的一部分。

[0090] 间二甲苯为二甲苯同分异构体的一种,主要作用是可以与水在92℃时形成共沸物,将原油中的水分携带而出,此成分同为GB/T 8929-2006中混合二甲苯的一部分。同时作为芳烃溶剂,可以溶解原油中的难容组分。

[0091] D30溶剂油经过加氢精制,相对于馏程为90~120℃的石油醚,具备更好的热稳定性及洁净度。通过精馏准确切取138~141℃馏分,制成重蒸馏D30溶剂油。其组分为纯净的饱和小分子烷烃,可以增强溶剂的渗透增容效果,同时其沸点与前两种组分相似,在加热中可以方便的与前两种组分共同沸腾,进入抽提器。

[0092] 由于间二甲苯和对二甲苯的表面张力与疏水PTFE滤芯的表面张力在相同范围内(27-32mN/m之间),导致溶剂间二甲苯和对二甲苯组成的溶剂虽能润湿过滤套内壁,但透过过滤套非常缓慢,会极大延长实验时间。

[0093] 而重蒸馏D30溶剂油的表面张力(19mN/m左右)小于间二甲苯和对二甲苯的表面张力,所以重蒸馏D30溶剂油的加入能够降低混合溶剂的表面张力,直至混合溶剂的表面张力小于PTFE过滤套的表面张力时,溶剂既可以迅速润湿过滤套内壁,又能快速的透过过滤套流动,进而达到实验目的,流动速率不低于现行国标所使用的过滤套流速。

[0094] 优选地,重蒸馏D30溶剂油在加入到20%含量时,溶剂的表面张力可以下降到约26mN/m,从而小于疏水过滤套的表面张力,流动速率最佳。

[0095] GB/T 8929-2006中使用混合二甲苯作为蒸馏溶剂,其问题在于,混合二甲苯一般由四种同分异构体构成,分别是:对二甲苯,间二甲苯,邻二甲苯和乙苯。组分选取的理化性质如,表1:

序号	项目	对二甲苯	间二甲苯	临二甲苯	乙苯
1	沸点 ℃	138.4	139	144	136.2
2	闪点 ℃	25	25	17	22
[0096] 3	引燃温度 ℃	528	527	463	432
4	相对密度 (25℃/4℃) g·cm ⁻³	0.85671	0.85992	0.87599	0.86231
5	备注 1	高闪点液体	高闪点液体	中闪点液体	中闪点液体
6	备注 2	偶极矩为 0	与水共沸	高偶极矩	高偶极矩

[0097] 表1混合二甲苯主要组分的关键性质

[0098] 从表1看出,乙苯和邻二甲苯的存在,对测定石油含水量并无作用,乙苯与邻二甲苯沸点的歧化使分溶剂沸腾状态不稳定。同时两种组分的闪点和引燃温度相对较低,也提高了实验的危险性。

[0099] 参考GB6531-86,使用单组分溶剂为甲苯,小分子溶剂组分可以较好的对原油试样

进行渗透,而单组分溶剂沸点一致,不会出现沸腾状态的突变,可见相似沸点溶剂组分是沸腾实验稳定的前提。

[0100] 但甲苯及重蒸馏D30溶剂油性质,见表2:

序号	项目	甲苯	重蒸馏 D30 溶剂油
1	沸点 °C	110.6	140.5
2	闪点 °C	4.4	28
3	引燃温度 °C	528	527
[0101]	相对密度 (25°C/4°C) g·cm ⁻³	0.86230	0.77119
5	备注 1	中闪点液体	高闪点液体
6	备注 2	易制毒 管制品	小分子饱和烃

[0102] 表2甲苯,重蒸馏D30溶剂油关键性质

[0103] 从表2可知,组分溶剂含有甲苯,而甲苯在购买、使用和储存的过程中都受到国家公安机关的严格控制,严重影响了实验的便利性和可执行性,且闪点是所有溶剂组分中最低的,即使在GB6531-86的使用中,整个实验测试需放置在达到一定风量的通风橱中进行,并时刻注意沸腾程度。

[0104] 重蒸馏D30溶剂油,主要成分是经过加氢精制的窄馏程饱和小分子烷烃,沸点与本发明所述溶剂前两种组分相近,可以同时沸腾,沸腾过程更加稳定均匀。同时,小分子烷烃有助于对原油试样进行渗透,以弥补对二甲苯对个别高分子难溶沥青质和胶质溶解效果较慢的缺点。溶剂组分都具备良好的挥发性,方便后续烘干。

[0105] 溶剂各组分体积配比经过测试后得到的最佳配比为5:3:2,此时溶剂的表面张力为26mN/m,小于疏水过滤套的表面张力,流动速率最佳,溶剂配比如表3:

序号	名称	组分作用	体积百分数
[0106]			
1	对二甲苯 A.R.	溶剂	50%
2	间二甲苯 A.R.	共沸携水剂, 溶剂	30%
[0107]			
3	重蒸馏 D30 溶剂油 A.R.	渗透剂, 溶剂, 降低溶 剂整体表面张力	20%

[0108] 表3甲苯,重蒸馏D30溶剂油关键性质

[0109] 基于上述实验装置,本发明还提供了一种用于测定试样中特定组分的分析方法,如图1所示,测定沉淀物的方法步骤包括:

[0110] S100、确定实验的试样质量 $m_{\text{试样}}$,其过程如下:

[0111] S101、在分析天平上放入圆形称量舟,待天平读数稳定后清零。

[0112] S102、在分析天平上称量洁净干燥的疏水过滤套,得到质量 m_0 ,取适量待测试样,试样量根据预估含水进行加装,可参考GB/T 8929-2006。放入疏水过滤套,称取质量 m_1 ,则试样的质量:

[0113] $m_{\text{试样}} = m_1 - m_0$

[0114] S200、由下至上依次安装三口平底烧瓶、蒸汽喷射抽提器、疏水过滤套、螺旋冷凝器和低颈干燥管;安装过程为:

[0115] S201、在三口平底烧瓶中加入400mL左右的实验溶剂和磁力搅拌子,在其中一个侧边瓶口内安装加热板温度传感器并固定。如需进行含水量加标回收测试,可在另一个侧边瓶口内安装恒压漏斗。

[0116] S202、按上述总装图由下至上组装装置,在组装并固定三口平底烧瓶、蒸汽喷射抽提器后。

[0117] S203、将装好试样并称量过的疏水过滤套放入蒸汽喷射抽提器中,并用一定量的溶剂淋洗称量舟,淋洗液倒入蒸汽喷射抽提器中,后加入溶剂到蒸汽喷射抽提器中,液面不超过虹吸回液管的小球中线。

[0118] S204、将螺旋冷凝器装入蒸汽喷射抽提器的槽座固定,将低颈干燥管加入合适粒径的硅胶干燥剂后安装在螺旋冷凝器上。

[0119] S205、硅胶软管连接循环冷却水进出口,螺旋冷凝器下端A口为冷却水入口,上端B口为冷却水出口。

[0120] S206、检查各处确认已安装连接好,循环冷却水正常后,开启磁力搅拌装置,先按使用溶剂的沸点+5℃设定目标温度,之后根据溶剂沸腾情况调节。磁力搅拌转速维持在适当程度,可选择使用具有独立硬件加热温度保护功能的加热板,设置加热器件最高表面温度小于溶剂引燃温度20℃,以保证实验安全。

[0121] S300、加热三口平底烧瓶内的溶剂,使其内部产生蒸汽上升至蒸汽喷射抽提器内喷出,而后上升进入螺旋冷凝器内冷凝,冷凝后的溶液沿集液脊回落至蒸汽喷射抽提器的蒸汽喷管顶部,沿康达效应面导入蒸汽喷射抽提器的壁面,溶剂携带试样中的可溶物在回落过程中形成温差场,直至回流至三口平底烧瓶中。

[0122] 随着实验进行,冷凝的液体准确滴入蒸汽喷射抽提器的蒸汽喷管顶部,能够降低蒸汽喷管的顶点温度,通过温度场的变化,提高蒸汽管喷射效率。同时容纳腔底部靠近蒸汽喷管处会形成使溶剂微沸腾的高温场,冷凝器下端的康达效应面会将冷却的溶剂导入抽提器四壁,并沿壁面流下,从而在溶剂表面容纳腔的外边缘形成低温场。高低温场由于热对流,及溶剂不断的沸腾回流的作用下,在容纳腔形成对流,进一步提高抽提效率。

[0123] S400、三口平底烧瓶对回流的溶液进行再次蒸发,直至萃取完成。

[0124] S500、关闭装置,将疏水过滤套取出,进行烘干,称取其质量为 m_2 ,结合所述疏水过滤套的初始质量 m_0 ,得到试样中沉淀物的质量。实验完成后的操作包括:

[0125] S501、关闭加热源,磁力搅拌不得停止,等待仪器自然冷却,之后取走低颈干燥管,

安装恒压淋洗漏斗,对螺旋冷凝器和蒸汽喷射抽提器进行淋洗,淋洗原则为少量多次,每次淋洗时,蒸汽喷射抽提器的回液支管开关应打开。直至蒸汽喷射抽提器、疏水过滤套中不再有液体渗出保留。

[0126] S502、关闭磁力搅拌装置及循环冷却水装置,排净螺旋冷凝器套管中的循环冷却水。按照自上而下的顺序拆卸淋洗分液漏斗和螺旋冷凝器。

[0127] S503、使用PTFE镊子小心的将疏水过滤套取出,注意不要到倒置或倾覆。将疏水过滤套放在表面皿中,并放在烘箱中烘干,设定温度为115~120℃,烘干1小时,在没有干燥剂的干燥器中冷却,得到干燥的附着有不溶固形物的疏水过滤套,称取疏水过滤套的质量记为 m_2 ,则试样中沉淀物的质量为:

$$[0128] \quad m_{\text{沉淀物}} = m_2 - m_0$$

[0129] 基于上述分析方法,能够同时测定试样中沉淀物和含水量,其过程为:

[0130] 在三口平底烧瓶和蒸汽喷射抽提器之间安装并行管下沉式分水器,使用长颈移液器加装溶剂加至接受管的满刻度处。

[0131] 加装并行管下沉式分水器后,三口平底烧瓶内部产生的蒸汽经并行管下沉式分水器上升至蒸汽喷射抽提器内喷出,而后上升进入螺旋冷凝器内冷凝,冷凝后的溶液回落至蒸汽喷射抽提器内,溶剂携带试样中的可溶物流入接受管中,水相富集在接受管底部,剩余溶液回流至三口平底烧瓶中。

[0132] 其中,螺旋冷凝器内冷凝的溶液落入蒸汽喷射抽提器内,当蒸汽喷射抽提器中液面逐渐升高,至虹吸回液管最高处后,发生虹吸效应,将蒸汽喷射抽提器中的溶剂携带可溶物流入并行管下沉式分水器中,由于溶剂密度比水轻,且与水互不相容,所以水相会富集在分水器刻度管的底部,携带可溶物的溶剂回到三口平底烧瓶中。根据接受管内富集的水量,可以通过节门结构先放出一部分水相。

[0133] 三口平底烧瓶对回流的溶液进行再次蒸发,溶剂如此周而复始的萃取,直至回流到下沉式分水器的溶剂变得澄清透明,分水器刻度管中水层液面不再变化,萃取完成。

[0134] 待装置冷却至室温后,根据接受管接受的全部水溶液体积 $V_{\text{水}}$ 得到试样中含水量 $m_{\text{水}}$;

$$[0135] \quad m_{\text{水}} = \rho_{\text{水}} V_{\text{水}}$$

[0136] 如果需要更精确的定量,可以将分水器接受管中的水相放出并称重记为 $m_{\text{水}}$ 。

[0137] 而后继续上述步骤关闭装置,将疏水过滤套取出,进行烘干,得到试样中沉淀物的质量。

[0138] 如果测定试样为原油,则原油试样中的原油质量为:

$$[0139] \quad m_{\text{油}} = m_{\text{试样}} - m_{\text{水}} - m_{\text{砂}}$$

$$[0140] \quad m_{\text{油}} = (m_1 - m_0) - \rho_{\text{水}} V_{\text{水}} - (m_2 - m_0)$$

[0141] 原油试样中,沉淀物的含率为:

$$[0142] \quad \%_{\text{沉淀物}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

[0143] 原油试样中,水的含率为:

$$[0144] \quad \%_{\text{水}} = \frac{\rho_{\text{水}} \times V_{\text{水}}}{m_1 - m_0}$$

[0145] 原油试样中,水的含率为:

$$[0146] \quad \%_{\text{原油}} = 100\% - \%_{\text{沉淀物}} - \%_{\text{水}}$$

[0147] 基于上述分析方法,添加下沉式分水器,能够同步测定试样中的沉淀物和含水率。

[0148] 需要进一步说明的是,基于上述实验装置及方法,结合本发明提供的实验溶剂,在测定原油试样的含水量精度上可以媲美GB/T 8929-2006(蒸馏法),测定沉积物含量精度可以媲美GB 6531-86(抽提法),而且改进提高了溶剂的安全性,无需使用到甲苯,提供实验的便利性,如表4:

序号	组别	1(试样总质量 5g)		2(试样总质量 5g)		3(试样总质量 5g)		4(试样总质量 5g)	
		水含量	沙含量	水含量	沙含量	水含量	沙含量	水含量	沙含量
	实验室配置油样	0.05mL	0.01g	0.15mL	0.2g	0.5mL	0.5g	1mL	1g
[0149]	蒸馏法	0.05mL	/	0.125mL	/	0.475 mL	/	1.025mL-	/
	抽提法	/	0.0093g	/	0.1989g	/	0.4963g	/	0.9911g
	离心法	0.05mL		0.175mL		0.675mL		1.375mL	
	本专利方法	0.05mL	0.0097g	0.15mL	0.1996g	0.475mL	0.4987g	1.0mL	0.9975g

[0150] 表4实验室配置试样含水量、含沙量测试结果对比

[0151] 从表4可以看出,基于本发明方法得到的测试结果基本与现有仲裁方法所得测试结果相似,贴近标准添加量;对比离心法只能获得试样中含水与含沙总量,本方法可以同步分别得到试样中含水量和含沙量,具备明显优势。

[0152] 此外,本发明提供的用于测定试样中特定组分的实验装置,及对应的分析方法,无需使用甲苯作为溶剂,提高了实验便捷性,对比国标离心法具有便捷性之外还具有购置成本的优势。

[0153] 本发明提供的实验装置,可采用玻璃仪器吹制,购置成本上费用较低,即使是单套自行设计定制,整套价格也不超过1200元,使用标准磨口连接方便替换,也可用于其他实验。而离心法需用到专用石油离心机,离心机购置成本大约为3~5万元,且由于是伴热型低速离心机,应用场景有限,同时配套的玻璃离心管购置成本约75元/个左右,但由于离心力作用及试样的不确定性,离心管为耗材,容易损坏,需时常购新。

[0154] 以上实施例仅为本申请的示例性实施例,不用于限制本申请,本申请的保护范围由权利要求书限定。本领域技术人员可以在本申请的实质和保护范围内,对本申请做出各种修改或等同替换,这种修改或等同替换也应视为落在本申请的保护范围内。

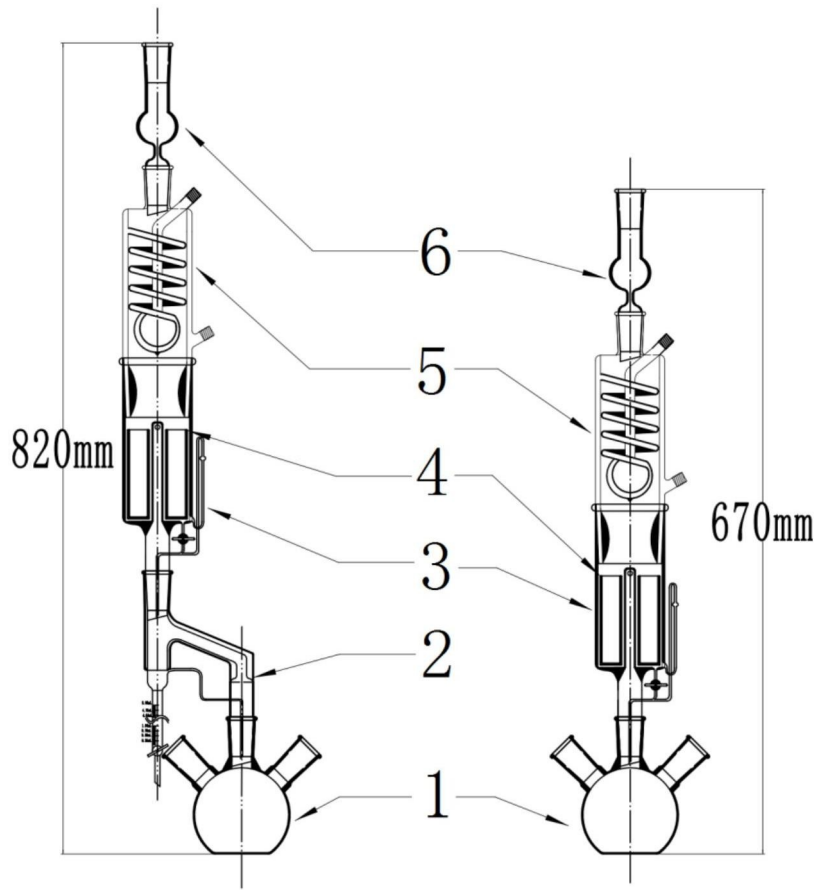


图1

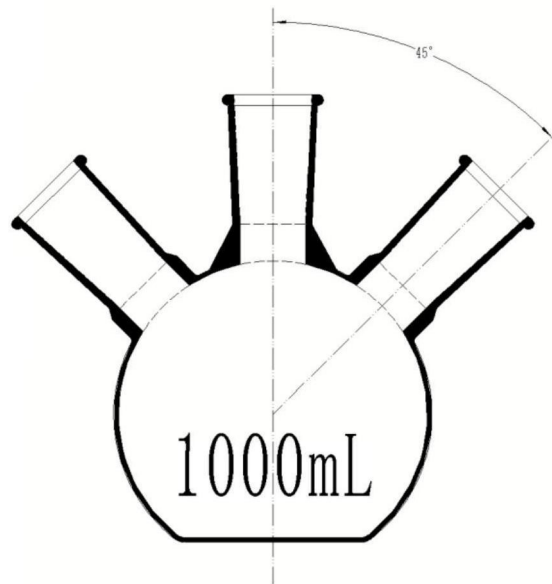


图2

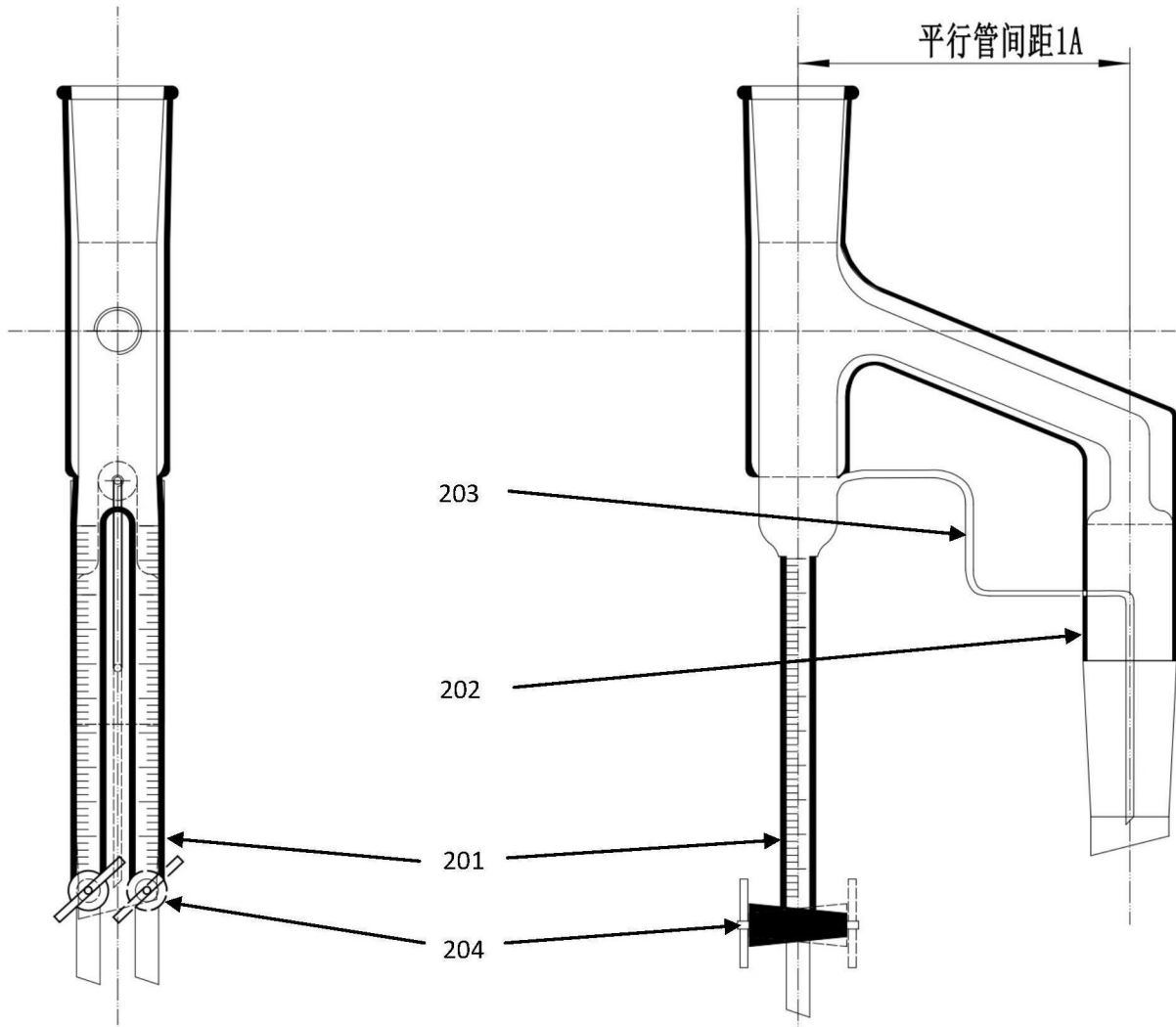


图3

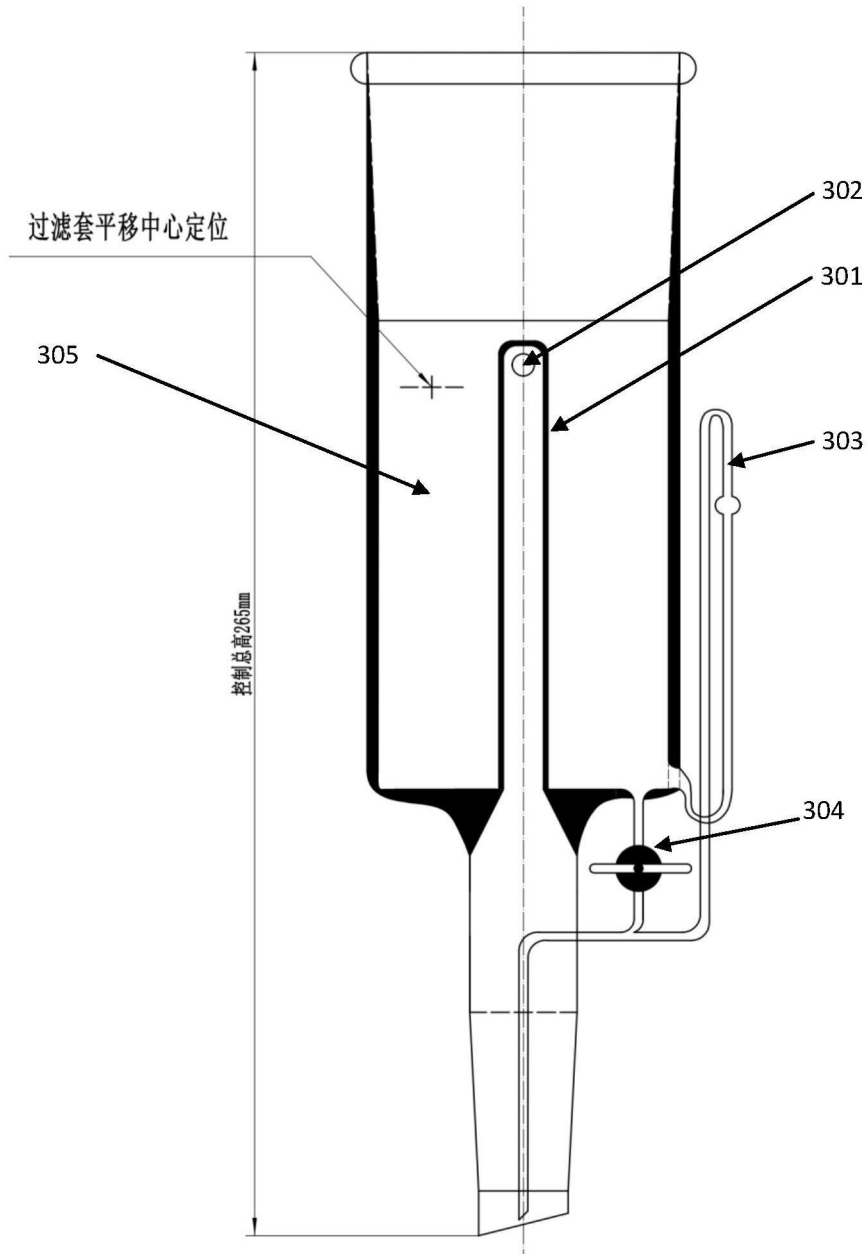


图4

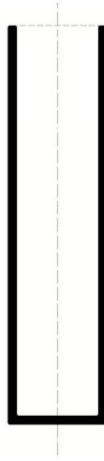


图5

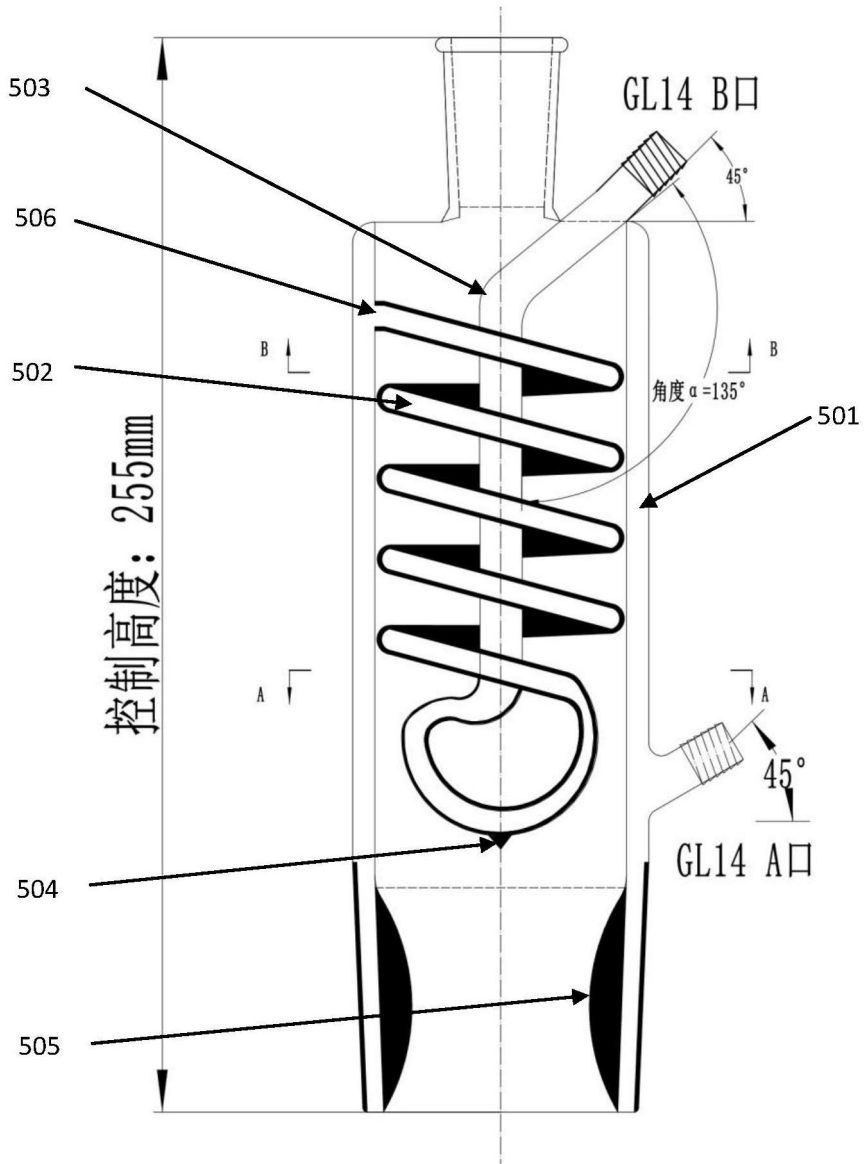


图6

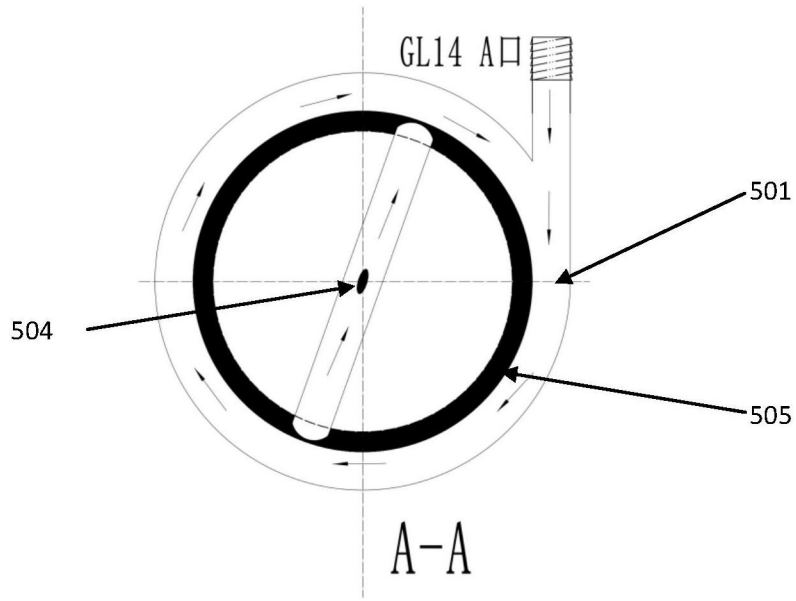


图7

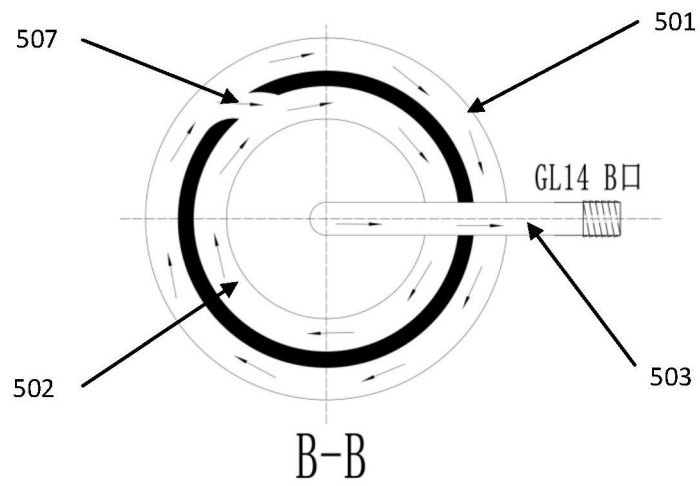


图8

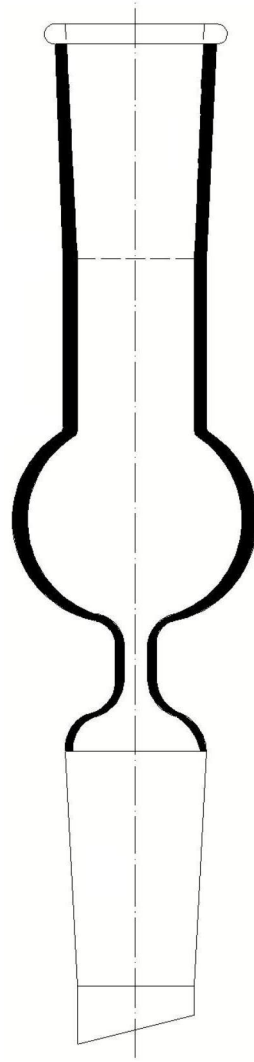


图9

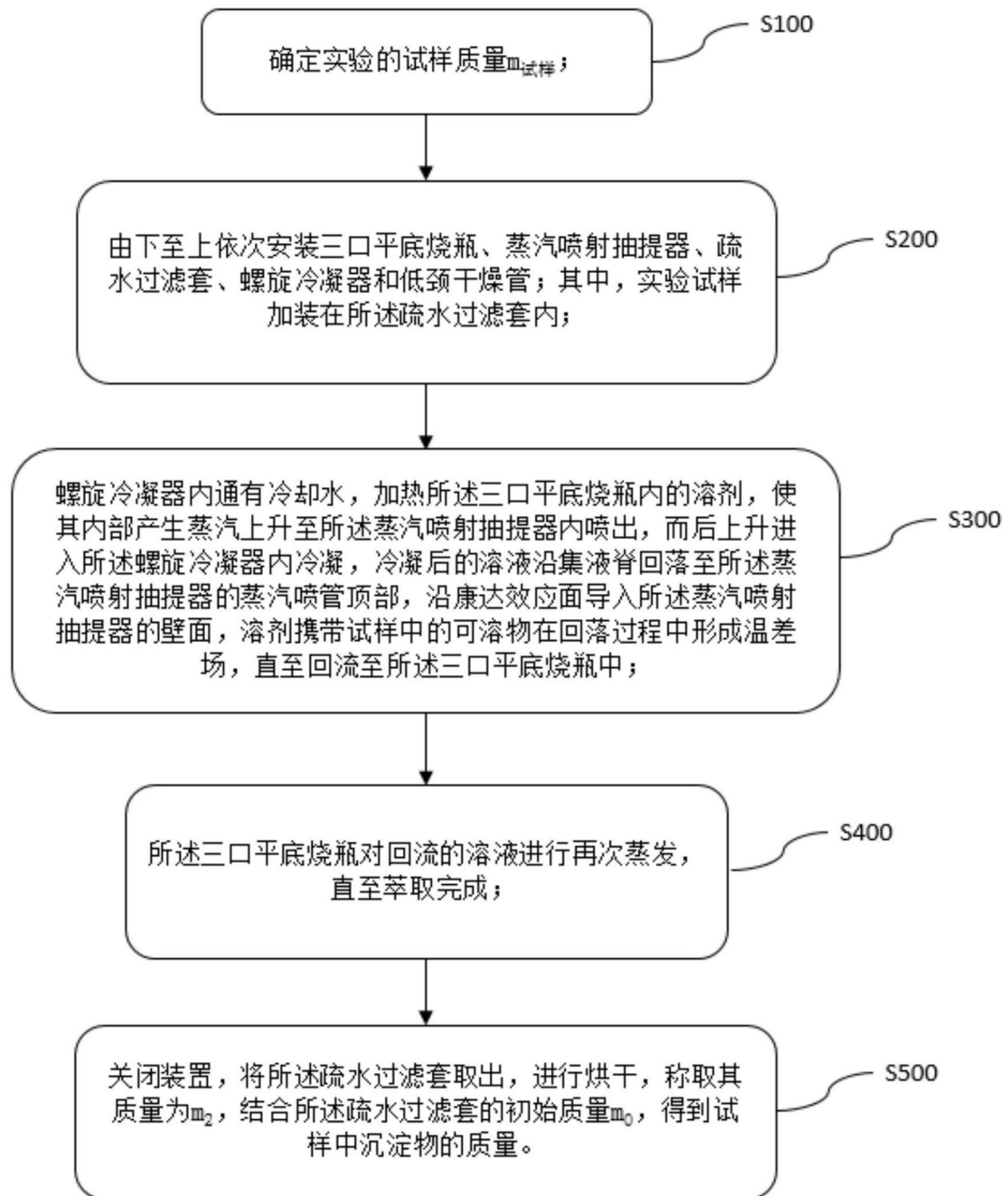


图10