

Contrastive Study on the Determination of Water Content in Imported Crude Oil from Russia

Zheng Mu¹, Mei Wang¹, Bo Zhao¹, Dong Cheng², Qian Yan¹, Meng Wang³, Xiaomei Lin¹, Ping Kong¹, Jinghong Zhao¹, Baige Li¹, Huiming Chen⁴, Mingyang Liu^{1,2,5}

¹Centre of Technique, Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dalian Liaoning

²College of Environmental Science and Engineering, Dalian Jiaotong University, Dalian Liaoning

³Longkou Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Longkou Shandong

⁴Chinese Academy of Inspection and Quarantine, Beijing

⁵Laboratory Mohe, Heilongjiang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Mohe Heilongjiang

Email: liumy@mail.tsinghua.edu.cn

Received: Feb. 7th, 2018; accepted: Feb. 21st, 2018; published: Feb. 28th, 2018

Abstract

This paper researched the GOST standard and GB standard of crude oil; the comparative test of the water content (%) in crude oil imported from Russia were carried out. According to comparative text which based on GOST standard and GB standard method in recent three years, we found that the results of the water content (%) of crude oil imported from Russian detected by GOST standard and GB standard existed clearly systematic deviation. Further, the variation of the test results of the crude oil sulfur content (%) and the relative error were studied. The experiment was provided for the settlements of trade negotiation and dispute in international oil.

Keywords

Crude Oil, Test Standard, Water Content, Inspection, Experiment

进口俄罗斯原油中水含量检验的实验比对研究

慕铮¹, 王玫¹, 赵博¹, 成栋², 闫倩¹, 王猛³, 林晓梅¹, 孔平¹, 赵景红¹, 李百舸¹, 陈会明⁴, 刘名扬^{1,2,5}

¹辽宁出入境检验检疫局技术中心, 辽宁 大连

²大连交通大学, 环境科学与工程学院, 辽宁 大连

³龙口出入境检验检疫局, 山东 龙口

⁴中国检验检疫科学研究院, 北京

⁵黑龙江出入境检验检疫局漠河办事处, 黑龙江 漠河

Email: liumy@mail.tsinghua.edu.cn

收稿日期: 2018年2月7日; 录用日期: 2018年2月21日; 发布日期: 2018年2月28日

摘要

本文研究了原油检验的俄罗斯GOST标准和我国原油GB标准, 并对原油中水含量的检验标准进行了实验比对研究。根据俄方GOST标准和中方GB标准, 通过3年对比实验, 发现采用俄方GOST标准和中国GB标准测定原油中水含量的检验结果存在系统性偏差, 研究了原油中水含量的中俄双方检验结果的变化规律及相对误差, 为国际原油贸易谈判和争端的解决提供了实验依据。

关键词

原油, 检验标准, 水含量, 比对, 实验

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

自从各国越来越重视经济的发展, 原油及原油产品越来越受到各国的重视, 原油及原油产品的消耗量大幅增加, 由于我国不是原油资源匮乏, 中国大陆在 1993 年成为原油净进口国, 到 2016 年进口原油已经超过 3.4 亿吨、总货值超过 1500 亿美元, 居世界第一位。中国原油对外依赖度达 60% 以上[1]。2011 年 1 月 1 日, 中俄原油(漠河)管道正式投入运行, 标志着中国东北方向的原油进口战略要道贯通, 每年 1500 万吨、期限 20 年的中俄原油管道输油一期合同开始履行。但是, 中俄原油管道输油一期合同, 检验标准以俄方 GOST 标准为准, 在贸易结算中以俄方数据为准, 中方数据仅仅作为参考。在进口原油的检验鉴定与品质验收上中国 GB 标准与 GOST 标准存在有诸多差异, 造成了双方原油贸易争端, 如短重、品质检验结果认定不统一等[1] [2] [3]。

原油中水的含量是进口俄罗斯原油的主要检验项目。原油中水含量不仅破坏了原油的正常加工过程, 而且恶化油品的使用性能, 更重要的是, 在国际原油贸易中, 水含量是一个重要的计质和计价标准, 原油计量的毛重扣除其中水含量才是计费原油的重量。因此原油中水含量的测定具有重要意义[4] [5] [6] [7]。

在之前的工作中, 我们研究了进口俄罗斯原油中水含量检验标准的理论比对[2], 在此理论上, 通过对 2014 年 1 月 1 日至 2017 年 4 月 30 日中国与俄罗斯两国测定水含量的 1200 多个实验数据进行比对研究, 进一步研究两种标准之间的差异。

2. 实验方法

2.1. 实验原理

本文对比的俄罗斯 GOST2477-65 与中国 GB/T 8929-2006 标准均采用蒸馏法, 原理是: 将一定量的试样与无水溶剂混合, 在回流加热下, 溶剂和水在接收器中被不断的分离, 水沉降在有刻度线的接收器中,

溶剂则返回蒸馏器。其中无水溶剂的作用为：降低试样粘度、免除含水试样沸腾引起的突沸现象。原理图如图 1。

蒸馏法特点是：测量范围比较大，大于 0.1% 的含水量均可用蒸馏法进行检测。此方法操作简便，成本低，较安全，被国内检测单位普遍采用，是我国原油含水量测试的主要方法。

2.2. 原油取样、制样

在原油贸易口岸(漠河)采用自动取样方式，中俄每天各自取一个原油样品，自 2014 年 1 月 1 日至 2017 年 4 月 30 日连续取样，分别对所取的 1200 多个原油样品制样[7]。

2.3. 对原油样品进行水含量的检测

分别按照 GOST2477-65 与 GB/T 8929-2006 标准规定的蒸馏法检测水含量。每个不同批次样品按 GB/T 8929-2006 规定测量 2 次，取平均值；按 GOST2477-65 规定由俄方实验室分别测量 2 次，取平均值。

2.4. 溶剂和试剂

按照 GB/T 8929-2006 标准规定的蒸馏法检测水含量，所用的溶剂和试剂为二甲苯，天津市科密欧化学试剂有限公司生产，分析纯。

3. 结果与讨论

3.1. 水含量的比对实验结果

由于 GOST2477-65 与 GB/T 8929-2006 两种标准存在几方面的差异，因此，测定原油中水含量(%)会产生不同的结果[2]。中俄分别对漠河管道中原油水含量的测定结果进行检测，结果见表 1，数据采用 2016 年 1 月份数据，共 31 组。

为考查实验数据的重复性和再现性，由另外一组研究人员分别采用于 GOST 2477-65 与 GB/T 8929-2006 两种标准，对试样进行检验，得到原油水含量(%)结果的差异性，数据采用 2017 年 1 月份数据，共 31 组，见图 2。

表 1 中数据表明，对 31 个不同批次的进口俄罗斯原油样品采用 GOST 标准检测水含量，结果均低于使用 GB/T 标准检测水含量结果，即中方水含量比俄方高。

由图 2 可见，中俄双方所测定的原油中水含量(%)变化趋势大体相同，并且，中方标准检测的原油中水含量结果普遍高于俄方，分析原因：虽然二者测定方法原理基本相同，都是用蒸馏法，GOST 2477 与 GB/T 8929 两项标准的关键差异点在于：冷凝后的溶剂和水在接受器中分离，而在接受器的侧壁上沾有一定量的小水滴，GOST2477 规定采用金属刮具刮落小水滴；GB/T 8929 规定采用带塑料或橡胶头的金属刮具刮落小水滴，两种标准方法因此造成小水滴刮落程度不同，根据接受器中水的量计算出原油中的水含量也会存在差异。

3.2. 统计学分析

对 2014 年 1 月 1 日-2017 年 4 月 30 日中俄实验室数据进行了统计学分析，旨在更好的说明中俄标准是否存在显著性差异[8] [9] [10]。

采用 t 检验对 GOST 2477-65 与 GB/T 8929-2006 标准所检验的同一进口原油水含量(%)进行统计学分析，判断 GOST 2477-65 与 GB/T 8929-2006 两种标准是否存在显著性差异。两种方法是否存在差异，可以使用假设检验进行判断。

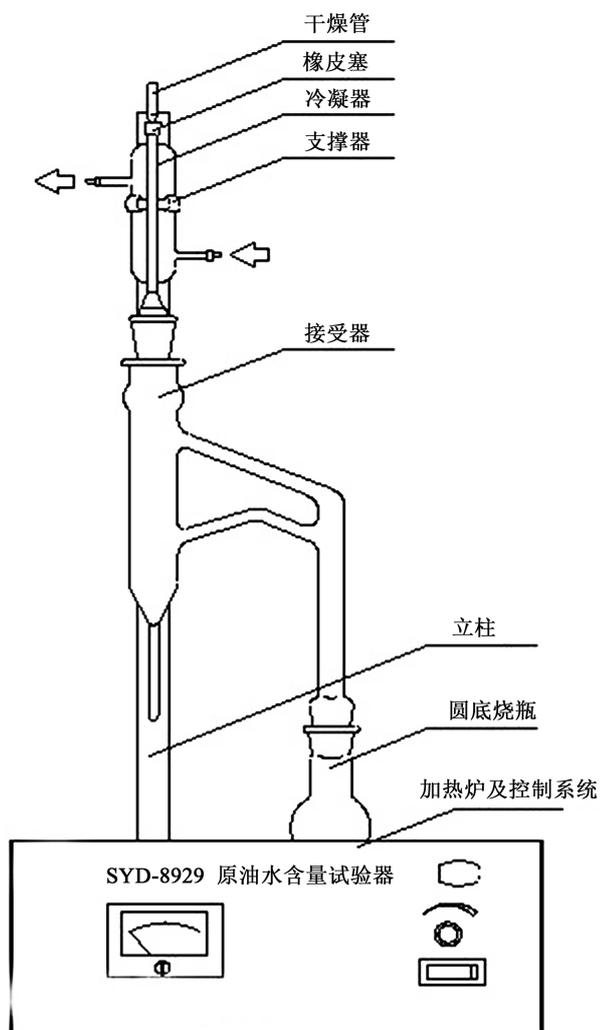


Figure 1. Detection of the water content of crude oil
图 1. 原油中水含量的检测

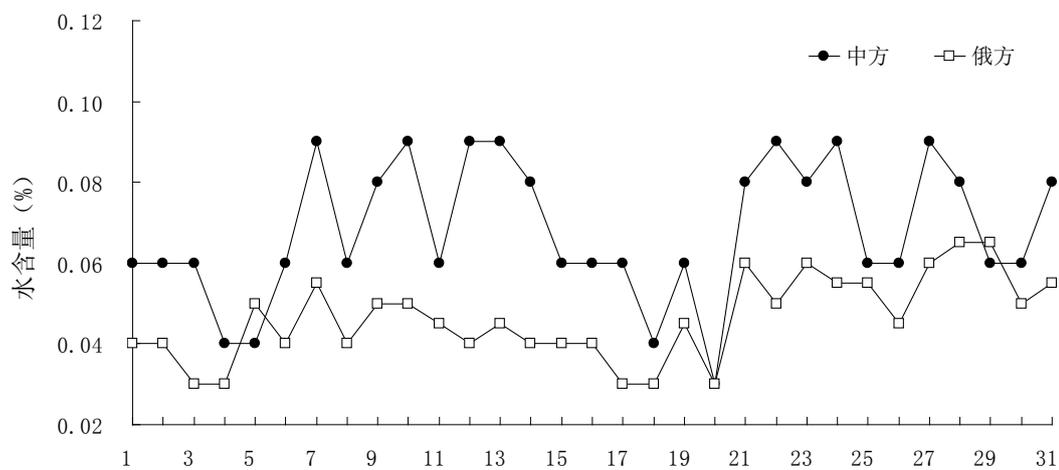


Figure 2. The comparison of water content in China-Russia crude oil
图 2. 中俄原油样品中水含量(%)的对比

Table 1. The comparison of water content in China-Russia crude oil (%)**表 1.** 中俄原油样品中水含量(%)的比较

样品编号	中方	俄方	d 差值	样品编号	中方	俄方	d 差值
1	0.06	0.05	-0.02	17	0.06	0.03	-0.02
2	0.06	0.06	0.00	18	0.06	0.05	-0.02
3	0.08	0.06	-0.02	19	0.06	0.05	-0.02
4	0.09	0.06	-0.04	20	0.06	0.05	-0.01
5	0.06	0.05	-0.01	21	0.06	0.03	-0.03
6	0.06	0.03	-0.03	22	0.08	0.05	-0.03
7	0.09	0.03	-0.06	23	0.06	0.03	-0.03
8	0.06	0.03	-0.03	24	0.06	0.06	-0.01
9	0.09	0.03	-0.06	25	0.06	0.06	-0.01
10	0.08	0.03	-0.04	26	0.08	0.08	-0.02
11	0.09	0.06	-0.05	27	0.08	0.05	-0.03
12	0.06	0.05	-0.01	28	0.06	0.06	-0.01
13	0.06	0.03	-0.03	29	0.06	0.06	0.00
14	0.06	0.03	-0.03	30	0.06	0.05	-0.01
15	0.06	0.05	-0.01	31	0.08	0.05	-0.03
16	0.06	0.05	-0.01				

两种方法是否存在差异, 可以使用假设检验进行判断, 以下所用公式来源于应用数理统计。

1) 建立检验假设, 确定检验标准

$H_0: \mu_d = 0$, 即两种方法的测定结果相同; $H_A: \mu_d \neq 0$, 即两种方法的测定结果不同, 取显著性水平 $\alpha = 0.05$ 。

2) 计算检验统计量

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{S_{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}} \quad df = (n_1 - 1) + (n_2 - 1)$$

其中, n_1 n_2 分别表示两样本各自的容量, df 表示自由度, $S_{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}$ 是均数 $\bar{x} (\bar{x} = \bar{x}_1 - \bar{x}_2)$ 的标准误差

3) 确定 p 值, 作出推断结论

查 t 临界值表, 可得到 p 值。如果 p 值 $0.01 < p < 0.05$, 则为差异显著; 如果 $p > 0.05$, 则差异不显著。

对 2014 年 1 月 1 日-2017 年 4 月 30 日中俄双方对漠河管道原油样品进行水含量(%)检验的测定结果进行 SPSS 软件分析, 结果见表 2。

表 2 是利用 SPSS 软件分析的独立样本检验结果。对方差方程的 Levene 检验, $Sig = 0.00 < 0.05$, 说明不接收原假设即方差不相等, 在这个假设成立的情况下, 均值方程的 t 检验, $Sig = 0.00 < 0.05$, 则拒绝原假设 H_0 , 均值不相等, 认为中方标准检验同一原油样品中的水含量(%)与采用俄方标准检验的数据存在显著性差异, 即中方标准检验的原油水含量(%)要显著高于俄方, 并且比俄方的水含量相对偏高 33.3%, 误差在 0.04% (m/m%) 以上。

根据实验室数据, 做出了近七年中俄双方水含量数据变化图, 如图 3; 近七年中俄原油水含量(%)数据相对误差, 如表 3 (注: 2017 年数据截止到 4 月底)。从图 3 可以看出, 采用中国 GB/T 8929-2006 与俄

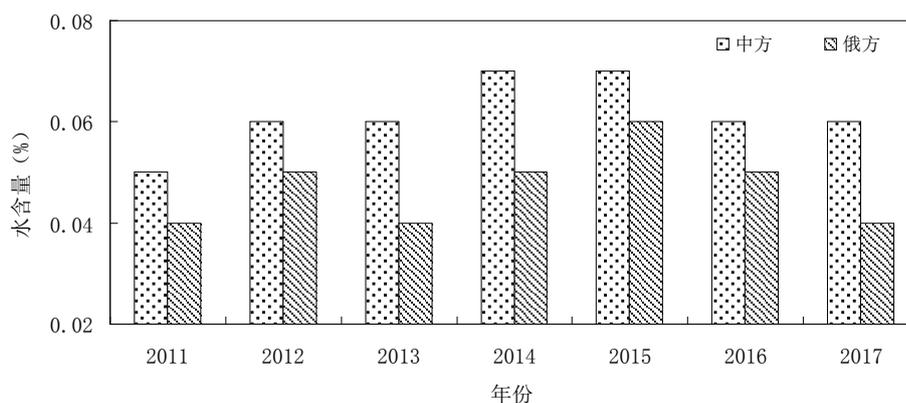
Table 2. Statistics analysis**表 2.** 统计学分析

	方差方程的 Levene 检验		均值方程的 t 检验				
	F	Sig	t	df	Sig (双侧)	均值差值	标准误差值
假设方差相等	10.607	0.001	19.613	2384	0.000	0.01431	0.00073
假设方差不相等			19.604	2363.910	0.000	0.01431	0.00073

Table 3. The relative error of water content in China-Russia crude oil in recently seven years**表 3.** 近七年中俄原油水含量(%)相对误差

年代	GB/T	GOST	相对误差/%
2011	0.05	0.04	-20.00
2012	0.06	0.05	-16.67
2013	0.06	0.04	-33.33
2014	0.07	0.05	-28.57
2015	0.07	0.06	-14.28
2016	0.06	0.05	-16.67
2017	0.06	0.04	-33.33

注：以中方数据为真值进行计算。

**Figure 3.** The data change of water content in China-Russia crude oil in recently seven years**图 3.** 近七年中俄双方水含量数据变化

罗斯 GOST 2477-65 两种标准检验的结果，中方的检测结果始终比俄方的检测结果高；结合表 3 与对水含量的独立样本 t 检验来看，采用中国 GB/T 8929-2006 与俄罗斯 GOST 2477-65 两种标准检验的结果，有显著性差异。

4. 结语

通过原油水含量检验标准的理论对比、实验检验及数据统计分析，研究结果表明，对相同的进口俄罗斯原油的水含量(%)检验，采用中国 GB/T 8929-2006 与俄罗斯 GOST 2477-65 两种标准检验的结果存在显著差异；GB/T 8929-2006 标准所检验的原油水含量(%)较 GOST 2477-65 标准所得到的结果明显偏高，并且比俄方的水含量相对偏高 33.3%，误差在 0.04% (m/m%)以上。但中俄原油管道输油一期合同，检验标准以俄方 GOST 标准为准，以俄方实验室数据为结算依据，中方数据仅仅作为参考[2] [3]，并且中俄原

油一期 3 亿吨合同, 仅仅水含量一项, 中方多支付 12 万吨原油, 货值在几千万美元以上, 这给中方在原油贸易中带来了一定的经济损失。

在在中俄总理定期会晤委员会经贸合作分委会的标准计量认证和检验监管常设工作组能源计量分组四次会谈上, 在中方专家的力争下, 中俄天然气合同中, 已经明确注明检验标准以 ISO 国际标准为优先选择, 如果 ISO 国际标准没有的检验项目, 以俄方和中方的检验标准为其次选择的标准, 有效维护了中俄贸易公平和中国国家尊严。我们希望在中俄两国原油贸易二期合同中, 能够明确注明采用 ISO 国际标准或其他第三方标准来检验原油中水含量, 并且以中俄双方实验数据的平均值作为结算依据, 以维护两国原油贸易公平[11]。

基金项目

国家自然科学基金资助项目(21175017), 大连市标准化资助奖励项目(DLBZH-ZJ 2015-12045)。

参考文献 (References)

- [1] 刘名扬, 欧阳昌俊, 刘卫东, 等. 俄罗斯、哈萨克斯坦进口原油蜡含量测定标准的研究[J]. 检验检疫学报, 2010, 20(3): 44-46.
- [2] 刘名扬, 张华一, 殷国建, 岳远明, 郭慧慧, 赵景红. 俄罗斯进口原油中水含量检验标准的比对研究[J]. 检验检疫学报, 2014(2): 7-10.
- [3] 刘名扬, 欧阳昌俊, 王长文, 等. 俄罗斯、哈萨克斯坦进口原油馏分测定标准的比对研究[J]. 光谱实验室, 2011, 28(2): 591-594.
- [4] 程玉明, 方家乐. 油品分析[M]. 北京: 中国石化出版社, 1993: 219-247.
- [5] 侯祥麟. 中国炼油技术[M]. 北京: 中国石化出版社, 1991: 699-703.
- [6] 石油产品标准化技术归口单位编. 石油和石油产品试验方法国家标准汇编(上) [M]. 北京: 中国标准出版社, 1998: 112-116.
- [7] 原油、轻烃、液化石油气质量检验编写组. 原油、轻烃、液化石油气质量检验[M]. 北京: 石油工业出版社, 2001: 82-93.
- [8] 张颖焱, 徐宏伟, 孙延伟, 等. 俄罗斯进口原油中密度检验标准比对研究[J]. 检验检疫学报, 2015, 25(6): 56-58.
- [9] 郭祯, 杨春光, 于孝展, 等. 俄罗斯进口原油中氯盐含量检验标准的比对研究[J]. 检验检疫学报, 2015, 25(3): 48-51.
- [10] 刘名扬, 刘月, 郭德奎, 李冬梅, 赵景红, 郭慧慧, 郭祯, 陈会明. 进口俄罗斯原油中馏程检验标准的比对研究[J]. 检验检疫学报, 2016, 26(3): 43-46.
- [11] 李莉, 张海峰, 刘盛民, 成栋, 闫杰, 周理, 赵景红, 李英, 刘名扬. 进口俄罗斯原油中硫含量检验的实验比对研究[J]. 分析化学进展, 2017, 7(3): 203-208.

知网检索的两种方式：

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择：[ISSN]，输入期刊 ISSN：2163-1557，即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入，输入文章标题，即可查询

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：aac@hanspub.org