

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0398—2007
代替 SH/T 0398—1992

石油蜡和石油脂分子量测定法

Standard test method for
molecular weight of petroleum wax and petrolatum

2007-08-01 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准修改采用美国食品化学法典 FCC V—2002 中《平均分子量测定法》(英文版)。

本标准代替 SH/T 0398—1992《石油蜡和石油脂分子量测定法》。

本标准根据 FCC V—2002 重新起草。

考虑到我国国情,在采用 FCC V—2002 时,本标准做了一些修改。

本标准与 SH/T 0398—1992 的主要差异:

——本标准增加了用邻二氯苯作溶剂的内容;

——本标准增加了用邻二氯苯作溶剂时操作温度为 100℃,用甲苯作溶剂时操作温度为 60℃。

本标准与 FCC V—2002 的主要差异:

——本标准增加了用甲苯作溶剂的内容;

——本标准增加了标准曲线方法测定分子量的内容。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司抚顺石油化工研究院归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司抚顺石油化工研究院。

本标准主要起草人:张会成、王丽君。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——SH/T 0398—1992。

石油蜡和石油脂分子量测定法

1 范围

- 1.1 本标准规定了用蒸气压渗透法(简称 VPO 法)测定石油蜡和石油脂分子量的方法。
- 1.2 本标准适用于石蜡、微晶蜡、液体石蜡、白色油、凡士林及能被邻二氯苯、甲苯溶剂溶解的特种蜡,不适用于容易缔合或解离的物质。
- 1.3 本标准包含标准曲线法和仪器常数法,其中标准曲线法只适用于分子量 < 800 的样品,仪器常数法适用于全部测量范围。
- 1.4 本标准未对与使用有关的所有安全问题都提出建议,因此,在使用本标准之前,使用者应建立适当的安全和防护措施,并制定相应的管理制度。

2 方法概要

根据理想溶液的拉乌尔定律,在溶剂沸点以下的恒温体系内,测定溶液蒸气压下降时所导致的热效应,用以计算试样的平均分子量。

3 仪器设备

- 3.1 VPO 分子量测定仪。
- 3.2 容量瓶: 5mL 或 10mL。
- 3.3 注射器: 针头带弹簧, 1mL。

4 试剂与材料

- 4.1 邻二氯苯: 分析纯。
警告: 有毒, 易燃。
- 4.2 甲苯: 分析纯。
警告: 有毒, 易燃。
- 4.3 脱水剂: 过氯酸镁(粒状或块状)或者 5Å 分子筛(粒状)。
- 4.4 标准样品: 二苯乙二酮或其他色谱纯正构烷烃。

5 试验步骤

5.1 校对仪器

按照仪器说明书调试校正。若采用德国 KNAUER 型仪器,按下列步骤调试。

- 5.1.1 从热敏电阻探针上取下探针导线,把所有的注射器及两支温度计取出。提起铝块的外壳,将测定池顶的两个螺母旋下,提起测定池。小心地将洗净、烘干带有滤纸芯的玻璃杯取下,向杯中加入 20ml 脱水后的溶剂,装上池盖使其恢复原状。接通电源。
- 5.1.2 打开稳压器及铝块加热系统的开关,参照给定温度调节气相渗透压力计的螺旋电位器,使测定池温度达到给定的测试温度。用邻二氯苯作溶剂,温度设置在 100℃;用甲苯作溶剂,温度设置在 60℃。恒温 1.5 小时,测定池温度与顶部注射器加热器间的温度差允许小于 2℃。
- 5.1.3 用两支 1ml 注射器取同一纯溶剂并放入加热铝块的 0 号孔中预热。用纯溶剂冲洗热敏电阻,然后,在两个热敏电阻珠上各悬附一个液珠。待仪器状态稳定后,调好零点。按下“%”推进钮,调节电桥电压到 100%。

5.2 标准曲线的绘制和仪器常数的测定

由于测温计以及仪器其他组件的热损失,不能用记录仪所显示的电压差和方法原理所推导出来的公式求取试样的分子量。而用已知分子量的标准样品和试样对比测定。

这种对比测定的方法采用标准曲线法和仪器常数法。

5.2.1 标准曲线的绘制

用 4.4 条规定的标样配成质量摩尔浓度在 $0.005\text{ mol/kg} \sim 0.05\text{ mol/kg}$ 范围内任意几种 (不少于 4 种) 的标准溶液, 然后, 分别用注射器取出, 按照浓度由低到高的顺序放在仪器加热器铝块的 1, 2, 3, 4 号孔中预热。测定时, 用注射器中待测的溶液冲洗热敏电阻, 在其上悬附 1 滴待测溶液, 另一参比热敏电阻上, 悬附纯溶剂。几分钟后, 表头或记录仪就可达到稳定读数或者达到给定的保留时间, 读取 ΔV 值, 并直至读数重复为止 ($\Delta V \pm 0.2\text{ mV}$)。

以电压差 ΔV 为纵坐标, 以相应的质量摩尔浓度 C_M 为横坐标, 绘制标准曲线, 如图 1。

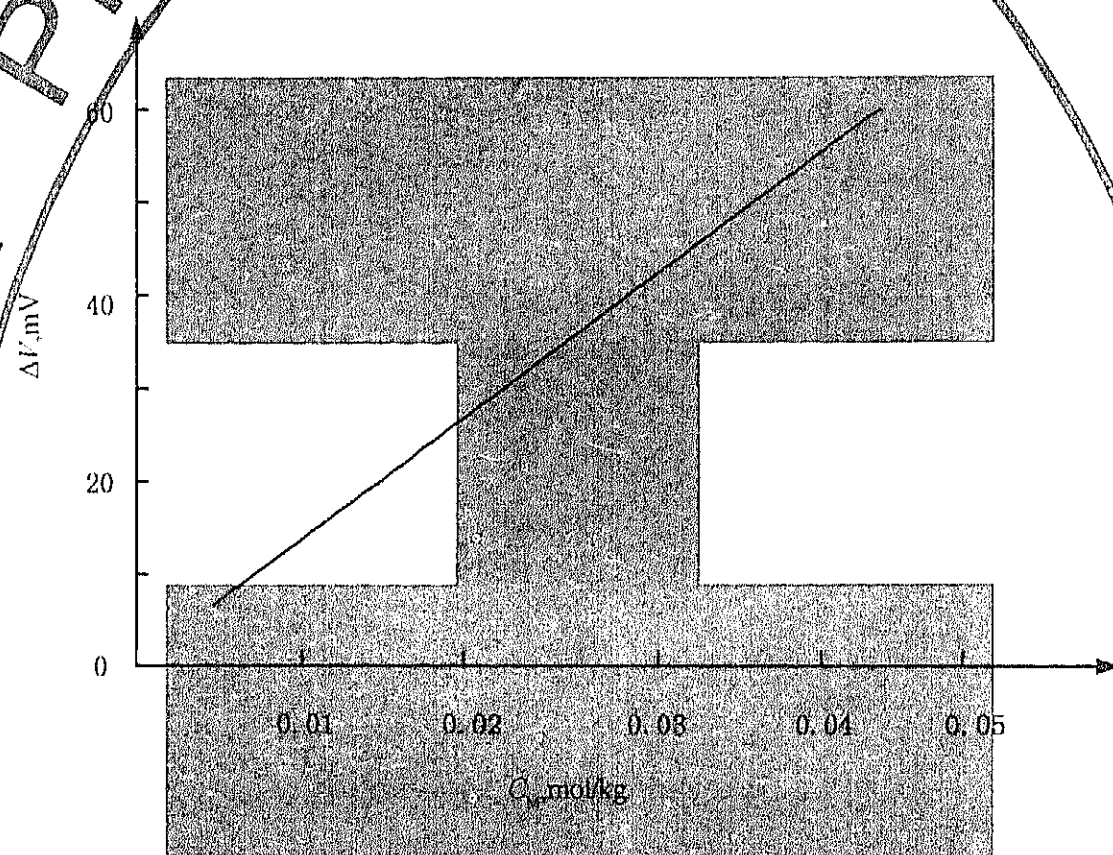


图 1 标准曲线

曲线作好后, 用两种以上已知分子量的物质校验曲线的可靠性。当实测的分子量与理论值相对误差小于 2% 时, 即认为曲线可用。

5.2.2 仪器常数的测定

用标准物质配成质量摩尔浓度在 $0.005\text{ mol/kg} \sim 0.05\text{ mol/kg}$ 范围内几种浓度的标准溶液, 分别测定其电位差 ΔV 值。以质量摩尔浓度 C_M 为横坐标, 以 $\Delta V/C_M$ 为纵坐标画出直线并外推到 $C_M = 0$, 此时的 $(\Delta V/C_M)_0$ 值即为仪器常数, 以 K_1 表示, 如图 2 所示。

仪器常数测出后, 也应该用两种已知分子量的物质校验仪器常数。当实测的分子量与理论值相对误差小于 2% 时, 此仪器常数才能应用。

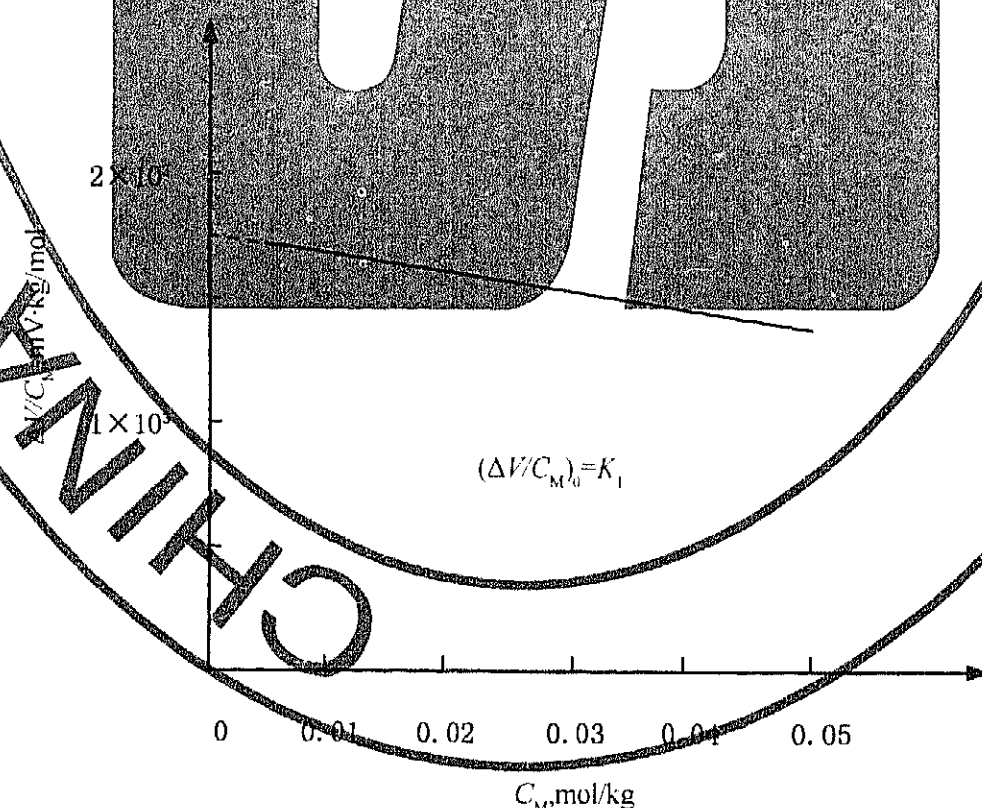


图 2 仪器常数测定

5.3 试样分子量的测定

5.3.1 标准曲线法

配制两种不同质量分数 C_w (mg/g) 的试样溶液, 按 5.2.1 操作, 分别测出其 ΔV 值, 由标准曲线查出其相应的质量摩尔浓度 C_M 。

5.3.2 仪器常数法

配制四种以上不同质量分数 C_w (mg/g) 的试样溶液, 按 5.2.2 操作, 分别测出其 ΔV 值, 计算 $\Delta V/C_w$ 值。以 C_w 为横坐标, $\Delta V/C_w$ 值为纵坐标, 画出直线并外推到 $\Delta V/C_w = 0$, 此时的值为试样常数, 以 K_2 表示, 如图 3 所示。

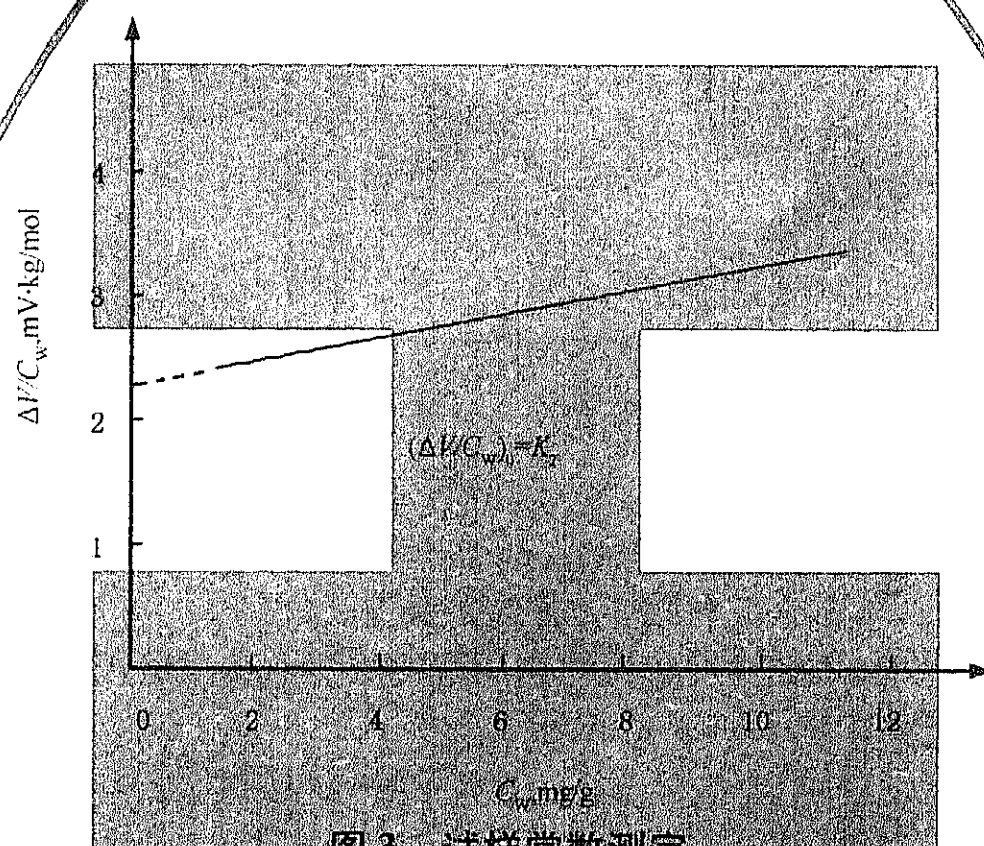


图3 试样常数测定

6 计算

6.1 标准曲线法

试样的分子量按式(1)计算:

$$M = C_w / C_M \quad (1)$$

式中:

M ——试样的分子量;

C_w ——试样的质量分数, mg/g;

C_M ——标准曲线上查到的质量摩尔浓度, mol/kg。

取两个不同质量分数溶液平行测定结果的算术平均值作为试样的分子量。

6.2 仪器常数法

试样的分子量按式(2)计算:

$$M = K_1 / K_2 \quad (2)$$

式中:

M ——试样的分子量;

K_1 ——仪器常数;

K_2 ——试样常数。

取单次测定结果作为试样的分子量。

7 报告

测定结果表示至整数位。

8 精密度

按下列规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

8.1 重复性: 同一操作者, 在同一实验室使用同一台仪器, 按方法规定的步骤, 在连续的时间

里，对同一试样进行重复测定结果的允许差数由图 4 查出。

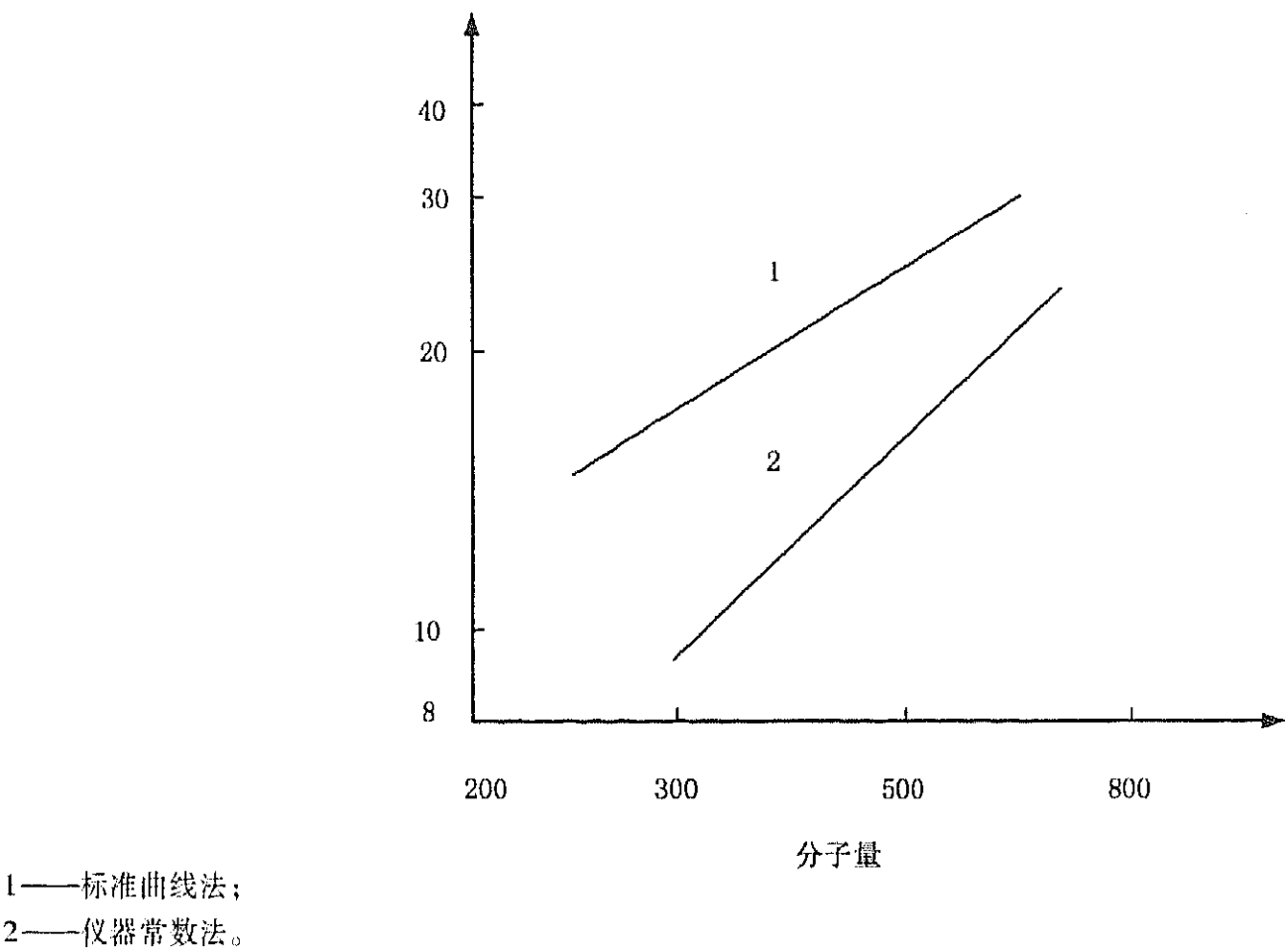


图 4 方法重复性

8.2 再现性：不同操作者，在不同实验室使用同类型的仪器，按方法规定的步骤，对同一试样测定结果的允许差数由图 5 查出。

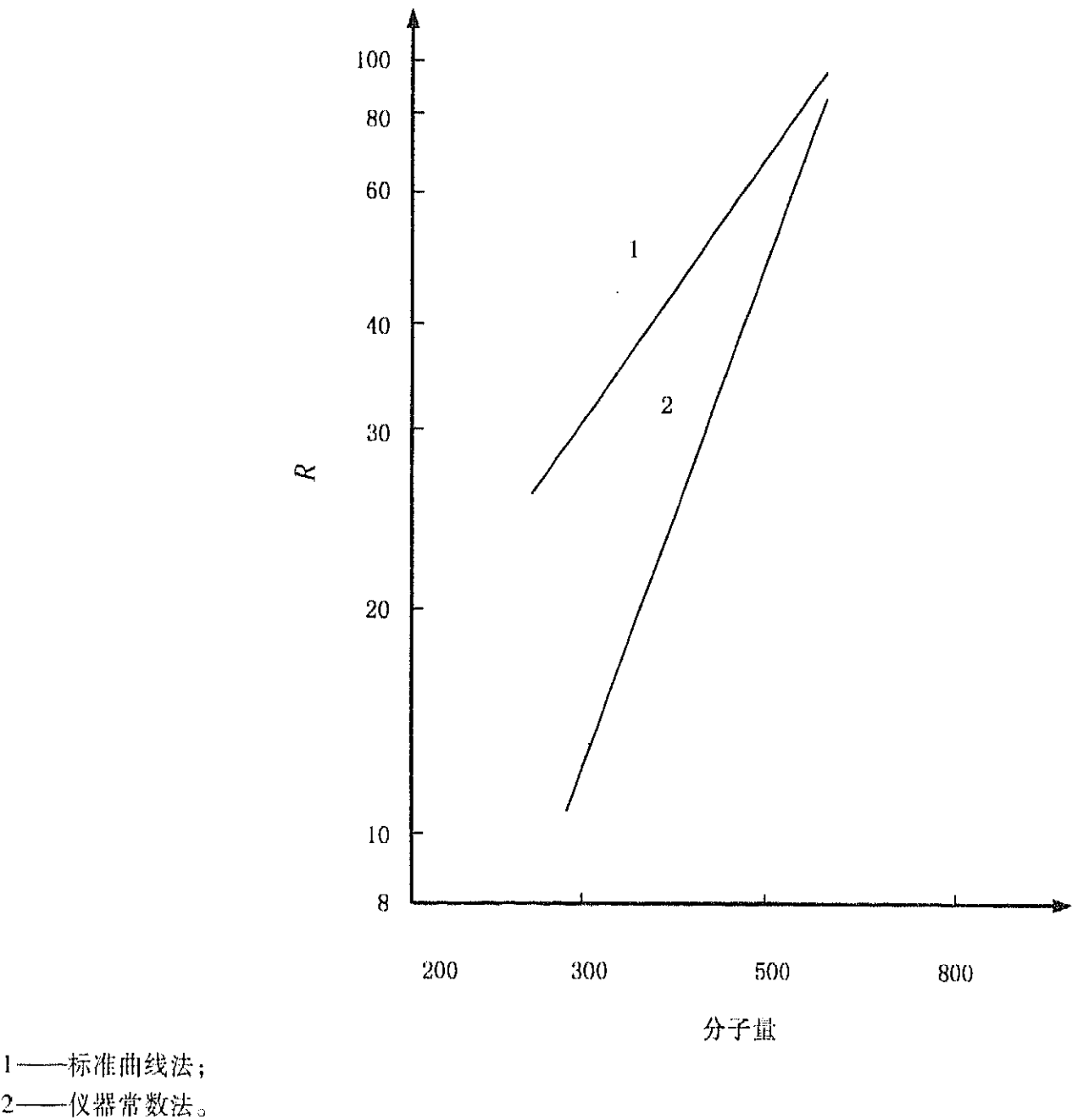


图 5 方法再现性

中华人民共和国石油化工
行 业 标 准
石油蜡和石油脂分子量测定法
SH/T 0398—2007

*

中国石化出版社出版发行
地址：北京市东城区安定门外大街 58 号
邮编：100011 电话：(010)84271850
读者服务部电话：(010)84289974
<http://www.sinopec-press.com>
E-mail: press@sinopec.com
北京密云红光制版公司排版
北京金明盛印刷有限公司印刷
全国各地新华书店经销
版权专有 不得翻印

*

开本 880 × 1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2008 年 3 月第 1 版 2008 年 3 月第 1 次印刷

*

书号：1580229 · 129
定价：15.00 元