

# SH

## 中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0102~0109-92

---

### 石油产品试验方法 1992 (三)

1992-06-06 发布

1993-01-01 实施

---

中国石油化工总公司 发布

## 目 录

SH/T 0102—92	润滑油和液体燃料中铜含量测定法(原子吸收光谱法) .....	( 1 )
SH/T 0103—92	含聚合物油剪切安定性测定法(柴油喷嘴法) .....	( 4 )
SH/T 0104—92	冷冻机油在致冷剂作用下的稳定性试验法(菲利普法) .....	( 10 )
SH/T 0105—92	溶剂稀释型防锈油油膜厚度测定法 .....	( 15 )
SH/T 0106—92	防锈油人汗防蚀性试验法 .....	( 18 )
SH/T 0107—92	防锈油人汗洗净性试验法 .....	( 20 )
SH/T 0108—92	某些聚合型添加剂平均分子量和分子量分布测定法(体积排除色谱法) .....	( 23 )
SH/T 0109—92	润滑脂抗水淋性能测定法 .....	( 31 )

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用体积排除色谱法(简称 SEC)普适标定原理,测定某些聚合物平均分子量和分子量分布的方法。

本标准适用于溶于四氢呋喃的线性聚合型添加剂。其测定范围为试样淋洗体积与分子量为  $5 \times 10^2 \sim 3 \times 10^6$  g/mol 的聚苯乙烯标样淋洗体积相当的试样的分子量。本标准不是绝对法,需要校正。

## 2 方法概要

将溶于四氢呋喃的试样溶液注入填充特种多孔填料的色谱柱,在柱中试样按分子尺寸大小进行分离,并检测其浓度。由聚苯乙烯标样的分子量标定曲线、聚苯乙烯标样和试样在四氢呋喃中相同温度时的粘度参数  $K$ 、 $a$  值,得到试样的分子量标定曲线。由试样各检测浓度及其相应的分子量计算出试样的平均分子量和分子量分布。本标准的试验温度为  $30^\circ\text{C}$ ,其他温度,如有该温度的  $K$ 、 $a$  值也可采用。

## 3 仪器

3.1 凝胶渗透色谱仪:由溶剂贮槽、恒流泵、进样系统、色谱柱、检测器和记录仪等组成。

3.1.1 溶剂贮槽:应能耐受四氢呋喃腐蚀,能防尘、防潮、避光,连接泵的导管应有过滤装置,确保无任何悬浮粒子入泵。溶剂贮存量应足以保证多次试验使用。

3.1.2 恒流泵:流量调节范围为  $0.1 \sim 5.0$  mL/min,流量稳定性为  $\pm 1\%$ 。

3.1.3 进样系统:操作过程中无泄漏和试样残存,确保进样的重复性。

3.1.4 色谱柱:采用四根长  $300$  mm,内径  $7$  mm 的不锈钢柱,分别填充平均孔径为  $50$  nm、 $10^3$  nm、 $10^4$  nm 和  $10^5$  nm 的交联聚苯乙烯微粒。将这四根柱子依填充物孔径由小到大的顺序串联成组合柱。其他等效柱也可代替使用。

3.1.4.1 塔板数:色谱柱塔板数不得小于  $4\ 800$  块。

3.1.4.2 分辨率( $R_{1,2}$ ):色谱柱分辨率必须大于或等于  $1.3$ 。

3.1.5 检测器:主要为示差折光和紫外吸收两种。其灵敏度分别为  $5 \times 10^{-7}$  折光指数单位(RIU)和  $2 \times 10^{-4}$  紫外吸收单位(ODU),基线漂移分别小于  $1 \times 10^{-6}$  RIU/h 和  $4 \times 10^{-4}$  ODU/h。

3.1.6 记录仪:应选择灵敏度和信噪比与检测器相匹配的记录仪,使浓度信号无明显干扰。

## 4 试剂

4.1 四氢呋喃(THF):分析纯。

使用前需净化。用  $0.5 \mu\text{m}$  滤器过滤并脱气,或者重新蒸馏,蒸馏时要加入硫酸亚铁或其他还原剂,以防止生成过氧化物。四氢呋喃易燃,应遵守易燃品使用的安全规程。

4.2 苯或邻二氯苯:分析纯。