

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0753—2005

润滑油基础油化学族组成测定法 (薄层色谱法)

Standard test method for determination of chemical
group composition in lube base oil by thin-layer chromatography

2005-04-11 发布

2005-09-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司茂名分公司。

本标准参加起草单位：中国石油化工股份有限公司上海高桥分公司、中国石油化工股份有限公司广州分公司、中国石油化工股份有限公司润滑油公司茂名分公司、石油大学重质油加工国家重点实验室。

本标准主要起草人：党晨霞、刘光珍、罗秀仙、雷波、车毅、马宏园。

润滑油基础油化学族组成测定法 (薄层色谱法)

1 范围

- 1.1 本标准规定了用薄层色谱测定润滑油基础油化学族组成的方法。
- 1.2 本标准适用于测定不同加工工艺生产的润滑油基础油；适用于测定不同加工阶段的润滑油馏分油、精制油和脱蜡油；也适用于测定橡胶填充油和橡胶操作油的化学族组成。
- 1.3 本标准涉及某些有危险的材料、操作和设备，但是无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此，用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施，并确定有适用性的管理制度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6683 石油产品试验方法精密度数据确定法(GB/T 6683—1997, ISO 4259:1992, NEQ)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

饱和烃 saturates

在特定条件下，用正庚烷展开试样，在硅胶棒上从原点到展开高度 50mm ~ 100mm 处的物质。

3.2

芳烃 aromatics

在特定条件下，先用正庚烷展开试样至 100mm 处。再用甲苯展开试样，在硅胶棒上从原点到展开高度 20mm ~ 50mm 处的物质。

3.3

极性化合物(胶质 + 沥青质) polar compounds

在特定条件下，在硅胶棒上分别用正庚烷、甲苯展开试样后留在硅胶棒上原点附近的物质。

4 方法概要

根据薄层色谱(TLC)分离原理，将试样用甲苯溶解，在硅胶棒上分别用正庚烷、甲苯展开剂展开后，采用氢火焰(FID)扫描技术进行检测，最后用面积归一法计算出饱和烃、芳烃、极性化合物(胶质 + 沥青质)三个组分的质量分数。

5 仪器

- 5.1 带有氢火焰离子化检测器的薄层色谱仪。
- 5.2 电子数据采集系统：任何用于定量的数据采集系统和积分仪必须满足或优于下列最低要求。
- 5.2.1 可显示色谱图。
- 5.2.2 显示色谱峰面积数据。

- 5.2.3 保留时间确认色谱图。
- 5.2.4 相应因子的计算及使用。
- 5.2.5 内标物计算和数据显示。
- 5.2.6 具有对干扰的剔除功能。
- 5.2.7 对于窄峰和宽峰有足够的检测灵敏度。
- 5.2.8 需要时可进行垂线和切线撇除。
- 5.2.9 可设定和修改与检测有关的相关参数。如：门限、扫描速度、走纸速度等。

5.3 硅胶棒

硅胶棒是直径小于1mm，总长度为150mm的石英棒。其外表层是由孔径为 $6\mu\text{m}$ ，颗粒为 $5\mu\text{m}$ 的硅胶和无机粘合剂烧结而成，硅胶部分长135mm。

注1：硅胶棒应贮存于无溶剂和无污染的环境中。

注2：硅胶棒可通过空白扫描进行活化后重复使用。

- 5.4 硅胶棒支撑架。
- 5.5 点样板。
- 5.6 展开槽：150mL或250mL。
- 5.7 助燃气路内装活性炭的净化管。
- 5.8 微量注射器：1 μL 或2 μL 。
- 5.9 具塞磨口试管：5mL、10mL。
- 5.10 吸量管：5mL。

6 试剂与材料

- 6.1 正庚烷：分析纯，按附录A中的A.6进行检测，透过率应大于85%。若达不到要求，则按附录A进行处理。
- 6.2 甲苯：分析纯。
- 6.3 燃气：氢气，纯度大于99.99%。
- 6.4 助燃气：空气。

7 操作环境

室内环境温度在15℃~30℃，湿度小于65%为宜。

8 准备工作

- 8.1 打开氢气阀调节其压力达至0.3MPa后，打开薄层色谱仪的氢气入口阀。
- 8.2 点燃氢气燃烧器。
- 8.3 打开仪器电源开关。
- 8.4 打开氢气控制开关，调节氢气流量至160mL/min。
- 8.5 打开助燃气控制开关，调节空气流量至2000mL/min。
- 8.6 将硅胶棒安装在硅胶棒支撑架的相应位置上，并固定好。
- 8.7 将硅胶棒支撑架放入薄层色谱仪的相应位置，并调其水平。
- 8.8 基线扫描。
 - 8.8.1 开启电子数据采集系统，按仪器说明书的要求设定试验参数。如：衰减、走纸速度、扫描时间、扫描次数、结束时间、门限、峰宽、峰高、计算方式等。
 - 8.8.2 启动仪器原点扫描开关，对硅胶棒进行原点扫描。
 - 8.8.3 按8.8.1设定空白扫描参数，进行空白扫描，并观察基线平滑情况。

注：基线为直线无毛刺时，可认为基线平滑。否则，可按8.8.2和8.8.3重复进行直至基线平滑为止。

8.9 展开剂的准备按下列步骤进行:

8.9.1 在 150mL 或 250mL 展开槽中加入 70mL 或 150mL 正庚烷作为一展展开剂, 并标上正庚烷字样的标识。

8.9.2 在另外两个 150mL 或 250mL 展开槽中加入 70mL 或 150mL 甲苯作为二展展开剂, 并标上甲苯字样的标识。

注: 正庚烷和甲苯是易燃有毒试剂, 操作时应在通风橱内进行。

9 试验步骤

9.1 点样

9.1.1 称取 0.09g~0.10g 试样至具塞磨口试管中, 用吸量管量取 4mL 甲苯稀释, 摇匀。

注: 若试样含水时, 在分析前进行脱水处理。

9.1.2 取出硅胶棒支撑架(8.8.3)并放在点样板相应的位置上。

9.1.3 用微量注射器吸取 1 μ L 稀释后的试样, 分 5 次均匀点在点样板刻线位置的硅胶棒上并在室温下晾干 10min。

注: 点样的斑点最好不超过 3mm。

9.2 试样的展开

9.2.1 将硅胶棒(9.1.3)放在盛有正庚烷的展开槽(8.9.1)中展开, 展开高度不应超过氢火焰的扫描区域为宜, 一般控制在 $100\text{mm} \pm 2\text{mm}$ 。

9.2.2 取出硅胶棒在室温下晾干 10min, 放在盛有甲苯的展开槽(8.9.2)中进行展开, 展开高度一般控制在 20mm~50mm, 取出硅胶棒并在室温下晾干 20min。

注: 操作者可根据试样的性质选择不同的展开高度。这样可避免由于展开高度选择不当, 造成色谱峰重叠带来的分析误差。

9.3 试样的检测

9.3.1 按 8.8.1 设定试样分析参数。

9.3.2 将硅胶棒(9.2.2)放入薄层色谱仪的相应位置上, 并调其水平。

9.3.3 启动仪器正常扫描程序进行扫描。数据采集系统采集出如图 1 的色谱图。

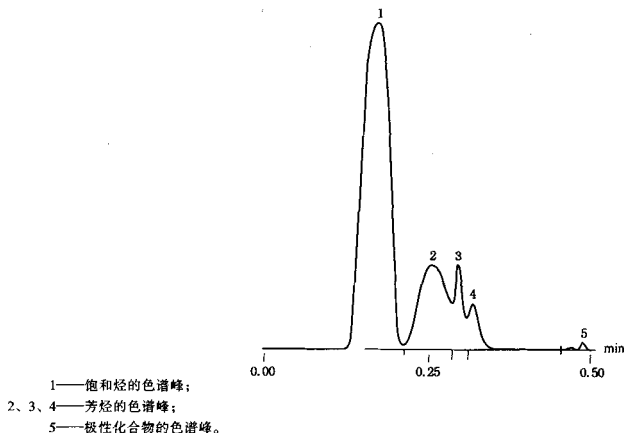


图 1 色谱图

10 饱和烃、芳烃、极性化合物的划分

根据色谱图上的保留时间(RT)划分饱和烃、芳烃、极性化合物三个组分。其中 RT 不大于 0.2min 的色谱峰为饱和烃；RT 在 0.2min~0.4min 之间为芳烃，RT 大于 0.4min 的为极性化合物。

11 计算

试样中的饱和烃、芳烃、极性化合物含量按式(1)计算：

$$m_i = \frac{A_i}{A_1 + A_2 + A_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_i ——所测 i 组分的含量，%(质量分数)；

A_i ——所测 i 组分的峰面积；

A_1 ——所测试样中饱和烃的峰面积；

A_2 ——所测试样中芳烃的峰面积；

A_3 ——所测试样中极性化合物的峰面积。

12 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

注：本精密度是 2000 年~2001 年用 10 个试样，在 5 个实验室开展统计试验，并对试验结果按照 GB/T 6683 进行数据处理和分析得到的。

12.1 重复性(r)

同一个操作者在同一实验室使用同一台仪器，对同一试样按相同的试验方法测得的两个结果之差，不应超过表 1 中的重复性数值。

12.2 再现性(R)

不同的操作者在不同的实验室，使用不同的仪器对同一试样按相同的试验方法测得的两个结果之差，不应超过表 1 中的再现性数值。

表 1 精密度

单位：%(质量分数)

测定组分名称	重复性	再现性
饱和烃	1.62	3.62
芳 烃	1.55	4.02
极性化合物(胶质+沥青质)	$0.242X + 0.164$	$1.37X + 0.417$
注：X 表示测定两个结果的算术平均值。		

13 报告

取重复测定两次结果的算术平均值作为测定结果。结果报告至小数点后两位。

附 录 A
(规范性附录)
正庚烷的处理方法

A.1 范围

本方法适用于正庚烷中的芳烃脱除。

A.2 方法概要

本方法是用硅胶作吸附剂，正庚烷通过硅胶吸附剂，正庚烷中的芳烃被硅胶吸附，从而达到正庚烷脱芳的目的。

A.3 试剂与材料

A.3.1 正庚烷：分析纯。

A.3.2 细孔硅胶：孔径 0.124mm ~ 0.246mm。

注：硅胶在 150℃ ± 2℃ 下活化 5h ~ 6h 后，在干燥器中冷却至室温后备用。

A.4 仪器

A.4.1 玻璃吸附柱：长约 90cm、内径为 5cm ~ 8cm。下端拉细部分长约为 5cm，内径为 0.8cm。

A.4.2 固定架。

A.4.3 紫外可见分光光度计：波长范围 190nm ~ 800nm。或者性能相当的仪器。

A.4.4 石英吸收池：光程长度 1cm。

A.5 试验步骤

将长约 90cm、内径为 5cm ~ 8cm 的玻璃吸附柱下端用棉花堵塞，从上端一次性装入已活化好的硅胶至玻璃吸附柱四分之三高度处边装边敲，硅胶装入量约为 1kg 左右，继续敲打玻璃吸附柱至硅胶面不再下降为止。把玻璃吸附柱放在固定架上夹紧，然后加入需要脱芳的正庚烷，玻璃吸附柱中液体流出速度可控制在 4mL/min ~ 5mL/min。

A.6 正庚烷的检测

将从玻璃吸附柱中流出的正庚烷用紫外可见分光光度计进行检测，吸收池光程长度 1cm，以空气做参比，在 270nm 波长处，测定其透过率应大于 85%，若达不到要求再重复 A.5 步骤，直至达到要求为止。
