



中华人民共和国石油化工业标准

SH/T 0425—2003
代替 SH/T 0425—92

石油沥青蜡含量测定法

Test method for wax content of asphalts

2004-01-09 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准在 SH/T 0425—92 的基础上做了文字性修改,主要修改内容如下:

1. 在 4.2.1 对仪器的规定中增加了自动制冷装置及其冷浴槽容量要求。
2. 试验步骤 5.1 中要求的“火焰加热”改为“火焰加热或具有同样加热效果的花盆式电炉加热,但仲裁试验时用火焰加热”。
3. 试验步骤 5.4 中“如图所示的制冷设备”改为“符合控温精度的自动制冷装置或图 2 所示的冷冻过滤装置,但仲裁试验时用自动制冷装置。”
4. 标准文本有关章节中的“乙醇”改为“无水乙醇”,“乙醚”改为“无水乙醚”。
5. 精密度部分的再现性数值由原标准的 0.3,1.0,1.5 分别改为:0.3,0.5,1.0。

本标准自实施之日起,代替 SH/T 0425—92。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由石油大学(华东)重质油研究所技术归口。

本标准起草单位:石油大学(华东)重质油研究所。

本标准主要起草人:张玉贞、王翠红、卢水根。

石油沥青蜡含量测定法

1 范围

- 1.1 本标准规定了用裂解蒸馏法测定石油沥青中的蜡含量。
- 1.2 本标准适用于以天然原油的减压渣油生产的石油沥青。
- 1.3 本标准未涉及使用的安全规定，标准使用者有责任在使用前制定合适的安全应用规程。

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)或修改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 514 石油产品试验用液体温度计技术条件。

3 方法概要

将试样裂解蒸馏所得的馏出油用无水乙醚-无水乙醇混合溶剂溶解，在 -20°C 下冷却、过滤、冷洗；将滤得的蜡用石油醚溶解，从溶液中蒸出溶剂，干燥、称重求出蜡含量。

4 试剂和仪器

4.1 试剂

- 4.1.1 无水乙醚：化学纯。
- 4.1.2 无水乙醇：化学纯。
- 4.1.3 石油醚： $60\sim 90^{\circ}\text{C}$ ，化学纯。

4.2 仪器

- 4.2.1 自动制冷装置，其冷浴槽可容纳由吸滤瓶、玻璃过滤漏斗，试样冷却筒和柱杆塞组成的冷冻过滤组件三套以上，或将冷冻过滤组件按4.2.3规定组装成冷冻过滤装置；该两种装置的冷浴温度能够降至 -22°C ，并且能够控制在 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.2.2 玻璃裂解蒸馏烧瓶：形状如图1所示，烧瓶支管即为冷凝管。

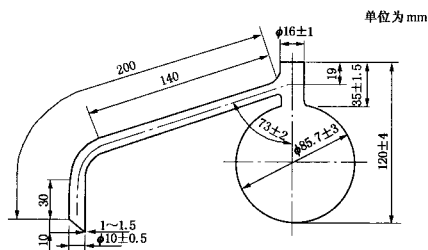


图1 裂解烧瓶

4.2.3 蜡冷冻过滤装置：由吸滤瓶、玻璃过滤漏斗，试样冷却筒和柱杆塞等组成，其安装总图如图2所示。玻璃过滤漏斗中滤板的孔径为 $20\sim 30\mu\text{m}$ 。

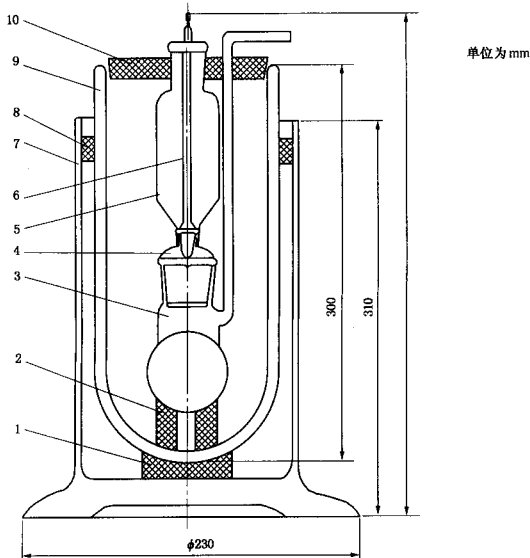


图2 冷冻过滤装置

1—橡胶托垫；2—托垫；3—吸滤瓶；4—玻璃过滤漏斗；5—试样冷却筒；
6—柱杆塞；7—玻璃罩；8—固定圈；9—冷冻槽；10—塞子

4.2.4 锥形瓶：150mL。

4.2.5 真空泵：抽气速率 $\geq 1\text{ L/s}$ 。

4.2.6 热水浴或电热套(板)。

4.2.7 干燥器。

4.2.8 燃气灯或花盆式电炉。

4.2.9 真空干燥箱：满足控制温度 $100\sim 110^\circ\text{C}$ ，残压 $21\sim 23\text{kPa}$ 。

5 试验步骤

5.1 向裂解蒸馏瓶中装入试样约50g，称准至0.1g。用软木塞盖严蒸馏瓶。用已知质量的150mL锥形瓶作接受器，浸在装有碎冰的烧杯中。在接受器的软木塞侧开一小槽以使不凝气体逸出。用燃气灯火焰或具有同样加热效果的花盆电炉加热蒸馏瓶中的试样，但仲裁试验时用火焰加热。加热时必须让火焰或电炉加热面将烧瓶周围包住。

5.2 调节火焰强度或电路的加热强度，使从加热开始起在 $5\sim 8\text{min}$ 内达到初馏(支管头上流下第1滴)。以每秒2滴($4\sim 5\text{mL/min}$)的速度连续蒸馏至馏出终止，然后在1min内将烧瓶底烧红，必须使蒸馏从加热开始至终了了在25min内完成。蒸馏终了后，在支管中残留的馏出油不应流入接受器中，馏出油称准至0.05g。

- 5.3 为避免蒸发损失，加热馏出油至微温并小心摇动接受瓶，可使馏出液充分混合。从这个混合油中称取适量的试样，加入已知质量的 100mL 锥形瓶中，准确至 1mg，使其经冷却过滤后所得的蜡量在 50~100mg 之间。但馏出油的采样量不得超过 10g。
- 5.4 准备好符合控温精度的自动制冷装置，或图 2 所示的冷冻过滤装置，但仲裁试验时用自动制冷装置。设定制冷温度，使其冷浴温度保持在 $-20 \sim -21^{\circ}\text{C}$ ，或在图 2 所示的冷冻过滤装置中加入乙醇，用于冰降温，温度保持在 $-20 \sim -21^{\circ}\text{C}$ ，把温度计浸没在 150mm 深处。冷浴中液态冷媒的量应能使冷冻过滤组件浸在冷浴中时，其液面高度比试样冷却筒中的无水乙醚-无水乙醇液面高出约 100mm 以上。
- 5.5 将吸滤瓶、玻璃过滤漏斗、试样冷却筒和柱杆塞组成冷冻过滤组件按图 2 所示组装好。
- 5.6 在盛有馏出油的 100mL 锥形瓶中，加 10mL 无水乙醚充分溶解后移入试样冷却筒。用 15mL 无水乙醚分两次冲洗锥形瓶后倒入试样冷却筒。再向试样冷却筒加入 25mL 无水乙醇进行混合。
- 5.7 将冷冻过滤组件放入已经预冷的冷浴中，冷却 1h，使蜡充分结晶。在带有磨口塞的试管中装入 30mL 1:1 无水乙醚和无水乙醇混合液(作洗液用)，并放入冷浴中冷却至 $-20 \sim -21^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.8 拔下柱杆塞，过滤被析出的蜡。用适当方法将柱杆塞在试样冷却筒中吊置起来。保持自然过滤 30min。
- 5.9 启动抽滤装置，保持滤液的过滤速度为每秒 1 滴左右。当蜡层上的滤液将滤尽时，一次加入 30mL 预冷至 -20°C 的无水乙醚-无水乙醇(1:1)混合溶剂，洗涤蜡层、柱杆塞和试样冷却筒内壁，继续过滤，然后用真空泵抽滤，当冷洗剂在蜡层上看不见时，继续抽滤 5min，将蜡中的溶剂抽干。
- 5.10 从冷浴槽中取出冷冻过滤组件，取下吸滤瓶，换装在已知重量的蜡回收瓶上，待达到室温后，用 100mL 热至 $30 \sim 40^{\circ}\text{C}$ 的石油醚将玻璃过滤漏斗、试样冷却筒和柱杆塞上的蜡溶解。
- 5.11 将蜡回收瓶放在适宜的热源上蒸馏，除去石油醚后放入真空干燥箱中干燥 1h。真空干燥箱中的温度为 $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ ，残压为 $21 \sim 35\text{kPa}$ 。然后将蜡回收瓶放入干燥器中冷却 1h，称准至 0.1mg。

6 计算结果

按 5.1 和 5.2 条的裂解蒸馏操作一次，按 5.3~5.11 条的脱蜡操作进行三次，沥青中的蜡含量 X (%)按下式计算：

$$X = 100\% \cdot (D \cdot P) / (S \cdot d)$$

式中：

S ——试样采样量，g；

D ——馏出油量，g；

d ——馏出油中试样采取量，g；

P ——所得蜡质量，g。

7 精密度

相互间的差别不超过表 1 数值时认为正确。

表 1

蜡含量/%	重复性	再现性
0.0~1.0	0.1	0.3
>1.0~3.0	0.3	0.5
>3.0	0.5	1.0

8 报告

在方格纸上将所得蜡质量(g)作为横坐标,蜡质量分数(%)作为纵坐标,求出关系直线,用内插法求出蜡重量为0.075g时的蜡质量分数作为报告的蜡含量(%)。

注:关系直线的方向系数只取正值,有两条直线时,取内插值。
