

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0631—1996

润滑油和添加剂中钡、钙、磷、 硫和锌测定法 (X射线荧光光谱法)

1996-05-24 发布

1996-12-01 实施

中国石油化工总公司 发布

前 言

美国试验与材料协会标准 ASTM D4927—93 包括两种不同方法, A 法为内标法, B 法为数学校正法。本标准是等效采用 ASTM D4927—93《润滑油和添加剂中钼、钙、磷、硫和锌测定法(X-射线荧光光谱法)》中 B 法制定的, 因为 B 法较适合我国的国情。本标准与 ASTM D4927 B 法的主要差异是:

1. 标准样品配制, ASTM D4927—93 B 法推荐 20 个样品, 其组分配比集中在少数几个点上, 而本标准推荐 32 个样品, 其组分配比贯穿整个测量范围, 更符合数学校正的要求。

2. ASTM D4927—93 B 法推荐的试剂国内难以购买到, 本标准除采用 ASTM D4927—93 B 法推荐试剂外另外选用了国内容易购买到的相关的试剂代替 ASTM D4927—93 B 法推荐试剂进行试验, 达到同样的效果。

3. ASTM D4927 B 法推荐的装样量为“半杯”, 本标准提出对下照射光谱仪样品装“半杯”, 对上照射光谱仪样品装“满杯”。

本标准由中国石化大庆石油化工总厂提出。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位: 中国石化大庆石油化工总厂研究院。

本标准主要起草人: 陈锁志、李建栋、纪桂芬。

中华人民共和国石油化工行业标准

润滑油和添加剂中钡、钙、磷、 硫和锌测定法 (X射线荧光光谱法)

SH/T 0631—1996

1 范围

本标准适用于测定元素浓度范围为 0.03%(m/m)~1.0%(m/m)[硫为 0.01%(m/m)~2.0%(m/m)]的润滑油和添加剂中的钡、钙、磷、硫和锌的含量。元素浓度高的润滑油和添加剂也可以在稀释之后测定。

2 方法概要

2.1 用数学方法校正分析元素的测量强度,以防止试样中其他元素干扰,用数学方法进行校正就需要知道试样中所有元素的 X 射线荧光光谱强度。

2.1.1 将试样放在 X 射线束中,并测定钡、钙、磷、硫和锌的分析线的 X 射线荧光强度和背景强度,分析元素的浓度是由所测得的净强度(分析线强度减去背景强度)和从标样获得的校正系数通过计算而获得。

2.1.2 用一系列标准样通过回归分析求出元素间的校正系数,同时也对 X 射线荧光光谱仪进行了初始校正。

2.1.3 以后对仪器进行校正时,只需少量样品即可完成,这种校正只有在元素间校正系数需重新测定时才进行。当进行大量分析时,这些样品中的任何一个都能用来监控仪器的漂移。

2.2 测定添加剂或复合添加剂时,可用稀释剂(白油、煤油、二甲苯等)稀释样品,使分析元素浓度在第 1 章中所述的范围内。

3 意义与用途

有些润滑油的配方中含有有机金属添加剂,其作用是作为清净剂、抗氧剂和抗磨剂等,其中的一些添加剂含有钡、钙、磷、硫和锌这些元素中的一种或几种,本标准为测定这五种元素的浓度提供了方法。而测得的浓度又为润滑油中添加剂的含量提供了数据。

4 干扰

润滑油中添加剂所含的各种元素在不同程度上影响待测元素的强度,一般对于润滑油来讲,分析元素所辐射的 X 射线会被试样基体中的其他元素所吸收,并且,一种元素辐射的 X 射线还会进一步激发另一种元素。当较重元素浓度从 0.03%(m/m)变化到 1%(m/m)时,对于较轻元素的这种影响是很明显的。试样中存在的其他元素对分析元素的射线强度的吸收增强,可用数学方法校正。如果一种元素以较高浓度存在于试样中,而又未进行元素间的相互校正,则结果可能会因吸收而偏低,或因激发而偏高。

5 仪器

5.1 为实现检测 0.1 nm~1 nm 的软 X 射线,X 射线荧光光谱仪应具有以下配置:

中国石油化工总公司 1996-05-24 批准

1996-12-01 实施