

ICS 75. 100

E 36

SH

# 中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 0864—2013

---

## 润滑脂中金属元素的测定 电感耦合 等离子体发射光谱法

Standard test method for determination of metals in lubricating greases by  
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2013-06-08 发布

2013-10-01 实施

国家能源局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。  
本标准使用重新起草法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D7303 -06《电感耦合等离子体发射光谱法测定润滑脂中金属元素含量的标准试验方法》。

本标准与 ASTM D7303 -06 的技术性差异及原因如下：

- 规范性引用文件中部分引用标准采用了我国相应的国家标准和石化行业标准；
- 本标准将 ASTM D7303 -06 中 8.9 条~8.16 条内容移到第 7 章，因为这些内容与第 7 章“仪器”的标题更符合；
- 本标准 7.10 条中增加了玻璃容量瓶的使用，因为除了氢氟酸的使用需用到聚丙烯材料的容量瓶外，其余均可以使用玻璃容量瓶；
- 将 ASTM D7303 -06 的 8.13 条中的 250mL 的蒸发皿改为 50mL 的坩埚，灰化时通常使用坩埚盛装样品，蒸发皿使用不方便；
- 将 ASTM D7303 -06 的 8.16 条中的红外灯改为电炉，因为硫酸盐灰分消解法中样品的炭化通常在电炉上进行，ASTM D7303 -06 的 8.16 条中提及的红外灯在样品灰化时几乎未用；
- 在 10.1 条中增加了关于硫元素测定的注，因为加硫酸会干扰硫元素的测定，在样品燃烧和灰化时硫元素也会挥发损失；
- 在 10.1 条中增加了关于钡元素测定的注 2，因为加入硫酸会与钡生成硫酸钡沉淀，使钡元素的测定值偏低；
- 在 10.1.1 中增加了关于坩埚使用的注，坩埚受到腐蚀后会影晌元素测定；
- 在表 1 及表 2 中将波长小数点后的位数统一为三位。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员（SAC/TC280/SC1）归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司润滑油重庆分公司、中国石油化工股份有限公司润滑油上海分公司。

本标准主要起草人：李萍、陆美玉、徐衡、张燕、罗玉兰。

## 润滑脂中金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

警告：本标准可能涉及某些危险性的材料、操作和设备，但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施，并确定相关规章限制的适用性。具体的一些防范措施于第 8 章和第 10 章中给出。

### 1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体发射光谱（ICP - AES）法测定未使用过的润滑脂中多种金属元素含量的方法，金属元素包括铝、铈、钡、钙、铁、锂、镁、钼、硅、钠和锌，也可用于磷和硫非金属元素的测定。

本标准的测定范围为：铝（10mg/kg ~ 600mg/kg）、铈（10mg/kg ~ 2300mg/kg）、钡（50mg/kg ~ 800mg/kg）、钙（20mg/kg ~ 50000mg/kg）、铁（10mg/kg ~ 360mg/kg）、锂（300mg/kg ~ 3200mg/kg）、镁（30mg/kg ~ 10000mg/kg）、钼（50mg/kg ~ 22000mg/kg）、磷（50mg/kg ~ 2000mg/kg）、硅（10mg/kg ~ 15000mg/kg）、钠（30mg/kg ~ 1500mg/kg）、硫（1600mg/kg ~ 28000mg/kg）和锌（300mg/kg ~ 2200mg/kg）。含量低于此范围的元素，可以采取增加样品量的方法进行测定，含量高于此范围的元素，可以采取减少样品量的方法，或者样品溶解后增大稀释倍数的方法进行测定。但是，尚未确定这些条件下的精密度，这些条件下的精密度可能与表 3 所给出的不同。

本标准也可用于其他金属，如铋、硼、镉、铬、铜、铅、锰、钾、钛等的测定。但尚无足够的数  
据确定其精密度，这些金属可认为是润滑脂的杂质或添加元素。

在制备试样时，用多种酸（及其混合物）分解润滑脂样品。本标准没有规定具体的酸的类型。如果灰分溶解后产生肉眼可见的不溶物（假设该不溶物包含了部分待测元素），则本标准就不适用于测定该类型的润滑脂。

当样品中待测元素浓度超出标准曲线上限时，可以对溶解的试样适当稀释后进行测定，这样并不会降低方法的测量精密度。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂杂质测定用标准溶液的配制（GB/T 602—2002，ISO 6353 - 1:1982，NEQ）

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和实验方法（ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 17476 使用过的润滑油中添加剂元素、磨损金属和污染物以及基础油中某些元素测定法（电感耦合等离子体发射光谱法）

NB/SH/T 0824 润滑油中添加剂元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

NB/SH/T 0843 石化行业分析测试系统的评价 统计技术法

SH/T 0229 固体和半固体石油产品取样法

ASTM D6792 石油产品和润滑剂测试实验室的质量系统指南