

中华人民共和国国家标准

添加剂和含添加剂
润滑油硫酸盐灰分测定法

GB/T 2433—2001
eqv ISO 3987:1994
(2004年确认)
代替 GB/T 2433—1981

Petroleum products—Lubricating oils and
additives—Determination of sulphated ash

1 范围

1.1 本标准规定了测定未经使用的含添加剂的润滑油和用于调合润滑油的添加剂浓缩物中硫酸盐灰分质量分数的方法。这些添加剂通常含有一种或多种金属：钡、钙、镁、锌、钾、钠和锡元素。而元素硫、磷和氯则以结合形式存在。

1.2 本标准测定的硫酸盐灰分的质量分数下限为 0.005%。当硫酸盐灰分小于 0.02% 时，本标准仅适用于只含有无灰添加剂润滑油。

1.3 本标准不适用于测定用过的含铅添加剂的发动机油，也不适用于不含添加剂润滑油，对于这些油品可以采用 GB/T 508。

注

1 有迹象表明在试验中镁与其他碱金属的反应形式不同，如果有镁添加剂，判断数据时要谨慎。

2 有迹象表明含有钼的样品结果偏低，因为在灰化温度下钼化合物不能充分回收。

1.4 硫酸盐灰分可以用来表明新润滑油中已知的含金属添加剂的浓度。当不含磷时，钡、钙、镁、钠、钾转变为硫酸盐，锡(IV)和锌转变为它们的氧化物(见注)，硫和氯并无干扰。但是当磷与金属添加剂同时存在时，它以金属磷酸盐的形式部分或全部保留在硫酸盐灰分中。

注：因为硫酸锌在本方法规定的燃烧温度下缓慢分解为氧化物，所以测定含锌的样品时，除非硫酸锌完全转化为氧化物，否则可能得出变化不定的结果。

1.5 本标准涉及某些危险材料、操作和设备。但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 引用标准

下列标准包括的条文通过引用而构成本标准的一部分，除非在标准中另有明确规定，下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 508 石油产品灰分测定法

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语

本标准采用下列术语。

硫酸盐灰分 sulfated ash

试样碳化后的残留物用硫酸处理，加热至质量恒定时的残留物。

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-09-04 批准

2002-03-01 实施

4 方法概要

点燃试样,并烧至只剩下灰分和碳为止。冷却后用硫酸处理残留物并在 775℃ 下加热,直到碳完全氧化。待灰分冷却后再用硫酸处理,在 775℃ 下加热并恒重,即可算出硫酸盐灰分的质量分数。

5 仪器与材料

5.1 仪器

5.1.1 蒸发皿或坩埚:由瓷熔合的硅或铂制成,容量为 50 mL~100 mL,对于硫酸盐灰分质量分数小于 0.2% 的样品,使用容量为 120 mL~150 mL 的铂蒸发皿或坩埚。如果已知样品中含有磷等对铂有腐蚀的元素时就不应使用铂蒸发皿。

5.1.2 煤气灯或电炉。

5.1.3 马福炉:能加热并控制在 775℃ ± 25℃。最好在前部或后部有小孔,以便让空气缓慢地经过炉子自然通风。

5.1.4 冷却器:不含干燥剂。

5.1.5 天平:感量为 0.1 mg。

5.2 材料

5.2.1 滤纸:灰分质量分数不大于 0.01%。

5.2.2 低灰分矿物油:硫酸盐灰分低于本标准检测下限的白油。其含量按下述方法确定,取白油 100 g,精确至 0.5 g,放在 120 mL~150 mL 的铂蒸发皿中,按本标准方法第 8 章的规定测定硫酸盐灰分,按 8.11 条所述扣除硫酸空白。

6 试剂

6.1 蒸馏水:符合 GB/T 6682 三级水要求。

6.2 硫酸:分析纯,质量分数为 98%。

注:当心硫酸有强腐蚀性和高水合热,在涉及硫酸的操作时应穿防护服,戴手套和面罩。

6.3 硫酸溶液(1:1):把 1 体积的硫酸慢慢地加到 1 体积水中配成。

6.4 异丙醇:分析纯。

6.5 甲苯:分析纯。

7 取样

除非另有规定,样品应按 GB/T 4756 规定取样。

8 试验步骤

8.1 按试样的需用量选择合适容量的蒸发皿或坩埚。

8.2 在 775℃ 的马福炉中加热蒸发皿或坩埚并至少保持 10 min,在冷却器中冷却至室温,称重并精确至 0.1 mg。

8.3 在蒸发皿或坩埚中称入一份按式(1)计算的试样量 m_1 (g),精确至 0.1 mg。

$$m_1 = 10/m_0 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_0 ——预期生成的硫酸盐灰分质量分数, %。

试样量应不超过 80 g,当润滑油添加剂的硫酸盐灰分质量分数等于或大于 2.00% 时,需用 10 倍于试样的低灰分矿物油来稀释试样。

如果发现测得的硫酸盐灰分值与预期值之差超过二倍,则再考虑第一次的测定结果计算试样量,并进行第二次分析。

8.4 在煤气灯或电炉上小心地加热盛有试样的蒸发皿或坩埚,直到试样被点燃,并产生火焰,并保持一定温度使试样能均匀且适度地燃烧,燃烧结束后继续缓慢地加热直至不再冒烟为止。

如果试样含水过多,以致于发泡,使试样组分从蒸发皿中损失,就应丢弃这份试样,并在新试样中加入 1 mL~2 mL 的异丙醇后再加热,如果这样还不令人满意,就加入 10 mL 等体积甲苯和异丙醇混合物并与试样充分混合,在混合物中加入几条滤纸一起加热,滤纸开始燃烧时大部分水将被除去。

注:如加热设备采用电炉时试样不被点燃可用滤纸引火,直至试样被点燃为止。

8.5 待蒸发皿或坩埚冷却至室温,然后一滴滴地加入硫酸使残余物完全润湿,将蒸发皿或坩埚放在电炉上小心地低温加热,要防止飞溅,连续加热至不再冒烟。

8.6 将蒸发皿或坩埚置于温度控制在 775℃ 的马福炉中,在这一温度下连续加热直至碳被全部或几乎完全氧化。

8.7 将蒸发皿或坩埚冷却至室温,加入 3 滴蒸馏水和 10 滴硫酸溶液,摇动蒸发皿或坩埚以使残余物被完全润湿,再按 8.5 所述加热。

8.8 将蒸发皿或坩埚重新放入马福炉,将温度控制在 775℃ 恒温保持 30 min,在合适的冷却器中将蒸发皿或坩埚冷却至室温。

如试样中含有二烷基或二烷基芳基二硫代磷酸锌及这些添加剂的混合物,在此阶段可能生成部分黑色的残留物,此时重复 8.7、8.8 中的操作直至获得白色残余物为止。

8.9 称量蒸发皿或坩埚和残余物的质量,精确至 0.1 mg。

8.10 重复 8.8、8.9 操作直至两次有效称重之差不超过 1.0 mg。

8.11 如果试样预期生成的硫酸盐灰分质量分数不大于 0.02%,测定空白值的方法是在已称重的铂蒸发皿或坩埚中加入 1 mL 硫酸,加热到不再冒烟,然后在 775℃ 的炉中加热 30 min,放于冷却器中冷却至室温,称重,并精确至 0.1 mg。如果在硫酸中有任何的灰分,则所得硫酸盐灰分的质量应作修正,应从试样的硫酸盐灰分总量中减去硫酸所生成的灰分的质量。硫酸所生成的灰分质量的确定方法是:将 1 mL 硫酸空白产生的灰分质量乘以所使用的硫酸总体积。在计算硫酸盐灰分质量分数时(见第 9 章),使用此校正后的结果, m_2 (g)。

9 计算

按式(2)计算试样中硫酸盐灰分 A (%):

$$A = 100m_2/m_1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——试样质量, g;

m_2 ——硫酸盐灰分的质量, g。

10 报告

对于硫酸盐灰分质量分数小于 0.02% 的试样,结果应精确至 0.001%,对于硫酸盐灰分质量分数大于或等于 0.02% 的试样,结果应精确至 0.01%。

11 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

11.1 重复性(r)

同一操作者使用相同的仪器,在相同的操作条件下,对相同的试验材料进行测定的两个结果之差不能超过下值:

$$\text{当 } 0.005\% \leq x \leq 0.100\%, r = 0.047x^{0.85}$$

$$\text{当 } 0.11\% \leq x \leq 25.0\%, r = 0.060x^{0.75}$$

x 是进行比较的两个结果的平均值。

11.2 再现性(R)

不同的操作者在不同的实验室中,对同一种试验材料进行测试所得的两个单独和独立的结果之差不能超过下值:

$$\text{当 } 0.005\% \leq x \leq 0.100\%, R = 0.189x^{0.85}$$

$$\text{当 } 0.11\% \leq x \leq 25.0\%, R = 0.142x^{0.75}$$

x 是进行比较的两个结果的平均值。

表 1 中给出试样精密度值的示例。

表 1 精密度值示例

硫酸盐灰分	重复性	再现性
0.005	0.000 5	0.002 1
0.010	0.000 9	0.003 8
0.050	0.003 7	0.014 8
0.100	0.006 6	0.026 7
0.50	0.036	0.084
1.00	0.060	0.142
5.00	0.201	0.475
10.00	0.337	0.799
20.00	0.567	1.343
25.00	0.671	1.588