

中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 0828—2010

发动机冷却液中硅与其他元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Standard test method for determination of silicon and other elements in
engine coolant by inductively coupled plasma-atomic emission spectroscopy

2010-05-01 发布

2010-10-01 实施

国家能源局 发布

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D6130 - 97a(2003)《发动机冷却液中硅与其他元素含量的电感耦合等离子体原子发射光谱测定法》。

本标准根据 ASTM D6130 - 97a(2003) 重新起草。

为了适合我国国情，本标准在采用 ASTM D6130 - 97a(2003) 时进行了修改。本标准与 ASTM D6130 - 97a(2003) 的主要差异如下：

- 本标准的引用标准采用了我国相应的国家标准；
- 本标准取消了 ppm 的使用；
- 本标准对计算公式进行了修改；
- 本标准增加了附录 A《典型元素标准储备溶液的制备》。

为了方便使用，本标准还做了如下编辑性修改：

- 对重复性和再现性的表述方式按我国的习惯进行了修改，删除了《精密度参数一览表》。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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润滑油研发(北京)中心。

本标准主要起草人：夏鹏、黄红亚、杨兵、朱志国。

本标准为首次发布。

发动机冷却液中硅与其他元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

1.1 本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP - AES)仪测定发动机冷却液中的硅含量的方法。本标准适用于测定硅含量不低于 5mg/L 的发动机冷却液。本标准也可以用来测定发动机冷却液中其他元素的含量。本标准适用于溶解或者分散于冷却液中的元素含量测定。

1.2 本标准适用于未使用过的发动机冷却液和用过的发动机冷却液。

1.3 本标准采用国际单位制(SI)单位。

1.4 本标准涉及某些与标准使用有关的安全问题,但并未对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有必要建立适当的安全和防护措施,并确定相应的管理制度。

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 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, eqv ISO 3170: 1988)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696: 1987)

3 方法概要

溶液中的元素可采用顺序扫描型或全谱直读型的 ICP - AES 仪器进行测定。新的或者使用过的发动机冷却液样品应经过稀释处理。试样和标准物由蠕动泵引入雾化器内,雾化后并注入氩气等离子体中,等离子体的高温使试样中的被测元素激发,从而发射出相应波长和特定强度的光。发射强度与元素浓度成正比。由标准物与试样的发射强度的对比可确定元素含量。

4 意义与用途

一些发动机冷却液由含硅的添加剂组成。本方法的意义在于通过测定发动机冷却液中溶解的或分散的元素含量来确定有关添加剂的含量。

5 干扰

5.1 干扰因素分类

5.1.1 谱线干扰:从非目标元素发射出的干扰谱线可能会产生一个明显净信号的增加。谱线干扰包括:光谱线的直接重叠,强光谱线的谱峰变宽部分重叠,离子 - 原子的转化时发射的连续光,分子的连续辐射带,高浓度的元素发射的杂散光。通过选择分析波长来避免光谱的重叠干扰。

5.1.2 物理干扰:物理干扰是样品的雾化和传输过程造成的,如黏度和微粒污染的影响。

5.1.3 背景干扰:因杂散光等产生的高背景效应可以通过分析谱线附近的背景进行校正而减少。

5.1.4 化学干扰:化学干扰由分子化合物生成、电离效应、样品在等离子体中原子化蒸发时引起的热化学效应所产生,通常这些效应不是很显著,它可以通过细心选择操作条件如入射功率、等离子体的观测位置等而降到最低。

6 仪器设备

光谱仪：使用顺序扫描型或全谱直读型的 ICP – AES 设备，包括射频发生器、炬管、雾化器、雾室、蠕动泵和计算机。

7 试剂与材料

7.1 试剂纯度：制备标准物和样品时应使用分析纯或更高级别纯度的试剂，如果试验证明其他级别纯度的试剂对测定结果无影响也可以使用。

7.2 水：应符合 GB/T 6682 二级水的要求。

7.3 标准储备溶液制备：可以购买或者由纯度较高的化学品或金属物质配制 1000mg/L 待测物的标准储备溶液。典型元素标准储备溶液的制备可参考附录 A。

7.4 用于校准的标准溶液：用适当体积的标准储备溶液在容量瓶中配制标准溶液，该标准溶液的浓度应覆盖被测样品中待测元素的浓度，多元素的标准溶液中的元素应该可以共存并且稳定。用适量的乙二醇或内标物来补偿标准溶液与样品之间的基体差异。建议使用表 1 中的分析条件和谱线。应监控用于校准的标准溶液的有效性和稳定性。

表 1 发动机冷却液中元素分析波长 (ICP – AES 法)

元 素	波长, nm
硅 钼 硼 磷	混合标准 1
	251.612, 288.158, 252.851, 252.411
	202.030, 204.598
	249.773
	214.914, 178.29
铝 铅 锌 铁 铜 镁 钙 钠	混合标准 2
	308.215, 394.401, 369.152
	220.353
	213.856
	259.94, 259.837, 238.204
	324.754, 219.226
	279.079, 280.270, 279.553
	317.933, 393.37, 396.847, 315.887
	588.995, 589.592

8 取样

取样应按照 GB/T 4756 的要求进行。

9 校准与标准化

9.1 根据制造厂商的说明书设置仪器。仪器至少要预热 20min。

9.2 根据厂商提供的说明书用空白或标准溶液来校准与使用仪器。在信号完整出现之前，吸入标准溶液至少 30s 使仪器达到平衡。在含硼的标准溶液测定时至少用水多运行冲洗 60s。对标准曲线进行校验，并监控标准溶液的稳定性。

10 试样制备

用水稀释样品以保证待测元素的含量在仪器线性测量范围内。通常用过的发动机冷却液稀释到

1/20 或 1/50，发动机冷却浓缩液稀释到 1/100。样品可以按质量比稀释，也可按体积比稀释，如果按体积比稀释一定要保证溶液能完整的转移。含有微粒的样品要通过过滤或离心来分离微粒。

11 试验步骤

11.1 使用与校准步骤相同的试验条件，将试样吸入已校准的仪器。多次冲洗以保证洗净残留物。如果试样中含硼，在试样测定之间，要用水多运行（冲洗）60s。

11.2 每做完 10 个试样或按仪器要求，要运行一次空白和标准溶液（或仪器校验标准样品）。每次仪器运行完以后都要做空白和标准溶液检查，校验标准样品。测定浓度应在标定值的 $\pm 5\%$ 之内，如果超出此范围，必须重新校准仪器并且重做试验。

11.3 如果怀疑试样被污染或存在光谱干扰或待测元素含量过低而引起测量误差，可用基体匹配或重复试验来进行质量控制程序检查。

11.4 使用连接仪器的计算机进行校正与计算，包括稀释倍数。

12 报告

12.1 如果试样由质量比稀释，可以报告为质量分数。如果试样由体积比稀释，可报告为 g/L、mg/L、 $\mu\text{g/mL}$ 等，这些单位可通过密度转化为质量分数。见式(1)：

$$C = C_1 \times 10^{-4} / \rho \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——试样中各元素的质量分数，%；

C_1 ——试样中各元素的浓度，mg/L；

ρ ——试样的密度，g/mL。

13 精密度与偏差

13.1 精密度

按下述规定判断测定结果的可靠性(95%置信水平)。

13.1.1 重复性

对硅含量测定，由同一个操作者，使用同一台仪器，在相同的操作条件下，对同一试样进行测定，得到的两个连续测定结果之差，不得超过算术平均值的 6%。

13.1.2 再现性

对硅含量测定，不同的操作者在不同的实验室中，对同一试样测定得到的两个独立的结果之差异，不得超过算术平均值的 9%。

13.2 偏差

由于没有可接受的参考物来确定偏差，所以偏差没有测定。

14 关键词

发动机冷却液；电感耦合等离子体原子发射光谱仪；硅。

附录 A

(资料性附录)

典型元素标准储备溶液的制备

- A.1 1000mg/L 二氧化硅标准储备溶液的制备：称取 4.7304g 的偏硅酸钠($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)，用去离子水溶解，再加 10mL 的硝酸后，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.2 1000mg/L 钼标准储备溶液的制备：称取 1.7325g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用去离子水溶解。将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.3 1000mg/L 硼标准储备溶液的制备：称取 5.7160g 的无水硼酸(H_3BO_3)，不要进行干燥，用去离子水溶解，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀后立即转移至一非玻璃容器中储藏。
- A.4 1000mg/L 磷标准储备溶液的制备：称取 4.3937g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)，用去离子水溶解，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.5 1000mg/L 铝标准储备溶液的制备：称取 1.0000g 的金属铝(Al)，加入 4mL 的盐酸溶液(体积比 1:1)和 1mL 硝酸温热溶解。完全溶解后，转移入 1000mL 的容量瓶中，再加入 10mL 的盐酸溶液(体积 1:1)，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.6 1000mg/L 铅标准储备溶液的制备：称取 1.5985g 的硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ ，用少量的硝酸溶液(体积比 1:1)溶解。再加 20mL 硝酸溶液(体积比 1:1)，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.7 1000mg/L 锌标准储备溶液的制备：称取 1.2447g 的氧化锌(ZnO)，用少量的稀硝酸溶液溶解，再加入 10mL 的硝酸，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.8 1000mg/L 铁标准储备溶液的制备：称取 1.4298g 的三氧化二铁(Fe_2O_3)，用 20mL 盐酸溶液(体积比 1:1)和 2mL 硝酸加热溶解。冷却后，再加入 5mL 的硝酸溶液(体积比 1:1)，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.9 1000mg/L 铜标准储备溶液的制备：称取 1.2564g 的氧化铜 CuO ，用少量的硝酸溶液(体积比 1:1)溶解，再加 10mL 的硝酸，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.10 1000mg/L 镁标准储备溶液的制备：称取 1.6584g 的氧化镁(MgO)，用少量的硝酸溶液(体积比 1:1)溶解，再加 10mL 的硝酸，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.11 1000mg/L 钙标准储备溶液的制备：称取 2.4969g 碳酸钙 CaCO_3 ，于 180℃ 下干燥 1h，用少量的硝酸溶液(体积比 1:1)溶解，再加入 10mL 的硝酸，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。
- A.12 1000mg/L 钠标准储备溶液的制备：称取 2.5419g 氯化钠(NaCl)，用去离子水溶解，再加入 10mL 的硝酸，将溶液转移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。

注：附录 A 提供的配制方法仅供参考。附录 A 中试剂纯度为光谱纯或不低于 99.9%，对于试剂纯度较低或不能进行干燥的化合物，配制成溶液后应与有证的标准溶液进行比对。

中华人民共和国石油化工

行 业 标 准

发动机冷却液中硅与其他元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

NB/SH/T 0828—2010

*

中国石化出版社出版发行

地址：北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编：100011 电话：(010)84271850

石化标准编辑部电话：(010)84289937

读者服务部电话：(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com.cn

北京金明盛印刷有限公司印刷

版权专有 不得翻印

*

开本 880 × 1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字

2010 年 7 月第 1 版 2010 年 7 月第 1 次印刷

*

书号：155114 · 0202 定价：15.00 元

(购买时请认明封面防伪标识)