

添加剂和含添加剂润滑油中
锌含量测定法

SH/T 0226—92

(2004 年确认)

代替 ZB E60 005—88

本标准包括两个方法：A 法——8-羟基喹啉法和 B 法——络合滴定法。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了添加剂和含添加剂润滑油的锌含量测定方法。

本标准适用于添加剂和含添加剂润滑油。

2 引用标准

GB/T 508 石油产品灰分测定法

A 法 8-羟基喹啉法

3 方法概要

试样灰化后，经盐酸溶解，溶液用氨水中和后，锌以羟基喹啉锌盐重量法测定。

本标准在测定锌的过程中不受碱土金属影响，但重金属有干扰。

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 高温炉：能加热到恒定于 $625^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.2 瓷坩埚：50mL。

4.1.3 烧杯：250mL。

4.1.4 烘箱：能恒温于 100°C 。

4.1.5 古氏漏斗：25 或 50mL(也可应用微孔玻璃漏斗)。

4.2 材料

定量滤纸。

5 试剂

5.1 盐酸：分析纯，配成 7%(m/m)的溶液。

5.2 冰乙酸：分析纯。

5.3 乙酸钠或乙酸铵：化学纯。

5.4 8-羟基喹啉：分析纯。

8-羟基喹啉溶液的配制：溶解 2g 8-羟基喹啉于 8~10mL 冰乙酸中，用蒸馏水稀释到 100mL。

5.5 氨水：分析纯。

5.6 95%乙醇：分析纯。

5.7 酚酞指示剂：配成 10g/L 的乙醇指示液。

6 试验步骤

6.1 称取 20g 试样或相当于含有羟基喹啉锌约 0.1g 的添加剂试样，称精确至 0.001g，放入瓷坩埚中。按 GB/T 508 灰化。灼烧温度保持 $625^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ ，直到完全灰化。

6.2 坩埚冷却后，加入少量 7% (m/m) 热的盐酸溶液溶解灰分，然后将溶液转移到烧杯内。如有不溶物应进行过滤。

6.3 加入 1 滴酚酞指示液，用氨水中和至粉红色，再滴加 7% (m/m) 盐酸溶液恰使其褪色。滴入几滴冰乙酸和 3~5g 乙酸钠或乙酸铵。溶液总体积不超过 100mL。

6.4 溶液加热到 60°C ，加入稍过量 8-羟基喹啉溶液。当烧杯中沉淀物的上层溶液呈现黄色表示沉淀完全，继续加热至沸腾。用已恒重过的古氏漏斗或微孔玻璃漏斗过滤，用热蒸馏水洗涤，直到无黄色滤液为止。

6.5 在 100°C 下干燥，恒重、称量。

7 计算

试样的锌含量 $X[\%(m/m)]$ 按式(1)计算：

$$X = \frac{m_1 \times 0.1849}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中： m_1 ——8-羟基喹啉锌沉淀的质量，g；

m ——试样的质量，g；

0.1849——8-羟基喹啉锌换算成锌的系数。

8 精密度

重复性：同一操作者重复测定的两个结果之差不应大于 $0.002\%(m/m)$ 。

9 报告

取重复测定两个结果的算术平均值，作为试样的锌含量。

B 法 络合滴定法

10 方法概要

将试样在高温炉中灼烧，然后用盐酸溶解残渣，在 pH 为 5.5 的条件下，以二甲酚橙为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液进行滴定。

11 仪器与材料

11.1 仪器

11.1.1 瓷坩埚：30mL。

11.1.2 锥形烧瓶：250mL。

11.1.3 移液管：20mL。

11.1.4 滴定管：5，25mL。

11.1.5 量筒：10mL。

11.1.6 烧杯：100mL。

11.1.7 容量瓶：1000mL。

- 11.1.8 带橡胶套头玻璃棒。
 11.1.9 高温炉：能加热到恒定于 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。
 11.1.10 天平：感量为 0.1mg 。
 11.1.11 万用电炉。

11.2 材料
 定量滤纸。

12 试剂

- 12.1 盐酸：分析纯，配成 $7\%(m/m)$ 和 $19\%(m/m)$ 的溶液。
 12.2 冰乙酸：分析纯。
 12.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)：分析纯。
 12.4 无水乙酸钠：分析纯。
 12.5 氯化钠：分析纯。
 12.6 二甲酚橙指示剂：将 1g 二甲酚橙指示剂与 100g 氯化钠研细，混匀，保存于磨口瓶中。
 12.7 甲基橙指示剂：配成 1g/L 的指示液。
 12.8 氨水：分析纯，配成 $4\%(m/m)$ 的溶液。
 12.9 锌粒(或锌片)。
 12.10 无水乙醇：分析纯。

13 准备工作

13.1 $c(\text{ZnCl}_2) = 0.01\text{mol/L}$ 氯化锌标准滴定溶液：锌粒或锌片在 100mL 烧杯中经 $19\%(m/m)$ 盐酸溶液除去表面氧化层后，迅速用蒸馏水洗净残留的酸，再用无水乙醇洗两次，于 $105 \sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 5min 取出，在干燥器中冷却 30min 。精确称取处理后的锌粒或锌片 0.6538g 于 1000mL 容量瓶中，将容量瓶斜置 45° 后，加入 $19\%(m/m)$ 盐酸溶液 20mL ，待锌全部作用后，用蒸馏水稀释至刻度。

13.2 pH 为 5.5 的冰乙酸—乙酸钠缓冲溶液：称取无水乙酸钠 200g ，加冰乙酸 9mL ，用蒸馏水稀释至 1000mL 。

13.3 $c(\text{EDTA}) = 0.01\text{mol/L}$ 标准滴定溶液：称取乙二胺四乙酸二钠 3.7g ，溶于 1000mL 蒸馏水中，摇匀后，用氯化锌标准滴定溶液进行标定。标定时，用移液管吸取氯化锌标准滴定溶液 20mL 置于 250mL 锥形烧瓶中，加入 50mL 蒸馏水。再加入 1g/L 甲基橙指示液 1 滴，用 $4\%(m/m)$ 氨水溶液中和至黄色，再用 $7\%(m/m)$ 盐酸溶液调至刚呈红色，加入 pH 为 5.5 的冰乙酸—乙酸钠缓冲溶液 10mL ，二甲酚橙指示剂约 20mg ，用待标定浓度的 EDTA 溶液滴定至亮黄色为其终点。

EDTA 标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{EDTA})$ ， mol/L ，按式(2)计算：

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c(\text{ZnCl}_2) \times V_1}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中： $c(\text{ZnCl}_2)$ ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度， mol/L ；

V_1 ——氯化锌标准滴定溶液的体积， mL ；

V ——滴定时消耗的 EDTA 溶液的体积， mL 。

14 试验步骤

- 14.1 用瓷坩埚称取约相当于 10mg 锌的添加剂或约相当于 2mg 锌的润滑油，称精确至 0.0002g 。
 14.2 把半张定量滤纸卷成带有引火芯的圆锥体，立放在称有试样的瓷坩埚中，将大部分试样表面罩住。
 14.3 先将瓷坩埚放在电炉上加热，在冒出大量油烟后，引燃圆锥体滤纸的引火芯，燃去其可燃物

后,再将瓷坩埚在 800℃高温炉中灼烧 10min 取出,冷却后,先用少量蒸馏水润湿,再用约 2mL 19% (m/m) 盐酸溶液溶解灰分,把瓷坩埚放在电炉上微微加热 2~3min 后,将溶液转移至 250mL 锥形烧瓶中,加入 2 滴 1g/L 甲基橙指示液,用氨水把溶液调至黄色,再用 7% (m/m) 盐酸溶液调至微红色。加入冰乙酸-乙酸钠缓冲溶液 10mL,二甲酚橙指示剂约 20mg。用已知浓度的 EDTA 标准滴定溶液滴定,终点由红色变为黄色。

15 计算

试样的锌含量 X [% (m/m)] 按式(3)计算:

$$X = \frac{c(\text{EDTA}) \times V_2 \times 0.06538 \times 100}{m} = \frac{c(\text{EDTA}) \times V_2 \times 6.538}{m} \quad \text{..... (3)}$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——滴定时所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.06538——与 1.00mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示锌的质量。

16 精密度

重复性: 同一操作者重复测定的两个结果之差不应大于下列数值。

锌含量, % (m/m)	重复性, % (m/m)
< 0.05 (润滑油)	0.005
< 1 (添加剂)	0.05
1 ~ 5 (添加剂)	0.1
> 5 (添加剂)	0.3

17 报告

取重复测定的两个结果的算术平均值, 作为试样的锌含量。

附加说明:

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由兰州炼油化工总厂负责起草。

本标准首次发布于 1965 年。

本标准方法 A 参照采用英国石油学会标准 IP 117/53《润滑油中锌测定法》。