

原子吸收法测定润滑油中的镁

(北京普析通用仪器公司 北京 100083)

1 实验部分

1.1 仪器

北京普析通用仪器公司 TAS—986 型火焰/石墨炉原子吸收光谱仪。

1.2 试剂

氧化镁: MgO (光谱上海试剂一厂)

氧化镧: 0.1% 称取纯 0.5g LaCl₃ · 7H₂O 配制 (化学纯 北京新华试剂厂) 用离子水稀释至 50ml

HCl: 特级纯

1.3 仪器工作条件 见表 1

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	光谱带宽 (nm)	乙炔流量 (L/min)	空气压力 (kg/cm ²)
Mg	285.2	3	0.4	1200	0.25

1.4 镁标准系列溶液的配制

称取在 700℃ 灼烧 2h 并冷却至室温的氧化镁 0.3317g 于烧杯中, 加入 2ml 左右 HCl (1+1) 使氧化镁溶解边加边摇再定量转移 200ml 容量瓶中加 5ml HCl (1+1) 用去离子水稀释至刻度。

标准溶液的配制: 在 50ml 容量瓶中, 分别吸取 1+1 HCl 2ml 0.1% LaCl₃ · 7H₂O 2ml。依次加入各 100ppm 的 Mg 标液 0.20、0.50、1.00、2.00ml Mg。标液其全量分别为 (ppm) 0.4、1.0、2.0 及 4.0 用水稀至刻度。

1.5 润滑油样品的预处理

样品来源:	中石化长城高级润滑油公司			
样品编号:	Zn	Ca	Mg(%)	
润滑油	0.124	0.260	0.046	
添加剂	1.05	0.36	0.40	

样品预处理: 首先将灰化的坩埚在 800℃ 下灼烧 30min。(带盖) 放至室温。

取样油样	4分	1	2	3	4
		0.5973	0.6003	0.5267	0.5241

将样品分别置于 4 个瓷坩埚中, 上面覆盖用滤纸制成的伞状小盖 (中间露一小孔), 放在 150~180℃ 的电炉上加热, 油慢慢渗透到滤纸上点火使带油滤纸燃烧, 油变成固体后取下。用较高温度冒烟, 无烟后置于 800℃ 马弗炉中灼烧半小时, 取出冷却三分钟后用少许水润湿, 水润湿后再加 HCl (1+1) 2ml。溶解残渣 (微热) 冷却, 定量转移至 50ml 容量瓶中加 LaCl₃ · 7H₂O (0.1%) 2ml, 用去离子水稀释至刻度, 摇匀待测。

测定结果见表 2。

表 2 测定结果

A	浓度		结果	平均	参考值
	(μg/ml)		(%)	(%)	(%)
1	1.217	1.200	1.222	1.052	0.044
2	1.213	1.217	1.217	1.048	0.036
3	1.178	1.176	1.176	1.015	0.048
4	1.162	1.165	1.154	1.001	0.048

2 结果与讨论

2.1 由于 HCl 酸度对 Mg 的测定有一定影响, 所以标准溶液和样品溶液应保持相同的酸度。

2.2 在样品预处理过程中, 由于 Mg 很容易污染, 使用器皿应尽量用离子水冲洗干净, 否则 Mg 的空白不好控制。

2.3 LaCl₃ · 7H₂O 为干扰抑制剂, 加入量不可太高, 并与标样保持一致。

2.4 由于样品中含 Mg 量很高, 故稀释 250 倍, 在稀释过程中应使用校正过的移液管及容量瓶, 并准确操作准确。

2.5 注意空白样品, 避免污染。

小结: 使用 TAS—986 原子吸收仪器可容易地测定出油中的 Mg 方法准确, 简便、易行。

注: 此工作得到了长城高级润滑油公司应用研究中心崔海鸥女士的大力支持, 特此致谢!