

润滑油中理化分析检测方案(微波消解仪)

1 前言

食品级润滑油主要用于食品工业中，所以对润滑油的要求就非常严格，不仅要满足机械的润滑，而且不能污染产品，对食品安全造成影响。标准《SN/T 4759-2017 进口食品级润滑油（脂）中锑、砷、镉、铅、汞、硒元素的测定方法 电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）法》规定了进口食品级润滑油（脂）中锑、砷、镉、铅、汞、硒元素含量的电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）的测定方法，对多种元素的检出限进行了明确规定。微波消解法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于 ICP-MS 对润滑油中痕量重金属元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)，移液管等



2.2 试剂

硝酸(68%)、过氧化氢 (30%)

3 实验方法

3.1 微波消解样品

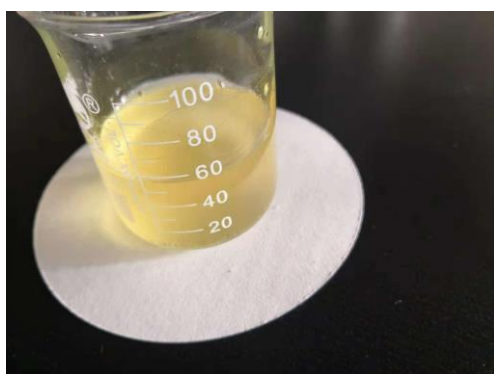
取适量样品，加入混酸，静止 3min-15min，观察反应状况，如无明显反应，组装消解罐，进行微波消解。

3.2 消解条件的探究 硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧

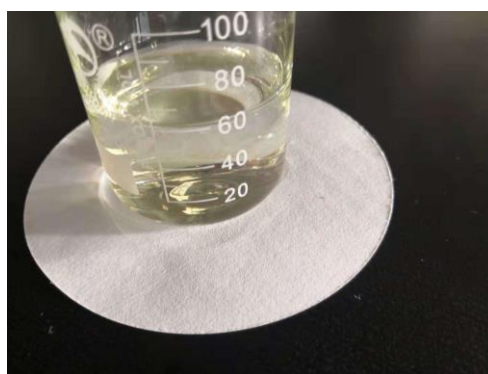
化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便。硝酸对于有机物有很强的消解能力，因此选择硝酸作为润滑油消解的主要试剂。

3.2.1 消解温度

暂定取样量 0.1g。硝酸消解样品常用温度为 180℃，这个温度下硝酸具有极强的氧化性，可以消解大多数有机样品。但消解润滑油时发现 180℃消解效果不好，最佳温度在 200℃左右。



180℃



200℃

3.2.2 取样量

油脂类样品在消解时会放出大量气体，产生较高的压力，硝酸虽然消解能力很强，但是取样量不易过大。所以经过试验，取样量控制在 0.1g 以下，实验安全系数较高。

混酸消解探究

混酸方案	消解效果
6ml 硝酸+2ml 双氧水	清
6ml 硝酸+2ml 盐酸	较多沉淀
6ml 硝酸+2ml 氢氟酸	较多沉淀
6ml 硝酸+2ml 硫酸	少量沉淀
6ml 硫酸+2ml 硝酸	清

备注：取样量 0.1 左右，温度均为 200℃。

4 结果讨论

硝酸是微波消解最常用的酸，单纯硝酸消解润滑油样品温度要 200℃以上，取样量在 0.1g 以内。如果增大取样量，需要添加预消解，消解过程中，建议添加双氧水，帮助氧化。

参考文献

[1] SN/T 4759-2017 进口食品级润滑油（脂）中锑、砷、镉、铅、汞、硒元素的测定方法 电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）法[S].

注意事项

- 1) 取样时，润滑油要置于消解罐底部，防止样品挂壁造成局部过热，损坏消解罐。
- 2) 取样量严格控制在 0.1g 以内，以免压力过高导致压力罐泄压。