

原子吸收光谱法测定润滑油中重金属含量

李建, 余昌斌, 柯琼贤

(广东省茂名市质量计量监督检测所, 广东 茂名 525000)

[摘要] 文章就原子吸收光谱法测定润滑油中重金属含量进行了探讨, 通过结合一系列具体的实验研究, 详细介绍了实验中所用到的仪器、试剂等方面的要点, 并对实验所得的结果作了讨论, 以期能为有关方面的需要提供参考借鉴。

[关键词] 原子吸收光谱法; 润滑油; 重金属含量

[中图分类号] O65

[文献标识码] A

[文章编号] 1007-1865(2014)15-0250-02

Atomic Absorption Method to Determination of Heavy Metal Content in Lube Oil Light

Li Jian, Yu Changbin, Ke Qiongxin

(Maoming City of Guangdong Province Quality Measurement Supervision and Inspection, Maoming 525000, China)

Abstract: In this paper, the atomic absorption method determination of heavy metal content in lubricating oil were discussed in this paper, by combining a series of specific experiment, experiment was introduced in detail the main points of the use of instruments, reagents, etc, and the results of the experiment were discussed, in order to provide reference for the needs of the relevant parties.

Keywords: atomic absorption method; lubricating oil; heavy metal content

众所周知, 润滑油是用在各种类型汽车、机械设备上以减少摩擦, 保护机械及加工件的液体或半固体润滑剂, 并且主要起着润滑、冷却、防锈、清洁、密封和缓冲等作用^[1]。而润滑油中重金属的含量将会直接影响着润滑油的使用质量。因此, 为了保障润滑油的使用功效, 在润滑油的生产过程中必须严格控制重金属的含量。本文就原子吸收光谱法测定润滑油中重金属含量进行了探

讨, 旨在能更好地测定润滑油中重金属的含量而提供参考借鉴。

1 实验

1.1 实验器具及其实验条件

通过原子吸收光谱仪和铁、铜、镍、镁空心阴极灯开展实验, 具体实验器具的工作条件如表1所示。

表1 仪器的工作条件
Tab.1 Working conditions of the instrument

元素	波长/nm	灯电流/mA	通带宽度/nm	火焰高度/mm	空气流量/(L·min ⁻¹)	乙炔流量/(L·min ⁻¹)	试样喷雾量/(mL·min ⁻¹)
Fe	248.3	8	0.3	2	5	1.5	5
Cu	324.7	5	1.0	2	5	1.0	5
Ni	232.0	10	0.15	2	5	1.0	5
Mg	285.2	3	1.0	2	5	1.5	5

1.2 实验试剂与材料

选取浓度值为1000 mg/L的铁、铜、镍、镁、钠、铝、硅、锌、钙标准溶液, 对其进行稀释, 使溶液浓度降为50 mg/L; 选用5%规格的铜溶液试剂适量; 取优级纯硝酸及优级纯盐酸适量; 取去离子水适量; 选取纯度达到99%的氮气和高纯气体适量。

1.3 实验具体流程步骤

1.3.1 样品的实验前处理

精确称量并选取2.0000 g的润滑油作为实验样品(选取的称量由样品含量决定), 将样品置入容量为30 mL的瓷坩埚中, 往瓷坩埚中添加硝酸0.5 mL, 慢慢对其进行加热, 等到油气冒出后通过燃烧滤纸的方式将电炉的温度降低, 让试验样品保持自由燃烧, 在燃烧准备完毕时再把锅炉的温度逐步提高, 促进其不断焦化, 直到燃烧现象消失, 将样品转移到马福炉中, 以600℃高温进行灰化, 灰化时间为两小时, 等到马福炉的温度下降到小于200℃的温度时, 把坩埚取出来进行冷却, 通过1%硝酸对其进行溶解, 然后把它转移到容量为10 mL的容量瓶里, 往容量瓶中添加0.2 mL的5%铜溶液, 添加1%硝酸到容量瓶刻度线。根据以上条件同时开展空白实验。

1.3.2 对标准系列的溶液进行配制

选取浓度50 mg/L的铁、铜、镍、镁标准溶液放入容积为10 mL的容量瓶中, 每一种溶液各取2 mL, 通过去离子水进行稀释, 直到瓶内溶液升至刻度线, 以上元素的浓度均稀释为10 mg/L, 依次选取0, 0.2, 0.8, 1.4, 2.0 mL的该系列标准铁溶液放入容量为10 mL的容量瓶, 往瓶中添加0.2 mL的5%铜溶液, 加入0.1 mL的硝酸, 通过去离子水将其稀释到刻度线, 使该系列标准溶液浓度分别为0, 0.2, 0.8, 1.4, 2.0 mg/L, 根据表1的工作条件开展测定, 标准溶液测定工作完成后马上进行试液中铁、铜、镍、镁各元素的含量测定。

2 实验结果和讨论

2.1 干扰与消除实验

表2 硅对铁、镁的干扰与消除试验结果

Tab.2 Silicon interference with iron, magnesium and eliminate the results %

硅浓度 (mg·L ⁻¹)	Fe		Mg	
	加铜前	加铜后	加铜前	加铜后
0	100	100	100	100
5	94	99	77	98
10	87	100	54	101
15	88	101	46	99
20	86	99	37	100
50	88	98	35	101
100	86	101	34	100

注: 表内数据表示相对吸光度值, 是干扰元素加入前后的吸光度的比值, %。

通过原子吸收光谱法对润滑油中的铜、铁、镍、钠、镁、铝、硅、锌、钙等共存元素的含量进行测定。选取浓度50 mg/L的铁、铜、镍、镁标准溶液放入容积为10 mL的容量瓶中, 每一种溶液各取0.4 mL, 针对每一种溶液放入与之相对应的干扰元素, 依次为铜、铁、镍、钠、镁、铝、硅、锌、钙, 添加0.1 mL的硝酸, 通过去离子水进行稀释, 直到瓶内溶液升至10 mL刻度线, 将以上干扰元素的浓度依次稀释为0 mg/L, 5 mg/L, 10 mg/L, 15 mg/L, 20 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L, 对铁、铜、镍、镁元素的吸光度进行检测判定, 干扰实验的实验结果显示, 当选取的铁、铜、镍、镁浓度值为2 mg/L时, 铁、铜、镍、钠、锌、镁、铝、钙这些共

存元素的浓度在100 mg/L范围内无干扰,当硅浓度位于0至100 mg/L范围时会干扰铁和镁产生干扰,具体数据见表2。表2数据表明,当硅浓度在100 mg/L以内时,对浓度一样的铁的干扰情况几乎不变,对镁产生的干扰程度较大;往瓶中添加1000 mg/L浓度的铜抑制剂时,硅元素的含量低于100 mg/L时,硅对铁和镁产生的干扰完全消失。

2.2 精密度试验

选取一样的润滑油作为样品,根据1.3.1所示方法进行处理,于表1工作条件下开展11次平行测定,具体测试到的精密度数据如表3。表3数据显示,各元素的相对标准偏差都在5%以内。

表3 精密度试验结果

Tab.3 Precision of test results

元素	平均值/(mg·L ⁻¹)	标准差/%	相对标准差/%
Fe	0.225	1.10	4.31
Cu	0.067	0.21	3.13
Ni	0.116	0.26	2.34
Mg	0.147	0.46	3.13

2.3 准确度试验

2.3.1 加入回收试验

为了验证本方法是否可靠,选取4份相同的润滑油样品放入瓷坩埚中,每份各称取2 g,往其中3份样品内添加不同量的标准溶液Fe, Cu, Ni, Mg,根据1.3.1的方法对样品进行处理后放入容积10 mL的容量瓶内进行定容,根据表1的工作条件对每个元素进行含量测定,具体回收率数据如表4。表4数据显示,Fe, Cu, Ni,

Mg 4种元素的回收率都在96 %至105 %范围内。

表4 回收率试验结果

Tab.4 Recovery test results

元素	加标前测定值 /(mg·L ⁻¹)	加标量 /(mg·L ⁻¹)	加标后测定值 /(mg·L ⁻¹)	回收率 /%
Fe	0.218	0.200	0.413	97.5
Fe	0.218	0.500	0.730	102.0
Fe	0.218	1.000	1.236	101.8
Cu	0.065	0.200	0.258	96.5
Cu	0.065	0.500	0.571	101.2
Cu	0.065	1.000	1.067	102.2
Ni	0.116	0.200	0.321	102.5
Ni	0.065	0.500	0.598	96.4
Ni	0.065	1.000	1.088	97.2
Mg	0.141	0.200	0.348	102.5
Mg	0.141	0.500	0.664	104.6
Mg	0.141	1.000	1.111	97.0

2.3.2 对比试验

为了保证试验结果的可靠和准确,将实际样品测定所得数据与某标准物质研究中心试验结果进行比较,比较结果如表5^[2]。表5数据显示,两个测定结果之间的相对标准偏差都在5 %以内,两者相对误差低于6 %。通过t和F对表中数据进行检验,检验结果显示,以上两者间的测定结果没有明显差异。

表5 样品分析结果

Tab.5 Samples analysis results

项目	样品号					
	10W/30SH	10W/30SF	544	MS-4-3	MS-3-3	MS-1-3
Cu						
测定值/(μg·g ⁻¹)	0.528	0.215	0.612	0.095	0.084	0.076
对比值/(μg·g ⁻¹)	0.539	0.216	0.619	0.098	0.088	0.074
相对标准偏差/%	1.46	0.33	0.80	2.20	3.29	1.89
相对误差/%	2.06	0.46	1.14	3.11	4.65	-2.67
Fe						
测定值/(μg·g ⁻¹)	0.487	0.297	2.061	4.954	5.748	3.556
对比值/(μg·g ⁻¹)	0.496	0.314	2.045	5.001	5.682	3.441
相对标准偏差/%	1.29	3.93	0.55	0.67	0.82	2.32
相对误差/%	1.83	5.56	-0.78	0.94	-1.15	-3.29
Mg						
测定值/(μg·g ⁻¹)	0.442	0.359	0.103	0.218	0.290	0.217
对比值/(μg·g ⁻¹)	0.463	0.352	0.101	0.222	0.299	0.209
相对标准偏差/%	3.28	1.39	1.39	1.29	2.16	2.66
相对误差/%	4.64	-1.97	-1.96	1.82	3.06	-3.76
Ni						
测定值/(μg·g ⁻¹)	0.558	0.251	0.276	2.522	1.067	2.051
对比值/(μg·g ⁻¹)	0.563	0.243	0.291	2.415	1.098	2.033
相对标准偏差/%	0.63	2.29	3.74	3.07	2.02	0.62
相对误差/%	0.89	-3.24	5.29	-4.33	2.86	-0.88

2.4 检测限测定

选取0.1 mg/L的铁、铜、镍、镁标准溶液,根据本方法工作条件依次开展10次各元素的吸光度测定,具体测定所得数据如表6。检测限 (D.L)根据公式: D.L=C(2δ/A)进行计算。其中,公式

内的A代表试液的平均吸光度;C表示试液浓度;δ表示试液平均吸光度标准偏差。表6数据显示,在本方法下,铁、铜、镍、镁的检测限测定结果依次为0.039, 0.025, 0.040, 0.022 mg/L。

表6 检测限测定结果

Tab.6 Detection limit determination results

元素	吸光度值										检测度/(mg·L ⁻¹)
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Fe	0.004	0.005	0.006	0.007	0.005	0.006	0.006	0.007	0.005	0.004	0.039
Cu	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.011	0.008	0.010	0.011	0.008	0.025
Ni	0.005	0.006	0.007	0.005	0.008	0.006	0.005	0.008	0.005	0.007	0.040
Mg	0.034	0.028	0.027	0.033	0.027	0.029	0.026	0.032	0.029	0.035	0.022

略高于国家相关标准^[3]。

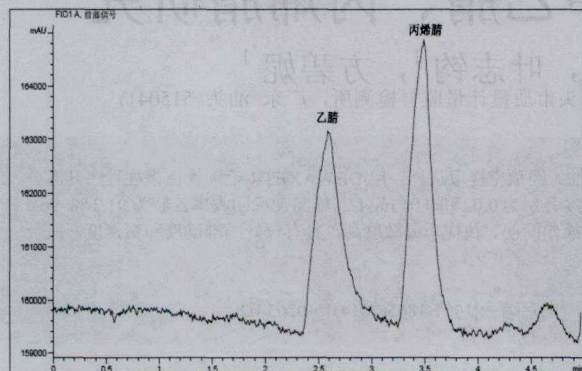


图1 乙腈、丙烯腈标准样品气相色谱图
Fig.1 GC spectra of acetonitrile and acrylonitrile

表1 相关系数和方法检出限
Tab.1 The correlation coefficient and MDL

序号	物质	R	方法检出限 ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	标准中的检出限 ^[3] ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)
1	乙腈	0.9979	0.02	0.025
2	丙烯腈	0.9994	0.01	0.025

2.5 加标回收率

取某自来水水样,分别对其进行高、低浓度乙腈、丙烯腈加标回收实验,对同一水样重复测定7次,如表2所示,该方法加标回收率乙腈为91.2%~96.4%,丙烯腈为96.0%~99.2%,7次

(上接第251页)

3 结论

由以上实验可看出,润滑油内的重金属含量会对其使用功能和效果产生一定影响,要想提高润滑油的生产质量,必须要在润滑油生产中对重金属含量进行精确测定,并对其进行控制^[3]。本文围绕原子吸收光谱法检测评定润滑油中重金属的含量展开了研究讨论,希望能对重金属的含量测定有所帮助。

(上接第266页)

- [2]李继怀,王力军.工程教育的理性回归与卓越工程师培养[J].黑龙江高教研究,2011(3):140-142.
- [3]林健.注重卓越工程教育本质创新工程人才培养模式[J].中国高等教育,2011(6):19-21.
- [4]林健.“卓越工程师教育培养计划”质量要求与工程教育认证[J].高等工程教育研究,2013(6):49-61.
- [5]朱泓,李志义,刘志军.高等工程教育改革与卓越工程师培养的探索与实践[J].高等工程教育研究,2013(6):68-71.
- [6]李国斌,易平贵,刘胜利,等.加强实验室团队建设培养高素质创新人才[J].当代教育理论与实践,2011(8):36-37.

(上接第269页)

目前PBL教学已成为国际上流行的一种教学方式,将PBL教学模式更加广泛地应用于医学各学科的教学中,也必将成为医学教育的一个发展趋势。总之,PBL教学法为高等医学教育提供了新思路,其突破了课堂教学的限制,具有开放性和探究性^[5]。但也应认识到其亟待改进的不足之处,在探索中发扬优势,避其不足。任何一种新的教学模式,从引进到良好地实施,必然会遇到很多问题,需要采用循序渐进的方法,将其与传统的讲授型教学模式相结合,不断地在实践中积累经验,从而构建适合我国国情的PBL教学模式。

参考文献

- [1]吴绍勇,闫红,任若梅.PBL教学法在临床护理见习课中的应用探讨

平行测定结果的相对标准偏差(RSD)乙腈为4.3%~5.8%,丙烯腈为3.7%~5.6%。

表2 样品加标回收率和相对标准偏差
Tab.2 The recovery and RSD of the sample

序号	物质	样品含量/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	加标回收率	RSD
1	乙腈	未检出	91.2%~96.4%	4.3%~5.8%
2	丙烯腈	未检出	96.0%~99.2%	3.7%~5.6%

3 结论

本文研究了顶空气相色谱法同时测定水中乙腈、丙烯腈的方法,通过优化顶空进样条件和色谱条件,建立能满足检测要求的测试方法。该方法具备准确、灵敏、快速等优点,对检测生活饮用水和地表水中的乙腈、丙烯腈具有一定的实用性。

参考文献

- [1]王晓燕,尚伟.水体有毒有机污染物的危害及优先控制污染物[J].首都师范大学学报:自然科学版,2002,23(3):73-781.
- [2]GB/T5749-2006.生活饮用水卫生标准[S].
- [3]GB/T5750-2006.生活饮用水标准检验方法[S].
- [4]HJ/T73-2001.水质丙烯腈的测定气相色谱法[S].
- [5]柴欣生,付时雨,莫淑欢,等.静态顶空气相色谱技术[J].化学进展,2008,20(5):762-766.
- [6]张琦,孙源海,苏岩,等.盐析顶空气相色谱法分析废水中醇类污染物[J].环境研究与监测,2007,20(2):30-31.

(本文文献格式:莫家乐,方铭岳,何旭伦,等.顶空气相色谱法测定水中乙腈、丙烯腈研究[J].广东化工,2014,41(15):263-264)

参考文献

- [1]程君莉.影响测定润滑油闪点的因素[J].合成润滑材料,2013(4).
- [2]甘伟威.原子吸收法测定重金属废水中的铅含量[J].科学时代(上半月),2013(3).
- [3]姚丽珠,王月江.火焰原子吸收光谱法测定汽油中铁镍铜[J].冶金分析,2007(12).

(本文文献格式:李建,余昌斌,柯琼贤.原子吸收光谱法测定润滑油中重金属含量[J].广东化工,2014,41(15):250-251)

- [7]申少华,田俐,肖秋国,等.产学研相结合,加强材料化学专业实践教学[J].实验科学与技术,2012(3):87-89.
- [8]申少华,黄念东,胡忠于,等.专业综合改革背景下的“化工技术经济”课程改革与建设研究[J].广东化工,2014(8):166-167.
- [9]李爱玲,申少华,胡忠于,等.“卓越工程师教育培养计划”教学管理模式的改革与创新研究[J].广东化工,2014(10):160-161.

(本文文献格式:申少华,刘和秀,曾贤贤,等.化学工程与工艺专业综合改革与建设之路——工程教育的理性回归与卓越工程师教育培养[J].广东化工,2014,41(15):265-266)

- [1]中国卫生事业管理,2004,13(4):218-219.
- [2]Carlisle C, Ibbotson T. Introducing problem-based learning into research methods teaching: student and facilitator evaluation[J]. Nurse education today, 2005, 25(7): 527-541.
- [3]Phillips, Jane, Hay, Mary. Katsikitis. The “expert” in problem-based and case-based learning: necessary or not [J]. Medical Education, 2001, 35: 22-26.
- [4]左丽.医学化学课堂教学的探索[J].卫生职业教育,2013,31(4):72-73.
- [5]王青松,蔡望伟,周代锋,等.PBL教学法在医学分子生物学教学中的应用[J].基础医学教育,2013,15(3):234-236.

(本文文献格式:王红梅,张爱女,曾小华.PBL教学模式在基础化学教学中的应用[J].广东化工,2014,41(15):269)