

微波消解润滑脂

1 前言

润滑脂为稠厚的油脂状半固体，用于机械的摩擦部分，起润滑和密封作用。也用于金属表面，起填充空隙和防锈作用，主要由油和皂或其他稠化剂组成。润滑脂中通常含有十二种以上的金属及非金属元素，通常作为提高性能的添加剂或稠化剂而引入或者来自使用过的润滑脂中的污染物和磨损金属。测定这些元素含量是润滑脂生产的一个重要方面，金属含量可以表明润滑脂中稠化剂的含量。本文通过微波消解方法对润滑脂样品进行前处理，有利于后期快速准确测定其中的元素含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)、盐酸(37%)、过氧化氢(30%)

3 实验方法

称取润滑脂样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 1mL 过氧化氢, 静置 10min 待消解罐中反应平静后组装消解罐, 用 MDS-15 微波消解仪进行消解实验参数如下:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	35	400

实验过程中最大压力 1.6Mpa。实验结束后, 待仪器降温至 60°C 以下, 将样品转移至通风橱, 缓慢打开罐盖后将其放置赶酸器上于 150°C 赶酸后加水转移至锥形瓶中, 样品消解液澄清透明无沉淀。

4 结果与讨论

使用 MDS-15 微波消解仪进行润滑脂样品消解实验, 取样量 0.1g 时, 使用逆王水+过氧化氢酸体系于 200°C 保温 30min 后, 样品可完全消解至澄清。针对不同类型的润滑脂样品, 在此参数下若消解不完全可适量调整硝酸盐的比例或提高消解温度达到完全消解。

注意事项

加过氧化氢时应小心慢加, 防止消解罐内反应剧烈导致溶液溅出。