

凯氏定氮法测定润滑油中的氮含量

一、前言

在润滑油的分析与质量控制过程中，氮含量的测定具有重要意义。润滑油基础油本身通常不含氮元素，但在其配方中会广泛添加含氮型添加剂，如清净分散剂、抗氧化剂、摩擦改进剂和防腐剂等。这些添加剂通过含氮官能团的引入，可以改善润滑油的分散性、抗氧化安定性和摩擦学性能，从而延长设备的使用寿命并提升润滑效果。因此，氮含量可以作为润滑油中添加剂用量及分布的重要指标。通过对氮含量的测定，不仅能够间接反映配方中含氮添加剂的加入情况，还可以监控不同批次产品的稳定性和一致性。同时，在润滑油的使用过程中，氮元素也可能来自污染物或降解副产物，过高的氮含量可能导致沉积物形成、滤清器堵塞或燃烧排放增加。因而，定期检测氮含量有助于评估润滑油在服役过程中的性能衰减和污染水平。综上所述，准确测定润滑油中的氮含量，对于润滑油配方优化、质量控制、使用监测以及环境合规性评价都具有重要的参考价值。

本方案参照《ASTM D3228 - 03 Standard Test Method for Total Nitrogen in Lubricating Oils and Fuel Oils by Modified Kjeldahl Method》，采用凯氏定氮法测定润滑油中的氮含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH520 自动消解仪，分析天平等

2.2、试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠溶液，混合催化剂（硫酸铜 0.2g+硫酸钾 3g），0.01mol/L 硫酸标准滴定液（以氢离子浓度计）。

三、实验方法

3.1、样品制备

采用减量法，准确称取样品 1.5g~2g（精确至 0.1mg）左右转移至消化管中。转移样品时应使样品缓缓直接落至消化管底部，避免挂壁。

3.2、消解

向消化管中加入量片催化剂片（每片含有 0.2g 五水硫酸铜+3g 硫酸钾）、20mL 浓硫酸，按照下表设置

消解程序：

温度梯度/° C	保温时间/min
150	20
220	20
300	40
360	20
420	120

3.3、测试

消解完成，待样品冷却并不再冒酸雾后上机测试，定氮仪参数设置参见下表：

测试对象	滴定酸浓度/ (H ⁺) mol/L	硼酸 /mL	氢氧化钠 /mL	稀释水 /mL	蒸馏时间 /min	蛋白 系数	蒸汽流 量/%
样品	0.01027	25	40	40	5	-	100
空白			80				

仪器自动进行蒸馏、滴定、结果计算。

四、结果与讨论

经过消解、蒸馏、滴定，三种润滑油样品的总氮测试结果如下表：

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	总氮含量/%	均值/%	绝对相差/%
润滑油 1	1.7135	0.8766	8.6099	0.0649	0.0652	0.0006
	1.7965		9.0568	0.0655		
	1.7727		8.9322	0.0653		
	1.7346		8.7236	0.0650		
润滑油 2	1.8235		6.2676	0.0425	0.0429	0.0014
	1.8806		6.5343	0.0433		
	1.8457		6.3789	0.0429		
	1.8928		6.6627	0.0440		
润滑油 3	1.7989		9.2919	0.0673	0.0677	0.0008
	1.8025		9.4076	0.0680		
	1.8128		9.4087	0.0677		
	1.8037		9.3559	0.0676		

结果显示，润滑油 1、2、3 的氮含量分别为 0.0652%、0.0429%、0.0677%，绝对相差均小于 0.01%，符合参考国标对于测试重复性的要求。

五、参考文献

[1] ASTM D3228 - 03 Standard Test Method for Total Nitrogen in Lubricating Oils and Fuel Oils by Modified Kjeldahl Method[s]