



应用新闻

编号: **J111A**

电感耦合等离子体发射光谱法

根据 **ASTM D4951** 要求, 对润滑油中的添加元素进行分析: **ICPE-9820**

■ 简介

在润滑油中添加各种由有机金属物质组成的添加剂可增强润滑油性能。为确保润滑油质量, 控制添加剂的浓度十分重要。表 1 列出包含有机金属化合物的主要添加剂类型及功能。

ASTM D4951 以及日本石油协会标准 JPI-5S-38-2003 关于润滑油-添加元素的测定均指定使用电感耦合等离子体发射光谱法作为添加剂中元素的测定方法。

样品经有机溶剂稀释后, 使用岛津 ICPE-9820 对市售发动机机油、自动变速箱油 (ATF) 和齿轮油中的添加剂进行元素分析。ICPE-9820 独特的炬管设计, 能够有效降低炬管管口碳沉积, 并可在无需加氧的条件下, 提供稳定分析结果。

表 1 包含有机金属化合物的主要添加剂功能

类型	功能	添加剂元素
清洁剂	防止并抑制机器 (如: 发动机) 因高温运行而产生降解副产物, 进而形成沉积。	Ba、Ca、Mg 等。
抗氧化剂	与自由基和过氧化物反应, 进而抑制由于机油氧化而形成的清漆和油泥。	Zn 等。
防腐蚀添加剂	中和因润滑油分解产生的腐蚀性氧化产物。	P、Zn 等。
固体润滑剂	以薄膜或粉末形式使用, 减少摩擦和磨损。	Mo、B 等。

■ 样品

-发动机机油 (2 种)

-ATF (1 种)

-齿轮油 (1 种)

■ 样品制备

称约 1g 样品, 用 100mL 的二甲苯稀释后测定。使用上述机油 (样品 1) 的 5 倍稀释液进行上机测试。

另外, 使用二甲苯对浓度为 5000µg/g 的 Y 元素机油标准品 (Conostan®) 进行稀释, 并以 1 mg/L 浓度添加到各样品中, 作为内标。

使用二甲苯稀释 SPEX®多元素机油标准品 (21 种元素;

900µg / g / 500µg / g) 与 Conostan®单元素油标准品

(5000 µg/g) 来制备标准样品。照比测定样品, 各样品均以 1 mg/L 浓度掺入元素 Y 机油标准品, 以用作内标。

■ 表 1 仪器和分析条件

使用岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪测定样品。测定条件见表 2。

使用常规 ICP 仪器进行有机溶剂样品分析时, 通常需要在等离子体中导入氧气, 以抑制炬管管口形成积碳。但是, 岛津 ICPE-9820 采用炬管垂直方向设计, 可有效防止积碳。

因此, 即使在分析二甲苯、煤油和 MIBK 等品类的有机溶剂样品时, ICPE-9820 依然无需导入氧气来抑制碳沉积。

表 2 分析条件

仪器	:ICPE-9820
射频功率	:1.40 kW
等离子气体流速	:16.0 L/min
辅助气体流速	:1.40 L/min
载气流速	:0.70 L/min
进样	: 雾化器 UES10
雾化室	: 内室直通式排水漏
等离子枪	: 枪
观察结果	:径向 (RD)

■ 分析

采用内标法对润滑油中的 6 种添加元素 (B、Ca、Mg、Mo、P、Zn) 进行分析。

【参考文献】

1) ASTM 国际标准 ASTM D4951

使用电感耦合等离子体发射光谱法对润滑油中添加元素进行测定的标准测试方法

2) 日本石油协会标准 JPI-5S-38-2003

润滑油-添加剂元素测定-电感耦合等离子体发射光谱法

■ 分析结果

分析结果见表 3。使用发动机机油（样品 1）的稀释测试值结果良好，回收率接近 100%。图 1 给出 Ca 和 Mo 的光谱曲线，图 2 给出 Ca、Mo 和 Zn 的校准曲线。

■ 结论

使用 ICPE-9820 对润滑油添加剂进行元素分析时无需导入氧气同样可确保分析稳定性

表 3 润滑油分析结果 (μg/g)

	发动机机油			ATF 油	齿轮油
元素	样品 1	样品 1 稀释 测试 (%)	样品 2	样品 3	样品 4
B	113	103	80	68	---
Ca	1100	100	2940	156	64
Mg	754	101	21	1.0	0.7
Mo	87	100	96	---	---
P	637	100	733	262	1010
Zn	736	103	848	20	7.6

稀释测试值 (%) = I/S×100
(I: 样品稀释前的定量值, S: 5 倍稀释样品定量值×5)

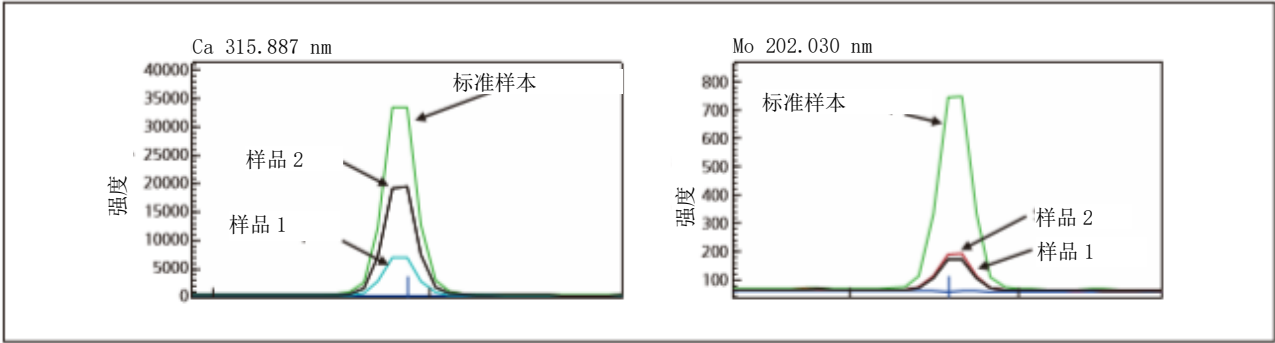


图 1 Ca 和 Mo 的光谱曲线

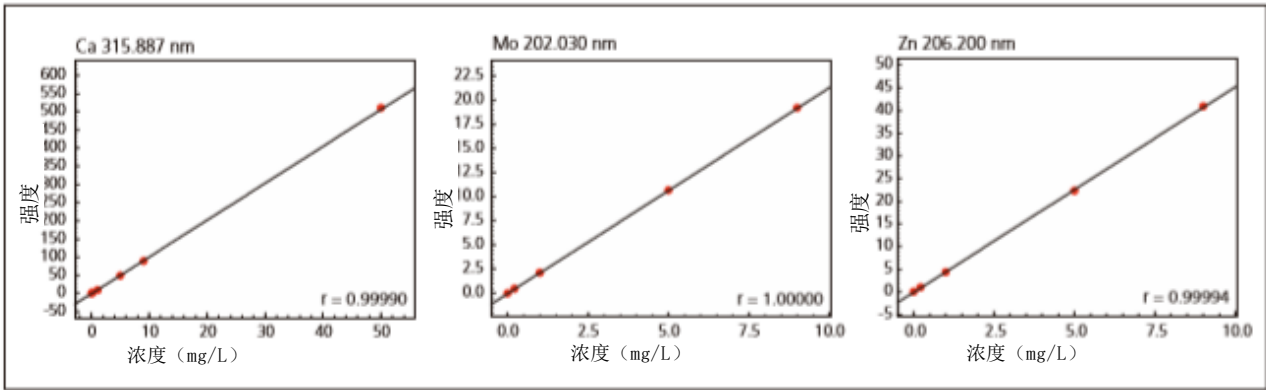


图 2 Ca、Mo 和 Zn 的校准曲线



Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/

For Research Use Only Not for use in diagnostic procedures.
The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

Second Edition: Mar. 2015
First Edition: Sep. 2014

© Shimadzu Corporation, 2014