

## 应用新闻

编号: J114A

### ■ 简介

对发动机机油的润滑添加剂(如:汽车和轮船所用润滑剂)进行分析是诊断发动机和其他设备状态的一种行之有效且十分必要的手段。

根据 ASTM 国际标准 D5185<sup>1)</sup>, 指定使用有机溶剂稀释的电感耦合等离子体(ICP)发射光谱法, 测定废旧润滑油中的添加剂元素、磨损金属和污染物。此外, 日本石油协会标准 JPI-5S-44-2011 要求指定使用 ICP 法分析废旧润滑油中的 Fe、Cu、Al、Pb、Cr 和 Sn。<sup>2)</sup> 本文中使用了岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪, 对 ASTM D5185 指定的 22 种元素进行分析, 其中样品包括了废旧润滑剂(市售汽车润滑剂)和新润滑剂(作为参考), 且均使用有机溶剂进行稀释。ICPE-9820 采用垂直方向的等离子体炬管设计, 可减少积碳, 并可以在无需加氧的条件下, 对有机溶剂样品进行稳定的分析。

### ■ 样品

- 废旧润滑油(市售汽车润滑剂, 行驶里程约 4000 km)
- 与上述润滑油等同, 仅处于未使用状态

### ■ 样品制备

称约 10 g 样品, 用 100 mL 的煤油进行稀释。使用煤油稀释 SPEX 油基 21 元素混合标准溶液(500 $\mu$ g/g)、Conostan<sup>®</sup>和 SPEX 油基单元素标准溶液(5000 $\mu$ g/g)以及东京化成工业有限公司重油硫含量标准样品(1.05%重量)制备标准溶液。为了验证测定值, 将上述标准溶液添加至废旧润滑剂中, 制备 5mg/L 溶液, 用作低浓度元素加标回收测试样品。此外, 对于高浓度元素, 使用煤油将废旧润滑剂稀释 50 倍, 以制备稀释测试样品。

最后, 用煤油稀释 Conostan<sup>®</sup>油基 Y(钇)单元素标准溶液(5000 $\mu$ g/g), 并作为内标元素添加至所有样品中, 从而使所有样品保持固定浓度。

### ■ 仪器与分析条件

使用岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定。测定条件见表 1。

### 电感耦合等离子体发射光谱法

根据 ASTM D5185 标准, 对废旧润滑油中的添加剂元素、磨损金属和污染物进行分析: ICPE-9820

当使用常规的 ICP 进行有机溶剂样品分析时, 通常必须导入氧气, 以抑制炬管管口积碳。而岛津 ICPE-9820 采用炬管垂直方向设计, 可有效确保防止积碳。因此, 即使在分析煤油、二甲苯和 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。

此外, 由于岛津 ICPE-9820 采用真空光室, 在分析类似硫等波长处于真空紫外区域元素时, 无需使用消耗昂贵、高纯度气体的吹扫型光室, 可节约分析成本。

表 1 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, 10UES
雾化室	有机溶剂室
等离子枪	枪
观察结果	径向(RD)

### ■ 分析

根据 ASTM 标准规定内标法对 22 种元素(Al、Ba、B、Ca、Cr、Cu、Fe、Pb、Mg、Mn、Mo、Ni、P、K、Si、Ag、Na、S、Sn、Ti、V、Zn)进行分析。

### ■ 分析结果

表 2 给出分析结果。针对废旧润滑油, 高浓度元素稀释测试和低浓度元素的加标回收测试均获得了接近 100% 的优异结果。此外, 同样列出针对新润滑油分析所获的分析结果, 以供参考。Fe 和 P 的光谱线曲线如图 1 所示。Fe、Mg 和 S 的校准曲线如图 2 所示。

### ■ 结论

使用 ICPE-9820, 可以稳定地分析废旧润滑油中的溶解元素, 无需导入氧气。

### ■ 参考

- 1) ASTM 国际标准 D5185  
测定废旧润滑油中添加元素、磨损金属和污染物以及使用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定基油中选定元素的标准测试方法
- 2) 日本石油协会标准 JPI-5S-44-2011  
使用溶剂稀释-电感耦合等离子体发射光谱法分析废旧润滑油中 Fe、Cu、Al、Pb、Cr 和 Sn 含量

表 2 润滑油的分析结果

元素	废旧润滑剂 ( $\mu\text{g/g}$ )	废旧润滑剂加标回 收率 (%)	废旧润滑剂稀释 测试 (%)	新润滑剂 ( $\mu\text{g/g}$ )	检测极限 ( $\mu\text{g/g}$ )
Ag	<	100	-	<	0.02
Al	10	101	-	6.51	0.3
B	65.9	-	98	121	-
Ba	0.123	101	-	<	0.02
Ca	3970	-	98	2250	-
Cr	1.03	101	-	<	0.01
Cu	0.65	100	-	<	0.02
Fe	10.8	101	-	0.43	0.01
K	22.1	99	-	<	0.6
Mg	10.4	100	-	5.48	0.02
Mn	0.618	101	-	0.139	0.002
Mo	184	-	98	183	-
Na	2.5	100	-	<	0.4
Ni	<	102	-	<	0.05
P	756	-	99	731	-
Pb	<	100	-	<	0.5
S	3980	-	100	3810	-
Si	8.96	103	-	5.07	0.03
Sn	<	100	-	<	0.5
Ti	<	100	-	<	0.01
V	<	103	-	<	0.02
Zn	872	-	97	882	-

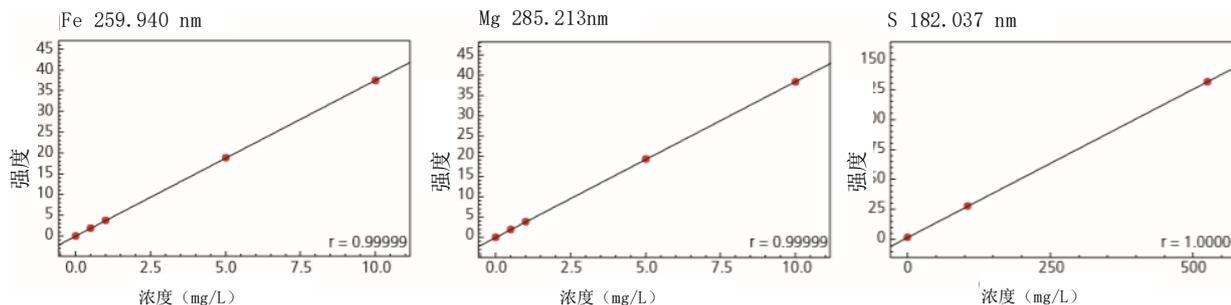
加标回收率 (%) = (C1-C2)/B $\times$ 100 (C1: 加标样品定量值; C2: 非加标样品定量值; B: 加标浓度)

稀释测试 (%) = I/S $\times$ 100 (I: 稀释前样品的定量值; S: 5 倍稀释样品的定量值 $\times$ 5)

检测极限: DL = 3 $\times$  $\sigma^{\text{BL}}$  $\times$  $\kappa$  ( $\sigma^{\text{BL}}$ : 背景强度的标准偏差;  $\kappa$ : 浓度/强度) <: 小于检测极限



图 1 Fe 和 P 的光谱曲线



Second Edition: Jul. 2015  
First Edition: Apr. 2015



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.

© Shimadzu Corporation, 2015