

4100 MP-AES 分析发动机油中的磨损金属和污染物

应用简报

能源和燃料

作者

Phil Lowenstern 和 Elizabeth Reisman

安捷伦科技
墨尔本，澳大利亚



引言

定期检测润滑机械用油中的金属以评估润滑剂和机械老化状态，是一个至关重要的预防性维护任务。分析人员特别感兴趣的是发动机中的金属元素如 Cu、Fe 和 Al，这些元素因发动机磨损进入润滑油中，而 Na 和 Si 元素则是通过水或道路上的尘土作为污染物进入润滑油。通过对润滑油中的这些金属进行趋势分析可以便于采取任何必要的措施使发动机正常工作，从而避免了昂贵的维修费用和停机时间。

由于发动机和机械是大多数运输业和制造业的重要核心，很多实验室需要每天对大量不同润滑油样品中的多种元素进行分析。虽然火焰原子吸收光谱仪（FAAS）已被广泛用于研究润滑油中的微量磨损金属，但是随着样品量的不断增加，促使众多实验室开始考虑能够实现更高样品通量的更快速多元素分析技术。



Agilent Technologies

快速序列原子发射光谱仪即安捷伦 4100 微波等离子体原子发射光谱仪 (MP-AES) 可有效地实现这一目标。4100 MP-AES 使用磁耦合微波能量, 利用氮气产生强劲而稳定的等离子体。水溶液和有机样品都能够引入 MP-AES, 其对有机溶剂具有良好耐受力。

实验

仪器

安捷伦 4100 MP-AES 配合外部气体控制模块 (EGCM) 使用, EGCM 将空气注入等离子体, 防止炬管积炭, 克服了来自有机样品分析时等离子体的不稳定性, 并降低了背景发射。仪器配置含有 EGCM 有机套件、惰性 OneNeb 雾化器和耐有机溶剂管, 以及双通道雾室等。OneNeb 雾化器较之其它雾化器提高了雾化效率, 雾化效率更高。在对有机样品的分析应用上具有更卓越的性能。它允许在较低流速下进行分析, 减少了加载到等离子体的溶剂量, 并且具有优异的灵敏度。同时, 可采用安捷伦 SPS 3 自动进样器进行样品的自动分析。

4100MP-AES 由安捷伦独特的 MP 专家工作表软件控制, 在 Microsoft® Windows® 7 操作系统下运行, 软件的自动优化功能, 可使新操作人员方法的开发更简便快速。例如, 当元素被选中时, 此软件可自动添加推荐的波长, 雾化器压力以及 EGCM 的设置。

仪器操作条件和分析设置列于表 1a 和 1b 中。观测位置和雾化器压力设置通过使用 MP 专家软件中的自动优化方法进行优化。有理数拟合的非线性曲线拟合方式, 拓展了线性工作范围, 使得样品分析能够在单一波长进行, 而无需进一步稀释。

样品和样品制备

标准曲线采用 500 ppm 油基金属校准标准品 S21 + K (Conostan) 稀释制备, 分别为 5 ppm、10 ppm、25 ppm 和 50 ppm。ShellSol 2046 (Shell) 用作稀释剂。所有标样采用 10% 的空白油样 (Conostan) 进行基质匹配。

NIST SRM 1085b 润滑油中磨损金属标样, 采用 1:10 的 shellsol 稀释制备。

齿轮油样品通过 1:10 shellsol 稀释并加标 S21 + K, 最终加标浓度为 10.2 ppm。

表 1a. 安捷伦 4100 MP-AES 工作条件

仪器参数	参数值
雾化器	惰性 OneNeb
雾化室	双通道玻璃旋流雾室
样品管	橙色/绿色耐溶剂型
排废管	蓝色/蓝色耐溶剂型
读数时间	3 s
重复次数	3
稳定时间	15 s
冲洗时间	45 s
样品提升时快泵速 (80 rpm)	开
背景校正	自动
泵速	5 rpm

表 1b. 分析物雾化器压力和校正曲线

元素和波长 (nm)	雾化器压力 (kPa)	校正曲线
Cd 228.802	140	有理数
Mn 259.372	120	有理数
Fe 259.940	100	有理数
Cr 276.653	140	有理数
Pb 283.305	220	有理数
Sn 303.411	240	有理数
Ni 305.081	180	线性
V 310.229	220	有理数
Mo 319.398	240	有理数
Ti 323.452	220	有理数
Cu 327.395	200	线性
Ag 328.068	200	线性
Al 396.152	240	有理数
Na 589.592	240	线性
Si 251.611	140	线性

结果与讨论

标准参比材料的分析

对 NIST SRM 1085b 进行分析，检测此方法的有效性。表 2 中列出的结果表明 MP-AES 测量值与验证值之间精确优异的一致性。

表 2. 测量值与验证值

元素和波长 (nm)	测定值 (mg/kg)	验证值 (mg/kg)	回收率 (%)
Fe 259.940	314.7 ± 0.3	301.2 ± 5.0	104
Mn 259.372	289.9 ± 0.2	300.7 ± 2.0	96
Cd 226.502	290.9 ± 2.9	302.9 ± 5.1	96
Cr 276.653	305.2 ± 0.1	302.9 ± 3.9	101
Si 251.611	295.7 ± 1.9	300.2 ± 5.0	99
Ni 305.081	291.6 ± 0.1	295.9 ± 7.4	99
Cu 327.395	300.9 ± 0.1	295.6 ± 8.5	102
Ag 328.068	308 ± 0.2	304.6 ± 8.9	101
Pb 283.305	296.1 ± 0.1	297.7 ± 6.8	99
V 310.229	287.6 ± 0.1	297.8 ± 4.6	97
Ti 323.452	293.9 ± 0.1	301.1 ± 2.9	98
Sn 303.411	295.3 ± 0.3	299.4 ± 4.8	99
Mo 319.398	296.9 ± 0.1	300.6 ± 3.2	99
Al 396.152	291.7 ± 0.2	300.4 ± 9.3	97
Na 589.592	297.4 ± 0.1	305.2 ± 7.0	97

加标回收

混合齿轮油样加标回收率列于表 3。所有被分析元素的优异回收率，证明了此分析方法的准确性。Cu 的信号图及校准曲线分别列于图 1 和图 2。

表 3. 混合齿轮油样品中所有 10 ppm 加标分析物的精确回收率

元素	波长 (nm)	未加标齿轮油 (ppm)	加标齿轮油 (ppm)	加标回收率 (%)
Ag	328.068 nm	0.27	11.01	105
Al	396.152 nm	0.32	10.31	98
Cd	228.802 nm	0.14	9.85	95
Cr	276.653 nm	0.25	9.92	95
Cu	327.395 nm	2.68	13.14	103
Fe	259.940 nm	10.41	20.09	95
Mn	259.372 nm	0.80	11.54	105
Mo	319.398 nm	9.02	19.34	101
Na	589.592 nm	0.46	10.70	100
Ni	305.081 nm	0.07	10.13	99
Pb	283.305 nm	0.25	11.36	109
Si	251.611 nm	2.23	11.60	92
Sn	303.411 nm	0.16	10.62	103
Ti	323.452 nm	0.01	10.87	106
V	310.229 nm	0.15	10.71	104

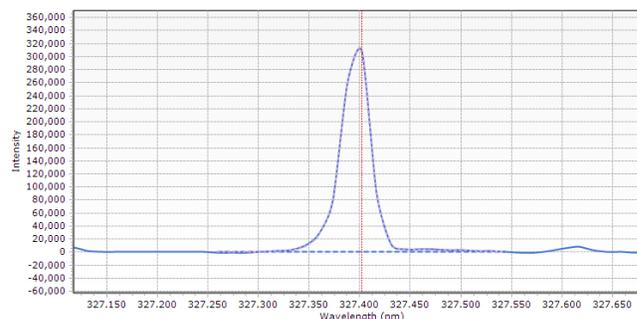


图 1. 5 ppm Cu 在 327.395 nm 处的信号图显示安捷伦 4100 MP-AES 出色的灵敏度

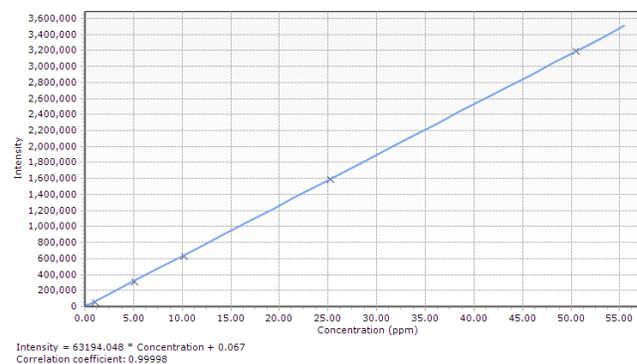


图 2. 高达 50 ppm Cu 在 327.395 nm 处的校准曲线在校准范围内显示出优异的线性，相关系数为 0.99998

采用安捷伦 SPS 3 自动进样器系统，每个样品的分析时间小于 5 分钟。4100 MP-AES 可在无人值守状态下运行，比 FAAS 具有更大的样品通量和测量效率。

长期稳定性

通过长达 8 小时以上的连续测量 10 ppm S21 + K 溶液来验证 MP-AES 的长期稳定性。稳定性曲线结果见图 3，每个元素的 %RSD 列于表 4。

4100 MP-AES 垂直等离子体结合 EGCM 空气注入和惰性 OneNeb 雾化器 [1]，这一优化的组合配置及对样品的超强耐受能力，即使是极具挑战的有机样品，也同样可以获得并实现超强的长期稳定性 (< 1% RSD)。

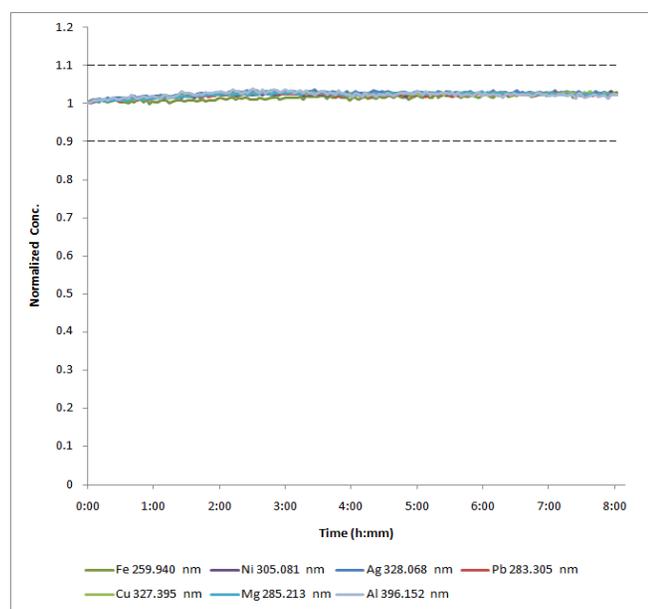


图 3. 10 ppm S21 + K 溶液重复运行 8 小时的稳定性曲线

表 4. 每个元素加标 10 ppm，8 小时的 %RSD

元素	波长 (nm)	%RSD
Fe	259.940	0.7
Ni	305.081	0.5
Ag	328.068	0.5
Pb	283.305	0.6
Cu	327.395	0.6
Al	396.152	0.6

结论

配备 OneNeb 雾化器并安装 EGCM 的安捷伦 4100 MP-AES 是对润滑油中磨损金属进行常规多元素分析的理想解决方案。此外，安捷伦 4100 MP-AES 具有与火焰 AA 相媲美的最低操作成本，其通过使用不易燃气体，消除了乙炔和一氧化二氮的安全担忧。通过 EGCM 将可控制的气流注入到等离子体中从而防止了炬管积炭，对 SRM 样品和加标 10 ppm 的样品分析都实现了卓越的回收率，同时也获得了优异的长期稳定性。

参考文献

1. J. Moffett and G. Russell, "Evaluation of a novel nebulizer using an inductively coupled plasma optical emission spectrometer", Agilent Application Note 5990-8340EN

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2011

2011年9月1日，中国印刷

5990-8753CHCN



Agilent Technologies