

安捷伦 4100 MP-AES 测定润滑油中的添加剂

应用简报

能源与燃料

作者

Phil Lowenstern 和 Elizabeth Reisman

安捷伦科技
墨尔本, 澳大利亚



前言

定期追踪机械润滑油中的添加剂含量以评估润滑油和机械随时间推移的状态，是一个至关重要的预防性维护任务。几种含 Zn, P, Ca, Ba 和 Mg 等元素的化合物通常被添加到润滑油中。这些含有金属的添加剂被用作清洁剂、抗氧抗腐剂、分散剂、抗磨剂、增粘剂、乳化剂和抗泡剂等。

由于发动机和机械设备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的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添加剂，巨大的样品量还是促使众多实验室考虑采用更快的、支持高样品通量的多元素分析技术。



Agilent Technologies

使用安捷伦 4100 微波等离子体原子发射光谱仪 (MP-AES) 这一快速序列原子发射光谱技术即可有效地满足上述需求。4100 通过磁耦合微波能量利用氮气产生稳定的等离子体。对有机溶剂负载良好的耐受性使水性和有机样品均可被导入到 MP-AES 中。

实验

仪器

采用安捷伦 4100MP-AES, 配合外部气体控制模块 (EGCM) 进行空气注入等离子体以防止炬管积碳, 克服了有机样品分析可能导致的等离子体不稳定, 并降低了背景发射。仪器配备了有机分析套件 (包括 EGCM、惰性 OneNeb 雾化器和耐有机溶剂管线) 和双通道雾化室。OneNeb 雾化器可提供更均匀的雾化效果, 更高的雾化效率, 与其它雾化器相比在次应用中能够提供更加卓越的性能。使得分析可以在较低流速下进行, 减少了导入等离子体的溶剂量, 并能维持优异的灵敏度。分析采用安捷伦 SPS 3 自动进样器系统自动分析。

仪器采用安捷伦独特的 MP 专家系统软件控制, Microsoft® Windows® 7 操作系统, 具有自动参数优化功能, 非常适宜新手及方法的开发建立。例如, 当选定元素后, 软件可自动添加推荐的波长、雾化器压力以及 EGCM 设置等。

仪器操作条件和分析物设置列于表 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功能进行优化。

样品和样品制备

标准曲线采用 500 ppm 的油基标样 S21+K (Conostan) 稀释制备 浓度分别为: 5 ppm, 10 ppm, 25 ppm 和 50 ppm。使用 Shellsol2046 (Shell) 作为稀释剂。所有标样使用 10% 的空白油 (Blank Oil, Conostan) 进行基体匹配。

NIST SRM 1085b 润滑油中的磨损金属样品通过 Shellsol 1:10 稀释进行制备。

混合齿轮油样品通过 Shellsol 1:100 稀释并且加标 S21+K, 最终加标浓度为 10.1 mg/kg。

表 1a. 安捷伦 4100 MP-AES 操作条件

仪器参数	设置
雾化器	惰性 OneNeb
雾化室	双通道玻璃旋流雾化室
样品管线	橙/绿耐溶剂型
排废管线	蓝/蓝耐溶剂型
读数时间	3 s
重复次数	3
稳定时间	15 s
清洗时间	45 s
样品提升快泵速	0n
背景校正	Auto
泵速	5 rpm

表 1b. 分析物雾化器压力和 EGCM 设置

元素和波长 (nm)	雾化器压力 (kPa)	EGCM 设定
Mg 285.213	180	高
Ca 422.673	240	高
Zn 481.053	120	高
Ba 614.171	240	高
P 213.618	120	中

校准参数

表 2 给出了所分析元素的校正拟合类型和相关系数。有理拟合是一种非线性曲线拟合, 具有拓展的工作范围, 从而可使用单波长进行样品分析而无需进一步稀释。优异的相关系数证明了 MP-AES 对该分析中预期浓度范围的覆盖能力。图 1 显示了 Zn 的校准曲线。

表 2. 分析物的校正拟合类型和相关系数

元素和波长 (nm)	校正拟合	相关系数
Ba 614.171	有理	0.99908
Ca 422.673	线性	0.99958
Mg 285.213	有理	0.99933
Zn 481.053	线性	0.99999
P 213.618	有理	0.99998

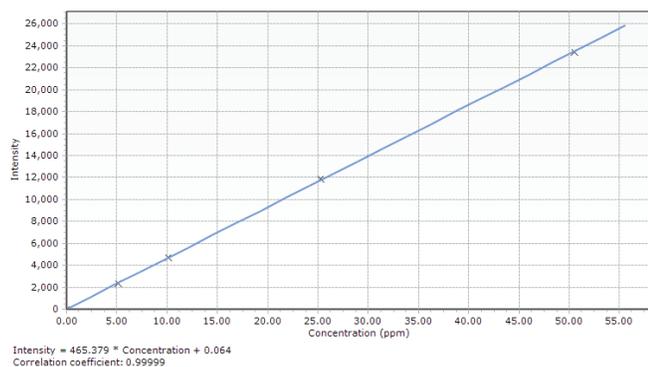


图 1. Zn 481.053 nm 的优异线性，浓度达 50ppm，相关系数 0.99999

结果与讨论

标准参考物质的分析

为验证方法的有效性，对 NIST SRM 1085b 进行了分析。表 3 的结果显示 MP-AES 测量的结果与认证值之间有着很好的一致性。

表 3. 测量结果与认证值

元素和波长 (nm)	测定浓度 (mg/kg)	认证值 (mg/kg)	回收率 (%)
P 213.618	301.5 ± 0.1	299.9 ± 7.2	101
Zn 481.053	314.9 ± 0.3	296.8 ± 6.8	106
Mg 285.213	300.6 ± 0.2	297.3 ± 4.1	101
Ca 422.673	279.6 ± 0.1	(298)	94
Ba 614.171	281.2 ± 0.1	300.1 ± 2.4	94

加标回收率

表 4 为混合齿轮油样品加标的回收率。所有分析的元素回收率均十分优异，证实了该分析方法的准确性。图 2 为 Zn 的光谱图。

表 4. 混合齿轮油样品中，所有 10 ppm 加标元素的准确回收率

元素和波长 (nm)	未加标齿轮油 (ppm)	加标齿轮油 (ppm)	加标回收率 (%)
P 213.618	17.16	26.71	95
Zn 481.053	6.99	17.17	101
Mg 285.213	1.53	11.32	97
Ca 422.673	8.89	19.69	107
Ba 614.171	0.00	9.16	91

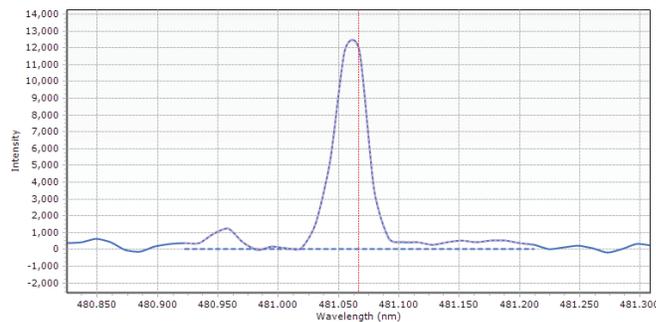


图 2. Zn 481.053 nm 自动背景校正谱图

结论

新型安捷伦 4100 MP-AES 配合 OneNeb 雾化器及 EGCM 系统，是对润滑油中添加物进行常规多元素分析的理想解决方案。氮气等离子体激发光源，展现了对有机溶剂负载的高耐受能力。此外，安捷伦 4100MP-AES 具有与其他分析技术如火焰 AA 相比最低的运行成本，通过使用不可燃气体，消除了与乙炔和一氧化二氮相关的安全顾虑。通过 EGCM 将空气以可控的流速注入等离子体，从而防止了进样系统的积碳，对 SRM 样品和 10 ppm 加标溶液的分析，获得了卓越的回收率。

参考文献

1. J. Moffett and G. Russell, "Evaluation of a novel nebulizer using an inductively coupled plasma optical emission spectrometer" (使用电感耦合等离子体发射光谱仪评估一种创新的雾化器), 安捷伦应用简报 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

5990-8925CHCN



Agilent Technologies