

Author:

Dave Hilligoss

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

Avio 500 ICP-OES 分析 服役中的润滑油 (按照 ASTM D5185 方法)

过程中，因使用强度、频次和作业环境复杂性，设备的故障率、使用维修成本和时间成本也相应增加。因此，预防性的期间检查和维护显得尤为重要。通过测试使用油品特别是润滑油（液压、变速箱、发动机）中金属离子的浓度可以确定设备当前状态，如某些关键元素显著增加就表明该设备需要期间维护了。ASTM 专门制定了 D5185 方法，用于诊断发动机状态，作为常规的在线油品分析依据。

介绍

在全球范围内，在建筑施工、采矿业等领域，重型机械的使用越来越广泛和频繁。使用过

在评估润滑油中金属的磨损时，用于诊断的润滑油中金属离子的浓度大约在 1 ppm 左右。所以按照 D5185 要求，等离子体发射光谱法 (ICP-OES) 就成为了合适的检测手段，其分析速度、基体耐受性、方法适用性和分析准确性都能符合要求。为确保获得高质量的数据信息，D5185 方法做出了严格要求。但是，通过多年实验室总结和改进，可以提供更加完美的实验方案，提高样品通量的同时保证数据的可靠性。表 1 给出了 D5185 方法和整体方案的改进参数：

表 1. D5185 方法与整体方案

参数	D5185 方法要求	实际调整方案
元素	Al, Ba, B, Ca, Cr, Cu, Fe, Pb, Mg, Mn, Mo, Ni, P, K, Na, Si, Ag, S, Sn, Ti, V, Zn	实际检测中关注的元素
样品溶液配制	称重法	体积法
内标	Cd, Co, or Y	Co
QC 频次	每 5 个样品	每 10-25 个样品
QC 限	± 5%	± 10%

之前的实验表明，Avio 200 型等离子体发射光谱仪也能完全满足 D5185 方法要求，更适用于样品通量不太大的实验室。而对于样品量特别大，仍然需要采用等离子体发射光谱进行在线油品分析的实验室，Avio 500 型刚好满足其需求。

实验部分

样品及样品准备

样品采用 V-Solv™ 白油稀释 10 倍后进行测试，40 ppm Co 作为内标。比较快捷的办法是直接含 40 ppm Co 内标的白油直接稀释样品和标准品，而比较精密的做法需要准确单独加入等量的内标（所有耗材清单在后面表格列出）。标液为 V-23 系列标准品，浓度分别为 50 ppm，100 ppm 和 500 ppm；以及金属添加剂油标 MA3 (Ca: 5000 ppm、P 和 Zn:1600 ppm)，如果需要加入 Mg 还得到 MA4 (Mg:1600 ppm)。校准空白为 75Cst 基础白油，质控点目标元素含量设置为 50 ppm。

仪器参数

所有数据在 Avio 500 型等离子体发射光谱仪上采集，采用径向观测进行测试。其仪器参数如表 2 所示，测试元素优选波长如表 3 所示。雾化气流量的优化是保证中央通道内绿色焰芯的末端刚好在平板的末端为准，等离子气流量设置为 11 L/min，以保证测试稳定性。平

板等离子体 Flat Plate 技术和垂直炬管设计，保证了测试的准确性和稳定性。经过多年反复测试验证，表 3 优选波长均稳定、无干扰。

自动进样器型号为：CETAC ASX-1400；配备 CETAC ASXpress 通过其六通阀智能取样功能，可以实现标准样品自动稀释，大大提高了样品通量。

表 2. 仪器参数和测定条件

附件 / 参数	值
雾化器	GemCone™ (modified Babbington)
雾室	Baffled glass cyclonic
RF 功率	1500 W
炬管	3-slot Avio 有机样品专用炬管
中心管	1.2 mm 陶瓷中心管
等离子体气流量	10 L/min
辅助气流量	0.8 L/min
雾化气流量	0.40 L/min
炬管位置	-4
进样速率	1.60 mL/min
进样管	黑 / 黑 (0.76 mm id), Viton
排液管	红 / 红 (1.14 mm id), SolvaFlex
读数延迟	16 sec
重复次数	2
样品间冲洗时间	无需冲洗
积分时间范围	0.5 – 2 sec

表 3. 待测元素及波长

待测元素	波长 (nm)
Ag	328.063
Al	394.398
B	249.675
Ba	233.529
Ca	315.889
Cd	228.799
Co (int std)	228.613
Cr	205.558
Cu	324.749
Fe	259.937
K	766.508
Mg	279.085
Mn	257.612
Mo	203.845
Na	588.974
Ni	232.002
P	214.913
Pb	220.352
Si	288.151
Sn	189.927
Ti	334.936
V	292.397
Zn	213.861

结果及讨论

按照 D5185 方法测试，许多实验室都需要尽可能的提高样品通量以保证测试要求。在线油品实际分析中，样品稀释、样品引入和测试后清洗相比实际分析测试而言，占据整个分析过程大部分时间。所以，基于最大限度减少样品制备、引入和清洗时间以节省整个分析时间的原则，在此次油品分析中，我们采用了具备智能稀释功能（ASXpress）的自动进样器。

ASXpress 的工作原理如图 1 所示。如图 1 (A) 所示，采样时管路通过真空快速提取，采样管采集满后，采样阀关闭，然后将样品引入到雾化器图 1 (B) 进行分析。同时，自动进样器进样针通过真空快速清洗，分析完成后，阀门切换到初始位置提取下一样品。将 ASXpress 与 Avio 500 ICP-OES 的联合作业，使样品分析时间缩短到 25 秒，基本上实现每分钟分析 2 个样品的样品通量。

随机分析了挑选的 10 个伺服油样品，分析结果如图 2 所示。尽管每个样品我们分析了 23 个元素，但为了清晰起见，这个图里我们只展示了其中 7 个有代表性元素。从图中我们可以看出，测试样品之间的明显差异，各个待测元素之间的浓度差异非常大：从 1 ppm 到大于 1000 ppm，而 P 元素浓度一直都很高。表明无论是同一元素还是不同元素，含量差异多大，该方法都能准确定量。

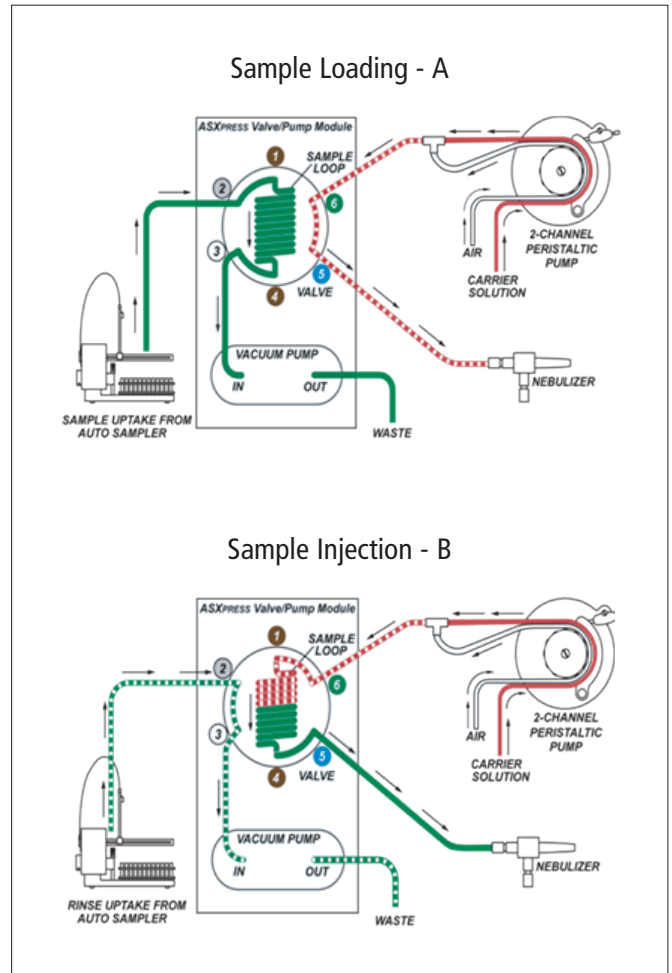


图 1. 智能进样系统原理图

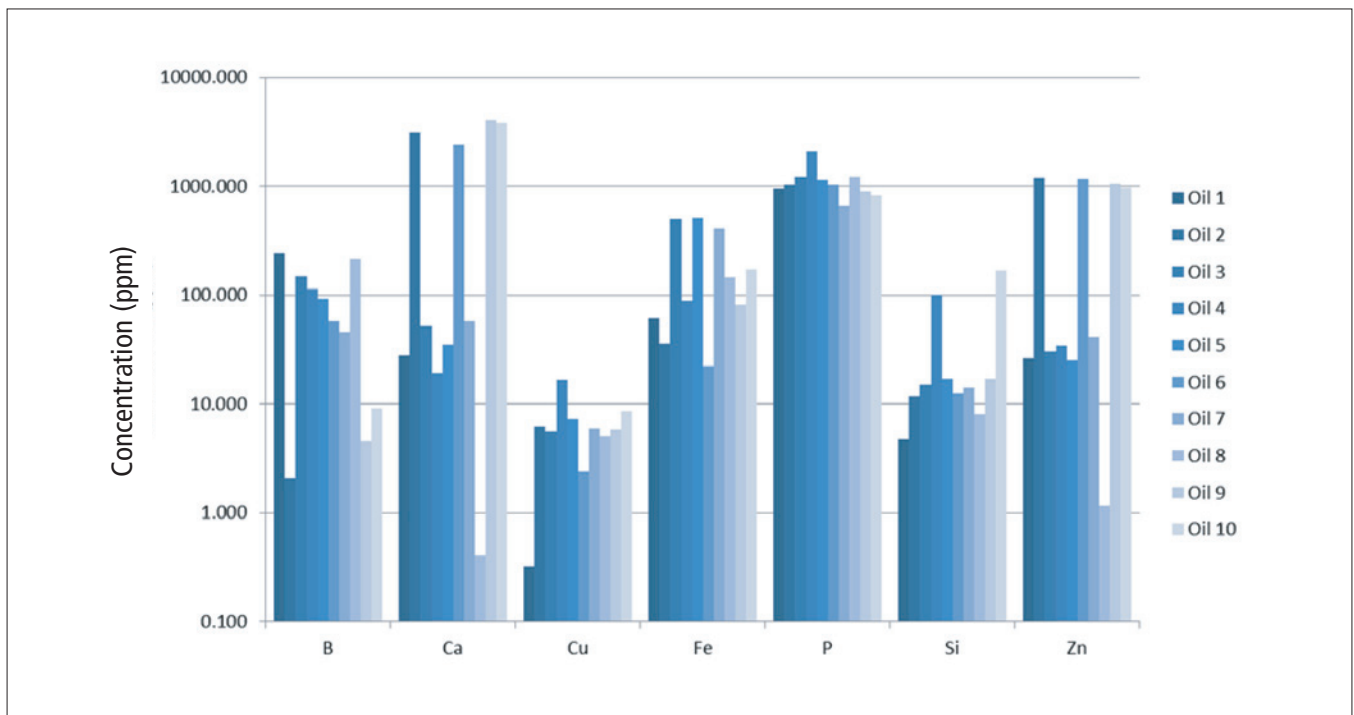


图 2. 测试结果

为了验证方法的稳定性，我们连续分析了 332 个伺服油样品，用时 6 小时，其中每 11 个样品加入一个质控点进行监测。如图 3 所示，各元素的浓度回收率都在 90-110% 之间。结果验证在 D5185 方法高通量环境下，

Avio 500 等离子发射光谱仪的稳定性和耐受性。采用垂直炬管在分析过程中，未电离物质会从割炬下方排出，而不是滞留在中心喷射管导致中心管和炬管结碳。

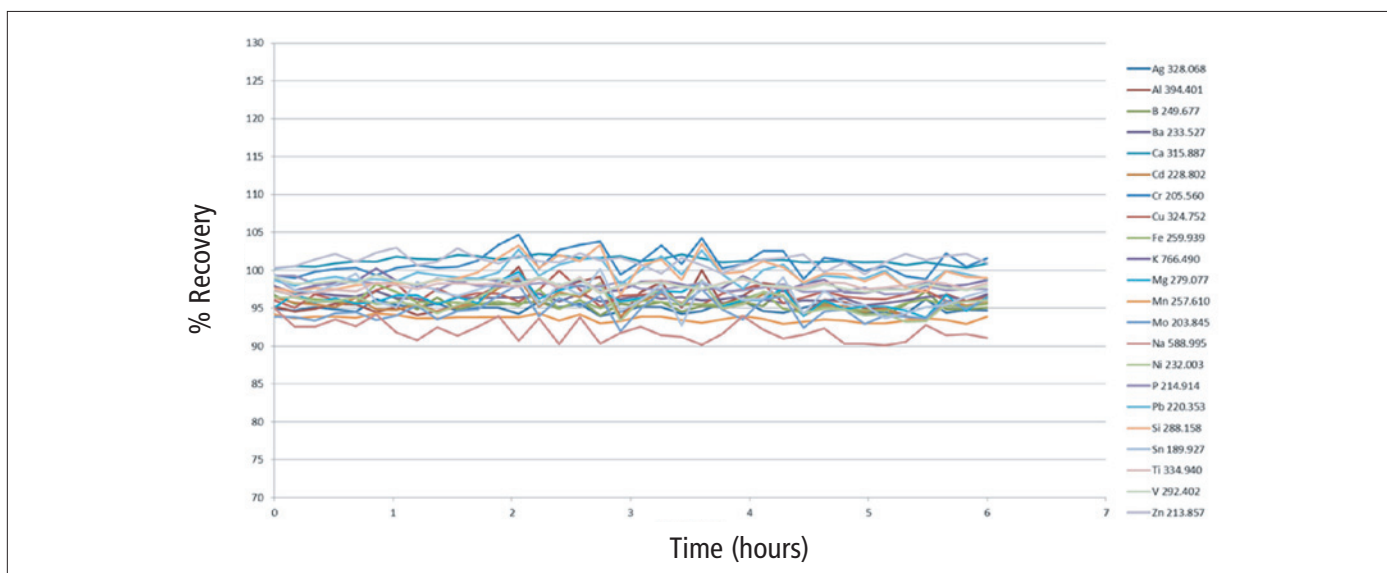


图 3. 质控连续 6h 回收率

结果讨论

这项应用结果表明，Avio 500 型等离子发射光谱仪完全满足按照 D5185 方法在高样品通量环境下进行伺服油品检测。平板等离子体、垂直炬管、双向观测的仪器独特设计，智能 CETAC ASX 自动进样系统，保证了在高通量要求下进行不同类型伺服油品多元素长期稳定测试的能力。

参考文献

- ASTM D5185 "Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry", ASTM.
- Hilligoss, D. "Analysis of In-Service Oils Following ASTM D5185 with the Avio 200 ICP-OES", PerkinElmer application note, 2016.

消耗品清单

耗材	货号
Sample Uptake Tubing, Black/Black (0.76 mm id) Viton	N0773118
Drain Tubing, Red/Red (1.14 mm id), SolvaFlex	09923037
Metal Additives Standard, MA3	N9308369 (100 g) N9308370 (200 g) N9308552 (400 g)
Metal Additives Standard, MA4	N9308259 (100 g) N0776108 (200 g) N9308333 (400 g)
V-23 Wear Metals Standard, 50 µg/g	N9308243 (100 g) N0776104 (200 g) N9308317 (400 g)
V-23 Wear Metals Standard, 100 µg/g	N9308245 (100 g) N0776105 (200 g) N9308318 (400 g)
V-23 Wear Metals Standard, 500 µg/g	N9308249 (100 g) N0776106 (200 g) N9308320 (400 g)
Cobalt Internal Standard, 6% in hydrocarbon oil	N0776107 (200 g) N9304168 (400 g)
V-Solv Solvent	N9308265 (1 gallon) N9308378 (5 gallons)
Sample Tubes, 17 x 100 mL, 1200	N0777167

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
地址：上海张江高科技园区张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取我们全球办公室的完整列表，请访问 www.perkinelmer.com/ContactUs

©2017, PerkinElmer, Inc. 版权所有。保留所有权利。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 的注册商标。所有其他商标均为其各自所有者的财产。所有解释权归PerkinElmer。

013387_CHN_01 PKI



欲了解更多信息，
请扫描二维码关注我们的
微信公众账号