应　用　报　告

单颗粒光学粒度分析与电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）

作者：

Autumn Wassmuth

Robert Forester

Stan Smith

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

分析在用润滑油粒径 / 颗粒计数和金属含量的新方法

简介

随着润滑油污染度检测技术的持续发展，其测量、计数和识别在用润滑油低浓度污染物影响的能力得到不断提高。鉴于低浓度颗粒被认定是造成机械磨损的元凶，因此，越来越多的人推荐使用更加干净的流体，以将磨损维持在合理水平。使用润滑油时，颗粒物含量的增加可导致部件失效或润滑油分解。

颗粒计数正在成为润滑油状态监测和维护计划中使用的一项常规工具，它有助于更好地识别可能导致机器故障的特定粒径和浓度颗粒。使用与元素浓度监测类似的方法，对在用油品和其它润滑油进行粒径监测。如果关键磨损金属颗粒数量或浓度对应的 ISO 代码（ISO 4406）增加，则说明需要进行维护。

PerkinElmer®
For the Better

之前研究[1] 证明，珀金埃尔默的 Avio® 500 电感耦合等离子体发射光谱仪油品系统能够在高处理量环境下根据 ASTM 方法 D5185[2] 测量在用油样。通过添加与 Avio 500 匹配的 LPC 500 ™液体颗粒计数器，只需一次运行，即可完成油样和润滑油样品磨损金属和颗粒分析。

本应用对自动进样器和 ICP 雾化器之间的在线颗粒计数器—ICP 取样系统进行了讨论。这种方法能够在对稀释润滑油进行测量的同时，避免影响 ICP 分析，从而为颗粒计数带来若干好处：

- 高颗粒计数样品处理量
- 一次运行兼顾两项分析
- 颗粒数量再现性
- 占地面积小，节省实验室工作台空间
- 减小颗粒计数样本量

这一切都是通过 Avio 500 电感耦合等离子体发射光谱仪油品系统、LPC 500 液体颗粒计数器、Teledyne CETAC Oils 7400 双均质自动进样器和用于油品的 Teledyne CETAC Particle Xpress 快速进样系统的组合实现的。

实验

样品和样品制备

使用超低浓度颗粒物（ULP）V-Solv™+ Co（经过预过滤的精炼煤油）按 1:10 稀释，制备在用润滑油样品，以确保低本底颗粒计数。该溶剂预加入标准 40 ppm 钴（Co）。Co 用作内标，用于校正 ICP 分析中的样品运输变化和基质差异。将内标添加到稀释剂中最快、最准确的方法是将内标添加到所有标准样品和样品中。鉴于这些样品还将进行颗粒含量分析，因此溶剂颗粒含量水平必须足够低，以至于颗粒计数结果能够获得理想的 ISO 代码。为了尽量降低背景污染，可提供添加了 Co 的 ULP V-Solv™，ULP V-Solv™应满足粒径大于 4 µm、6 µm 和 14 µm 时的低基线结果清洁度要求（零件号 N9308750，5 加仑）。有关所有耗材编号，请参考本文末尾的“使用耗材”表。

根据使用三种 V-23 油的储备溶液（浓度分别为 50 ppm、100 ppm 和 500 ppm）以及含有 Ca（5000 ppm）、P 和 Zn（1600 ppm）和 Mg（1600 ppm）的金属添加剂油品标样（MA4）制备的外部校准曲线进行 ICP 定量测量。ICP 的空白样是 75 cST 基础油。QC 标样包括所有磨损金属的 50 ppm 标准样品和添加元素的 MA4 标准样品。

LPC 500 液体颗粒计数器在工厂进行校准；建议每六个月使用二级标样重新校准一次。用于颗粒计数 / 定径的检定流体（零件号 N9308753）可用于不时验证传感器是否校准。

仪器条件

所有分析均在径向模式下运行的 Avio 500 电感耦合等离子体发射光谱仪油品系统上，使用表 1 中的条件对表 2 中的波长元素进行分析。调节雾化器流量，使等离子体中心的绿碳“子弹”头恰好位于顶部平板下方。

在将样品送入 Avio 系统之前，先让样品通过安装在自动进样器臂上的 LPC 500 液体颗粒计数器光学传感器。液体颗粒计数器分析颗粒数量和粒径的参数如表 3 所示。Oils 7400 双均质自动进样器在分析前搅拌稀释样品，以确保所有样品混合，并且颗粒不会随时间沉淀。通过引入阀门系统和闭合系统来提高样品处理量，使用 Particle Xpress 进样系统（系统参数列于表 4 中）。使用该系统进行 ICP 和颗粒计数分析，每个样品平均 45 秒的分析速度。

表 1. 分析参数

参数	值
雾化器	低流量 GemCone™（改装 Babbington）
喷雾室	挡板式玻璃旋流雾室
射频功率	1500 W
炬管	用于有机物的 Avio 三缝炬管
进样口	1.2 mm 的陶瓷进样器
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
样品吸取速率	2.30 mL/min
进样管	黑色 / 黑色（内径 0.76 mm），SolvaFlex 扩口
排放管	红色 / 红色（内径 1.14 mm），SolvaFlex
读取延迟时间	21 sec
重复次数	2
积分时间	0.2-2 sec

表 2. 分析物和波长。

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

表 3. LPC 500 液体颗粒计数器参数和条件。

参数	值
重复次数	2
复制时间	3 sec
测量渠道	>4, >6, >14 µm
数据延迟	4 sec

表 4. Particle Xpress 和 Oils 7400 自动进样器参数。

参数	值
系统流速	20 mL/min
稀释样品总体积	4.0 mL/ 次分析
回洗量	5.0 mL/ 次分析
搅拌速度	15%
自动进样器蠕动泵速度	25%

结果和讨论

为评估 LPC 500 的准确度，在全程耗时 8 小时的分析中定期分析检定流体。表 5 列出了粒径大于 4 µm、6 µm 和 14 µm 时，每毫升预期颗粒数以及对应的 ISO 4406 代码（来自分析证书（COA））。

表 5. 检定流体 COA 结果和对应的 ISO 4406 代码。

粒径 (µm (c))	颗粒数 (颗粒数 /mL)	ISO 4406 代码
>4	12,540	21
>6	5,186	20
>14	440	16

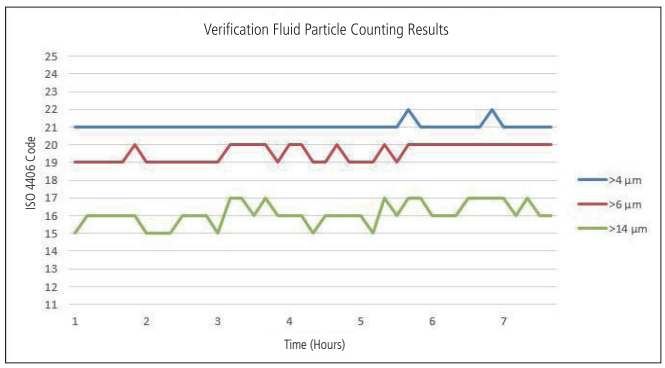

图 1. 检定流体的颗粒计数分析准确度，其中，粒径大于 4 µm、6 µm 和 14 µm 的颗粒结果均在 +/- 1 ISO 代码范围内。

为了评估 LPC 500 的稳定性，将复合传动和复合齿轮油样分成 96 个等分试样用于测量。

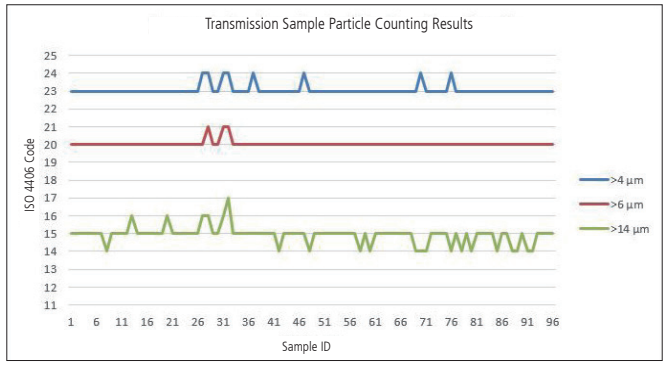

图 2. 传动油样颗粒计数分析稳定性，其中，粒径大于 4 µm 和 6 µm 的颗粒结果均在 +/- 1 ISO 代码范围内，粒径大于 14 µm 的颗粒结果除一个实例外均在 +/- 1 ISO 代码范围。

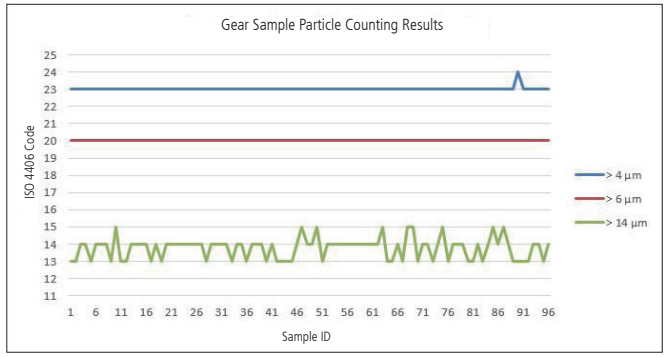

图 3. 齿轮油样的颗粒计数分析稳定性，其中，粒径大于 4 µm、6 µm 和 14 µm 的颗粒结果均在 +/- 1 ISO 代码范围内。

另外，还在 8 小时分析中对 ICP 稳定性进行了全程分析。在对 576 份在用油样的整个 8 小时分析过程中，50 ppm QC 回收率始终在 10% 以内。

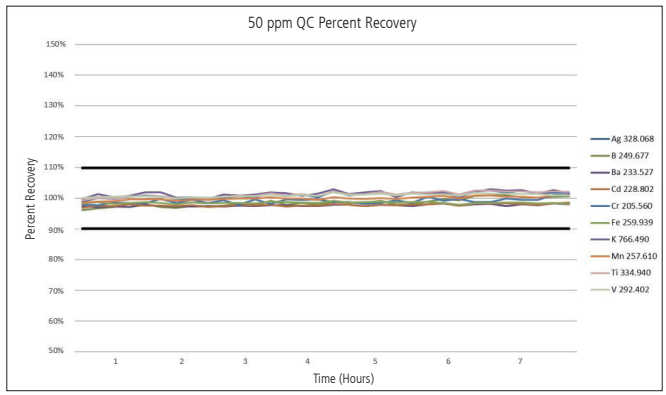

图 4. 576 份在用油样的整个 8 小时分析过程中，50 ppm QC 稳定性。

结果表明，在高处理量环境下，Avio 500 电感耦合等离子体发射光谱仪油品系统在重复性和稳定性方面符合 ASTM 方法 D5185 的要求，LPC 500 液体颗粒计数器在重复性和稳定性方面符合 ISO 4406 方法的要求。

结论

通过在 Avio 500 电感耦合等离子体发射光谱仪油品系统中嵌入 LPC 500 液体颗粒计数器，可以一次性完成润滑油样品的磨损金属和颗粒分析，且传动和齿轮油样粒径大于 4 µm 和 6 µm 的颗粒结果在 ±1 ISO 代码范围内重复。这款是润滑油行业中体积最小的自动化颗粒计数系统，每个样品（小于 1 mL）的 ICP 分析以及颗粒计数和粒径分析平均处理时间为 45 秒。

参考文献

1. Hilligoss, D. "Analysis of In-Service Oils Following ASTM D5185 with the Avio 500 ICP-OES", PerkinElmer Application Note, 2017.
2. 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.

所用耗材

耗材	部件编号
样品提升管，黑色 / 黑色（内径 0.76 mm）SolvaFlex，扩口	N0811914
排放管：红色 / 红色（内径 1.14 mm），SolvaFlex 泵管	09923037
金属添加剂标准样品，MA4	N9308259 (100 g) N0776108 (200 g) N9308333 (400 g)
V-23 磨损金属标准样品，50 µg/g	N9308243 (100 g) N0776104 (200 g) N9308317 (400 g)
V-23 磨损金属标准样品，100 µg/g	N9308245 (100 g) N0776105 (200 g) N9308318 (400 g)
V-23 磨损金属标准样品，500 µg/g	N9308249 (100 g) N0776106 (200 g) N9308320 (400 g)
超低浓度颗粒物 V-Solv 溶剂 + Co，用于稀释	N9308750 (5 gal)
超低浓度颗粒物 V-Solv 溶剂，用于淋洗	N9308749 (5 gal)
Parti-Count™ 颗粒计数检定流体	N9308753 (400 g)

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

有关我公司完整的全球办事处设立情况，请访问 www.perkinelmer.com/ContactUs

版权 ©2019，PerkinElmer, Inc. 版权所有。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其他所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。

014937_CHN_01 PKI