

## 油品中元素分析检测解决方案



# 目 录

序言.....	2
国内外油品中元素分析检测相关标准.....	3
油品中元素检测应用数据.....	5
ICP-AES 有机进样测定汽油柴油中的多种元素.....	5
微波消解 ICP-AES 法测定轻质油品中的硫含量.....	12
电感耦合等离子体发射光谱法测定润滑油中添加剂元素含量和磨损重金属元素含量..	16
原子吸收分光光度法快速测定汽油中的锰.....	23
火焰原子吸收光谱法测定汽油中的铁含量.....	29
火焰原子吸收光谱法测定汽油中的铅含量.....	32
EDX-7000 在废油定量分析中的应用.....	35
石油和石油产品中硫含量的 X 射线荧光分析.....	38
石油和石油产品中硫含量的 X 射线荧光分析.....	42
润滑油中金属元素的 X 射线荧光分析.....	46

## 序 言

石油由于受其天然组分的局限，单靠提高加工工艺难以满足要求。通过改进炼油的配方和工艺，加入添加剂来改善油品的使用性能，使得油中金属影响油品的产品质量和二次加工。燃料油和润滑油在催化裂化过程中，重金属绝大部分沉积在催化剂上，使催化剂中毒，严重时打乱装置操作，威胁装置安全；石脑油和轻柴油中的 Na、Fe、Cu、K、Ni 等会使催化剂中毒，有时在高温下生成难熔混合物，使机械设备和石油加工管线腐蚀；碱金属和碱土金属元素可加速酸性催化剂失活等。因此，对油品中的元素检测是非常必要的，不仅可以引导企业改良工艺，扩大生产，加强市场的竞争力，同时保障了消费者的合法权益。

近年来，空气污染问题日益引起人们的广泛关注，为了降低车辆尾气造成的污染，提高车用燃油质量成为必然的选择。中国对于燃油质量同样非常关注，自 1999 年 12 月 28 日颁布《车用无铅汽油》质量标准 GB 17930-1999 开始，国 II、国 III、国 IV 等更加严格的标准相继被颁布实施，其中 2014 年 1 月开始实施的国 IV 标准规定车用汽油中硫含量不得超过 50 mg/Kg，锰含量不超过 0.008 g/L，已经发布并计划于 2018 年在全国范围内实施的国 V 标准更是将硫含量限定在 10 mg/Kg 以下，锰含量限定在 0.002 g/L 以下，其他指标亦基本与国际先进标准相近。

目前，油品前处理有无机前处理和有机样品直接进样法。测试手段有 ICP-AES、AAS、ICP-MS、X 荧光光谱法等。随着经济建设的持续发展、车辆保有量的增加以及整个社会环保意识的提高，对于油品质量的监控必然会越来越严格，AAS、X 荧光光谱仪和 ICP-AES 预计会有一定的销售前景。

岛津公司自进入中国以来，一直积极应对石化等行业的需求，及时提供解决方案，应对用户应用的需求。我们开发了《油品中元素分析检测解决方案》，希望我们的努力可以给您带来帮助。谢谢！

岛津企业管理（中国）有限公司

# 国内外油品中元素检测相关标准

目前世界上比较著名的汽油质量标准主要为《世界燃油规范》、欧盟、美国、日本等国实施的相关标准。其中《世界燃油规范》和欧盟汽油标准影响力最大，被许多国家借鉴引用。

## 1. 《世界燃油规范》

《世界燃油规范》是由美国、欧洲和日本的汽车制造商协会根据其所属多家汽车公司的研究成果联合发表的，主要是汽车和发动机制造商针对环保问题对汽车燃料提出的基本要求。该规范要求降低硫含量，减少尾气中 SO<sub>x</sub> 的排放；降低烯烃含量，减少尾气中 1,3-丁二烯的排放，减少对发动机的损害；降低苯和芳烃含量，减少致癌物；降低蒸汽压和 T90，减少 VOC（挥发性有机物）和 TOX（毒物）的排放；提高辛烷值，提高汽车动力性能，减少污染物排放。

该规范将无铅汽油标准划分为 4 类，不同的类别对硫、烯烃、芳烃和苯的含量不同，但是均不允许汽油中加入含有锰、铅等金属的添加剂，可加入无灰的汽油清洁剂。《世界燃油规范》的元素限量指标见表 1。

表 1 《世界燃油规范》元素限量指标

项目	1 类	2 类	3 类	4 类
硫含量，%（质量分数） 不大于	0.10	0.0150	0.0030	0.0010
金属含量（铁、锰、铅及其他）	未检出			
磷含量	-	未检出		
硅含量	-	未检出		

## 2. 欧盟汽油标准

EN 228 汽油质量标准是欧盟各国统一执行的汽油标准，该标准主要由两部分组成，第一部分规定了密度、辛烷值及硫含量、苯含量等指标的最大值，第二部分根据气候和季节将汽油的挥发性划分成不同的等级，分别执行。由于欧盟各国间国情不同，因此各国在满足该标准的前提下，又制定了符合各自国情的实施不同标准。

自 1993 年，EN 228-93（欧 I）开始执行后，1998 年、2000 年、2005 年和 2009 年又先后开始实施欧 II、欧 III、欧 IV 和欧 V 标准。标准中变化较大的是对硫含量的限定，由欧 I 标准的硫含量不得超过 1000 ppm 降低到欧 V 标准的不得超过 10 ppm，同时对芳烃和烯烃的限量要求也在逐渐提高。EN-228 元素限量指标的变化见表 2。

表 2 EN-228 元素限量指标的变化

项目	1993 年	1998 年	2000 年	2005 年	2009 年
标准	欧 I	欧 II	欧 III	欧 IV	欧 V
铅含量, g/L 不大于	0.013		0.005		
铁含量	未检出				
锰含量	未检出				
硫含量, % (质量分数) 不大于	0.1	0.05	0.015	0.005	0.001

### 3. 美国汽油标准

美国的汽油标准主要包括美国材料与实验协会(ASTM)的 D4814, 美国 22 州的新配方汽油标准以及加州的 CaRFG3 标准。其中加州标准最严格, 其主要要求硫含量不大于 15 ppm, 芳烃含量不大于 22%, 加州政府 2012 年 8 月又颁布了新的减排法案, 相应的汽油标准中硫含量预计将降至不大于 9ppm。

### 4. 日本汽油标准

日本于 1987 年开始实现普通汽油无铅化, 为全世界首个实现汽油无铅化的国家, 其所执行的汽油标准为 JIS K2202。日本 JIS K2202-1999 标准根据汽油的辛烷值(研究法)将汽油分为两级, 要求硫含量不大于 100 ppm, 苯含量不大于 1.0%, 并对 MTBE 的含量加以限制。2005 年, 硫含量不大于 50 ppm, 芳烃含量不大于 42%, 苯含量不大于 1.0%, 烯烃含量不大于 10%, 2008 年以后全国统一执行硫含量低于 10 ppm 的超低硫汽油标准。

### 5. 中国汽油标准

2011 年 5 月 12 日, 我国颁布了车用汽油质量标准 GB 17930-2011(国 IV 标准), 该标准已于 2014 年 1 月开始在全国执行, 同国 III 标准相比, 其限定的硫含量从 150 ppm 降到 50 ppm, 烯烃从 30%降到 28%, 锰含量从 0.016 g/L 降到 0.008 g/L。而国 V 标准中硫含量限量更是降至 10 ppm, 烯烃 24%, 锰含量 0.002 g/L。我国国 III、国 IV 和国 V 元素限量值的对比见表 3。

表 3 我国车用汽油国 III、国 IV 和国 V 标准元素限量值

项目	国 III	国 IV	国 V	实验方法
铅含量/(g/L)	0.005	0.005	0.005	GB/T 8020
硫含量/(mg/kg) 不大于	150	50	10	SH/T 0689
锰含量/(g/L) 不大于	0.016	0.008	0.002	SH/T 0711
铁含量/(g/L) 不大于	0.01	0.01	0.01	SH/T 0712

# 油品中元素分析检测应用数据

## ICP-AES有机进样测定汽油柴油中的多种元素

**摘要:** 本文参考ASTM D 5185-2013《Standard Test Method for Multi-element Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)》、GB/T 17476-1998《使用过的润滑油中添加剂元素、磨损金属和污染物以及基础油中某些元素测定法(电感耦合等离子体发射光谱法)》和SN 3301-2012《汽油中锰、铁、铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》方法标准,测定了汽油、柴油样品中的多种元素及铅、铁、锰、硫标准物质含量。实验结果表明,该方法各元素检出限0.0002~0.7748 mg/Kg,样品检测结果RSD值0.15%~3.80%,标准物质检测结果与标准值吻合,可同时测定汽油柴油中的多种元素。

**关键词:** 汽油 柴油 有机系统 ICP-AES

汽油中的重金属元素在使用时会对环境造成污染,为了控制污染,我国发布了 GB 17930-2013《车用汽油》国家标准,修订了不同排放阶段要求的车用汽油质量要求。

长期以来我国大部分地区使用“国III汽油”,即含硫量不超过 150 mg/Kg,含锰量不超过 0.016 g/L;2013 年全国范围陆续开始供应“国IV汽油”,其中硫和锰指标有所减少,硫含量不超过 50 mg/Kg,锰含量不超过 0.008 g/L;与此同时,欧盟和日本汽油中的含硫量是 10 mg/Kg,美国是 30 mg/Kg。随着汽车保有量剧增,汽车尾气排放带来的环境问题日益凸显,目前我国已经发布国V阶段汽油标准,硫含量限值降为 10 mg/Kg,锰含量限值降低为 0.002 g/L;2000 年至今汽油中铅、铁含量限值未作改变,含铅量不超过 0.005 g/L、含铁量不超过 0.01 g/L。北京、上海等地已提前实施,全国范围将于 2018 年开始实施。

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)是一种广泛应用的元素分析技术,本文参考 ASTM D 5185-2013《Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)》、GB/T 17476-1998《使用过的润滑油中添加剂元素、磨损金属和污染物以及基础油中某些元素测定法(电感耦合等离子体发射光谱法)》和SN 3301-2012《汽油中锰、铁、铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》方法标准,测定了汽油、柴油中的多种

元素。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪（带水冷雾室套件的有机溶剂进样系统）

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用。

Base oil（基础油）：75 cst, Oil Analysis Standards, CONOSTAN

PremiSolv ICP Solvent（稀释剂）：Oil Analysis Standards, CONOSTAN

有机标液（多元素混标）：S-21, 300 ppm(Wt.), Oil Analysis Standards, CONOSTAN

有机标液（硫元素标液）：Sulfur in Diesel Fuel 0.05%, 1000 ppm(Wt.), Oil Analysis Standards, CONOSTAN

石油中铅、铁、锰测定用标准物质(RM-SK-18)：石油化工科学研究院

柴油中硫成分分析系列标准物质(GBW11203)：中国计量科学研究院

### 1.3 样品的前处理

参照 GB/T 17476-1998，本文对样品采用质量法称重。所有样品以及标准溶液都采用稀释的方法（标准油+基础油=1 g；稀释剂=9 g）处理。例如，准确称取 100 mg/Kg 的多元素标准油(ConostanS-21) 0.5 g, 加入 0.5 g 基础油后以 9 g 稀释溶剂稀释, 此溶液浓度为 5 mg/Kg。同时，用 9 g 稀释剂稀释 1 g 基础油的方法制备样品空白溶液。

由于样品与标液粘度等物理性质有差异，因此引起提升量的差异会影响测试的准确度。本文采用内标法进行校正。在空白溶液、标准工作溶液和样品溶液中均加入 5 mg/Kg 的 Y 元素作为内标。

### 1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
纵向	同心	标准	旋流	0.6	20	0.6	27.12	1.4

## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线配制

使用 Base oil 基础油及 PremiSolv ICP Solvent 稀释剂配制 Ag、Al、Ba、Ca、Cd、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Na、Ni、P、Pb、S、Si、Sn、Ti、V 和 Zn 的不同浓度标准溶液，称取一定质量有机标准溶液，用基础油稀释至 1 g，然后再用稀释剂稀释至 10 g，详细浓度如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	波长(nm)	标准曲线浓度(mg/Kg)			
		Blank	STD1	STD2	STD3
Ag	328.068	0	3.11	8.98	15
Al	394.403	0	3.11	8.98	15
Ba	455.403	0	3.11	8.98	15
Ca	393.366	0	3.11	8.98	15
Cd	226.502	0	3.11	8.98	15
Cr	267.716	0	3.11	8.98	15
Cu	324.754	0	3.11	8.98	15
Fe	238.204	0	3.11	8.98	15
Mg	279.553	0	3.11	8.98	15
Mn	257.610	0	3.11	8.98	15
Na	588.995	0	3.11	8.98	15
Ni	221.647	0	3.11	8.98	15
P	213.618	0	3.11	8.98	15
Pb	220.353	0	3.11	8.98	15
S	180.731	0	10.25	22.08	49.66
Si	251.611	0	3.11	8.98	15
Sn	283.999	0	3.11	8.98	15
Ti	334.941	0	3.11	8.98	15
V	292.402	0	3.11	8.98	15
Zn	202.548	0	3.11	8.98	15

## 2.2 部分元素的标准曲线

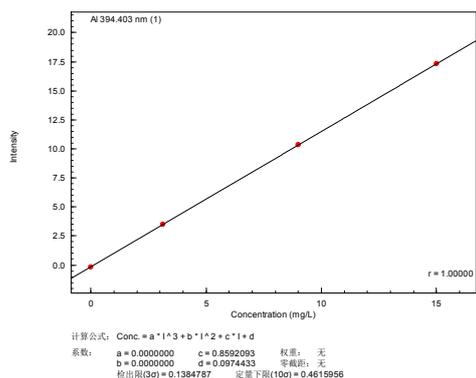


图 1 Al 标准曲线

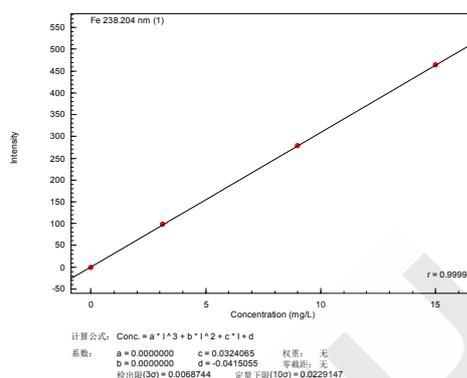


图 2 Fe 标准曲线

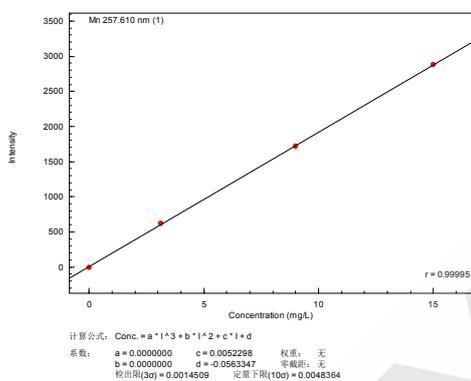


图 3 Mn 标准曲线

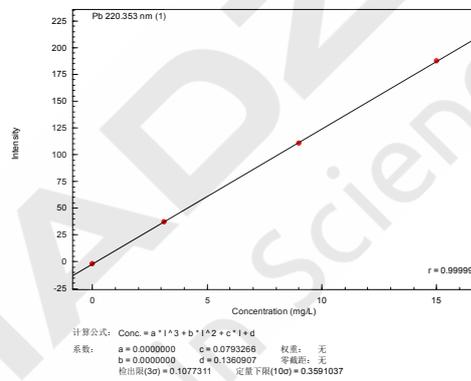


图 4 Pb 标准曲线

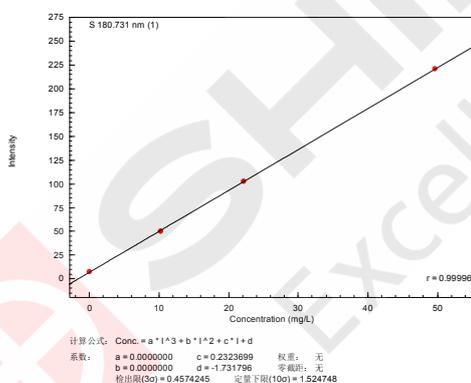


图 5 S 标准曲线

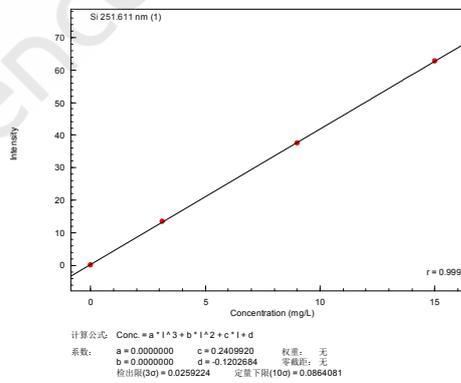


图 6 Si 标准曲线

## 2.3 部分元素谱峰轮廓图

Fe 238.204 Best

条件1

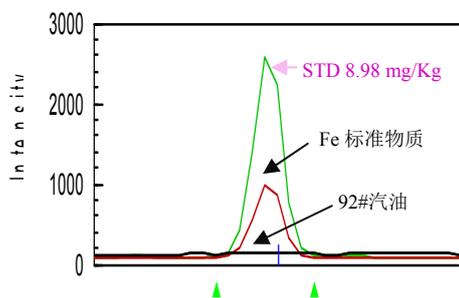


图 7 Fe 元素的谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best

条件1

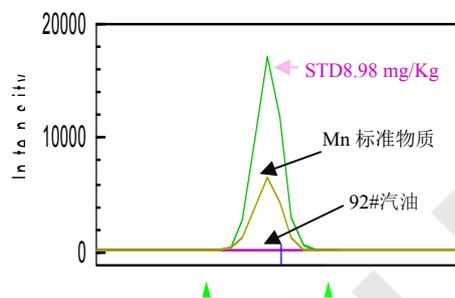


图 8 Mn 元素的谱峰轮廓图

Pb 220.353 Best

条件1

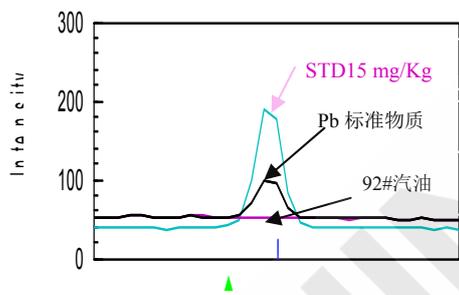


图 9 Pb 元素的谱峰轮廓图

Al 394.403 Best

条件1

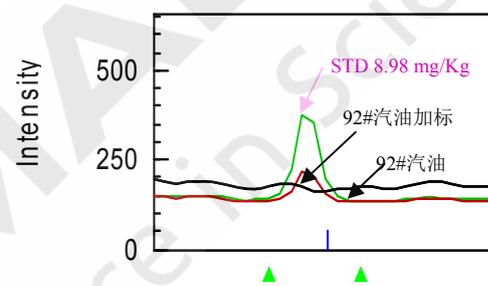


图 10 Al 元素的谱峰轮廓图

S 180.731 Best

条件1

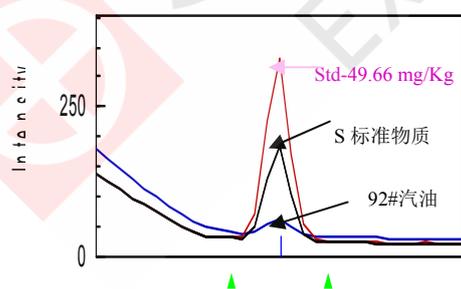


图 11 S 元素的谱峰轮廓图

Si 251.611 Best

条件1

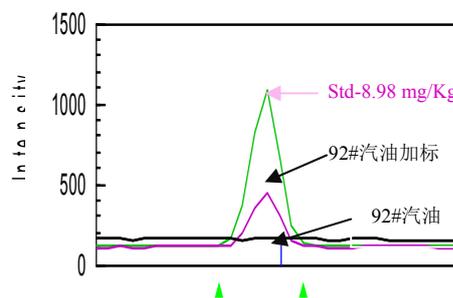


图 12 Si 元素的谱峰轮廓图

## 2.4 汽油柴油样品分析结果、检出限及加标回收率实验

使用 ICP-AES 有机系统测量了市场上 0#、10#柴油样品，92#、95#汽油样品及铅、铁、锰、硫质控样（RM-SK-18 和 GBW11203），同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，

取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，如表 3 所示。利用 92#汽油样品做加标回收试验，结果如表 4 所示。

表 3 汽油柴油样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/Kg)	标准物质		测定结果				单位
		标准值	测量值	0#	10#	92#	95#	
Ag	0.0172	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Al	0.0907	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Ba	0.0014	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Ca	0.0019	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Cd	0.0036	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Cr	0.0120	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Cu	0.0112	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Fe	0.0109	26.42±2	24.5	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Mg	0.0002	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Mn	0.0015	26.42±2	24.9	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Na	0.0712	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Ni	0.0282	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
P	0.1372	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Pb	0.1077	26.42±2	27.0	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
S	0.4574	517±10.3	512	10.4	11.8	29.1	24.0	mg/Kg
Si	0.0259	--	--	ND	ND	ND	0.259	mg/Kg
Sn	0.0956	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Ti	0.0042	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
V	0.0038	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg
Zn	0.0118	--	--	ND	ND	ND	ND	mg/Kg

表4 加标回收率结果

元素	92#样品含量 (mg/Kg)	加标量 (mg/Kg)	测定值 (mg/Kg)	加标回收率 (%)	RSD (%)
Ag	ND	3.00	3.05	101.7	0.20
Al	ND	3.00	3.08	102.7	1.10
Ba	ND	3.00	3.14	104.7	0.24
Ca	ND	3.00	3.09	103.0	0.16
Cd	ND	3.00	3.07	102.3	0.15
Cr	ND	3.00	3.07	102.3	0.10
Cu	ND	3.00	3.06	102.0	0.20
Fe	ND	3.00	3.21	107.0	1.01
Mg	ND	3.00	3.09	103.0	0.24
Mn	ND	3.00	3.15	105.0	0.32
Na	ND	3.00	3.09	103.0	1.41
Ni	ND	3.00	3.09	103.0	0.29
P	ND	3.00	2.96	98.7	1.62
Pb	ND	3.00	3.13	104.3	0.62
S	2.91	20.0	21.2	92.5	4.25
Si	ND	3.00	3.06	102.0	0.34
Sn	ND	3.00	3.04	101.3	3.81
Ti	ND	3.00	3.08	102.7	0.30
V	ND	3.00	3.07	102.3	0.42
Zn	ND	3.00	3.08	102.7	0.66

### 3. 结论

用基础油、稀释剂对汽油柴油样品进行稀释, ICP-AES 有机进样系统测定了市场上 0#、10#柴油样品, 92#、95#汽油样品及石油标准物质中铅、铁、锰、硫含量。实验结果表明, 该方法各元素方法检出限 0.0002~0.7748 mg/Kg, RSD 值 0.15%~4.25%, 标准物质检测结果与标准值吻合。本方法可同时测定汽油柴油中的多种元素, 可以满足汽油、柴油样品的元素检测要求。

## 微波消解ICP-AES法测定轻质油品中的硫含量

**摘要:** 本文采用微波消解 ICP-AES 法测定了石油硫含量测定用标准物质(GBW(E)060109)中的硫含量。实验结果表明, 硫元素回收率和重复性良好, 测定结果与标定值吻合, 硫元素的方法检出限低, 测试精密度相对较高, 适合轻质油品如汽油、柴油中硫含量的日常检验需要。

**关键词:** 环境 空气 污染 汽油 硫含量

近日中国多城市深受雾霾天气困扰, 有关  $PM_{2.5}$  污染的成因分析成热门话题, 而低劣油品成  $PM_{2.5}$  污染主要来源。随着汽车数量猛增, 汽车尾气排放已成为城市污染的首要问题。汽车燃料汽、柴油中的硫经燃烧转化为硫的氧化物, 除了腐蚀机器设备外, 更为严重的是形成酸雨, 危害农作物和人类健康。欧洲委员会提出的硫的控制值为 150 ppm, 到 2005 年为 50 ppm, 日本的现行规定为小于 100 ppm。而我国标准规定汽油硫含量是不大于 150 ppm (见表 1) 本文采用微波消解 ICP-AES 法测定了石油硫含量测定用标准物质(GBW(E)060109)中的硫含量。

表 1 世界染料规范/欧盟/中国汽油硫含量标准(mg/L)

世界燃油规范	I 类	II 类	III 类	IV 类	
	1000	200	30	10	
欧盟	欧 I 类	欧 II 类	欧 III 类	欧 IV 类	欧 V 类
	1000	500	150	50	10
中国	国 I 类	国 II 类	国 III 类	国 IV 类	国 V 类
	(2003)	(2006)	(2006)	(2011)	(2011)
	800	500	150	50	10

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 等离子体发射光谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验中所用水为超纯去离子水; 玻璃器皿于硝酸溶液浸泡 24 小时; 汽油中硫含量标准品 GBW(E)060109 (中国计量科学研究院)。

### 1.3 样品的前处理

准确称取约0.2 g 汽油标准品，然后加入7 mL浓硝酸，1 mL 30%过氧化氢。放置待气泡消失，置于微波消解炉内进行消解（见表2）。消解完成后，待消解罐冷却至室温，将其移至通风橱内；缓缓摇动消解罐，至红棕色气体挥发完全；电热板赶酸近干，然后使用2 mL(1+1)硝酸水溶液溶解后，转移至25 mL，容量瓶中，去离子水定容至刻度，摇匀，待用。同时作空白样。

表2 微波消解温度控制程序

步骤	时间/min	温度/°C
升温1	10	120
升温2	10	150
升温3	10	195
恒温4	30	195
降温5	---	---

### 1.4 仪器参数

仪器工作条件见表3。

表3 仪器工作条件

观测方向	等离子体气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)	矩管 类型	雾化器	雾化室
轴向	10	0.6	0.7	27.12	1.2	Mini	同心	旋流

## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线与轮廓图

配制硫元素的标准溶液，其浓度见表4。

表4 硫元素标准曲线浓度(μg/L)

元素	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
S	0	50	100	500	1000

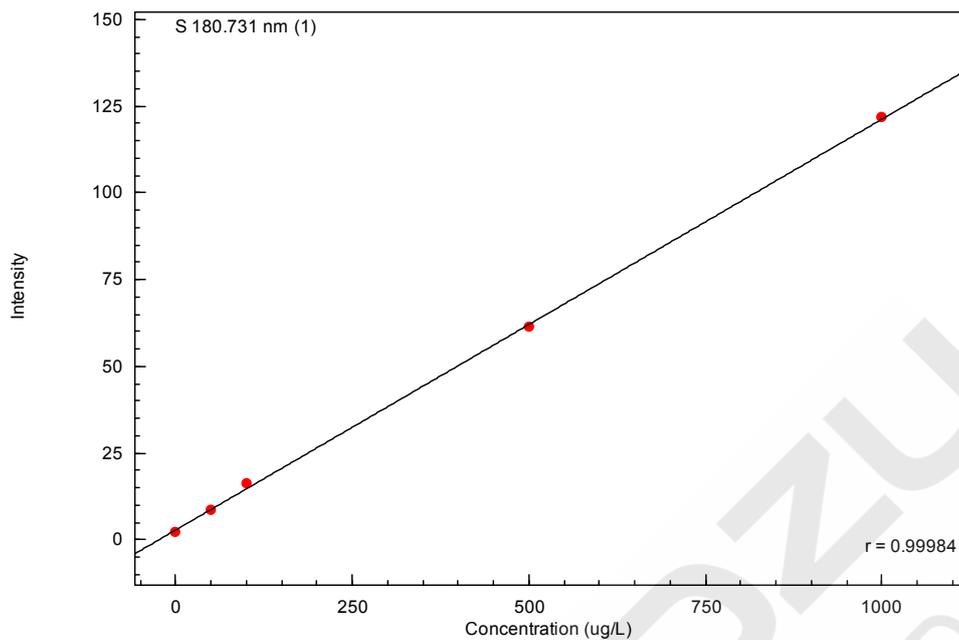


图1 硫元素的标准曲线图

## 2.2 硫元素谱峰轮廓图

硫元素的轮廓图如下：

S 180.731 Best  
条件1

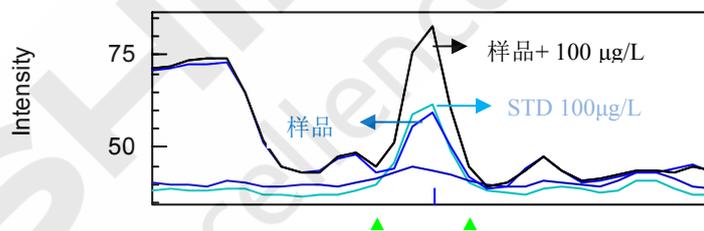


图2 硫元素的谱峰轮廓图

## 2.3 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差除以标准曲线斜率即为各元素的检出限，该方法的检出限为 7.09  $\mu\text{g/L}$ 。

## 2.4 样品测定结果

按实验方法对 GBW(E)060109 油品标准样品进行分析，分析结果见表 5。

表 5 GBW(E)060109 标准品测定结果及标准值

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 (mg/Kg)	标准值 (mg/Kg)	RSD(n=6) (%)
GBW(E)060109	0.2036	25	81.30	9.98	10.1 $\pm$ 0.2	1.70

### 2.5 回收率实验

表 6 GBW(E)060109 标准品加标回收率和精密度

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	总测定值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD(n=6) (%)
GBW(E)060109	0.2076	25	82.76	100	182.00	99.24	1.38

### 3 结论

本文利用微波消解法预处理石油硫含量测定用标准物质样品，该方法简单，快速，试剂用量少，不污染环境，避免了采用有机溶剂给人体带来的伤害。ICP-AES 法测试精密度高，检出限低，适合轻质油品如汽油、柴油中硫含量的日常检验需要。

## ICPE-9000有机系统测定润滑油中金属元素含量

**摘要:** 本文采用重量稀释法处理润滑油, 无需消解, 使用ICP-AES有机系统进行直接测定, 研究了润滑油中磨损金属元素和添加剂金属含量的测定。实验结果表明, 所测元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 回收率在91.7~110.0%之间, 方法检出限在0.014~0.57 mg/Kg之间。ICP-AES测定润滑油中各种金属含量, 具有快速、高效、清洁、污染少等优点, 完全能满足生产中监控机械使用状态的要求。

**关键词:** 润滑油 磨损金属 ICP-AES 有机进样系统

在日常工作中, 由于对机械磨损带来的维修费用会很高。而通过微量金属的测定, 可以确定机械换油期, 判断发动机部件的异常磨损。所以, 测量使用过的润滑油中的微量技术含量, 对发动机润滑和磨损状态的检测意义重大。

润滑油中添加剂元素(如Ca、Mg、Zn、P、Ba等)通常是表示油品质量的重要特征值, 而使用过的润滑油中磨损和污染物重金属(Fe、Cr、Mn、Pb、Si、Al、Ni等)的含量是监控润滑油使用性能和预测各种机械故障的重要参数。

根据现行的测定润滑油中金属含量的国标为GB/T 17476-1998(使用过的润滑油中添加剂元素、磨损金属和污染物以及基础油中某些元素测定法--电感耦合等离子体发射光谱法), 本文采用ICP-AES有机进样系统, 对样品进行简单稀释后直接进样的方法, 测定润滑油中重金属元素的含量。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪, 配有有机进样系统(窄流路雾室、有机炬管)

#### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 30%浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 多元素标准油: ConostanS-21(含铁、铜、钙、镁等 21 种元素); 基础油: 不含被分析元素的白油(轻质油品, 其室温下粘度接近于润滑油); 稀释剂: 航空煤油。

#### 1.3 样品的前处理

按照采用质量法稀释样品。例如, 准确称取 100 mg/Kg 的多元素标准油(ConostanS-21) 0.5 g, 加入 0.5 g 基础油后以 9 g 稀释溶剂稀释, 此溶液浓度为 5 mg/Kg。按此方法, 按照(标

准油+基础油=1 g，稀释溶剂=9 g)的比例配制其他浓度标准溶液。样品也按照此方法根据待测金属含量进行适当稀释。同时，用 9 g 稀释剂稀释 1 g 基础油的方法制备样品空白溶液。

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器工作条件

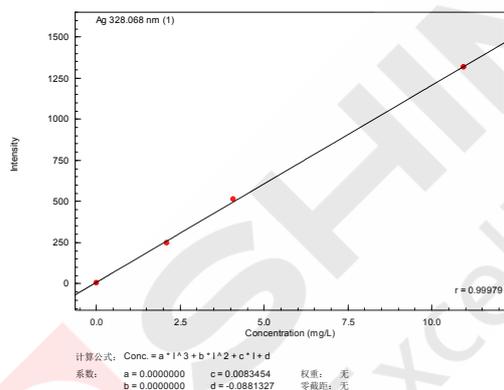
仪器稳定后，按表 1 的仪器工作条件，用标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

观测方向	辅助气流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (KW)	矩管类型	雾化器	雾化室
纵向	1.4	20	0.7	27.12	1.4	有机	同心	旋流

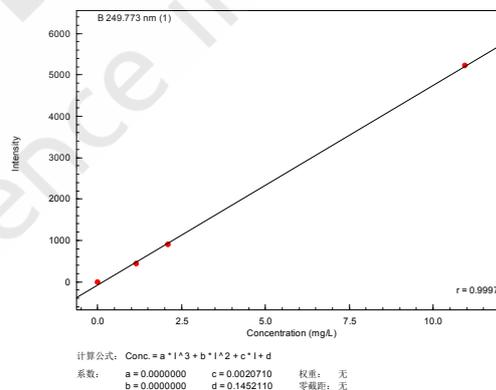
### 2.2 标准曲线

用 100 mg/Kg 的多元素标准油(ConostanS-21)，按照 1.3 的方法，制备 0、1.15、2.09、4.07、10.95 mg/Kg 的 Ag, Al, B, Ba, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, P, Sn, Si, Ti, V 和 Zn 的混合标准溶液。各元素的标准曲线如下：



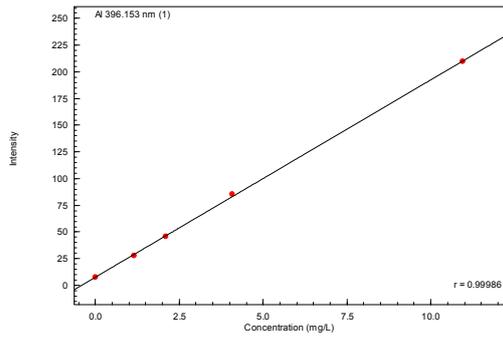
R=0.99979

图 1 银标准曲线



R=0.99976

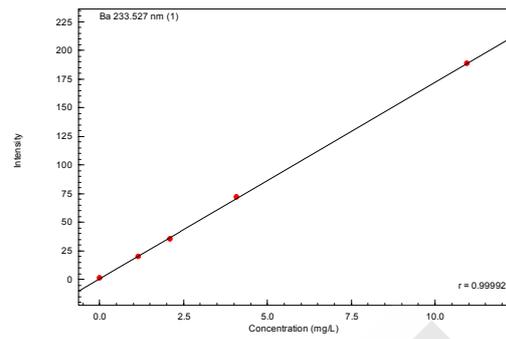
图 2 硼标准曲线



计算公式:  $\text{Conc} = a \cdot 1^3 + b \cdot 1^2 + c \cdot 1 + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0540734$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = -0.4324844$  零截距: 无

R=0.99986

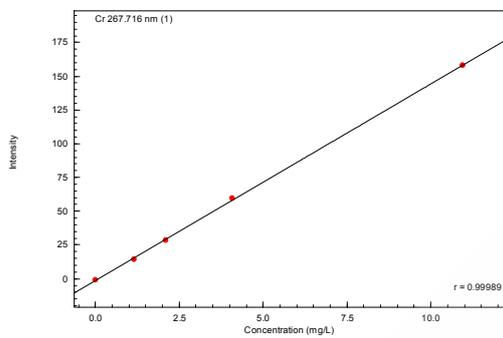
图3 铝标准曲线



计算公式:  $\text{Conc} = a \cdot 1^3 + b \cdot 1^2 + c \cdot 1 + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0582600$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = -0.0490109$  零截距: 无

R=0.99992

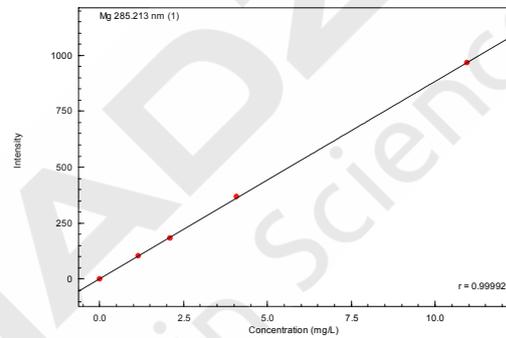
图4 钡标准曲线



计算公式:  $\text{Conc} = a \cdot 1^3 + b \cdot 1^2 + c \cdot 1 + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0686643$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.0735548$  零截距: 无

R=0.99989

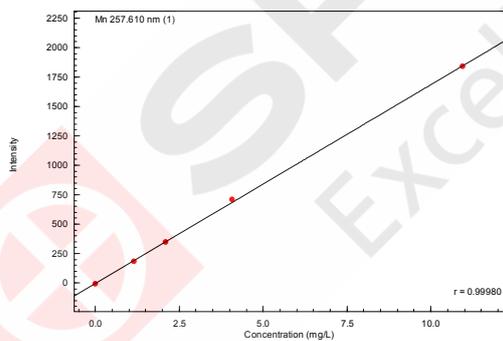
图5 铬标准曲线



计算公式:  $\text{Conc} = a \cdot 1^3 + b \cdot 1^2 + c \cdot 1 + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0113441$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = -0.0450202$  零截距: 无

R=0.99992

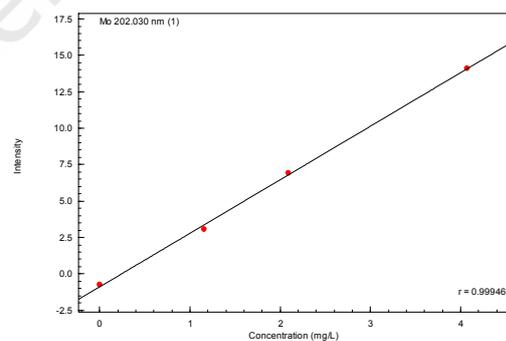
图6 镁标准曲线



计算公式:  $\text{Conc} = a \cdot 1^3 + b \cdot 1^2 + c \cdot 1 + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0059230$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.0033144$  零截距: 无

R=0.99980

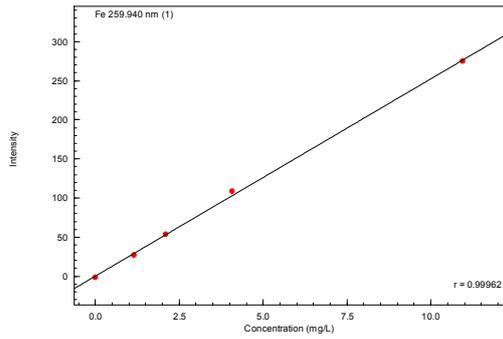
图7 锰标准曲线



计算公式:  $\text{Conc} = a \cdot 1^3 + b \cdot 1^2 + c \cdot 1 + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.2721028$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.2333912$  零截距: 无

R=0.99946

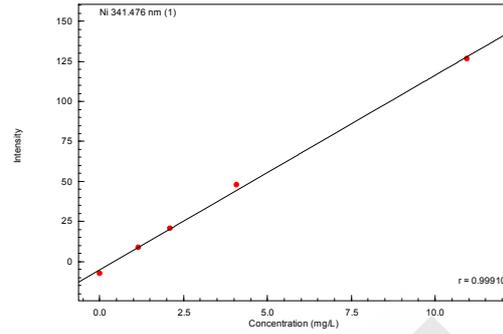
图8 钼标准曲线



计算公式:  $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0396268 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = -0.0228838 零截距: 无

R=0.99962

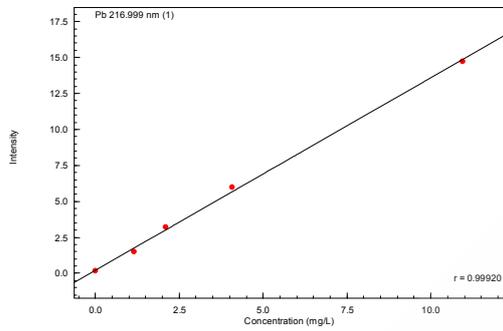
图 9 铁标准曲线



计算公式:  $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0822304 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = 0.4104263 零截距: 无

R=0.99910

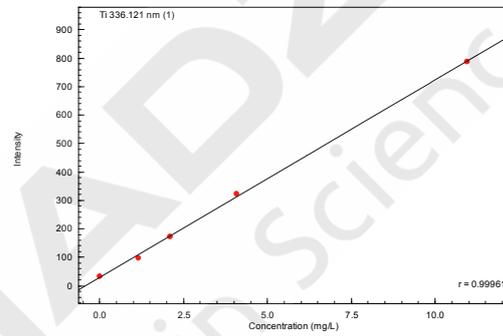
图 10 镍标准曲线



计算公式:  $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 0.7466714 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = -0.1768027 零截距: 无

R=0.99920

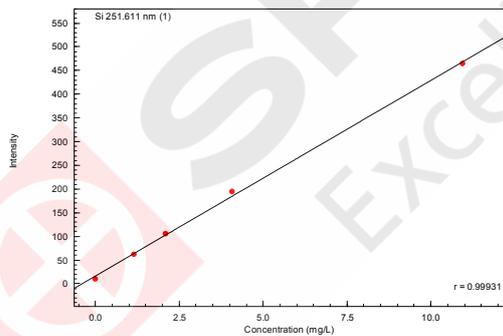
图 11 铅标准曲线



计算公式:  $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0144068 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = -0.4446609 零截距: 无

R=0.99961

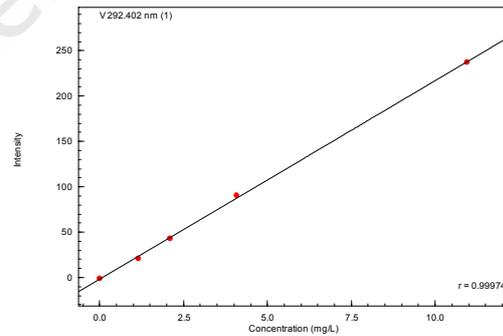
图 12 钛标准曲线



计算公式:  $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0242202 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = -0.4160643 零截距: 无

R=0.99931

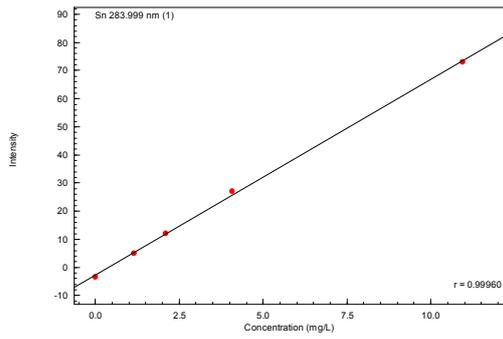
图 13 硅标准曲线



计算公式:  $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0457057 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = 0.0620471 零截距: 无

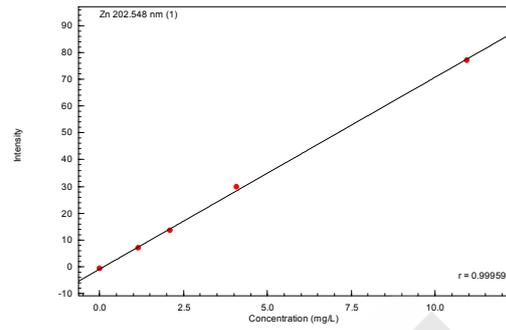
R=0.99979

图 14 钒标准曲线



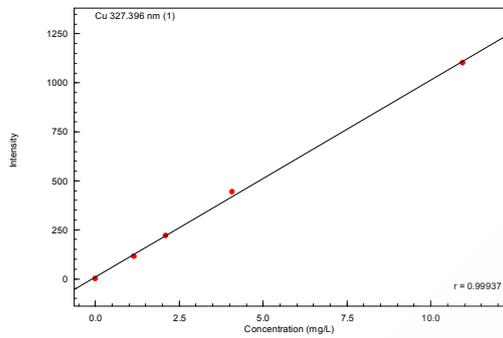
R=0.99960

图 15 锡标准曲线



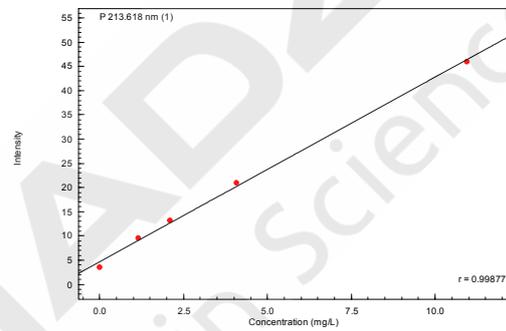
R=0.99959

图 16 锌标准曲线



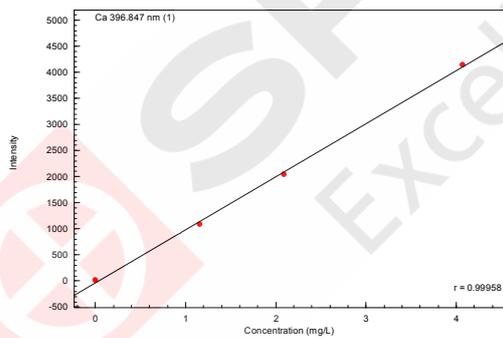
R=0.99937

图 17 铜标准曲线



R=0.99877

图 18 磷标准曲线



R=0.99958

图 17 钙标准曲线

### 2.3 方法的检出限与精密度(RSD%)

对空白溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 2.

表 2 检出限

元素名称	Ag	Al	B	Ba	Ca	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn
检出限 (mg/Kg)	0.14	0.25	0.014	0.22	0.068	0.094	0.045	0.071	0.068	0.043
元素名称	Mo	Ni	P	Pb	Si	Sn	Ti	V	Zn	
检出限 (mg/Kg)	0.27	0.18	0.18	0.57	0.34	0.44	0.095	0.026	0.30	

#### 2.4 测定结果及回收率

依照 1.3 的方法用稀释剂对润滑油样品进行稀释后，上机测定，分析结果见表 3。对样品进行了加标回收率实验，其结果见表 4。

表 3 润滑油样品分析结果

元素	样品测定值 (mg/Kg)	样品稀释倍数	RSD (%)
Ag	ND	10	-
Al	ND	10	-
B	ND	10	-
Ba	ND	10	-
Ca	ND	10	-
Cr	ND	10	-
Cu	15.9	10	0.86
Fe	38.2	10	0.83
Mg	90.9	20	0.64
Mn	ND	10	1.76
Mo	55.4	10	1.11
Ni	ND	10	-
P	972	200	1.18
Pb	ND	10	-
Si	6.44	10	1.36
Sn	ND	10	-

Ti	4.79	10	1.09
V	ND	10	-
Zn	14.2	10	1.99

表 4 润滑油样品回收试验结果

元素名称	Ag	Al	B	Ba	Ca	Cu	Fe	Mg	Cr	Si
添加前 (mg/Kg)	ND	ND	ND	ND	ND	1.59	3.82	4.55	ND	0.644
添加量 (mg/Kg)	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15
添加后 (mg/Kg)	1.12	1.06	1.06	1.20	1.19	2.84	4.97	5.80	1.23	1.70
回收率(%)	97.2	91.9	92.3	104.6	103.1	109.1	100.3	108.7	107.3	91.7

元素名称	Mn	Mo	Ni	Pb	Sn	Ti	V	Zn	P
添加前 (mg/Kg)	ND	5.54	ND	ND	ND	0.479	ND	1.42	4.86
添加量 (mg/Kg)	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15
添加后 (mg/Kg)	1.09	6.68	1.07	1.26	1.06	1.70	1.21	2.64	5.94
回收率 (%)	95.1	99.3	93.1	110.0	92.6	106.5	105.0	106.4	93.6

### 3. 结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000，配以有机进样系统，可以方便地测试润滑油样品中添加剂元素含量和磨损重金属含量。样品只需要简单稀释处理，便可直接进样，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 91.7~110.0%之间，该方法具有快速、高效、清洁、污染少等优点，完全能满足监控润滑油使用和机械磨损情况的要求。

## ICP-AES法测定润滑油中添加剂元素含量和磨损金属元素含量

**摘要:** 采用湿法消解润滑油, 使用ICP-AES进行测定, 研究了润滑油中磨损金属元素含量的测定。实验结果表明, 所测元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 回收率在94.0%~110.0%之间(除Sn易挥发元素), ICP-AES测定润滑油中低含量金属, 具有快速、高效、清洁、污染少等优点, 完全能满足润滑油磨损金属含量测定要求。

**关键词:** 润滑油 磨损金属 ICP-AES

润滑油中添加剂元素(如Ca、Mg、Zn、P、Ba等)通常是表示油品质量的重要特征值, 而使用过的润滑油中磨损和污染物重金属(Fe、Cr、Mn、Pb、Si、Al、Na、Ni等)的含量是监控润滑油使用性能和预测各种机械故障的重要参数。测定润滑油中磨损金属的含量, 可以准确地了解设备的运行状态和性能, 油中所含金属显示机件磨损的严重程度, 这对设备的保养、工作性能的评价至关重要。测定润滑油中微量金属以作为磨损成分的监控方法就显得特别重要。目前相关行业标准SH/T 0715-2002(原油和残渣燃料油中镍、钒、铁含量测定法-电感耦合等离子体发射光谱法)推荐了有机溶剂制样法和酸解制样法, 本文采用酸解制样法ICP-AES测定润滑油中磨损重金属元素含量测定。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液(1+1)浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO<sub>3</sub>、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 试剂优级纯试剂, HClO<sub>4</sub> 为分析纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

称取 2.0 g 润滑油于 250 mL 锥形瓶中, 加入 4 mL HNO<sub>3</sub>, 1 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 于电加热板上 200℃ 加热消解, 重复该过程至油脂减少至小于 0.2 g 时, 加入 HClO<sub>4</sub> 再加热消解至大量白烟, 缓缓摇动锥形瓶, 如溶液未澄清, 需再次加入 HNO<sub>3</sub>、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、HClO<sub>4</sub> 消解至溶液澄清为止。消解液移入 10mL 容量瓶中, 用超纯水润洗烧杯 3 次并入 10 mL 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度, 摇匀备用; 并按上述手续操作, 制备试剂空白溶液。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 仪器参数和分析线的选择

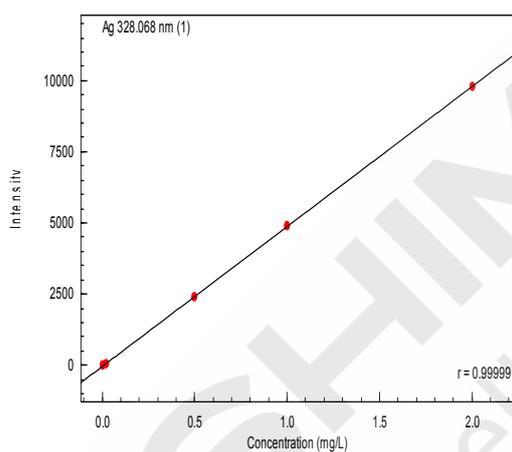
制备 0、0.02、0.50、1.00、2.00 mg/L 的 Ag, Al, Ba, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sn, Ti, V 和 Zn 的混合标准溶液。仪器稳定后, 按表 1 仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

观测方向	等离子体气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)	炬管类型	雾化器	雾化室
轴向	10	0.6	0.7	27.12	1.2	Mini	同心	旋流

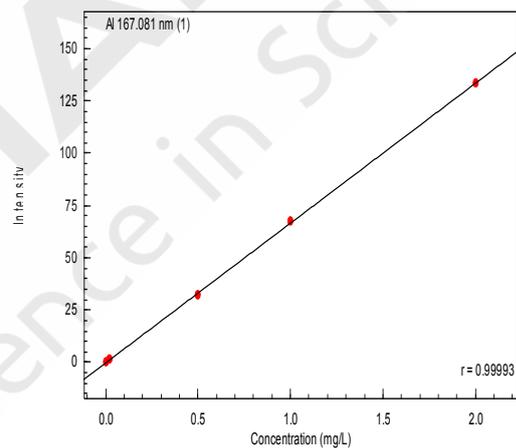
### 2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下:



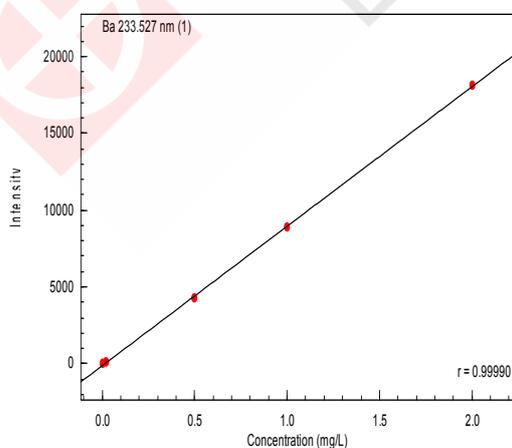
R=0.99999

图 1 银的标准曲线



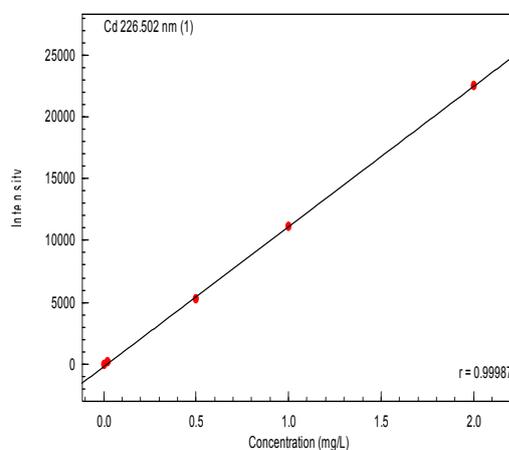
R=0.99993

图 2 铝的标准曲线



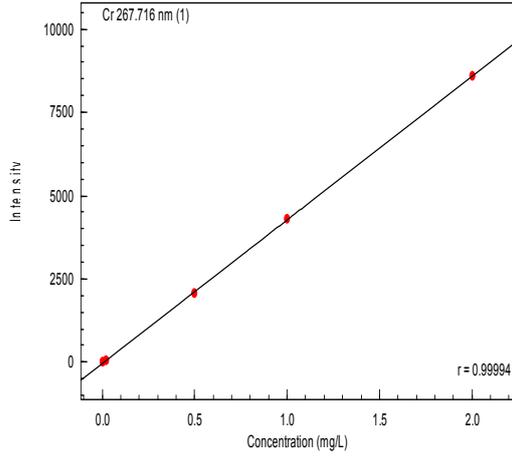
R=0.99990

图 3 钡的标准曲线



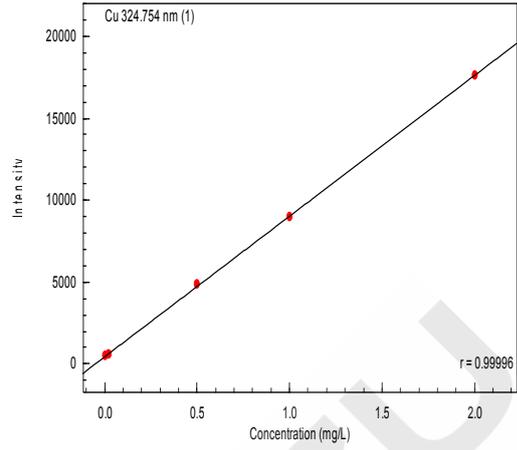
R=0.99987

图 4 镉的标准曲线



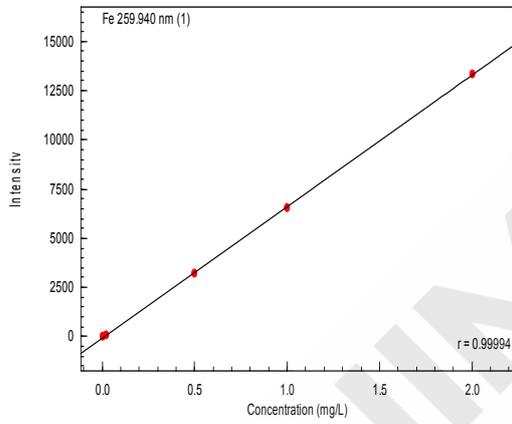
R=0.99994

图 5 铬的标准曲线



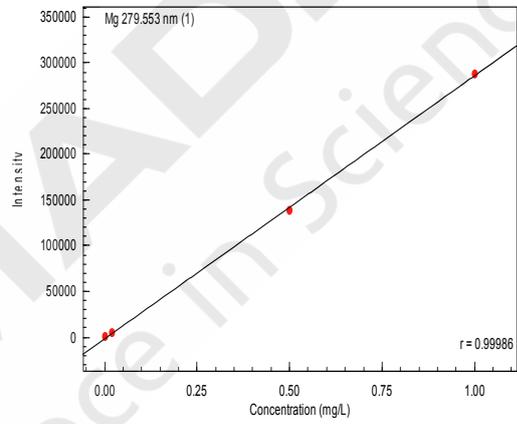
R=0.99996

图 6 铜的标准曲线



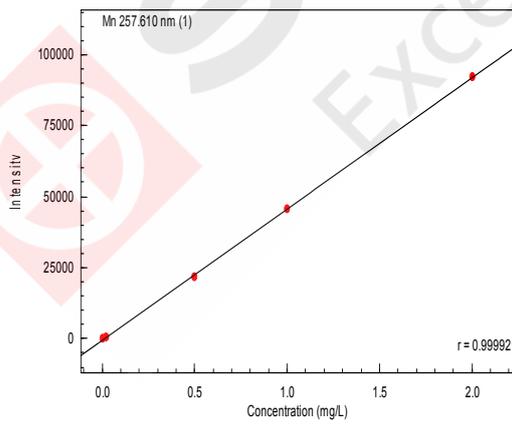
R=0.99994

图 7 铁的标准曲线



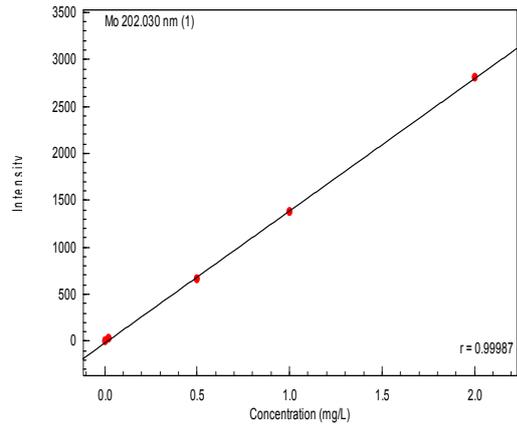
R=0.99966

图 8 镁的标准曲线



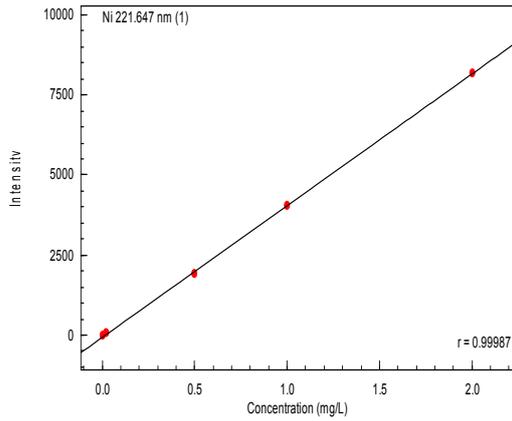
R=0.99992

图 9 锰的标准曲线



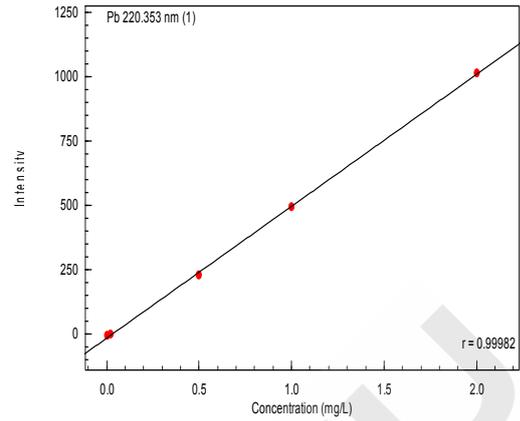
R=0.99967

图 10 钼的标准曲线



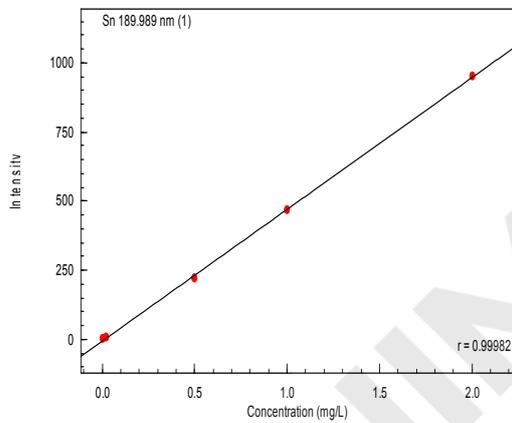
R=0.99967

图 11 镍的标准曲线



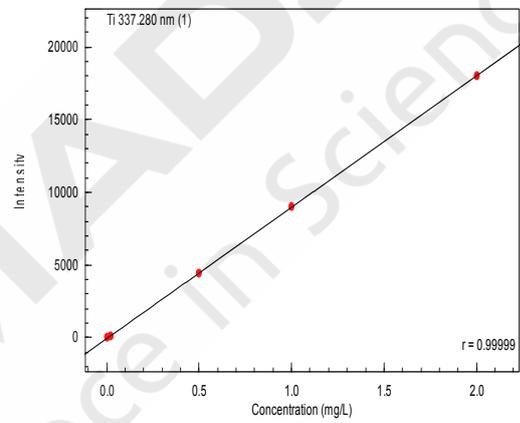
R=0.99962

图 12 铅的标准曲线



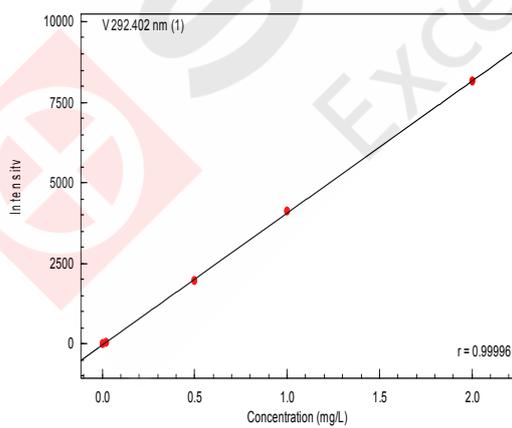
R=0.99962

图 13 锡的标准曲线



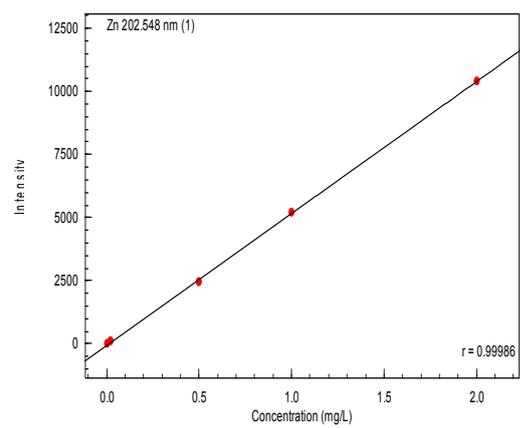
R=0.99999

图 14 钛的标准曲线



R=0.99996

图 15 钒的标准曲线



R=0.99966

图 16 锌的标准曲线

### 2.3 方法的检出限与精密度(RSD%)

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为

各元素的检出限，其结果见表 2。

表 2 检出限及精密度

元素名称	Ag	Al	Ba	Cd	Cr	Cu	Fe	Mg
检出限(mg/L)	0.0009	0.0216	0.0003	0.003	0.0006	0.0213	0.0018	0.0012
RSD(%)	7.37	1.68	0.68	8.33	1.19	76.63	0.37	0.52
元素名称	Mn	Mo	Ni	Pb	Sn	Ti	V	Zn
检出限(mg/L)	0.00039	0.0012	0.0018	0.0105	0.0018	0.0009	0.0012	0.0006
RSD(%)	1.17	3.39	3.58	20.59	4.55	4.2	9.31	0.27

#### 2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析，分析结果见表 3，并进行了加标回收率实验，其结果见表 4。

表 3 润滑油样品分析结果

元素	测定值 (mg/Kg)	RSD (%)
Ag	ND	5.33
Al	1.40	0.63
Ba	1.14	0.18
Cd	ND	0.31
Cr	0.16	0.12
Cu	0.18	0.18
Fe	ND	0.53
Mg	0.15	0.62
Mn	ND	0.28
Mo	ND	4.81
Ni	0.03	0.95
Pb	0.65	0.41
Sn	ND	8.16
Ti	0.08	2.24
V	ND	2.33

Zn	0.16	0.79
----	------	------

表 4 润滑油样品回收试验结果

元素名称	Ag	Al	Ba	Cd	Cr	Cu	Fe	Mg
添加前(mg/L)	ND	0.284	0.231	ND	0.032	0.036	ND	0.031
添加量(mg/L)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
添加后(mg/L)	0.193	0.474	0.422	0.209	0.240	0.237	0.22	0.233
回收率(%)	96.5	95.0	95.5	104.5	104.0	100.5	110.0	101.0

元素名称	Mn	Mo	Ni	Pb	Sn	Ti	V	Zn
添加前(mg/L)	ND	ND	0.005	0.132	ND	0.017	ND	0.032
添加量(mg/L)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
添加后(mg/L)	0.209	0.210	0.213	0.322	0.147	0.205	0.203	0.225
回收率%	104.5	105.0	104.0	95.0	73.5	94.0	101.5	96.5

### 3 结论

采用湿法消解, ICPE-9000 测定润滑油中添加剂元素含量和磨损重金属含量, 所测元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 回收率在 94.0%~110.0%之间 (除 Sn 易挥发元素), 该方法具有快速、高效、清洁、污染少等优点, 完全能满足润滑油添加剂元素含量和磨损重金属含量测定要求。

# 原子吸收分光光度法快速测定汽油中的锰

**摘要:** 采用原子吸收分光光度计选用甲基三辛基氯化铵的甲基异丁基酮溶液 (MIBK) 作溶剂直接溶解有机试样, 使用空气/乙炔贫燃火焰, 用标准曲线法定量, 建立了一种新型高准确度测定汽油中痕量锰的定量分析方法, 其回收率为 90.30~96.59%, 能够满足日常测定锰含量在 0.15-25.00mg/L 范围内的要求。该方法具有灵敏度高, 操作简便等优点。

**关键词:** 原子吸收光谱法 汽油 锰 甲基三辛基氯化铵甲基异丁基酮(MIBK)

原油中含有痕量的锰元素, 为了满足环保要求, 需准确地检测汽油中的痕量锰以判断对环境标准的符合情况。最早是用气相色谱法与分光光度法进行检测, 20世纪80年代开始出现了用原子吸收、等离子发射光谱、质谱、色谱联用法分析各种形态的有机金属化合物。其中溶剂萃取原子吸收法已被确定为国家标准分析方法 (SH/T 0711-2002), 后三者所需仪器庞大而昂贵, 用原子吸收分光光度法测定则更加方便, 实现准确度高, 精密度好, 速度快的分析过程。车用无铅汽油产品标准 (GB17930) 规定, 汽油中锰含量不大于0.018g/L, 为保证汽油产品出厂质量, 本文采用岛津AA6300建立了原子吸收分光光度法快速测定汽油中锰含量的测定方法。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器配置

AA 6300(岛津)

空气压缩机

乙炔气

### 1.2 实验条件

实验条件如表 1 所示:

表 1. 实验条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高 度(mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Mn	279.5	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	5	BGC-D <sub>2</sub>	0.2	1.3	15.0

### 1.3 试剂

碘-甲苯溶液(0.03g/mL): 用甲苯溶解 3.0 g 结晶碘, 并稀释到 100mL。

10%(V/V)氯化钾基三辛基铵-MIBK 溶液: 用 MIBK 溶解 88.0g(100mL)氯化钾基三辛基铵, 并稀释到 1L。

1%(V/V)氯化钾基三辛基铵-MIBK 溶液: 用 MIBK 溶解 8.8 g(100mL)氯化钾基三辛基铵, 并稀释到 1L。

溶剂油: 符合 SH0005 要求。

配制 264.20 mg/L 的锰的标准溶液: 称取 951.12 mg 的  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ , 用 10%(V/V)氯化钾基三辛基铵-MIBK 溶液溶解定容到 1L. 汽油中的 MMT (甲基环戊二烯三羰基锰) 见光不稳定, 容易分解, 样品应放在避光容器中保存。

#### 1.4 样品前处理

在盛有 30 mL MIBK 的 50 mL 容量瓶中使用移液管移取 5 mL 汽油试样, 并摇匀。用 0.5 mL 移液管移取 0.1 mL 碘-甲苯溶液, 摇匀并反应 1 分钟。然后加入 5 mL 1%(V/V)氯化钾基三辛基铵-MIBK 溶液, 使用 MIBK 溶液定容到刻度并摇匀待测。

## 2 实验结果

### 2.1 标准曲线

原子吸收分光光度法测定汽油中的微量锰系列标准溶液: 配制锰标准工作曲线溶液 (Mn: 0.00、0.53、1.32、2.64 mg/L)。

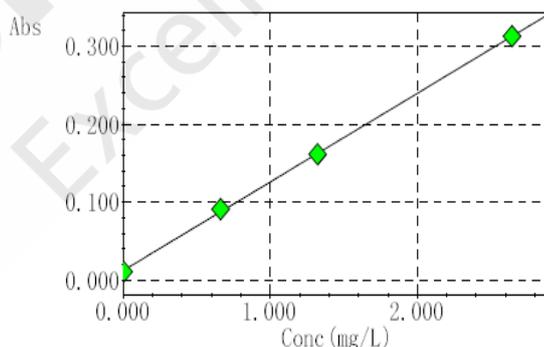


图 1 Mn 工作曲线

在 0.00~2.64 mg/L 浓度范围内, 浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9998$ .

### 2.2 样品测定结果

分别测定 SJ82#、SJ83#、SJ84#和 SJ85#四个汽油样品中的锰含量, 测定结果如下:

表 2 样品测定结果

样品名称	测定结果(mg/L)	RSD(%)
SJ82#	12.58	0.33
SJ83#	13.26	0.31
SJ84#	7.31	0.37
SJ85#	14.27	0.26

### 2.3 检测限及加标回收实验

在选定条件下对空白样品测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率算得方法检测限为 0.015 mg/L。以同样前处理方法测定值为本底并以 SJ84#进行加标回收率实验，回收率数据如下表 2 所示：

表 3 样品回收率

样品名称	测定含量	加标量	测定总量 (mg/L)	回收率 (%)
			1.24	96.59
SJ84#	0.73	0.528	1.21	90.30
			1.23	95.00

### 3 总结

采用岛津 AA6300 参照国家标准分析方法(SH/T 0711-2002)，建立了一种新型高准确度测定汽油中痕量锰的定量分析方法，其回收率为 90.30-96.59%，能够满足日常测定锰含量在 0.15-25.00 mg/L 范围内的要求。该方法具有灵敏度高，操作简便等优点。

# 火焰原子吸收光谱法测定汽油中的铁含量

**摘要:** 参照中国石油化工行业标准SH/T 0712-2002《汽油中铁含量测定法（原子吸收光谱法）》，使用火焰原子吸收光谱法测定了汽油中的铁元素含量。

**关键词:** 汽油 原子吸收 铁

自2014年1月起,全国范围内车用汽油将开始执行国四标准。该标准规定:车用汽油中,不得人为加入铁元素,考虑到在炼油过程和运输、储存汽油时可能造成的铁污染,铁在汽油中的检出限量为不大于0.01 g/L。

同时,标准还规定汽油中铁元素含量的检测方法采用石化标准SH/T 0712-2002中规定的火焰原子吸收光谱法。本文参照该检测标准,将汽油样品以碘-甲苯溶液处理,氯化甲基三辛基铵-甲基异丁基酮(MIBK)溶液稀释后,以火焰原子吸收法测定了汽油样品中的铁含量。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-6300C 原子吸收分光光度计

### 1.2 试剂

0.03 g/mL碘-甲苯溶液: 用甲苯溶解3.0 g结晶碘,并定容至100 mL;

二茂铁: 纯度不低于95% (m/m), 室温下干燥保存;

氯化甲基三辛基铵: 纯度不低于90% (m/m);

甲基异丁基酮(MIBK): 分析纯;

溶剂油: 符合SH 005要求。

### 1.3 样品制备

#### 1.3.1 标准样品制备

(1)准确称取二茂铁 0.231g (精确至 0.1 mg), 以 10%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液溶解并定容至 250 mL 棕色容量瓶中, 得 264.2 mg/L 铁标准溶液 A;

(2)准确移取 1.0 mL 和 2.5 mL 铁标准溶液 A 于 50 mL 棕色容量瓶中,加入 5.0 mL 1%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液, 并以 MIBK 稀释定容, 得 5.28 mg/L 铁标准溶液 B 和 13.21 mg/L 铁标准溶液 C;

(3)在 4 个 50 mL 棕色容量瓶中分别加入 30 mL MIBK 和 5.0 mL 溶剂油, 其中 3 个容量

瓶分别加入 2.0 mL B, 5.0 mL B 和 5.0 mL C, 另一个作空白。4 个容量瓶中分别加入 0.1 mL 碘-甲苯溶液, 摇匀, 反应约 1 min, 再加入 5.0 mL 1%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液, 以 MIBK 稀释至刻度, 得浓度分别为 0.21 mg/L、0.53 mg/L 和 1.32 mg/L 的铁标准溶液系列以及空白。

### 1.3.2 待测样品制备

在 50 mL 棕色容量瓶中, 加入 30 mL MIBK 和 5.0 mL 汽油样品, 摇匀后加入 0.1 mL 碘-甲苯溶液, 摇匀, 反应约 1 min, 然后加入 5.0 mL 1%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液, 以 MIBK 稀释至刻度, 摇匀待测。

### 1.4 仪器条件和参数

配制铁元素的标准溶液和待测样品, 开机待仪器稳定后, 按表 1 中的仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

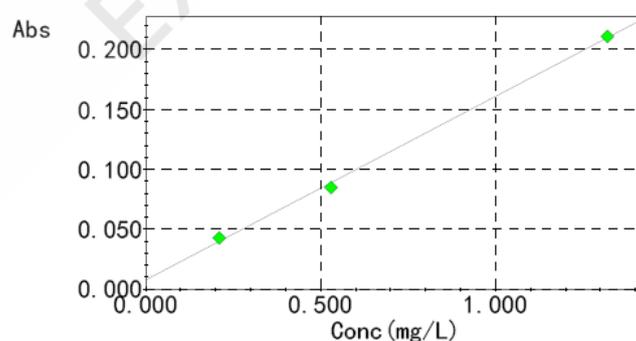
表 1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高 度(mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Fe	248.3	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	13	BGC-D <sub>2</sub>	0.2	12	1.7	15.0

## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

将依照“1.3.1 标准溶液制备”所得的空白和标准溶液依次进样, 以测得的吸光度值为纵坐标, 浓度为横坐标, 得标准曲线如图 1。



$$\text{Abs} = 0.15321\text{Conc} + 0.0077285$$

$$r = 0.9992$$

图 1 Fe 标准曲线

在浓度范围内, Fe 的吸光度与浓度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9992$ 。

## 2.2 样品检测结果、加标回收率和精密度

将依照“1.3.2 待测样品制备”所得的样品进样检测，所得吸光度值代入标准曲线，得样品中 Fe 的浓度；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表 2 样品中铁元素含量、加标回收率和精密度

元素	样品含量(mg/L)	加标量(mg/L)	检测含量(mg/L)	加标回收率(%)	RSD(% , n=5)
Fe	0.42	2.0	2.54	104.9	1.31

## 3. 结论

参照中国石油化工行业标准SH/T 0712-2002《汽油中铁含量测定法（原子吸收光谱法）》，使用火焰原子吸收光谱法测定了汽油中的铁元素含量。实验表明：该方法所得标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9992$ ，回收率为104.9%，适合汽油中铁元素含量的测定。



SHIMADZU  
Excellence in Science

# 火焰原子吸收光谱法测定汽油中的铅含量

**摘要：**参照国家标准GB 8020-87《汽油铅含量测定法（原子吸收光谱法）》，使用火焰原子吸收光谱法测定了汽油中的铅元素含量。

**关键词：**汽油 原子吸收 铅

现行的汽油国四标准规定：车用汽油中的铅元素含量不得高于0.005 g/L，因为汽油中的含铅化合物在气缸中燃烧后，其中的铅会变成氧化铅沉积下来，增加积炭量，影响发动机正常工作，且排出的废气亦污染环境，影响人体健康。

本文参照国家标准GB 8020-87《汽油铅含量测定法（原子吸收光谱法）》，将汽油样品以甲基异丁基酮(MIBK)稀释，加入碘和季铵盐与汽油中的烷基铅反应使之稳定后，火焰原子吸收光谱法进样检测了汽油中的铅含量。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-6300C 原子吸收分光光度计

### 1.2 试剂

0.03 g/mL碘-甲苯溶液：用甲苯溶解3.0 g结晶碘，并定容至100 mL；

氯化甲基三辛基铵：纯度不低于90% (m/m)；

甲基异丁基酮(MIBK)和氯化铅均为分析纯；

无铅汽油：用作试剂空白。

### 1.3 样品制备

#### 1.3.1 标准样品制备

(1)准确称取氯化铅 0.177g（预先在烘箱中 105℃干燥 3 h），以 10%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液溶解并定容至 500 mL 塑料盖棕色瓶中，得 264.2 mg/L 铅标准溶液 A；

(2)准确移取 2.0 mL 和 5.0 mL 铅标准溶液 A 于 100 mL 塑料盖棕色瓶中，加入 5.0 mL 1%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，并以 MIBK 稀释定容，得 5.28 mg/L 铁标准溶液 B 和 13.21 mg/L 铅标准溶液 C；

(3)在 4 个 50 mL 塑料盖棕色瓶中分别加入 30 mL MIBK 和 5.0 mL 溶剂油，其中 3 个容量瓶分别加入 2.0 mL B, 5.0 mL B 和 5.0 mL C, 另一个作空白。4 个容量瓶中分别加入 0.1 mL

碘-甲苯溶液，摇匀，反应约 1 min，再加入 5.0 mL 1%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，以 MIBK 稀释至刻度，得浓度分别为 0.21 mg/L、0.53 mg/L 和 1.32 mg/L 的铅标准溶液系列以及空白。

### 1.3.2 待测样品制备

在 50 mL 塑料盖棕色瓶中，加入 30 mL MIBK 和 5.0 mL 汽油样品，摇匀后加入 0.1 mL 碘-甲苯溶液，摇匀，反应约 1 min，然后加入 5.0 mL 1%(V/V)氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液，以 MIBK 稀释至刻度，摇匀待测。

### 1.4 仪器条件和参数

配制铅元素的标准溶液和待测样品，开机待仪器稳定后，按表 1 中的仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

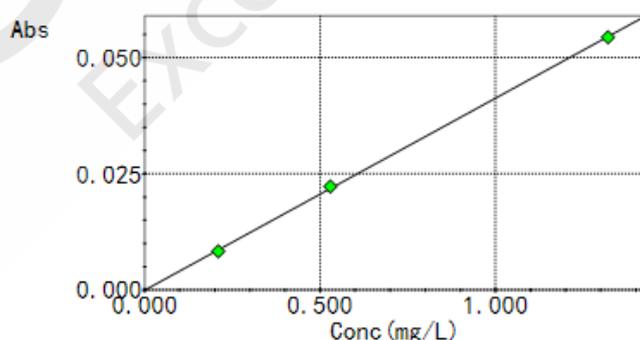
表 1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高 度(mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Pb	283.3	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	11	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	10	1.5	15.0

## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

将依照“1.3.1 标准溶液制备”所得的空白和标准溶液依次进样，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线如图 1。



$$\text{Abs} = 0.041361 \text{Conc} - 6.8008 \times 10^{-5}$$

$$r = 0.9999$$

图 1 Pb 标准曲线

在浓度范围内，Pb 的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9999$ 。

### 2.2 样品检测结果、加标回收率和精密度

将依照“1.3.2 待测样品制备”所得的样品进样检测，所得吸光度值代入标准曲线，得样品中 Pb 的浓度；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表2 样品中铅元素含量、加标回收率和精密度

元素	样品含量(mg/L)	加标量(mg/L)	检测含量(mg/L)	加标回收率(%)	RSD(% , n=5)
Pb	0.16	0.50	0.67	101.5	3.24

#### 4. 结论

参照国家标准GB 8020-87《汽油铅含量测定法（原子吸收光谱法）》，使用火焰原子吸收光谱法测定了汽油中的铅元素含量。实验表明：该方法所得标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9999$ ，回收率为101.5%，适合汽油中铅元素含量的测定。



SHIMADZU  
Excellence in Science

## EDX-7000 在废油定量分析中的应用

**摘要:** 近年来随着大家环保意识的提高, 利用 EDX 进行废弃物中元素分析的案例也不断增多。利用 EDX 进行废油分析时, 可以把样品直接放进容器进行分析, 方便又快捷。下面, 选择了与废油相类似的市面上销售的标准油, 通过新产品 EDX-7000 检验评价了检测下限及再现精度。结果表明与以往机型相比灵敏度提高了 1.5~4 倍。因此, 缩短单个样品的分析时间也是可以实现。

**关键词:** EDX 废油 元素分析

### 1 实验部分

#### 1.1 分析条件

Instrument: EDX-7000

Elements: Ti,V,Cr,Ni,Cu,Zn,Ag,Cd,Sn,Sb,Ba,Pb

Analytical Group: Working Curve

X-ray Tube: Rh target

Tube Voltage(kV): 15, 50

Current( $\mu$ A): Auto

Collimator(mm $\phi$ ): 10

Primary Filter: #1,#2,#4

Atmosphere: Air

Detector: SDD

Integration Time(sec): 100, 300

Dead Time(%): Max30

#### 1.2 样品

Wear Metals in 75 cSt Hydrocarbon Oil A23-10, 30, 50, 100, 300, 500(each 10, 30, 50, 100, 300, 500ppm)

Conostan Base Oil (0ppm)

#### 1.3 前处理

把 8 mL 的样品直接倒入衬有 5  $\mu$ m 聚丙烯膜的样品容器中用于分析。请参照图 1。



图1 样品前处理

## 2 结果

### 2.1 定性分析&检测下限

各元素的谱图如下图 2. 从 A23-50 的光谱强度(NET、BG)利用以下计算公式得出各个元素的理论检测下限。结果如表 1 所示。另外，对于 Ti, V, Cr 等有共存元素重叠的元素则进行了强度重叠校正。其中：强度(cps/μA)，C：油中浓度(ppm)；T；积分时间(sec)； A：电流值(μA)。

$$L.L.D. = 3 \cdot \frac{C}{NET} \sqrt{\frac{BG}{T \cdot A}}$$

表 1 理论检测下限(ppm)

元素	<sup>22</sup> Ti	<sup>23</sup> V	<sup>24</sup> Cr	<sup>28</sup> Ni	<sup>29</sup> Cu	<sup>30</sup> Zn	<sup>47</sup> Ag	<sup>48</sup> Cd	<sup>50</sup> Sn	<sup>51</sup> Sb	<sup>56</sup> Ba	<sup>82</sup> Pb
LLD(300 s)	1.2	1.3	1.2	0.4	0.3	0.3	0.7	0.9	1.9	2.8	9.9	0.3
LLD(100 s)	2.2	2.2	2.1	0.7	0.6	0.5	1.3	1.5	3.2	4.9	17.2	0.5

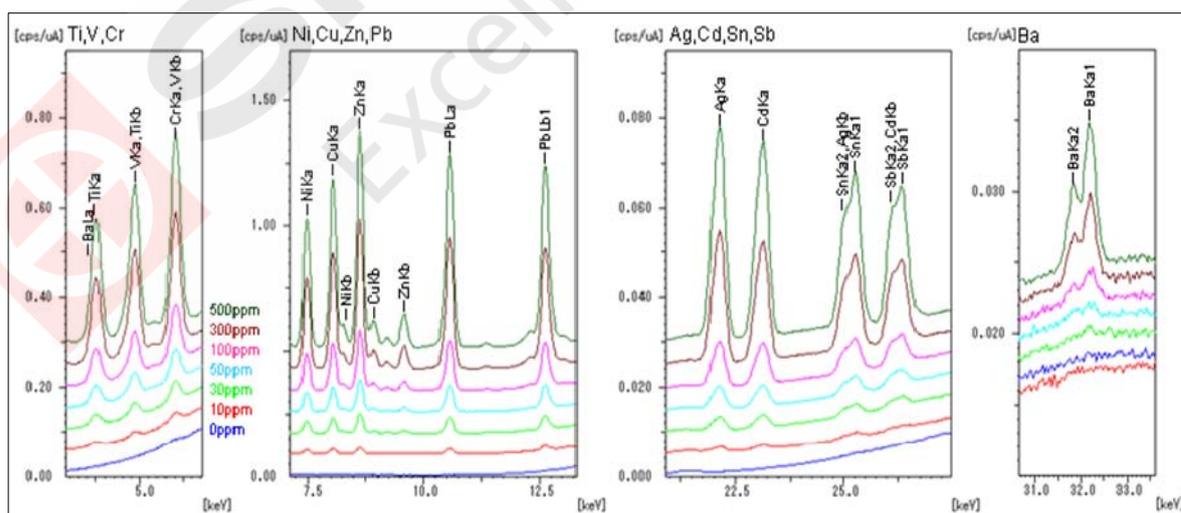
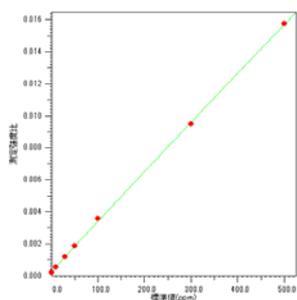
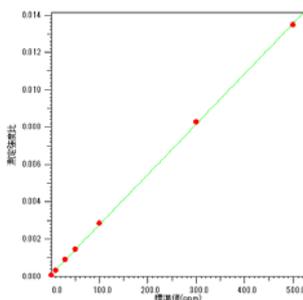


图 2 各元素的 X 射线荧光谱图

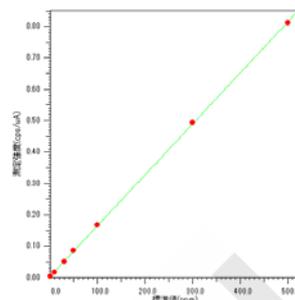
## 2.2 工作曲线



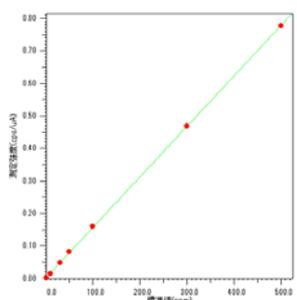
<sup>24</sup>Cr 工作曲线



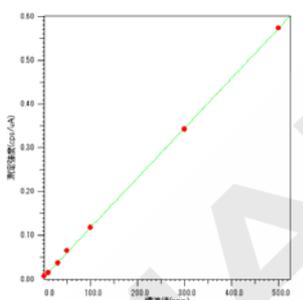
<sup>28</sup>Ni 工作曲线



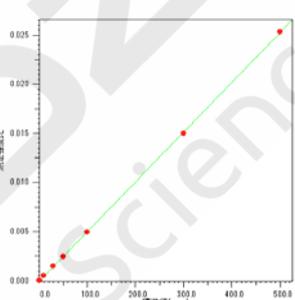
<sup>47</sup>Ag 工作曲线



<sup>48</sup>Cd 工作曲线



<sup>51</sup>Sb 工作曲线



<sup>82</sup>Pb 工作曲线

表 2 工作曲线准确度(ppm)

元素	<sup>22</sup> Ti	<sup>23</sup> V	<sup>24</sup> Cr	<sup>28</sup> Ni	<sup>29</sup> Cu	<sup>30</sup> Zn	<sup>47</sup> Ag	<sup>48</sup> Cd	<sup>50</sup> Sn	<sup>51</sup> Sb	<sup>56</sup> Ba	<sup>82</sup> Pb
准确度(1σ)	1.5	1.0	3.3	2.2	1.7	1.6	1.3	1.4	1.3	2.1	3.9	1.6

## 2.3 再现精度

利用上述工作曲线法对 A23-300 进行了 10 次简单重复分析。再现性结果如下表 3 所示。积分时间为各元素 100 秒。

表 3 A23-300 再现精度(ppm, 100 sec)

元素	<sup>22</sup> Ti	<sup>23</sup> V	<sup>24</sup> Cr	<sup>28</sup> Ni	<sup>29</sup> Cu	<sup>30</sup> Zn	<sup>47</sup> Ag	<sup>48</sup> Cd	<sup>50</sup> Sn	<sup>51</sup> Sb	<sup>56</sup> Ba	<sup>82</sup> Pb
含量	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
1	300	298	295	305	300	299	301	304	303	304	312	295
2	297	295	297	300	299	295	302	304	296	299	303	298
3	303	298	301	300	298	302	303	302	306	298	301	298
4	299	294	297	306	298	303	302	303	304	299	310	299
5	302	299	297	303	302	298	306	303	300	301	303	300

6	305	299	296	302	303	299	302	303	306	297	316	295
7	300	298	295	306	305	298	304	304	301	297	321	299
8	306	298	297	302	302	299	300	301	301	302	298	299
9	299	298	300	303	297	304	304	305	306	298	295	297
10	306	299	298	301	301	300	305	300	303	299	320	299
平均值	302	298	297	303	300	300	303	303	303	299	308	298
标准偏差	3.0	1.7	2.0	2.2	2.4	2.4	2.0	1.6	3.3	2.3	9.3	1.6
变动系数(%)	1.0	0.6	0.7	0.7	0.8	0.8	0.7	0.5	1.1	0.8	3.0	0.6



SHIMADZU  
Excellence in Science

## 石油和石油产品中硫含量的 X 射线荧光分析

**摘要:**按照《石油和石油产品中硫含量的测定—能量色散X 射线荧光光谱法》(GB/T 17040-2008)国家标准,采用能量色散X射线荧光光谱法可对石油和石油产品中硫含量进行测定,操作简便,分析快速,方法可靠,是一种行之有效的测试方法。本方法可对包括柴油、石脑油、煤油、渣油、润滑油基础油、液压油、喷气燃料、原油、车用汽油和其他馏分油在内的碳氢化合物中的硫元素的含量进行分析,对于其他产品如M85和M100等的硫元素的含量也可以进行分析。由于岛津EDX具有高分辨率等特点,大大提高了测试的灵敏度,降低了检出下限,能够得到满意的分析结果。

**关键词:** 石油 硫 EDX GB/T 17040-2008

为加快油品质量升级,国务院确定了实施“国四”柴油、“国五”汽、柴油标准的时间表。会议决定在已发布国四汽油标准(硫含量不大于 50  $\mu\text{g/g}$ )的基础上,由国家质检总局、国家标准委尽快发布国四柴油标准(硫含量不大于 50  $\mu\text{g/g}$ ),过渡期至 2014 年底。2013 年 6 月底前发布国五柴油标准(硫含量不大于 10  $\mu\text{g/g}$ ),2013 年底前发布国五汽油标准(硫含量不大于 10  $\mu\text{g/g}$ ),过渡期均至 2017 年底。按照 GB/T 17040-2008 我们进行了实验,试验指标优于国标的要求。在大气下检测下限可以达到 33  $\mu\text{g/g}$ ;在冲氦条件下最低检测限可达 12  $\mu\text{g/g}$ 。

### 1 实验部分

#### 1.1 方法一:大气条件下(分析范围 0.01~5%)

##### 1.1.1 仪器

岛津 EDX-720/GP 能量色散 X 射线荧光光谱仪

##### 1.1.2 工作条件

谱线:  $\text{SK}\alpha$  谱线                      能量: 2.31 KeV

电压: 15 KV                              电流: 自动

滤光片: 使用滤光片                  测试时间: 100 s

##### 1.1.3 标准试剂及标准样品的配制

标准试剂: 1) 98%的 2-正丁基硫醚标准试剂; 2) 白油(硫含量小于 2 mg/kg).

标准样品的配制: 按质量分数(m/m)配制成如下两组标准样品。

标样 (硫含量, %)	第一组(0.002~0.1)	第二组(0.1~5.0)
STD1	0	0
STD2	0.002	0.1
STD3	0.005	0.5
STD4	0.01	1
STD5	0.03	2.5
STD6	0.06	5
STD7	0.1	/

### 1.1.4 工作曲线

使用两组标准样品制作工作曲线分别如下图:

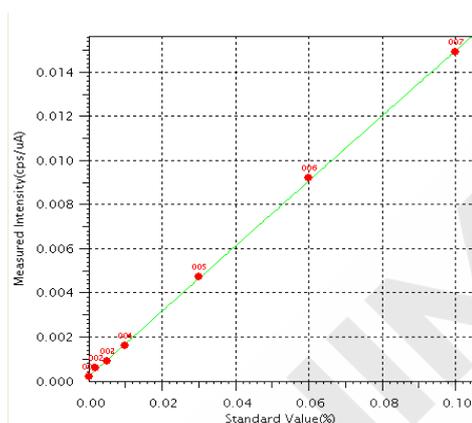


图1 第一组

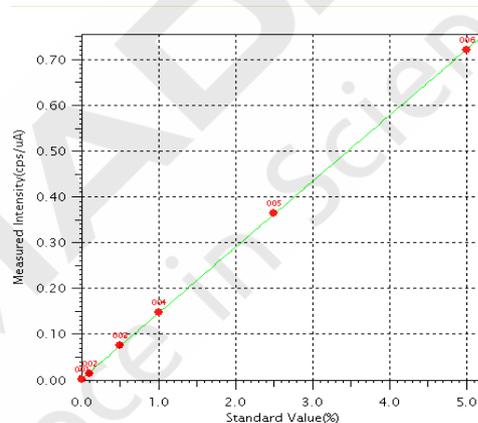


图2 第二组

### 1.1.5 检出下限

按照 IEC62321 标准测试空白样品 10 次, 标准偏差的 3 倍即为该方法硫含量的检出下限。

工作组	第一组	第二组
检出下限(%)	0.0033	0.0060

### 1.1.6 重复性

连续两次测试硫含量结果的重现性如下表。其中: X 表示连续两次测试结果的平均值,  $r=0.2894(X+0.1691)$ , R 表示连续两次测试结果之差。

工作组	样品	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6
第一组	X	0.0038	0.0111	0.0144	0.0319	0.0597	0.1059
	r	0.0050	0.0052	0.0053	0.0058	0.0066	0.0080
	R	0.0001	0.0011	0.001	0.0009	0.0035	0.0021
第二组	X	0.093	0.51	1.062	2.615	5.11	/
	r	0.0076	0.0197	0.0356	0.0806	0.1528	/
	R	0	0.005	0.01	0.007	0.029	/

## 1.2 方法二：充氮条件下（分析范围：0.0036~0.1%）

### 1.2.1 仪器

岛津 EDX-720/GP 能量色散 X 射线荧光光谱仪

### 1.2.2 工作条件

X 射线管：Rh 靶

滤光片：2#

电压：15 KV

电流：自动

测试氛围：氮气

准直器：10 mm Φ

测试时间：200 s

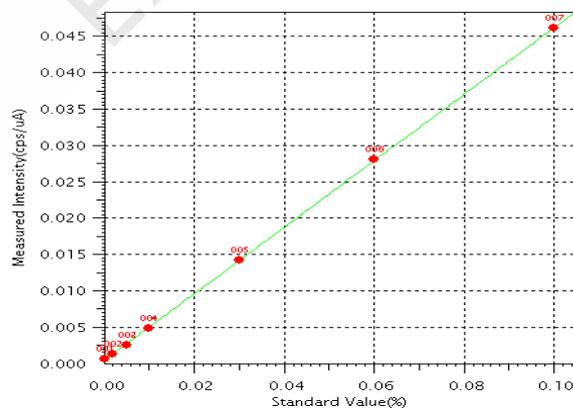
停滞时间：40%

### 1.2.3 标准试剂及标准样品的配制

标准试剂：同方法一。

标准样品：同方法一第一组。

### 1.2.4 工作曲线



### 1.2.5 检出下限

按照 IEC62321 标准测试空白样品 10 次，标准偏差的 3 倍即为该方法硫含量的检出下

限：12 μg/g。

### 1.2.6 重复性

连续两次测试硫含量结果的重现性如下表。其中：X 表示连续两次测试结果的平均值， $r=0.2894(X+0.1691)$ , R 表示连续两次测试结果之差。

样品	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6
X	0.0024	0.0044	0.0097	0.0296	0.0617	0.0992
r	0.0496	0.0502	0.0517	0.0575	0.0668	0.0776
R	0.0000	0.0002	0.0003	0.0006	0.0004	0.0003

## 2. 结论

采用岛津EDX-720荧光光谱仪测试原油和石油产品中低硫含量，操作简便，能够快速地得到可靠的测试结果和较好的重复性。



SHIMADZU  
Excellence in Science

## 润滑油中金属元素的 X 射线荧光分析

**摘要:** 测定润滑油中磨损金属的含量, 可以准确地了解设备的运行状态和性能, 油中所含金属显示机件磨损的严重程度, 这对设备的保养、工作性能的评价至关重要。本文通过测定润滑油使用前、后所含元素的变化, 从一个侧面解析某类润滑油更换的周期和被润滑部件的监控关系。

**关键词:** 润滑油 金属元素 EDX

机械部件的一些重要部件需要进行特殊的润滑保护(机床、汽车车轴、火车车轴、飞机发动机等等), 需要监控部件磨损状况, 也就是常常提到的润滑油中残损金属元素的分析, 基于金属成分的组成及在油中的积聚速度可以判定机器组件的失效周期和磨损程度。另外, 润滑油也需要对其外来污染组分进行监控(如, 灰尘和泥土中带入的金属元素)。测定润滑油中磨损金属的含量, 可以准确地了解设备的运行状态和性能, 油中所含金属显示机件磨损的严重程度, 这对设备的保养、工作性能的评价至关重要。本文通过测定润滑油使用前、后所含元素的变化, 从一个侧面解析某类润滑油更换的周期和被润滑部件的监控关系。EDX能量色散X射线荧光光谱仪操作简单, 分析快速, 是一种行之有效的快速分析方法。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 EDX-7000/8000 能量色散荧光光谱仪

#### 1.2 分析条件

定性-半定量分析工作条件如下表:

测试通道	Al-U	Na-Sc	S-K	Rh-Cd
分析能量范围(keV)	0~40	0~4.4	2.1~3.4	19.5~23.5
显示能量范围(keV) ( keV )	0~40	0~4.4	2~4	19~24
电压(kV)	50	15	15	50
电流(uA)	自动	自动	自动	自动
DT(%)	30	30	30	30

滤光片	无	无	2#	1#
测试时间 (s)	60	60	60	60
侧重分析元素	重元素	轻元素	S-K	Rh-Cd
平衡元素	使用 CHO 作为平衡量			

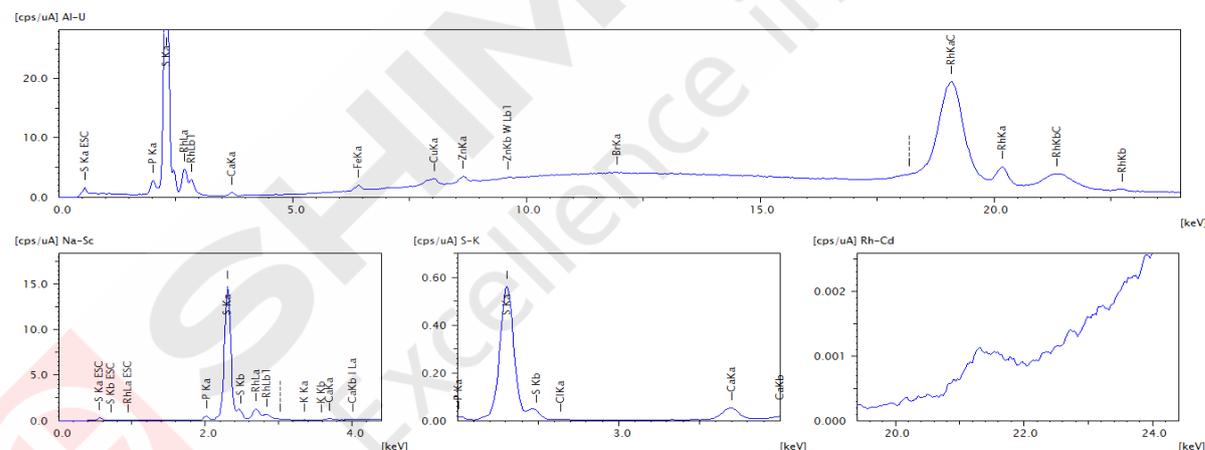
## 2. 结果与讨论

### 2.1 定性-半定量分析润滑油产品中含有的金属元素

通过简单快速的定性-半定量分析,就可知道润滑油产品中含有哪些金属元素。如定性-半定量分析某油品结果如下:

分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度
S	4.467 %	[ 0.043]	定量-FP	S Ka	2.7912
P	0.140 %	[ 0.006]	定量-FP	P Ka	0.3880
Ca	0.041 %	[ 0.001]	定量-FP	CaKa	0.9806
Cu	0.009 %	[ 0.000]	定量-FP	CuKa	11.1856
Fe	0.009 %	[ 0.000]	定量-FP	FeKa	5.6605
Zn	0.004 %	[ 0.000]	定量-FP	ZnKa	6.4372
Br	0.002 %	[ 0.000]	定量-FP	BrKa	4.4312

谱图如下:

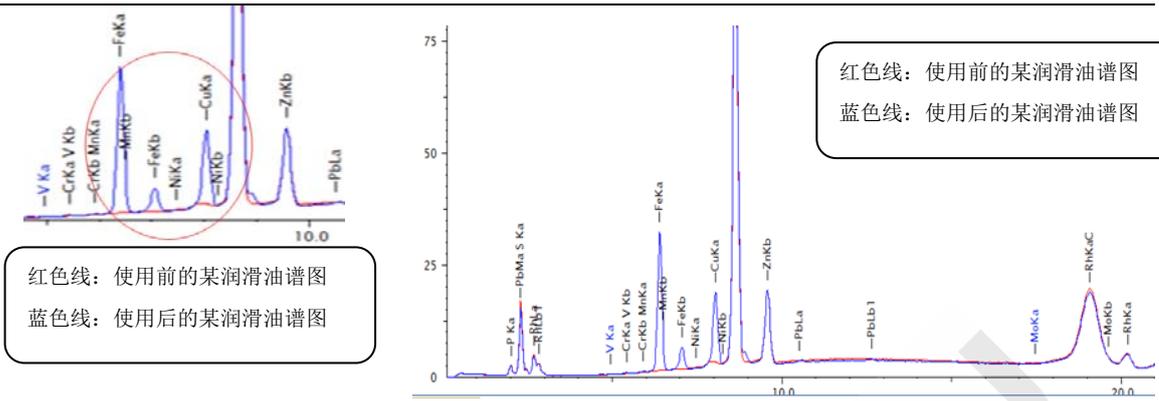


### 2.2 定性-半定量分析润滑油产品使用前金属元素的变化

通过对使用润滑油前后对照测试,就可知道润滑油在使用前后要关注的金属元素变化情况。如定性-半定量分析某润滑油使用前后的情况变化如下表:

使用前某润滑油		使用后某润滑油	
分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算
S	2.746 %	[ 0.025]	定量-FP
P	0.100 %	[ 0.004]	定量-FP
Cu	0.004 %	[ 0.000]	定量-FP
Zn	0.372 %	[ 0.001]	定量-FP
Fe	0.166 %	[ 0.001]	定量-FP
Pb	0.006 %	[ 0.001]	定量-FP
Ca	0.004 %	[ 0.001]	定量-FP
Cr	0.003 %	[ 0.000]	定量-FP
Mn	0.002 %	[ 0.000]	定量-FP

谱图叠加



### 3. 结论

通过前后对照测试，可以明确地分析出某润滑油在使用后Fe/Cu/Pb等元素含量比使用前明显升高，依据升高的多少可以判断机械设备的磨损程度，以及判断润滑油更换的必要性。



SHIMADZU  
Excellence in Science



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

## ⊕ 岛津企业管理 ( 中国 ) 有限公司 / 岛津 ( 香港 ) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

### 北京

北京市朝阳区朝外大街 16 号中国人寿大厦 14F  
 邮政编码: 100020  
 电话: (010) 8525-2310/2312  
 传真: (010) 8525-2326/2329

### 上海

上海市淮海西路 570 号红坊 E 楼  
 邮政编码: 200052  
 电话: (021) 2201-3888  
 传真: (021) 2201-3555

### 沈阳

辽宁省沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层  
 邮政编码: 110001  
 电话: (024) 2383-6735  
 传真: (024) 2383-6378

### 四川

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞创意成都B座12层  
 邮政编码: 610015  
 电话: (028) 8619-8421/8422  
 传真: (028) 8619-8420

### 武汉

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦1座41层4116室  
 邮政编码: 430022  
 电话: (027) 8555-7910  
 传真: (027) 8555-7920

### 广州

广州市流花路109号之9达宝广场7楼  
 邮政编码: 510010  
 电话: (020) 8710-8603  
 传真: (020) 8710-8698

### 西安

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座  
 邮政编码: 710065  
 电话: (029) 8838-6016  
 传真: (029) 8838-6497

### 乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座  
 邮政编码: 830000  
 电话: (0991) 230-6271/6272  
 传真: (0991) 230-6273

### 昆明

昆明市青年路 432 号天恒大酒店 908 室  
 邮政编码: 650021  
 电话: (0871) 315-2987  
 传真: (0871) 315-2991

### 南京

南京市中山南路 49 号商茂世纪广场 23 层 A1 座  
 邮政编码: 210005  
 电话: (025) 8689-0278  
 传真: (025) 8689-0237

### 重庆

重庆市渝中区青年路 38 号重庆国贸中心 1702 室  
 邮政编码: 400010  
 电话: (023) 6380-6057/6058  
 传真: (023) 6380-6551

### 深圳

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号  
 邮政编码: 518040  
 电话: (0755) 8340-2852  
 传真: (0755) 8389-3100

### 河南

郑州市郑东新区金水东路21号永和广场A区14层1405、1406室  
 邮政编码: 450046  
 电话: (0371) 8663-2981/2983  
 传真: (0371) 8663-2982

### 香港

Suite 1028, Ocean Centre, Harbour City.  
 Tsim Sha tsui, Kowloon, Hong-Kong  
 电话: (00852) 2375-4979  
 传真: (00852) 2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439  
 400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准  
 样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过ISO质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知