

傅立叶变换红外光谱法分析基于 ASTM E2412 标准的润滑油劣化

润滑油由基础油和添加剂组成，用于机器内部的润滑、冷却和防锈等。例如，机油作为发动机的润滑油，是发动机正常运转不可或缺的要素。发动机内部各部件高速运转，此时会产生金属磨损和卡死（气缸或活塞受损的现象）。为了减轻这些问题，需要用润滑油润滑内部。另外，由于发动机内的燃烧和旋转会产生各种脏污（污垢、燃烧废物），导致发动机性能和寿命的降低。润滑油还承担着吸附和分散脏污的作用。

润滑油会由于氧化、添加剂的消耗和脏污的沉积等而劣化。润滑油的劣化会导致发动机寿命降低或故障，因此有必要了解其劣化并在适当的时间进行更换。图 1 显示了发动机内部润滑油劣化的典型原因。

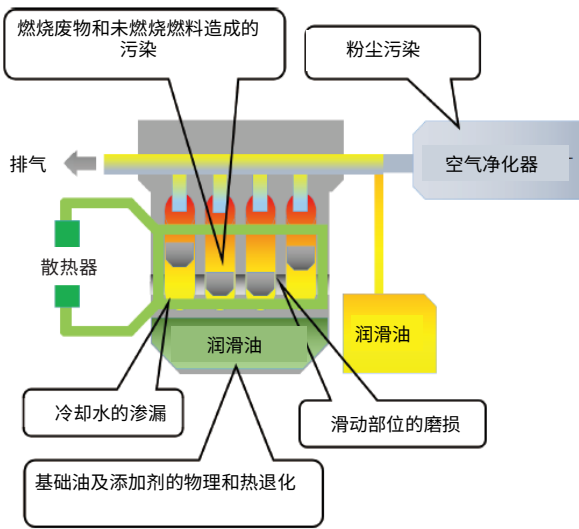


图 1 发动机内部润滑油劣化的典型原因

ASTM 标准规定了根据各种参数评估润滑油的方法，需要根据各个评估项目和测定对象选择合适的分析仪。表 1 列出了 ASTM 标准规定的傅立叶变换红外光谱仪（FTIR）、气相色谱仪（GC）和 ICP 发射光谱仪（ICP-AES）得出的润滑油评估项目和测定对象一览。

FTIR 可以评估润滑油的氧化、硝化、硫化等化学变化，以及水分、煤烟等造成的污染。ASTM E2412 对这些方法进行了规定。

本文参考 ASTM E2412，采用 FTIR 透射光谱法对新型汽车发动机润滑油及其使用后的劣化情况进行了评价。

表 1 润滑油的评估项目和测定对象一览

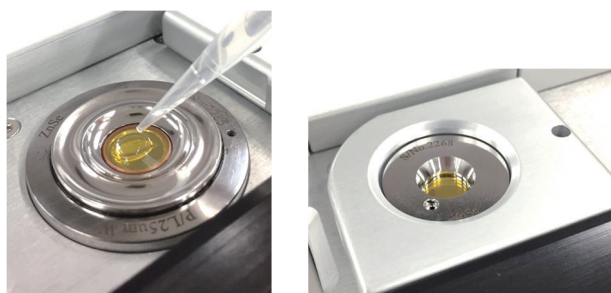
评估项目和测定对象		分析设备	ASTM	
劣化	氧化	FTIR	E2412	
	硝化			
	硫化			
污染	水分	FTIR	E2412	
	煤烟			
	汽油	GC	D3525 D7593	
		FTIR	E2412	
	柴油	GC	D3524 D7593	
		FTIR	E2412	
	冷却液 (B, Na, K)	ICP-AES	D5185	
			FTIR	E2412
		防冻剂 (Na)	ICP-AES	D5185
密封材料 (Si)				
磨损	金属 (Al, Fe, Cu, Cr, Ni, Zn 等)	ICP-AES	D5185	
	添加剂	抗氧化剂 (Zn, Cu, B)	ICP-AES	D4951
防磨剂 (B, Cu, K, S, Zn 等)		FTIR	E2412	
		ICP-AES	D4951	
表面活性剂 (Ba, Mg, Ca 等)		ICP-AES	D4951	
防腐剂 (Ba, Zn)				
防锈剂 (K, Ba)				
润滑剂 (Mo)				

测定条件和测定样品

使用 Specac 公司水平型红外液体透射附件 Pearl™（如图 2 所示）进行透射法测试。Pearl™ 是一种液体池配件，可以保持液体样品水平放置，不易产生气泡，比普通液体池更易清洁和使用。样品的放置如图 3 所示，只需在液体样品滴下后盖上窗口，非常简单。表 2 显示了测定条件，表 3 显示了使用过的润滑剂 A 和 B 的详细信息。为了进行比较，还测定了新的润滑油 A 和 B。



图 2 水平型红外液体透射附件 Pearl™



滴下液体样品

从上方盖住窗口

图 3 样品的放置步骤

表 2 测定条件

装置	傅立叶变换红外光谱仪 IRSpirit™-T (KBr 窗片) 水平型红外液体透射附件 Pearl™ (光程 100μm)
分辨率	4 cm ⁻¹
扫描次数	40
切趾函数	Happ-Genzel
检测器	DLATGS

表 3 已使用的润滑油详细信息

汽车发动机润滑油	
A	B
粘度: 10W-60 ¹	粘度: 0W-20 ¹
行驶距离: 3000 km	行驶距离: 5000 km
使用时间: 3 个月	使用时间: 1 年
使用条件: 使用高转速	使用条件: 正常城镇乘用

*1 SAE (美国汽车工程师学会) 分类符号。前半部分的 10W 表示可以在零下 25 度, 0W 表示可以在零下 35 度以上使用。后半部分的 60、20 表示高温时 (100 °C) 的粘性。

劣化评估的结果

图 4(a)(b) 显示了新旧润滑油 A、B 的红外光谱

IRSpirit 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。
Pearl 是 Specac Limited 的商标。

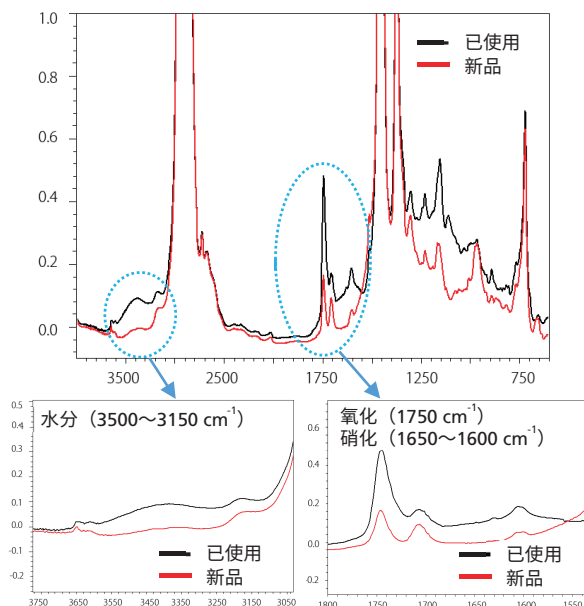


图 4(a) 新旧润滑油 A 的红外光谱

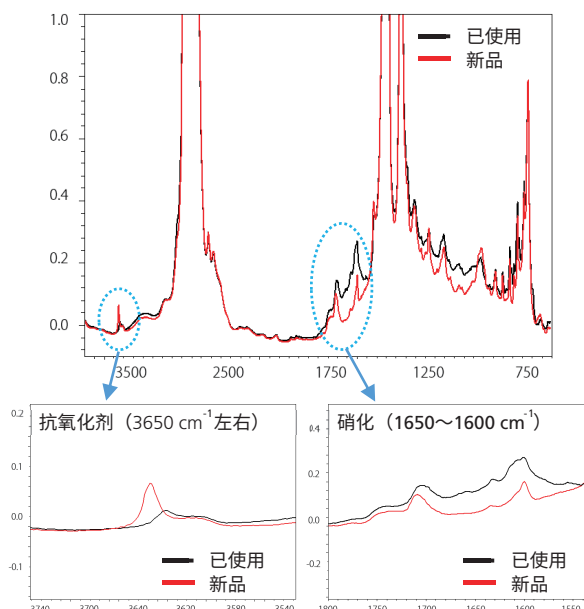


图 4(b) 新旧润滑油 B 的红外光谱

根据图 4 (a) 可以确认, 除水分引起的污染以外, 润滑油 A 还会因氧化和硝化引起劣化。而根据图 4(b) 可以确认, 润滑油 B 中作为添加剂的抗氧化剂的减少和硝化引起的劣化。在 1800 到 1670 m⁻¹ 之间没有观察到氧化引起的光谱变化, 可以推测这是抗氧化剂的作用。

结论

通过 FTIR 进行润滑油劣化评估, 简便可行, 无需进行样品预处理。而且, 水平型液体红外透射附件 Pearl™ 比常规液体池更易清洁、工作效率更高。此外, Pearl™ 可以保持精确的光程长度, 从而在基于 ASTM E2412 的测定中获取重现性高的数据。

岛津应用云



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>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2019 年 10 月