

特点描述

- ◆ 通过有机溶剂稀释可准确分析润滑油中的金属元素。
- ◆ 耐溶剂蠕动泵管可实现内标元素的在线添加，即使是有机溶剂分析也无需人工添加。

■ 引言

为使润滑油具备多种功能特性，会在其中添加有机金属化合物。因此，监测这些添加剂的浓度保障质量控制的重要环节。此外，分析汽车和船舶用润滑油（机油）中的磨损金属和污染金属是评估发动机状态的关键方法。传统上，这些分析采用 ASTM D4951-14¹⁾ 和 ASTM D5185-18²⁾ 中概述的 ICP 光学发射光谱法 (ICP-OES)。但对于 ICP-OES 难以检测的痕量金属元素分析，灵敏度更高的 ICP 质谱法 (ICP-MS) 更为适用。

在本应用报告中，采用有机溶剂稀释润滑油，并通过 ICP-MS 2050 分析了润滑油中的添加剂和痕量元素。为验证分析结果的准确性，还评估了加标回收率。

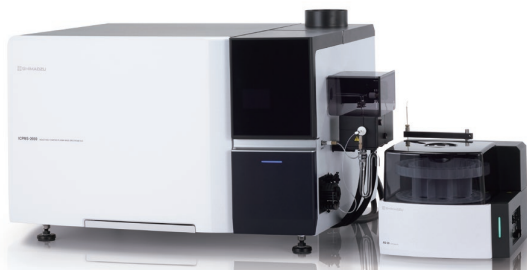


图 1 ICPMS-2050 与 AS-20

■ 样品与试剂

• 样品

使用市售汽车发动机油（矿物油）。

• 稀释剂

使用 PremiSolv (CONOSTAN) 作为稀释剂。

• 标准品试剂

采用油基混合标准溶液 S-21 及锂、磷、钾、钴、锑、铍、钇、钼、铋的单元素油基标准溶液 (CONOSTAN)，以及硫、钨的单元素油基标准溶液 (LGC Standards)。

■ 样品与标准品制备

• 样品制备（痕量元素分析）

将样品用 PremiSolv 按 1:50 (w/w) 稀释，用于痕量元素分析。加标样品以相同方式制备，其中一份溶液含除硫外的痕量元素，另一份仅含硫元素。

• 样品制备（添加剂元素分析）

将样品用 PremiSolv 按 1:5000 (w/w) 稀释，制备添加剂元素分析用样品溶液。

• 校准标准品

将 S-21 与单元素标准溶液混合，用 PremiSolv 稀释，制备校准标准品。校准标准品中各元素浓度见表 1。

• 内标溶液

将铍、钨、钇、钼、铋的油基单元素标准溶液混合后用 PremiSolv 稀释。该内标溶液中铍与钨浓度为 1000 µg/kg，钇与钼为 100 µg/kg，铋为 20 µg/kg。

■ 仪器配置与分析条件

ICP-MS 配置见表 2。采用“有机溶剂进样系统”作为样品导入系统。通过使用铂采样锥，可最大限度减少有机溶剂长期接触对采样锥的损耗。同时，采用耐溶剂蠕动泵管可实现内标元素的在线添加，从而简化样品制备流程。

表 3 列出了分析条件。为防止有机溶剂中的碳在接口处析出，向四极杆结构有机溶剂炬管中通入了氦气（70%）与氧气（30%）的混合气体。为降低非光谱干扰（如润滑油中高浓度添加剂元素产生的电离干扰）的影响，实验中通入了稀释气体。润滑油的分析条件可直接从 LabSolutions™ ICPMS (2.10 及更高版本) 预设方法中调用，无需复杂的条件调试。

表 1 校准标准品中分析物浓度

元素	校准标准品 (µg/kg)						
	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Li, Na, Al, K, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Cd, Sn, Sb, Pb	0	10	50	200			
B, Mg, Si, Ca, Zn, Mo	0		50	200			
P	0	1,000	5,000	20,000			
S	0				10,000	50,000	100,000

表 2 ICP-MS 仪器配置

仪器	: ICPMS-2050
雾化器	: 雾化器 DC04
雾室	: 旋流雾室
炬管	: 有机溶剂炬管
采样锥	: 铂
截取锥	: 镍锥
自动进样器	: AS-20 (有机溶剂冲洗站)
蠕动泵管	: 内径样品管为 0.76 mm ¹ 内径内标管为 0.38 mm ² (材质: Solva PVC)
内标元素	: 在线内标组件 (有机溶剂用) ³ (样品: 内标 ≈ 4:1)

I.D.: 内径

*1: P/N: S018-31558-61

*2: P/N: S018-31558-62

*3: P/N: S211-95010-42

表 3 分析条件

射频功率	: 1.60 kW			
取样深度	: 8.0 mm			
等离子气体流量	: 20.0 L/min			
辅助气体流量	: 0.50 L/min			
载气流量	: 0.40 L/min			
稀释气体流量	: 0.20 L/min			
Ar-O ₂ 混合气体流量	: 0.35 L/min			
腔室温度	: -5 °C			
泵转速	: 15 rpm(低速) / 45 rpm(高速)			
池条件	: 无气体	He	H ₂ -A	H ₂ -B
池气体流速	: -	He	H ₂	H ₂
池气体流量 (mL/min)	: -	6.0	7.0	7.0
池电压 (V)	: -	-35	-30	-20
能量过滤器 (V)	: -	7.0	7.0	7.0

■ 检出限

仪器检出限 (IDL) 如表 4 所示。仪器检出限的计算方式为: 相校准空白样品 (STD0) 三倍标准偏差 (σ) 对应的浓度。

■ 定量分析与加标回收率

采用表 1 所示校准标准品对机油中的痕量金属元素进行定量分析。通过乘以稀释倍数 (痕量元素: 49.89 倍, 添加剂元素: 4960 倍), 将定量结果换算为机油中的实际浓度。此外, 为确认测量准确性, 还对加标回收率进行了评估。定量分析结果与加标回收率数据见表 5。

获得了 88% 至 116% 的良好回收率, 证实源自添加剂元素的无机基质影响已充分降至最低。这些结果表明, 仅通过有机溶剂稀释即可准确分析机油中的痕量金属元素。

■ 结论

在本应用报告中, 采用配备有机溶剂进样系统的 ICPMS-2050 对润滑油中的金属元素进行了分析。实验获得了良好的加标回收率, 证实仅通过有机溶剂稀释这一简单样品前处理步骤, 即可准确定量润滑油中的痕量金属元素。由于无需进行酸分解等复杂步骤即可完成分析, 降低了样品前处理过程中分析物挥发或污染的风险。同时, 采用耐溶剂蠕动泵管可实现内标元素的在线添加, 进一步缩短了样品前处理时间。

分析条件可从预设方法中直接调用, 无需考虑有机溶剂的复杂分析条件。

表 4 检出限 (DL)

元素	池条件	内标	IDLs ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
⁷ Li	No Gas	⁹ Be	0.1
¹⁰ B	No Gas	⁹ Be	0.4
²³ Na	No Gas	⁴⁵ Sc	0.7
²⁴ Mg	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	1
²⁷ Al	He	⁴⁵ Sc	0.6
²⁸ Si	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	4
³¹ P	He	⁴⁵ Sc	40
³⁴ S	H ₂ -B	⁴⁵ Sc	1,000
³⁹ K	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	0.8
⁴⁴ Ca	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	2
⁴⁹ Ti	He	⁴⁵ Sc	0.9
⁵¹ V	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	0.03
⁵² Cr	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	0.03
⁵⁵ Mn	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	0.04
⁵⁶ Fe	H ₂ -A	⁴⁵ Sc	0.2
⁵⁹ Co	He	⁴⁵ Sc	0.03
⁶⁰ Ni	He	⁴⁵ Sc	0.3
⁶³ Cu*	He	⁴⁵ Sc	0.2
⁶⁶ Zn	He	⁴⁵ Sc	0.7
⁹⁵ Mo	He	⁸⁹ Y	0.03
¹¹¹ Cd	H ₂ -B	¹¹⁵ In	0.05
¹¹⁸ Sn	He	¹¹⁵ In	0.06
¹²¹ Sb	He	¹¹⁵ In	0.02
¹³⁸ Ba	He	¹¹⁵ In	0.03
²⁰⁸ Pb	He	²⁰⁹ Bi	0.05

仪器检出限 (IDL): 3σ (STD0 的标准偏差) \times 校准曲线斜率

*: 当锌含量较高时, 铜可能受到锌峰拖尾影响。为避免峰拖尾, 铜采用标准分辨率两倍的高分辨率模式进行测定。

< 参考文献 >

- 1) ASTM D4951-14 《通过电感耦合等离子体原子发射光谱法测定润滑油中添加剂元素的标准试验方法》
- 2) ASTM D5185-18 《通过电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 测定在用和未使用润滑油及基础油中多元素含量的标准试验方法》

< 相关应用 >

1. 使用 ICP-MS 测定石油馏分中的元素杂质 ~ASTM D8110-17~ 应用报告编号 01-00922A
2. 根据 ASTM D4951 分析润滑油中的添加剂元素: ICPE-9820 [应用指南编号 J111A](#)
3. 根据 ASTM D5185 分析在用润滑油中的添加剂元素、磨损金属及污染物: ICPE-9820 [应用指南编号 J114A](#)

表 5 润滑油中元素定量结果及加标回收率

	元素	IDLs (µg/kg)	加标浓度 (µg/kg)	未加标样品 (µg/kg)	加标样品 (µg/kg)	加标回收率 (%)	加标回收率 (%)
痕量元素 + 磷、硫 (50 倍稀释样品分析)	⁷ Li	0.1	50	1.3	55.8	109	0.65
	²³ Na	0.7	50	23.8	71.7	96	1.19
	²⁷ Al	0.6	50	12.7	64.3	103	0.634
	²⁸ Si	4	50	110	168	116	5.49
	³¹ P	40	5,000	3,770	9,480	114	188
	³⁴ S	1,000	50,000	53,800	106,000	104	2,680
	³⁹ K	0.8	50	10.2	62.6	105	0.509
	⁴⁹ Ti	0.9	50	N.D.	50.6	101	N.D.
	⁵¹ V	0.03	50	0.60	47.0	93	0.030
	⁵² Cr	0.03	50	0.33	44.3	88	0.017
	⁵⁵ Mn	0.04	50	5.15	56.6	103	0.257
	⁵⁶ Fe	0.2	50	22.0	71.4	99	1.10
	⁵⁹ Co	0.03	50	0.05	49.0	98	0.003
	⁶⁰ Ni	0.3	50	1.5	51.6	100	0.075
	⁶³ Cu	0.2	50	0.3	47.9	95	0.02
	¹¹¹ Cd	0.05	50	0.09	53.9	108	0.005
	¹¹⁸ Sn	0.06	50	0.24	52.6	105	0.012
	¹²¹ Sb	0.02	50	0.27	53.5	106	0.014
¹³⁸ Ba	0.03	50	0.24	50.5	101	0.012	
²⁰⁸ Pb	0.05	50	0.59	50.8	100	0.029	
浓缩元素 (5000 倍稀释样品分析)	¹⁰ B	0.4		38.9			193
	²⁴ Mg	1		68.5			340
	⁴⁴ Ca	2		199			987
	⁶⁶ Zn	0.7		144			714
	⁹⁵ Mo	0.03		43.5			216

N.D.: 未检出

加标回收率 (%) : (加标样品 - 未加标样品) / 加标浓度 × 100

岛津应用云



LabSolutions 是岛津制作所或其附属公司在日本和 / 或其他国家 / 地区的商标。



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: 2025 年 8 月

> 请填写调查问卷

相关产品 部分产品可能已更新至新型号。



> ICPMS-2040系列/
ICPMS-2050系列
电感耦合等离子体质谱仪



> LabSolutions™
ICPMS Ver.2

相关解决方案

> 烃加工工业
(石油化工, 中国)

> 石油炼制

> 汽车行业

> 价格咨询

> 产品咨询

> 技术服务
/支持咨询

> 其他咨询