

电感耦合等离子体发射光谱

作者

Lee Brady¹
 Ethan Lightle²
 Thomas DeVenney²
 Verne Tudeen²
 John Ludeman²

¹ PerkinElmer, Inc.
 Downers Grove, IL USA

² S•O•Ssm Services Laboratory
 Caterpillar, Inc.
 Peoria, IL USA



OilPrep™ 8油稀释设备： 高效率样品制备技术 用于磨损金属分析



OilPrep 8 Oil Diluter

简介

润滑油中磨损金属的分析可以为大规模使用润滑油的行业如：石油和天然气勘探，重型设备操作，采矿和木材工业，航空航天和环保检验机构等，提供显著的成本节约。在这些行业中，润滑油测试的重点在三个关键领域：磨损金属（表明机械零件的劣化，添加剂金属（金属添加剂的添加可增强润滑），和污染物金属（由污垢或冷却液产生的外来金属）。磨损金属分析成功地应用于这些方面，可延长更换液体的寿命，最大限度地减少意外操作时间，确定零件损坏或即将发生的故障，还可以减少环境废物的产生。为满足需要，提高磨损金属分析程序的分析能力，珀金埃尔默公司提供了一个新的高效OilPrep 8 油稀释设备，装有超声波液位检测器（专利申请中）和8个吸头的Varispan™移液臂，可选择快速“即时”重新格式化并在不同大小的容器中稀释样品。OilPrep 8是一个专用的油稀释

设备，提供完全自动化的分析，如ICP（电感耦合等离子体发射光谱）的样品制备。自动化的样品制备与卡特彼勒公司S•O•SSM（预定石油服务）计划，军事JOAP（联合石油分析程序）和ASTM®（美国测试和材料协会）的方法，如油筛查方案是兼容的。本篇应用说明介绍了oilprep 8油稀释设备的液体处理性能。分析结果经石油样品和认证双盲的参考标准样进行了确定。

个案研究1：吸液性能测试

材料和方法：

选择煤油溶剂（试剂级，Sigma-Aldrich®公司）和两个市售30W和90W油代表目前的测试实验室中的机油粘度范围。这些液体的相对密度的测定采用手动制备的标准曲线（重量与体积）。使用OilPrep8油稀释器，带有的8吸头的Varispan移液臂，VersaTip™选项，和1毫升的一次性吸头（珀金埃尔默），移取300微升 - 900微升油样到立式的1.5 ml离心管中（爱思进生物科技®）。煤油是一种常见的用于ICP磨损金属分析的油样品溶剂。煤油样品使用珀金埃尔默特氟涂层Versa吸头被吸入到17毫米小瓶(VWR®)中。将使用仪器分配后的每管重量都进行测量。重量和体积的结果与之前手工稀释做出的密度曲线比较从而得以验证。将分配体积和要求的体积数据绘制成图。

结果与讨论：

移液油样品自动化制备目前存在着几个挑战性问題。是否具备准确移取润滑剂样品的能力可直接影响后续的工作以及所有磨损金属筛选程序的最终成效。之前的液体检测方法受到非极性样品，粘度，颜色，密度，或室温照明等因素的限制，而液位传感可最大限度地减少枪头淹没深度，减少样品粘附针尖外观，从而提高移取样品的精度，消除样品与样品之间的转移影响。在OilPrep8油稀释装置中使用了非接触式超声波液位检测（专利申请中），克服了这些挑战性问題。WinPREP®软件的液体处理性能文件可定制移液参数。使用定制设置WinPREP可以定制多个性能文件库如移液速度，斜坡，偏移，延迟时间，和空气间隙来优化仪器的性能。在OilPrep 8油稀释装置中，性能文件可处理各种粘度范围，颗粒大小和密度。为了证明它结合使用超声波液位和性能优化文件的能力，吸取了超出一定范围体积的溶剂油和煤油，油和煤油吸取测量精度均在4%以内或更低要求的范围内。（图1）。

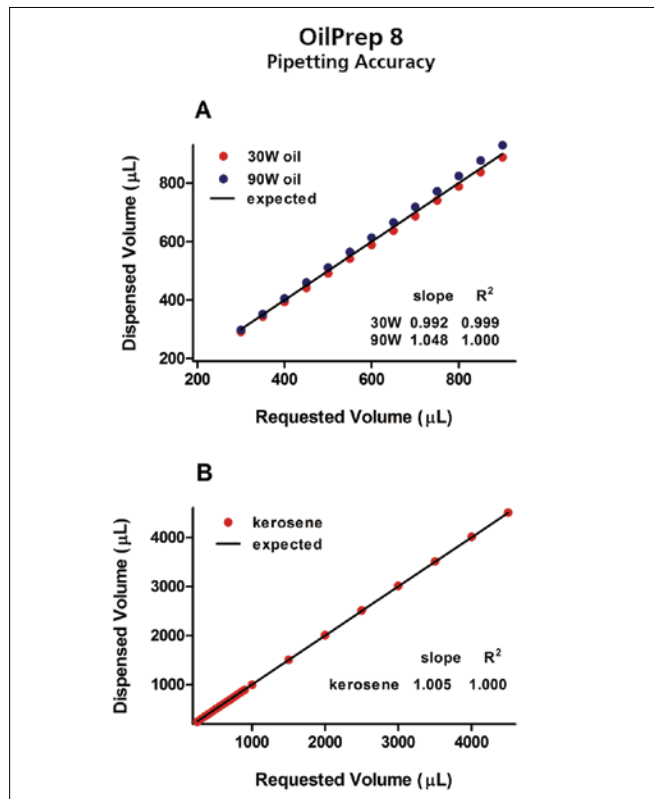


图1. OilPrep 8油稀释装置移取油 (A) 和煤油溶剂 (B) 的移液性能。

数据代表使用1毫升一次性吸头（吸取油样），或固定吸头（吸取煤油，珀金埃尔默Versa吸头），与优化的WinPREP软件性能文件时，移液器在整个移取范围内的精度。

个案研究2：ICP分析磨损金属 - 双盲标准

材料和方法：

使用市售磨损金属的性能测试项目（WM -PTP）双盲标准（VHG Labs® 公司）来验证已完成的耐磨金属样品制备（油胶，随后用溶剂稀释）。使用OilPrep 8油稀释装置和优化的性能文件以及1毫升一次性吸头将标准稀释十倍，一式三份。重复样品用手动稀释作为仪器稀释的比较。稀释样品使用电感耦合等离子体发射光谱进行了评估，采用的是珀金埃尔默的Optima™4300V ICP-OES。由此产生的数据被绘制成图，为每百万分之一（ppm）包含在稀释标准内的个别金属类型。数据由Peoria, IL.卡特彼勒的S•O•SSM 服务实验室友情提供。

结果与讨论：

WM-PTP为分析实验室设计提供了一种方法，即：在对认证的参考材料测量分析时监测其分析性能的方法^[1]。WM-PTP的参考标准是包含了已知元素成分及其精确浓度的油样。这些参考标准系列的制备都是使用

OilPrep 8油稀释装置制备的。ICP-OES分析结果均落在可接受的范围内，稀释VHG PTP的参考标准可接受的准确度范围是：在浓度>20 ppm时为±10%，在浓度<10 ppm时为标准值±1 ppm。结果表明手动稀释标准样品在浓度大于10ppm时，其准确度在5%以内（图2）。

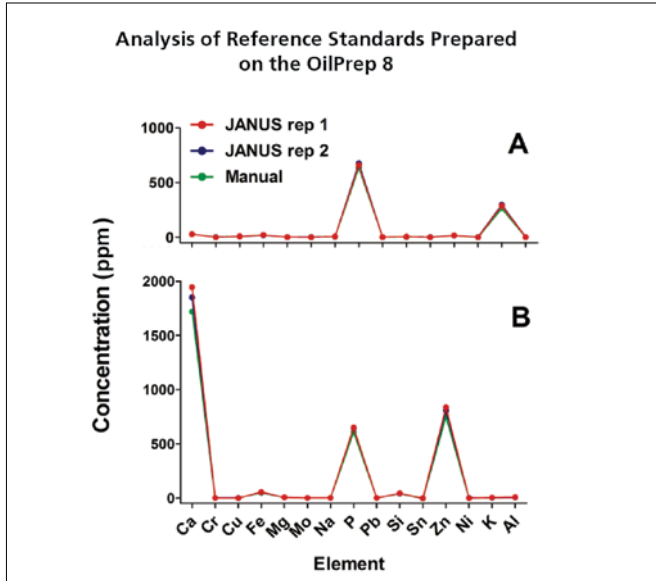


图2. 全自动OilPrep 8油稀释装置处理后的样品经ICP进行磨损金属分析的结果图。
VHG PTP双盲标准手动制备和OilPrep 8油稀释装置制备后，由珀金埃尔默Optima 4300V ICP-OES分析，两个代表性数据 (A和B表示) 设定如图所示。

个案研究3：ICP分析磨损金属 - 油样

材料和方法：

使用24个未知油样对吸液性能的重复性进行了检测。使用Optima 4300V ICP-OES对15种磨损金属（铬，铜，铁，钾，镁，钠，钼，镍，铅，磷，硅，锡，铝，钙，和锌）进行了鉴别和浓度测定。分别运行了两次，并进行浓度（ppm）曲线的绘制。进行了线性回归分析来评价其重复性。数据由皮奥里亚，IL.卡特彼勒的S•O•SSM服务实验室友情提供。

结果与讨论

为证明自动油样制备装置的实用性，将使用的油样提交到皮奥里亚，IL.卡特彼勒的S•O•SSM 服务实验室，使用OilPrep 8油稀释装置进行处理，分析其中的磨损金属元素的浓度。重复运行样品以及后续的分析，对重现性进行评估，每个样品的浓度都绘制成图，线性回归显示：重复运行具有良好的重现性（斜率=1.024， $R^2=0.997$ ，图3）。

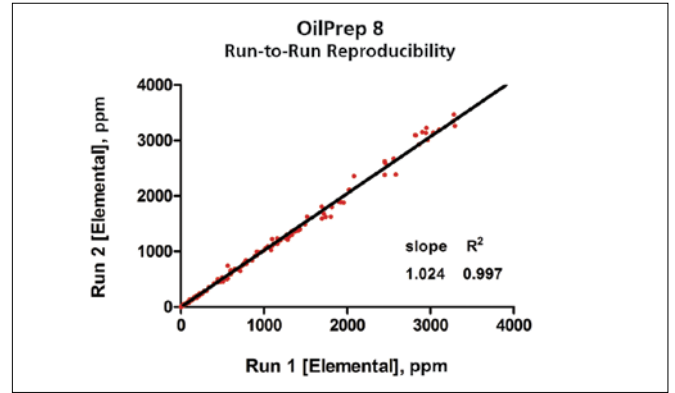


图3. 使用全自动油稀释器连续重复性运行油磨损金属，ICP-OES进行样品分析的结果图。
数据代表两次连续运行24个样品的15种磨损金属污染物的测定浓度 (ppm)

结论

自动化液体处理的持续进步，包括整合分析仪器的能力，解决了高通量润滑油筛查程序不断增加的需求问题。这些方案的有效性需要实验室在最短时间为客户快速准确地完成大量样品的处理。样品检测的自动化提供了一个高度可靠和可重复性的方法，以减少检测时间和劳动力成本。

- 使用OilPrep8油稀释装置有效制备的样品，用于电感耦合等离子体发射光谱（ICP-AES）分析。结果表明与手动稀释制备的样品测定结果相同。
- 利用超声波液位检测，OilPrep8油稀释装置已被证明可准确用于各种粘度的油样和溶剂。它结合了移液功能，液位检测引入了可控接触吸液能力（在液面移取液体），可以适应不同来源的样品取液体积的变化。
- 油稀释装置在进行油样分配处理时具有优越的运行重复性，使用一次性吸头选项，消除了转移和吸头清洗时间的浪费，显示出高度的液体处理的准确性和精度。

参考文献

1. Instruction Manual: Wear Metals Performance Testing Program (WM-PTP) Featuring Real-Time On-Line Result Evaluation. VHG Labs, Inc. Manchester, NH.



图4. OilPrep8油稀释装置, 配有8吸头的Varispan移液臂和1毫升的一次性吸头。

一种耐化学腐蚀的流体路径可容纳多达八个独立的系统, 并允许在一个自动化平台上进行多个检测。定制支架, 灵活的板块布局, 和可选的板块尺寸(小, 标准, 和可扩大板块)提供模块化以适应独特的实验方案和容器格式。这里显示的是: 广口样品瓶和17毫米ICP-OES目标小瓶。

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器(上海)有限公司
地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号
邮编: 201203
电话: 800 820 5046 或 021-38769510
传真: 021-50791316
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。