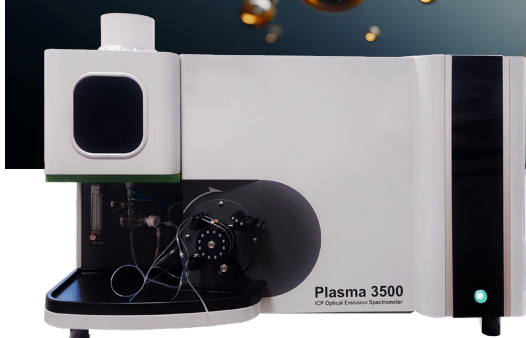


## ОПТИКО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ (ИСП-ОЭС)



*Оптико-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Plasma 3500.*

### Пример применения: Элементный анализ машинных масел на ИСП-ОЭС спектрометре Plasma 3500

*Лариса Симбирятина, Андрей Киселев, ООО «Шелтек Групп».*

#### Введение

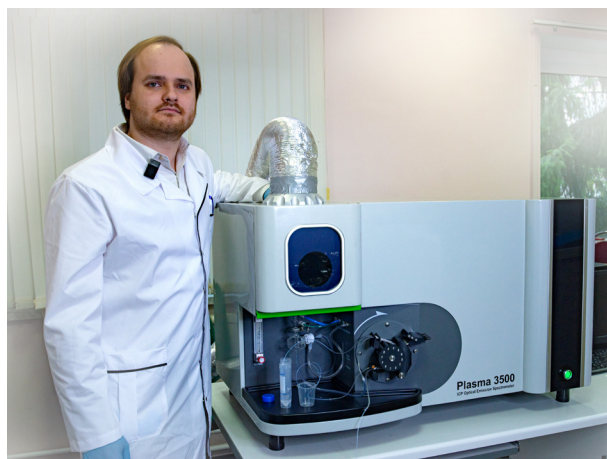
Во всем мире тяжелая техника используется в строительстве, горнодобывающей промышленности и во многих других областях. По мере увеличения масштабов операций увеличиваются также размер, сложность и стоимость оборудования, что означает, что различные поломки сильно сказываются как на цене ремонта оборудования, так и на прибыли. Поэтому профилактическое обслуживание имеет первостепенное значение.

Смазочные материалы являются одними из ключевых жидкостей для контроля состояния оборудования, особенно масло, используемое в двигателях. Контролируя концентрацию элементов в масле или других смазочных материалах (гидравлика, трансмиссия, передача), можно определить состояние этой подсистемы. Увеличение концентрации основных металлов износа указывает на необходимость технического обслуживания.

В связи с тем, что анализ масла в качестве диагностики для технического обслуживания двигателя является достаточно распространенным явлением, ASTM разработал метод, специально предназначенный для этого анализа - D5185<sup>1</sup>.

Представленная работа демонстрирует возможности атомно-эмиссионного спектрометра Plasma 3500 анализировать образцы различных машинных масел, свежих и отработанных, в соответствии с методом **ASTM D5185**.

При мониторинге металлов износа в маслах типичные концентрации, которые служат для диагностики, обычно превышают 1 ppm, что делает оптическую эмиссионную спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) предпочтительным аналитическим методом (как указано в D5185) из-за его скорости, толерантности к матрице и способности легко и точно измерить эти концентрации за одно измерение, из одного раствора.



*Спектрометр Plasma 3500 в демонстрационной лаборатории компании Шелтек Групп.*

ООО "Шелтек Групп"

Москва, Ленинский проспект, 38А

+7 (495) 935 8888

<http://scheltec.group>

[info@scheltec.ru](mailto:info@scheltec.ru)

[info@scheltec.group](mailto:info@scheltec.group)

## Экспериментальная часть

### Образцы и пробоподготовка

Образцы свежего и отработанного моторного масла отечественного производителя разбавили в 10 раз растворителем с добавлением в качестве внутреннего стандарта металлоорганического стандартного раствора кобальта в масле. Количественные измерения проводились по градуировочным кривым, построенным по трем градуировочным растворам с концентрациями 10, 50 и 90 ppm. Градуировочные растворы были приготовлены аналогично пробам разбавлением коммерческих стандартных растворов V-23 (100, 500 и 900 ppm) в 10 раз растворителем с добавлением внутреннего стандарта кобальта.

### Оборудование и условия измерения

Анализируемые элементы и рекомендованные методом D5185 длины волн приведены в таблице 2. Представленные длины волн, как было доказано за многие годы, не имеют значительных наложений в анализе масел при использовании спектрометра со спектральным разрешением не более 0.008 нм при 200 нм.

Спектральное разрешение спектрометра Plasma 3500 не более 0.007 нм, что гарантирует получение стабильных и точных результатов.

Измерения проводились в радиальном обзоре плазмы с использованием системы ввода органических проб.

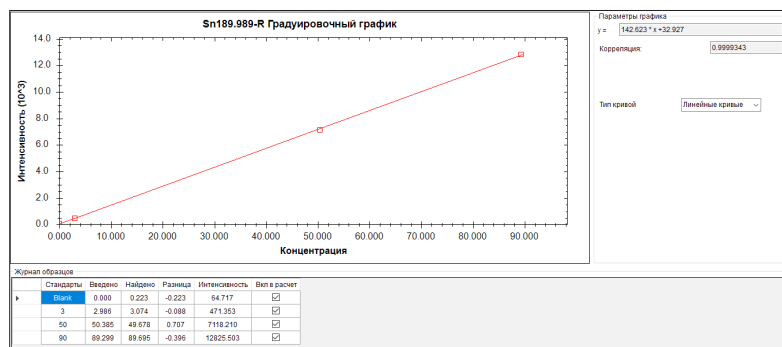
У спектрометра Plasma 3500 система ввода органических проб по умолчанию состоит из кварцевой горелки с кварцевым инжектором с внутренним диаметром 0.8 мм; стеклянной экранированной распылительной камеры циклонного типа; стеклянного концентрического распылителя тип «К». Однако, для анализа отработанных масел с большим количеством взвешенных частиц и размером более 75 мкм, рекомендуются распылители концентрического типа Conikal или Slurry, а также распылители типа Babbington.

Инструментальные параметры измерений можно уточнить у специалистов компании Шелтек Групп.

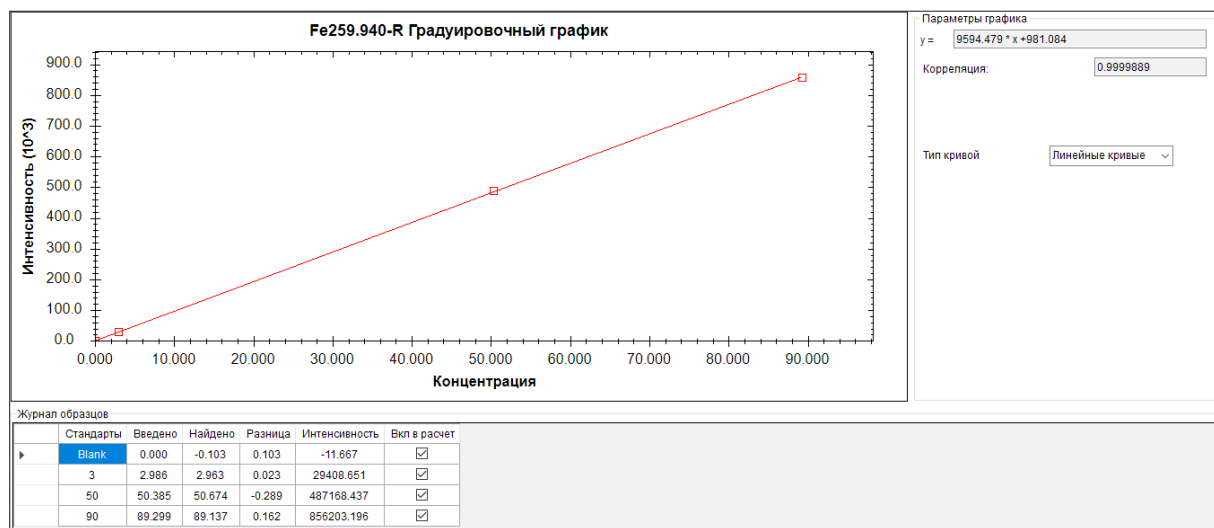
Ниже приведены градуировочные графики для некоторых элементов.

Элемент	Длина волны, нм
Ag	328.068
Al	394.401
B	249.677
Ba	232.527
Ca	315.887
Cd	228.802
Co (вн.ст.)	228.616
Cr	205.560
Cu	324.752
Fe	259.939
K	766.490
Mg	279.077
Mn	257.610
Mo	203.845
Na	588.995
Ni	232.003
P	214.914
Pb	220.353
Sb	217.582
Si	288.158
Sn	189.927
Ti	334.940
V	292.464
Zn	213.857

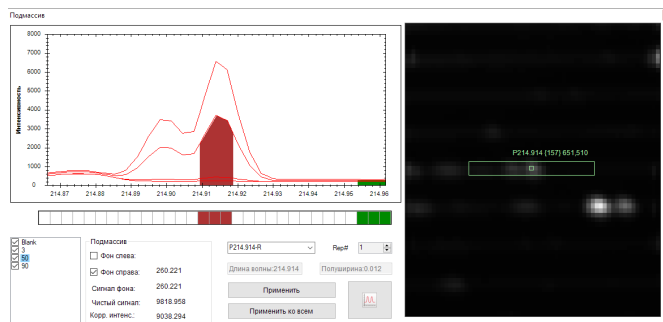
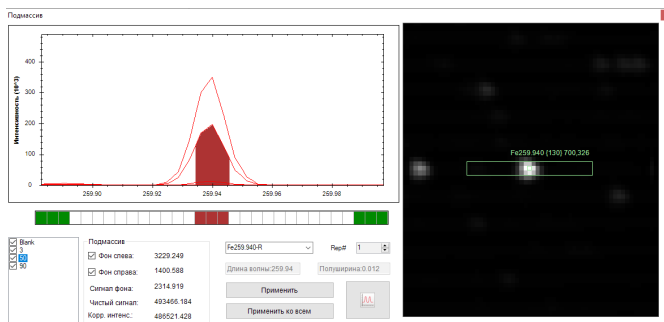
Таблица 1. Определяемые элементы и использованные длины волн.



Градуировочные графики для Sn и Fe.



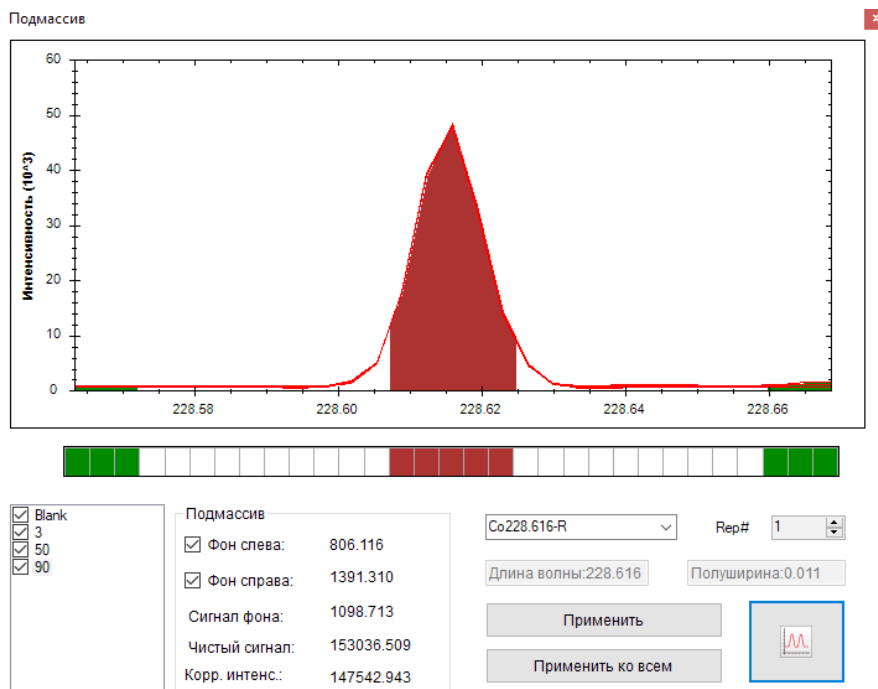
Ниже приведены спектры для некоторых элементов.



На спектре кобальта, который измерялся как внутренний стандарт, наглядно видно изменение его интенсивностей в градуировочных стандартах и проб масел в зависимости от вязкости анализируемого раствора.

Чем больше вязкость анализируемого раствора, тем меньше его попадает в систему ввода пробы и соответственно в плазму, тем меньше интенсивность определяемого элемента.

Использование внутренней стандартизации позволяет отслеживать изменение интенсивности элемента внутреннего стандарта и корректировать интенсивность других определяемых элементов и является обязательным условием анализа любых нефтепродуктов и органических матриц.



В программном обеспечении Plasma 3500 реализована функция измерения с внутренним стандартом. Все измерения и расчеты проходят автоматически. Достаточно выбрать элемент внутреннего стандарта и обозначить для измерения каких элементов его использовать.

Метод	Список образцов	Результаты
Условия	Элементы	Стандарты

Имя	Элемент	Линия	Тип	Внутренний стандарт	Мезаэиотный элемент	Обзор пл.
Al394.401	Al	394.401	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Mn257.610	Mn	257.610	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Fe238.204	Fe	238.204	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Fe259.940	Fe	259.940	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Co228.616	Co	228.616	Внутр. стандарт			Раднаты
Ni231.604	Ni	231.604	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Ni221.647	Ni	221.647	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Cu224.700	Cu	224.700	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Cu324.754	Cu	324.754	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Zn213.856	Zn	213.856	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Zn206.200	Zn	206.200	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Cr207.716	Cr	207.716	Определяемый	Co228.616		Раднаты
V202.402	V	202.402	Определяемый	Co228.616		Раднаты
Ag328.068	Ag	328.068	Определяемый	Co228.616		Раднаты
B249.773	B	249.773	Определяемый	Co228.616		Раднаты

Выбор	Элемент	Линия	Порядок	Статус	Приоритет	Отн. интенс.
<input checked="" type="checkbox"/>	Cu	327.396	103	I	1	3000000
<input type="checkbox"/>	Cu	324.754	104	I	2	5000000
<input type="checkbox"/>	Cu	213.598	159	III	3	200000
<input type="checkbox"/>	Cu	224.700	150	II	4	1000000
<input type="checkbox"/>	Cu	219.958	153	I	5	500000
<input type="checkbox"/>	Cu	199.970	168	III	6	125000
<input type="checkbox"/>	Cu	221.458	152	I	7	150000
<input type="checkbox"/>	Cu	206.116	114	I	8	15000

Также при выборе определяемых элементов программное обеспечение предлагает рекомендуемые длины волн этого элемента, показывает возможные спектральные наложения и позволяет выбрать длины волн свободные от спектральных наложений.

## Результаты и обсуждение

Результаты определения концентраций элементов в свежем и отработанном масле на спектрометре Plasma 3500, а также назначение элементов для присадок и индикация износа двигателей и механизмов приведены в таблице 2.

№ П/П	ЭЛЕМЕНТ	ДЛИНА ВОЛНЫ, НМ	КОНЦЕНТРАЦИЯ ОПРЕДЕЛЯЕМОГО ЭЛЕМЕНТА, PPM		НАЗНАЧЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ ДЛЯ ПРИСАДОК И ИНДИКАЦИЯ ИЗНОСА ДВИГАТЕЛЕЙ И МЕХАНИЗМОВ
			Свежее масло	Отработанное масло	
1	Ag	328.068	7,6	7,5	Подшипники цапфы в железнодорожных и автомобильных двигателях, покрытый серебром шлиц привода маслососа
2	Al	394.401	9,4	13,9	Износ поршня и подшипников; штанги толкателя, воздухоохладитель, корпуса насосов, масляные насосы, литой корпус редуктора, опочные отливки
3	B	249.677	19	43	Утечка охлаждающей жидкости в системе
4	Ba	232.527	1	2	-
5	Ca	315.887	2743	1636	Присадка, моющая
6	Cd	228.802	3,5	3,7	Износ подшипников
7	Cr	267.617	2,5	2,7	Износ кольца, утечка в системе охлаждения, хромированные детали в авиационных двигателях, гильзы цилиндра, уплотнительные кольца
8	Cu	324.752	8,3	11	Износ вкладышей подшипника, заслонки инжектора, внутренней трубы для хладоносителя, упорных шайб, направляющих клапанов, шатунов, поршневых колец, подшипников, втулок, сепараторов подшипников
9	Fe	259.939	2,9	32	Износ блока цилиндров, цилиндра, зубчатых передач, гильз цилиндра, направляющих клапанов, цапфы, колец, распределительного вала, масляного насоса, коленчатого вала, шариковых и роликовых подшипников, ржавчина
10	K	766.490	10	9,3	-
11	Mg	285.213	21	13	Присадка, моющая
12	Mn	257.610	1,9	2,4	-
13	Mo	202.030	65	37	Присадка, антифрикционная
14	Na	588.995	11	14	Присадка, противоизносная
15	Ni	221.647	2,1	2,7	Подшипники, клапаны, гальваническое покрытие шестерни
16	P	214.914	1057	664	Присадка, противоизносная
17	Pb	220.353	4,0	5,6	Подшипники, просачивание топлива, упорные подшипники, сепараторы подшипников, крышки подшипникового узла
18	Sb	217.582	6,0	6,0	Подшипники коленчатого и распределительного валов
19	Si	288.158	27	16	Проникновение грязи из неисправного воздухоочистителя, уплотнительные материалы
20	Sn	189.927	3,1	4,9	Подшипники и покрытия шатунов и железных поршней
21	Ti	334.940	-	-	Разнообразные компоненты из титановых сплавов в авиационных двигателях
22	V	292.402	2,3	5,3	-
23	Zn	213.857	1144	699	Присадка, противоизносная

Таблица 2. Результаты измерения.

Контроль качества результатов измерения проводили по стандартному раствору с концентрацией 10.54 ppm. Расхождение измеренных значений не превышало 5% отн., что удовлетворяет требованиям метода ASTM D5185. Метод ASTM D5185 охватывает экспресс-анализ 22 элементов в использованных и неиспользованных смазочных маслах, а также в базовых маслах, и обеспечивает быструю сортировку использованных масел по признакам износа. Время испытания составляет приблизительно несколько минут для каждого исследуемого образца, и пределы обнаружения для большинства элементов находится в низком мг/кг диапазоне.

## Выводы

Данная работа демонстрирует способность спектрометра Plasma 3500 анализировать образцы различных машинных масел, свежих и отработанных в соответствии с методом ASTM D5185.

## Список литературы

1. 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.