***﻿Сравнения между рентгенофлуоресцентной спектроскопией и ICP-OES для анализа металлов в маслах с использованием ASTM метода 5185***

***Введение***

ASTM метод 5185 это ICP-OES метод для определения присадочных материалов, износа металлов и загрязнителей в отработанных маслах также как определение выбранных элементов в маслах. Рентгенофлуоресцентная спектроскопия (XRF) также используется для определения элементов в маслах. В этом руководстве по использованию сравнивается производительность ICP-OES (ASTM методом 5185) с рентгенофлуоресцентной спектрометрией для 5 элементов (кальция, магния, фосфора, серы и цинка) которые обычно определяются при помощи рентгенофлуоресцентной спектрометрии. Анализ масел рентгенофлуоресцентной спектроскопией является быстрым , но ограниченным в диапазоне концентрации. ICP-OES имеет диапазон концентрации необходимый для определения примесей, износа металлов и загрязнений в маслах и может быстро определять 22 элемента предложенных в ASTM методе. Износ таких металлов как медь и железо может означать износ двигателя или отсека с маслом. Бор, кремний и натрий могут указывать на загрязнение от грязи или антифриза, что приводит к отказу. Присадочные материалы, такие как кальций, фосфор и цинк анализируются на предмет истощения, способствующего износу, поскольку эти элементы вносят вклад в определенные ключевых характеристик смазки. Программа звукового обслуживания, которая регулярно измеряет металлы в смазочных маслах, не только уменьшает затраты на рутинный демонтаж компонентов для визуального контроля, но также может указывать на неожиданный износ до сбоя компонента. Сегодня многие лаборатории, занимающиеся анализом масел, будут обрабатывать от 500 до 2000 образцов в день и анализировать от 15 до 21 элементов в одном образце. Эти клиенты заинтересованы в высокой пропускной способности образцов, низкой потребности в техобслуживании и надежной работой. Прибор Optima это симультанный ICP-OES оптимизированный для обеспечения высокоскоростного анализа образцов. Путем объединения сегментировано-детектируемого устройства с зарядовой связью и оптической системой эшелле Optima ICP-OES может измерять все ICP-элементы одновременно. Гибкость длины волны прибора Optima позволяет конечным пользователям легко добавлять новые элементы по мере изменения их программ для масел. Вот некоторые другие преимущества прибора Optima в анализе масел:

* Радиочастотный генератор с частотой 40 МГц, предназначенный для работы с органическими или водными растворами.
* Система внедрения органических образцов, которая обычно может работать неделями с небольшим накоплением углерода или вовсе без него.
* ICP распылитель разработан таким образом, что не загрязняется даже при работе с маслами, содержащими большое количество сажи.
* Умным ополаскиватель между образцами позволяет пользователям устанавливать время полоскания, основываясь на концентрации элемента, с целью минимизации излишка образца и максимизации его пропускной способности.

Понятно почему ICP-OES это надежная техника для лабораторий анализа масел.

***Модификации***

***-***

***Реагенты***

Калибровочный стандарт для кальция, магния, фосфора, цинка и кобальта был сделан при использовании стандартов Коностана (Понка Сити, Оклахома). Стандарт для серы был создан из стандартов, полученных от SCP Science (Квебек, Канада).

Разбавитель используемый во всех случаях был смесью 80% керосина и 20% ксилола (Питтсбург, Филадельфия).

***Подготовка образца***

Все образцы, стандарты и элементы управления были разбавлены смесью керосина и ксилола (80/20) перед измерением. 9.9 мл. смеси керосина и ксилола (80/20) было добавлено к 1 г. образца, стандарта и элемента управления а затем vortex-mixed.

Кобальт, добавленный в растворитель (смесь керосина и ксилола), был использован как внутренний стандарт для корректировки исправления не спектральных помех, влияющих на все аналиты. Приблизительно 100 ppm кобальта было использовано для обеспечения как минимум 100.000 отсчетов.

***Метод***

Параметры прибора для измерения кальция, магния, фосфора, серы и цинка перечислены в Таблице 1. Кобальт был добавлен как внутренний стандарт. “Линейный через ноль” был использован как калибровочный алгоритм. Коррекция спектральных помех не была использована для этих анализов. Спектрометр работал в режиме высокого разрешения, используя 3 точки на пик и площадь пика для точного анализа. Время чтения варьировалось между 5 и 10 секундами. Длины волн аналита и длины волны коррекции фона приведены в Таблице 2. В таблице 3 приведены условия использования плазмы и насоса. Дренаж распылительной камеры прокачивался с использованием перистальтического насоса и красной трубки.

***Результаты***

Семь разных масел были проанализированы и сравнены. Жидкости варьировались от жидкости автоматической трансмиссии до использованных моторных масел. Исследование включало одно контрольное масло, LU9501, которое было получено в ходе круглогодичного исследования ASTM. Достоверное значение этого исследования сообщается в колонке XRF в Таблице 4.

***Заключение***

Прибор Optima с циклонической камерой распыления и малопоточным распылителем GemCone является эффективным инструментом для анализа износа и присадочных металлов в маслах. Анализы ICP-OES хорошо согласуются с рентгенофлуоресцентной спектроскопией на элементах с высокой концентрацией в этих маслах. Более того, ICP-OES может также определять следовые количества элементов в маслах, таким образом сохраняя время и усилия. Методология очень надежна и пропускная способность образца составляет порядка 400-500 выборок на восьмичасовую смену.

***Примечание к применению***

***ICP-OES***

***Анализы рабочих жидкостей с помощью прибора Optima 8300 ICP-OES***

***Введение***

Пока цены на нефть резко росли на протяжении первой части 2000-х, ранее не экономически жизнеспособные методы добычи нефти были реализованы. Среди более популярных методов, у которых наблюдался быстрый рост, был гидравлический разрыв, более известный как гидроразрыв. В этом процессе скважина пробуривается вертикально в землю на определенную глубину, а затем происходит горизонтальное бурение. Затем в отверстии происходят небольшие взрывы, чтобы расколоть породу и создать пути для выхода нефти. Для извлечения нефти,сложные, запатентованные жидкости закачивают в отверстие и затем собирают вместе с нефтью. Эти жидкости известны как рабочие жидкости.

Состав рабочих жидкостей широко варьируется, в зависимости от геологии местности на которой происходит гидроразрыв. Однако, эти жидкости в основном состоят из различных химических веществ и высоких уровней растворенных твердых веществ. Перед введением в отверстия для сверления растворы “чисты”, но после использования содержат гораздо больше компонентов, включая большое количество растворенных органических веществ. В результате анализы являются сложными.

Из-за их сложности, важно определить содержание металлов в рабочих жидкостях, как до так и после использования; примеры рабочих растворов приведены на Рисунке 1. Эти анализы используются для оценки того, как часто жидкости могут быть использованы повторно и меры, которые необходимо принять для их безопасного удаления.

Эта работа фокусируется на анализах коммерческих рабочих жидкостей с помощью прибора PerkinElmer Optima 8300 ICP-OES. С помощью надлежащих измерительных и аналитических условий эти сложные матрицы могут успешно анализироваться.

***Модификации***

Образцы состоят из рабочих жидкостей приобретенных из нескольких участков скважин, как до так и после использования. Определенное количество образцов были взяты под органическим слоем, находящимся на их поверхностях, а затем разбавлены десятикратно 2%-ной азотной кислотой и 1%-ной соляной кислотой. Образцы были проанализированы на 18 элементов, перечисленных в Таблице 1, вместе с их аналитическими длинами волн. Иттрий был добавлен ко всем образцам как внутренний стандарт.

Все анализы были проведены с помощью прибора Optima 8300 ICP-OES используя условия, приведенные в Таблице 2. Комбинация PFA-ST распылителя и C2 двойной циклонической камеры распыления вводили мелкодисперсный аэрозоль, который плазма могла легко обрабатывать. В связи с высоким содержанием солей в образцах, увлажнитель аргона был использован для предотвращения накопления соли на распылителе и наконечнике инжектора. Технология плоской плазмы, которая является стандартной на приборе Optima 8300, позволяет использовать плазменные потоки с низким содержанием аргона. Кроме того, HybridXLT кварцевая/керамическая горелка (PerkinElmer Part Number NO780128) более надежна чем обычные кварцевые горелки, что приводит к значительному увеличению срока службы при анализе очень сложных образцов. Измерения были сделаны против внешних калибровочных кривых со стандартами, подготовленными в разбавителе. Было обнаружено, что наиболее эффективным является приготовление калибровочных стандартов в двух группах по отдельным стандартам элемента на уровнях, указанных в Таблице 3. Коэффициент корреляции всех калибровочных прямых составляет > 0,999.

***Результаты и Обсуждения***

Для установления нижнего предела каждого элемента, который можно измерить, метод определения пределов (MDLs) был сначала определен. Для MDL анализов один из образцов был разбавлен в десять раз, **spiked** низким уровнем элементов и работает с десятью повторениями. Полученное стандартное отклонение затем умножалось на 3,169 (Т-тест студентов), а затем умножалось еще на 10 для того, для учета коэффициента разбавления. Полученные MDL-анализы наряду с spike levels...