

依照 ASTM D3524 要求测试发动机机油中柴油的稀释率

如果汽油或柴油混入发动机机油中,则会导致发动机机油粘度降低进而导致润滑油性能下降。通过测定燃油稀释率可确定发动机机油的降解状态,因此测定燃油稀释率可作为确定是否需要更换发动机机油的关键指标。美国 ASTM D3524、D3525 和 D7593 等标准中规定了针对燃油稀释率测定的具体测试方法。ASTM D3524 和 JPI-5S-23 中规定了柴油稀释率测试方法。本文介绍一种依照 ASTM 标准对发动机机油中的柴油稀释率实施测定的示例。

A. Miyamoto, R. Kubota, T. Wada

■ 制备样品

将 SAE 10W-30 发动机机油用作稀释剂。制备 6 个标准样品,浓度范围在 0.5% - 12%之间。然后,将 0.1 g 内标物质 n-C₁₀*¹ 添加到各标准样品 (1g) 中。并且样品不使用 CS₂ 稀释。

在 n-C₈*² 中分别按体积添加 1% 的 n-C₁₆*³ 与 n-C₁₈*⁴, 制备用于测量柱分离度的样品。

通过按体积向 n-C₈ 中添加 1% 的 n-C₁₉*⁵, 制备用于测定柴油占比终点的标准混合物样品。

■ 分析条件

表 1 列出依照各种标准设定的分析条件。

n-C₁₆ 与 n-C₁₈ 间的色谱柱分离度至少保持为 3, 且不得超过 8 (USP)。

表 1 分析条件

型号:	Nexis™ GC-2030 AF/AOC-20i
色谱柱:	SH-Rtx™-1 (5 m X 0.53 mm I.D., df=1.00μm)
色谱柱温度:	70 °C (0 min) - 16 °C/min - 325 °C (0 min) 总计: 15.94 min
进样温度:	300 °C
载气:	N ₂ , 30 mL/min
吹扫流:	3 mL/min
进样方法:	分流比 1:5
载气控制器:	恒线速度模式
检测器:	FID
检测器温度:	350 °C
进样体积:	0.1 μL ⁶

*1: 东京化成工业株式会社, 99.0 %或更高

*2: 富士胶片和光纯药株式会社, 98.0 %或更高

*3: 东京化成工业株式会社, 98.0 %或更高

*4: 东京化成工业株式会社, 98.0 %或更高

*5: 东京化成工业株式会社, 97.0 %或更高

*6: 使用 0.5μL 容积的注射器 (部件编号: 000445)

CS₂ 用作洗针溶剂, 而不是使用样品进行清洗。

柱塞抽吸速度缓慢。

衬管玻璃棉距离顶部 18mm。

■ 含有柴油发动机机油的色谱图

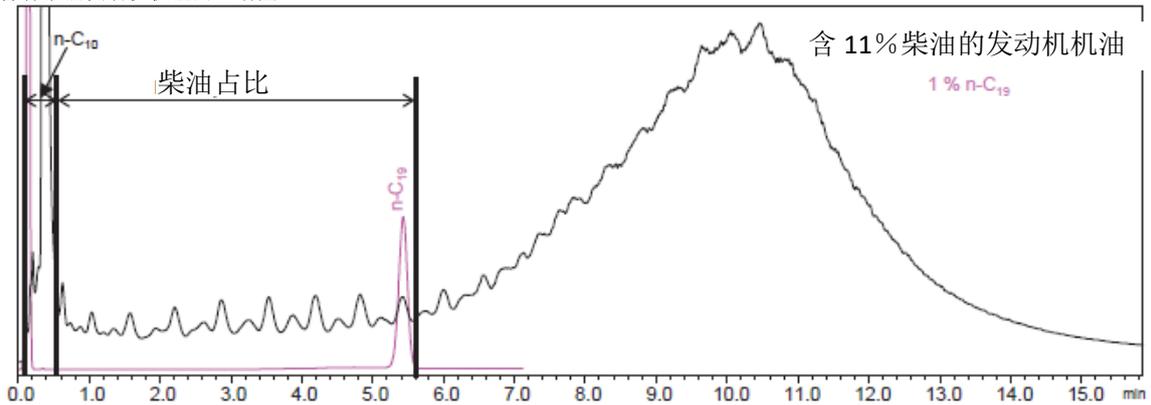


图 1 含有柴油发动机机油的色谱图

柴油占比结果在图 1 中给出。为了区分柴油占比部分, 洗脱样品的保持时间与 n-C₁₉ 相等。在右侧给出用于计算稀释率的公式。

$$C_s = C_1 + \frac{(C_2 - C_1)(R_s - R_1)}{(R_2 - R_1)}$$

R = 柴油总面积值 / n-C₁₀ 面积值

C_s: 样品中柴油稀释率的质量百分比

R_s: 样品中 n-C₁₀ 与柴油面积的比率

R₁: 标准样品的 n-C₁₀ 与柴油面积值比低于 R_s。

R₂: 标准样品的 n-C₁₀ 与柴油面积值比高于 R_s。

C₁: 对应 R₁ 的发动机机油中柴油的质量百分比。

C₂: 对应 R₂ 的发动机机油中柴油的质量百分比。

■ 确定系统性能

图 2 中给出色谱柱分离度测量样品的分析结果。在 n-C₁₆ 和 n-C₁₈ 间，色谱柱分离度为 5.7。该结果表明该系统满足 ASTM 对色谱柱分离度和 FID 检测器响应因子的要求。

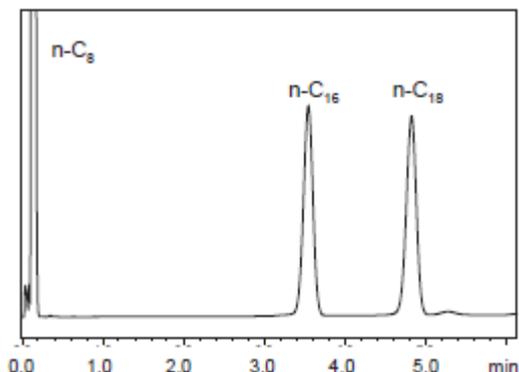


图 2 色谱柱分离度测定的色谱图

■ 校准曲线

按照表 1 中所给分析条件，对 6 个标准样品实施分析，并通过所得结果绘制图 3 中的校准曲线。

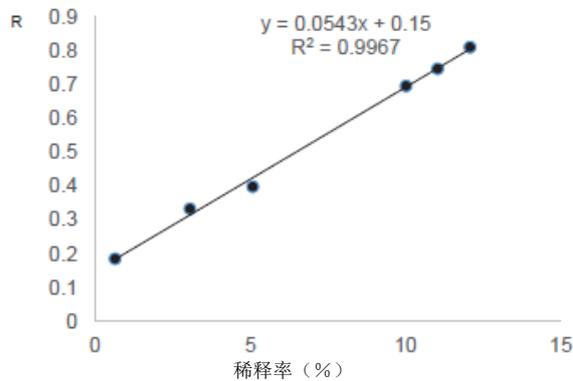


图 3 校准曲线

■ 柴油稀释率的重现性

表 2 中显示柴油稀释率的重现性结果。重现性 %RSD (n = 10) 获得了极佳结果。结果还表明，实验室内精度值均满足 ASTM 标准所需的公差要求。

表 2 柴油稀释率的重现性 %RSD (n=10)

	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
1	3.70	4.44	10.28	10.87
2	3.80	4.35	10.43	10.68
3	3.62	4.38	10.42	10.56
4	3.85	4.34	10.30	10.93
5	3.71	4.33	10.34	11.06
6	3.75	4.36	10.57	10.87
7	3.81	4.43	10.28	11.05
8	3.84	4.38	10.28	10.71
9	3.61	4.39	10.33	10.96
10	3.70	4.35	10.41	10.68
平均值	3.74	4.38	10.36	10.84
%RSD	2.29	0.84	0.90	1.58

■ 总结

该分析利用氮气载气在指定分析条件下实施，满足 ASTM D3524 标准中规定的该精度水平，无需进行溶剂稀释或其他预处理步骤。

柴油稀释率测试遵照 ASTM D7593 标准实施，其中描述了使用反吹法进行的高通量分析。如需更多详细信息，请参阅应用新闻（编号：G314）。

将在参考文献中给出与燃油稀释率相关的其他应用新闻公告。

参考文献列表

标准	分析项目	应用新闻编号
D3524	柴油	G310
JPI-5S-23	柴油	G311
D3525	汽油	G312
JPI-5S-24	汽油	G312
D7593	汽油	G313
	柴油与生物柴油	G314

参考文献

ASTM D3524-14
ASTM D4626-95
JPI-5S-23-2017

Nexis 是岛津公司在日本和/或其他国家地区的商标。



Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedure.

This publication may contain references to products that are not available in your country. Please contact us to check the availability of these products in your country.

The content of this publication shall not be reproduced, altered or sold for any commercial purpose without the written approval of Shimadzu. Shimadzu disclaims any proprietary interest in trademarks and trade names used in this publication other than its own. See <http://www.shimadzu.com/about/trademarks/index.html> for details.

The information contained herein is provided to you "as is" without warranty of any kind including without limitation warranties as to its accuracy or completeness. Shimadzu does not assume any responsibility or liability for any damage, whether direct or indirect, relating to the use of this publication. This publication is based upon the information available to Shimadzu on or before the date of publication, and subject to change without notice.

© Shimadzu Corporation, 2019