

应用 新闻 编号: G312

气相色谱法

依据 **ASTM D3525** 标准与日本石油学会标准 **JPI-5S-24** 对发动机机油中的汽油稀释率进行测试

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并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。针对汽油的测定标准为 ASTM D3525。该标准符合日本石油学会标准 JPI-5S-24。本文依照 ASTM 和 JPI 标准, 对测定发动机机油中汽油稀释率的示例进行阐述。

A. Miyamoto、R. Kubota、T. Wada

■ 制备样品

将 20 μ L 内标物 n-C₁₄*¹ 添加到 1 g 含汽油的发动机机油样品中。

在 n-C₈*² 中分别按体积添加 1% 的 n-C₁₄ 与 n-C₁₆*³, 制备用于测量色谱柱分离度的混合物样品。

在不使用溶剂稀释条件下分析各样品。

■ 含有汽油的发动机机油色谱图

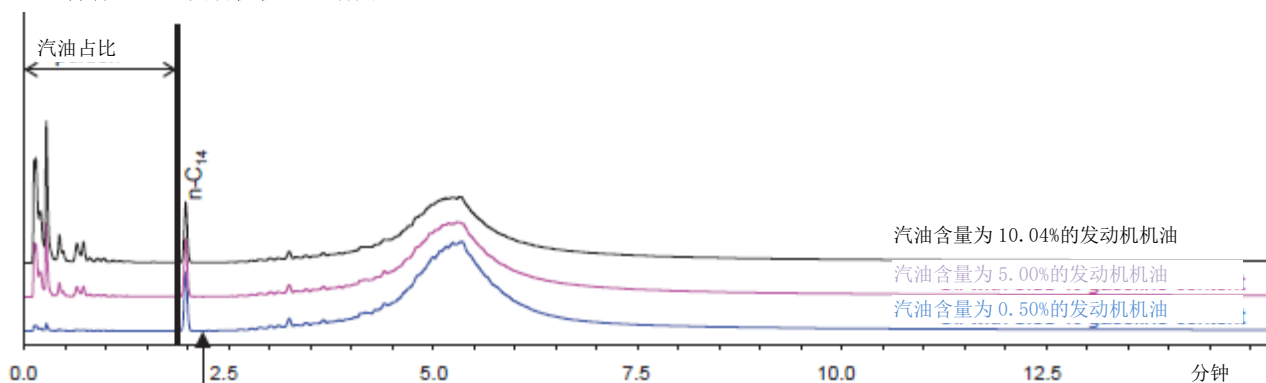
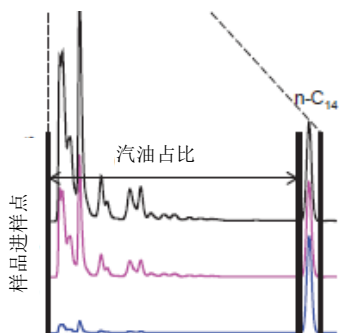


图 1 含有汽油的发动机机油色谱图

可根据加入 n-C₁₄ 前的组分洗脱结果确定汽油占比。在添加 n-C₁₄ 的样品中, 可根据汽油和 n-C₁₄ 含量计算汽油稀释率 (质量%)。



汽油稀释率 (质量%) 计算方法

$$F = \frac{A_1 \times W_1}{A_2 \times W_2} \times 100$$

F: 汽油稀释率 (质量%)

A1: 加入 n-C₁₄ 前 (无 n-C₁₄ 含量), 色谱图的峰面积

A2: n-C₁₄ 的峰面积

W1: 采集物中的 n-C₁₄ 含量 (g)

W2: 采集样品量 (g)

■ 分析条件

表 1 中根据各标准列出指定分析条件。

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=1.00 μ m)
色谱柱温度:	50 °C (0 min) - 45 °C/min - 290 °C (10 min) 总计: 5.33 min
进样温度:	255 °C
载气:	N ₂ , 15 mL/min
吹扫流量:	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:	300 °C
进样体积:	0.1 μ L

*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

■ 进样注意事项

在给定分析条件下不需要实施任何预处理步骤,如:使用 n-C₁₆、二硫化碳 (CS₂) 或其他溶剂稀释。进样少量高粘度样品,结果表明通过改进耗材或进样方式可达到准确精度。表 2 中总结进样条件

表 2 进样条件

进样针:	0.5μL 容积注射器 (图 2 中的部件 编号: 000445) *
冲洗溶剂:	CS ₂
柱塞抽吸速度:	低速
样品冲洗:	无
泵送次数:	0 次
衬管:	部件编号: 227-35007-01 (图 3) 玻璃棉离顶部 18mm

*4: 如果是新的,请反复抽吸并排出溶液,确保柱塞在使用前可保持平稳滑动。



图 2 0.5μL 进样针 (部件编号: 000445)

图 3 停止推注进样以保持进样分隔比例 (部件编号: 227-35007-01)

■ 确认色谱柱分离度

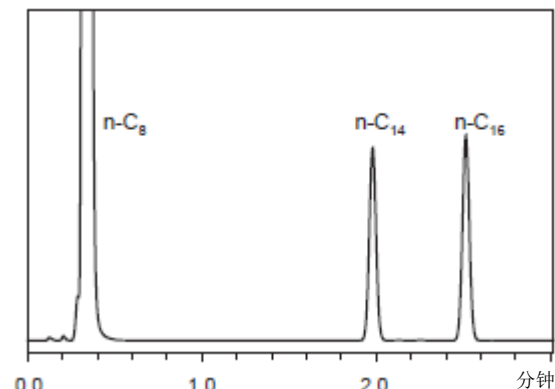


图 4 色谱柱分离度测量样品的色谱图

图 4 中给出色谱柱分离度测量样品的分析结果。在 n-C₁₄ 和 n-C₁₆ 间,色谱柱分离度为 7.3。结果表明,根据 ASTM 标准要求用于测定色谱柱分离度、样品中所含的 n-C₁₄ 和 n-C₁₆ 间的分离度至少为 3,且不超过 8(USP)。

Nexis 是岛津公司在日本和/或其他国家地区的商标。

■ 汽油稀释率的可再现性

在表 3 中给出汽油稀释率的可再现性结果。获得极佳的可再现性 %RSD (n=10) 结果。同时结果还表明,所有实验室内精度值均满足标准规定的公差要求。

表 3 汽油稀释率的可再现性 %RSD (n=10)

	样品 1	样品 2	样品 3
1	0.66	4.91	9.91
2	0.66	4.87	9.89
3	0.66	4.86	9.97
4	0.65	4.89	9.90
5	0.65	4.87	9.80
6	0.65	4.84	9.76
7	0.65	4.82	9.76
8	0.65	4.88	9.73
9	0.65	4.86	9.71
10	0.65	4.85	9.64
平均值	0.65	4.87	9.81
%RSD	0.74	0.52	1.08

■ 总结

该分析利用氮气载气在指定分析条件下实施,满足 ASTM D3525 和 JPI-5S-24 标准中规定的精度水平,无需进行溶剂稀释或其他预处理步骤。

这些标准规定需要使用反吹法消除残留成分。如需了解使用反吹法对汽油稀释率测试实施高通量分析的更多信息,请参阅 ASTM D7593 的相关应用新闻 (编号: G313)。将在下列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 生物柴油	G314

参考文献

ASTM D3525-04
JPI-5S-24-2017



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