

高效液相色谱法测定喷气燃料中抗氧化剂含量

LC-325

摘要: 本文使用高效液相色谱仪,建立了一种喷气燃料中抗氧化剂含量的测定方法。2,6-二叔丁基对甲酚(T501)(BHT)、2,4-二甲基-6-叔丁基苯酚(TBX)在1.0 mg/L-40mg/L浓度线性范围内相关系数均达到0.999以上,方法检出限为0.1 mg/L,方法定量限为0.5 mg/L。在重复性实验中保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中,各组分回收及精密度良好。该方法简单方便,能有效检测喷气燃料中抗氧化剂含量。

关键词: 喷气燃料 抗氧化剂 HPLC

喷气燃料是一种轻质石油产品,储存条件对喷气燃料的质量变化有很大影响,其中最重要的是温度,当温度升高时,燃料氧化的速度加快,使胶质增多及酸度增大,同时也使燃料的颜色变深。此外,与空气的接触、与金属表面的接触以及水分的存在,都能促使喷气燃料氧化变质。

由于抗氧化剂的存在能有效降低喷气燃料在存储过程发生氧化变质,为了延长喷气燃料的存储时间,都

是在其制备过程中添加抗氧化剂(主要的抗氧化剂为2,6-二叔丁基对甲酚)。但是抗氧化剂随着存储时间的增加,也会不断降解造成含量损失,当抗氧化剂降低到一定程度就会基本失效,从而导致喷气燃料较快地氧化变质。因此对喷气燃料中抗氧化剂含量的检测是需要的。

本文利用 Nexera XR 高效液相色谱仪,建立了一种喷气燃料中抗氧化剂含量的测定方法,供检测员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津高效液相色谱系统。具体配置为:

系统控制器: CBM-20A

柱温箱: CTO-20AC

脱气机: DGU-20A₃

色谱工作站: LabSolutions Version 6.102

自动进样器: SIL-20AC XR

输液泵: LC-20AD XR

检测器: SPD-20A

1.2 分析条件

1.2.1 液相色谱条件:

色谱柱: Shim-pack UC-X Sil, 5 μm, 250×4.6 mmID., P/N:227-30515-02

流动相: 正己烷 + 乙酸乙酯 (99:1, v/v)

进样体积: 10 μL

洗脱方式: 等度洗脱

流速: 1 mL/min

检测波长: 280 nm

1.2.2 标准物质信息:

表 1 两种抗氧化剂信息

No.	化合物	简写	CAS号
1	2,6-二叔丁基对甲酚(T501)	BHT	128-37-0
2	2,4-二甲基-6-叔丁基苯酚	TBX	1879-09-0

1.3 标准溶液的配制

将2,6-二叔丁基对甲酚、2,4-二甲基-6-叔丁基苯酚两种抗氧化剂标准物质以正己烷为稀释剂分别配制成1000 mg/L的储备液,置于0°C -4°C冷藏。使用正己烷分别稀释储备液,形成质量浓度分别为1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L的混合系列标准溶液。

1.4 样品前处理方法

取 60 mL 待测样品，过滤，取 1 mL 过膜后，上机分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

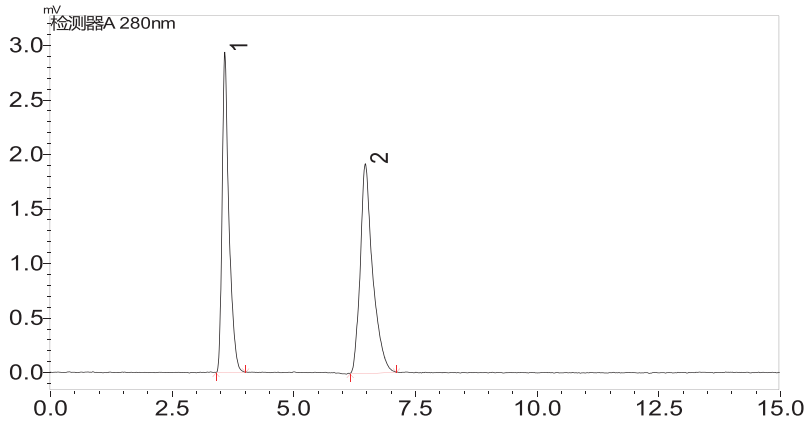


图 1 两种抗氧化剂 10 mg/L 标准溶液色谱图
(1: 2, 6- 二叔丁基对甲酚; 2: 2, 4- 二甲基 -6- 叔丁基苯酚)

2.2 线性范围

按照 1.3 配制成各浓度标准溶液，以各目标物浓度为横坐标，目标物峰面积为纵坐标，以外标法绘制校准曲线，所得校准曲线线性关系良好，线性相关系数大于 0.999。曲线结果如下图、线性方程及相关系数如下图 2 所示。

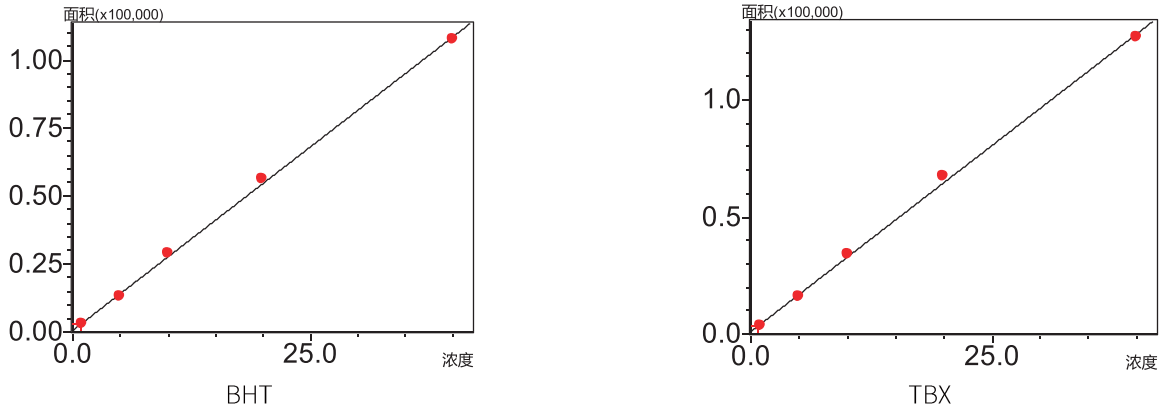


图 2 校准曲线

表 2 校准曲线参数

序号	化合物	校准曲线	相关系数 r	准确度 (%)	检测限 (mg/L)	定量限 (mg/L)
1	BHT	$Y = (2695.38)X + (682.879)$	0.9996	91.7%-103.6%	0.1	0.5
2	TBX	$Y = (3171.80)X + (1209.73)$	0.9994	92.1%-104.1%	0.1	0.5

2.3 重复性考察

按照 1.3 步骤配制低、中、高三个浓度标准溶液，连续进样 6 次，考察分析方法保留时间和峰面积的重复性。结果表明：各组分保留时间的 RSD % 均小于 0.16 %，峰面积的 RSD % 均小于 0.52 %，方法重复性良好，仪器精密度良好。结果见表 3。

表 3 重复性测试

序号	化合物	RSD% ^[1]		RSD% ^[2]		RSD% ^[3]	
		R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
1	BHT	0.13	0.44	0.08	0.15	0.08	0.17
2	TBX	0.16	0.52	0.13	0.18	0.14	0.28

备注: [1]: BHT、TBX 浓度为 5.0 mg/L;
 [2]: BHT、TBX 浓度为 10 mg/L;
 [3]: BHT、TBX 浓度为 20 mg/L。

2.4 加标回收实验

按照 1.4 步骤中制备样品和加标样品, 三个水平加标浓度如下表 4 所示。测试结果显示: 各水平的加标回收率在 86.6~102.2% 之间, 相对标准偏差 RSD% 在 0.03~0.57% 之间。

表 4 样品加标实验结果

序号	化合物	样品浓度 (mg/L)	加标 ^[1]		加标 ^[2]		加标 ^[3]	
			回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
1	BHT	N.D.	89.1	0.47	98.6	0.14	102.2	0.03
2	TBX	N.D.	86.6	0.57	97.4	0.21	100.9	0.07

备注: N.D.: 表示未检出。
 [1]: BHT、TBX 浓度为 5.0 mg/L;
 [2]: BHT、TBX 浓度为 10 mg/L;
 [3]: BHT、TBX 浓度为 20 mg/L。

■ 结论

本文利用岛津 Nexera XR 高效液相色谱仪, 建立一种简便、快速、准确检测喷气燃料中抗氧化剂含量测定的分析方法。该方法采用外标法定量, 保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中, 各物质回收率在 86.6~102.2% 之间, 回收及精密度良好。该方法操作简捷, 为喷气燃料中抗氧化剂含量的检测提供很好的参考。

岛津应用云

