

Application News

No. G311

气相色谱法

根据 JPI-5S-23 进行机油中的轻油稀释率实验

机油中一旦混入汽油或轻油等燃料，就会导致其粘度下降，无法恢复其本来的性能。通过检测燃料稀释率，可以判断机油的劣化状态，因此燃料稀释率被认为是换油的一个指标。

燃料稀释率的检测是由 ASTM 标准决定 ASTM D3524、ASTM D3525、ASTM D7593 等的实验方法。轻油稀释率的实验由 ASTM D3524、JPI-5S-23 决定。本文中将根据 JPI 标准分析机油中轻油的稀释率。

A. Miyamoto, R. Kubota, T. Wada

■ 试样的制备

稀释溶剂为 SAE 10W-30 机油。在 0.5-12% 浓度范围内制备 3 瓶试剂。向每 1g 标准试剂中添加内标物 $n-C_{10}^{*1}$ 。另外，不通过 CS_2 进行稀释。

向分离度检测试剂 $n-C_8^{*2}$ 中加入 $n-C_{16}^{*3}$ 及 $n-C_{18}^{*4}$ ，分别配置 wt=1% 的混合溶液。

配置含有 wt=1% $n-C_{19}^{*5}$ 的 $n-C_8$ 混合溶液，作为决定轻油终点的标准试剂。

■ 轻油含有机油的分离谱图

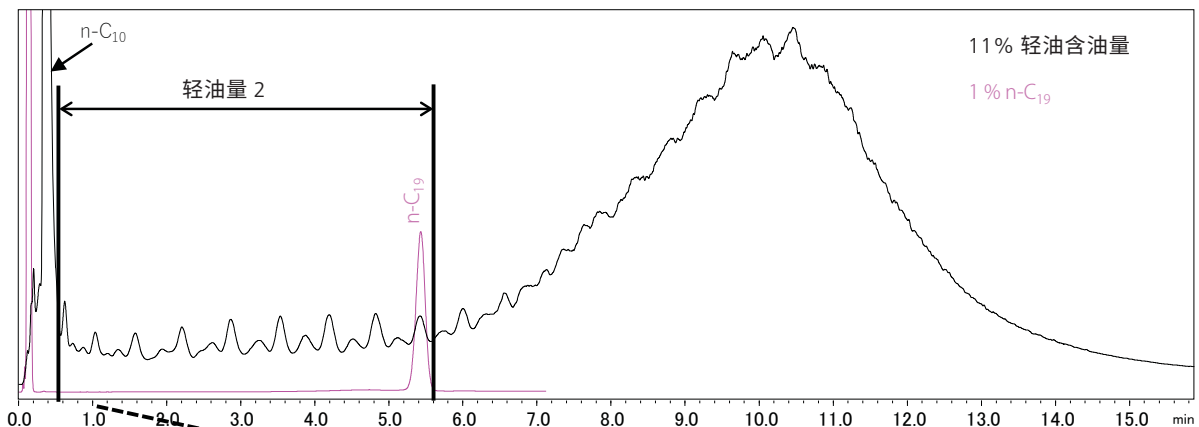
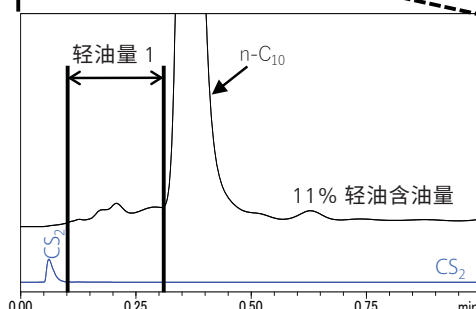


图1 图1 轻油含有机油的分离谱图



将图 1 所示的轻油 1 和轻油 2 的总面积值定义为轻油。从轻油量 1 中减去 CS_2 峰面积。轻油 2 是一种洗脱组分，其保留时间等于 $n-C_{19}$ ，以区别于机油。稀释率的面积比 (D) 求值公式如下所示。

$$D = \frac{A_a}{S_a} \times \frac{S}{L} \times 100$$

D: 面积比

 A_a : 轻油量峰面积

 S_a : 正癸烷峰面积

 S : 收集的正癸烷量 (g) a

 L : 分析曲线使用的混合物 (试剂) 收集量 (g)

■ 分析条件

表 1 所示内容为参考设定的分析条件。色谱分离度检测试剂的 $n-C_{16}$ 及 $n-C_{18}$ 的分离度 (USP) 要求为: USP > 3。

表 1 分析条件

Model	: Nexis™ GC-2030 AF/AOC-20i
Column	: SH-Rtx™-1 (5 m × 0.53 mm I.D., df = 1.00 μm)
Column Temp.	: 70 °C (0 min) - 16 °C/min - 325 °C (0 min) total : 15.94 min
Injection Temp.	: 300 °C
Carrier Gas	: N ₂ , 30 mL/min
Purge Flow	: 3 mL/min
Injection Method	: Split 1 : 5
Carrier Gas Controller	: constant linear velocity mode
Detector	: FID
Detector Temp.	: 350 °C
Injection Volume	: 0.1 μL *6

* 1: 东京化成工业 (株式会社) 99.0% 以上

* 2: 富士胶片和光纯药 (株式会社) 98.0% 以上

* 3: 东京化成工业 (株式会社) 98.0% 以上

* 4: 东京化成工业 (株式会社) 98.0% 以上

* 5: 东京化成工业 (株式会社) 97.0% 以上

* 6: 利用 0.5μL 容量注射器 (P/N 000445)。

清洗溶剂使用 CS_2 ，样品未进行清洗。

柱塞吸入速度调至低速。

液体抽出次数为 0。

从顶部插入 18 毫米羊毛。

■ 分离度确认

分离度检测试剂的分析结果如图 2 所示。n-C₁₆ 与 n-C₁₈ 的分离度为 5.7。确认满足 ASTM 的要求。

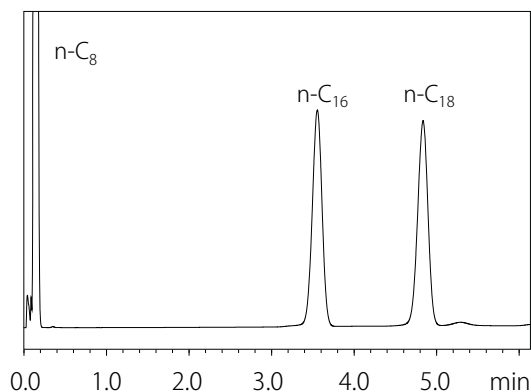


图 2 柱析分离度检测试剂的分离谱图

■ 标准曲线

按照表 1 的条件对 3 瓶标准试剂进行分析，根据其结果制作的分析曲线如图 3 所示。根据试剂的面积比、分析曲线公式得出试剂的稀释率。

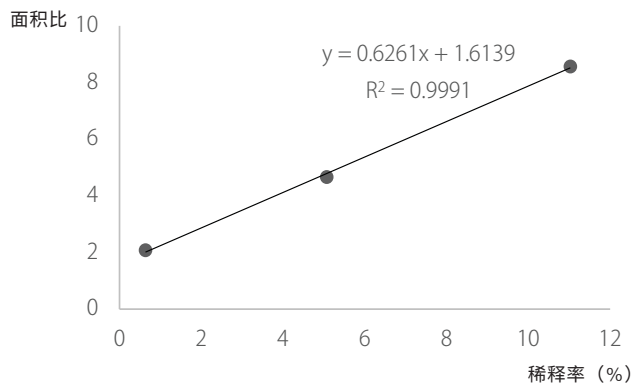


图 3 标准曲线

■ 轻油稀释率的重复性

轻油稀释率的再现性如表 2 所示。重现性 %RSD (n = 10) 中得出良好结果。确认平行公差满足 JPI 要求的公差。

表 2 轻油稀释率 (%) 的再现性 % RSD (n = 10)

	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4
1	3.34	4.97	9.68	11.45
2	3.41	4.90	9.81	11.26
3	3.27	4.94	9.83	11.14
4	3.46	4.89	9.73	11.50
5	3.34	4.89	9.77	11.63
6	3.37	4.92	9.99	11.47
7	3.41	4.97	9.78	11.63
8	3.43	4.93	9.76	11.31
9	3.26	4.94	9.81	11.53
10	3.34	4.91	9.88	11.26
Average	3.36	4.93	9.80	11.42
%RSD	1.96	0.60	0.87	1.46

■ 结论

本次分析并未对试剂进行稀释等预处理，在氮气作为载气的分析条件下可以达到 JPI-5S-23 要求的精密密度。

本标准记载了通过反吹方法去除残留成分的方法。利用反吹方法实施轻油稀释率实验进行高通量分析的相关内容请参照 ASTM D7593 应用新闻 No. G314。

燃料稀释率的相关 APP 新闻请参考表 3。

表 3

规格标准	分析对象	APP 新闻
D3524	轻油	G310
JPI-5S-23	轻油	G311
D3525	汽油	G312
JPI-5S-24	汽油	G312
D7593	汽油	G313
	轻油、生物柴油	G314

<参考文献>

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

Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

Rtx 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标或注册商标。

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2019 年 9 月