

# Application News

## No. G313

### 气相色谱法

## 依据 ASTM D7593 进行机油中的汽油稀释率试验

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。

针对燃油稀释率的测定，美国 ASTM 标准提供了 ASTM D3524、ASTM D3525、ASTM D7593 等试验方法。ASTM D7593 试验方法针对的是汽油、轻油、生物柴油。在本文中将根据 ASTM D7593 的反冲洗系统迅速分析汽油中汽油稀释率。

A. Miyamoto, R. Kubota, T. Wada

### ■ 标准试验的配制

使用  $75 \text{ mm}^2/\text{s}$  (cSt)<sup>-1</sup> 基础油作为调制标准试样的稀释溶剂。

为测定汽油稀释率，在 0-5% 浓度范围内包括基础油坯料在内配制了 4 份标准试样。

反冲洗开始的时间，汽油以  $n\text{-C}_{12}^{*2}$ 、轻油以  $n\text{-C}_{20}^{*3}$ 、生物柴油以  $n\text{-C}_{21}^{*4}$  的析出时间作为参考进行设定。为确认析出时间，使用 75 cSt 基础油稀释制成 0.1%  $n\text{-C}_{12}$  溶液，进行了分析。根据分析得出的析出时间，将反冲洗的时间设定为 0.74min。分析条件见表 1。

- \* 1: CONOSTAN 公司
- \* 2: 富士胶片和光纯药 (株式会社) 和光特级
- \* 3: 东京化成工业 (株式会社) 99.5 % 以上
- \* 4: 东京化成工业 (株式会社) 99.0 % 以上
- \* 5: 使用 OCI 用进样针 (P/N 227-35002-01)。

清洗溶剂使用  $\text{CS}_2$ ，没有用试样进行冲洗。

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。

### ■ 标准试样的色谱图

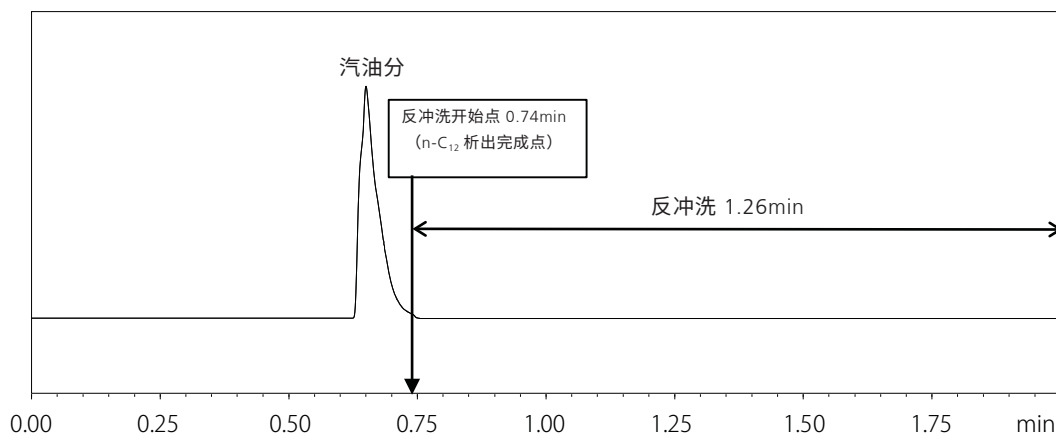


图 2 标准试样的色谱图

### ■ 仪器配置

反冲洗系统是将色谱柱出口与专用元件相连，使用电子流量控制 (APC) 控制色谱柱出口压力。进行反冲洗时，目标组分流出后，增大 APC 压力，同时降低进样口压力，使载气倒流，将不需要的高沸点成分通过分流不分流进样口放空 (图 1)。

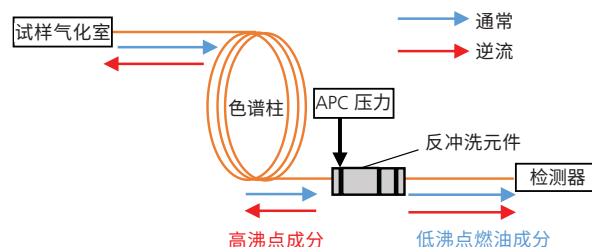


图 1 反冲洗系统概要

表 1 分析条件

Model	: Nexis™ GC-2030 AF/AOC-20i
Column	: SH-Rxi™-1ms (15 m × 0.25 mm I.D., df = 0.25 μm) 抵抗管 (500 mm × 0.15 mm I.D.)
Column Temp.	: 225 °C (2 min)
Injection Temp.	: 350 °C
Carrier Gas	: $\text{N}_2$ , 2.3 mL/min
Total Flow	: 105.3 mL/min
Purge Flow	: 3 mL/min
Injection Method	: Split -1.0 (Split Flow 100 mL/min)
Carrier Gas Controller	: constant pressure mode
Injection Pressure	: 285.7 kPa(0.74 min) – 20.0 kPa
APC Pressure	: 210.0 kPa(0.74 min) – 250.0 kPa
Detector	: FID
Detector Temp.	: 350 °C
Injection Volume	: 0.1 μL *5

## 含汽油的机油色谱图

含汽油的机油色谱图如图 3 所示。通过用反冲洗将高沸点成分的油分放空的方法，分析时间仅 2 分钟，大幅缩短了分析时间。另外，使用反冲洗后的二硫化碳 (CS<sub>2</sub>) 对坯料进行分析，未检出机油组分的峰。可见通过反冲洗，有效地去除了不必要的高沸点成分。

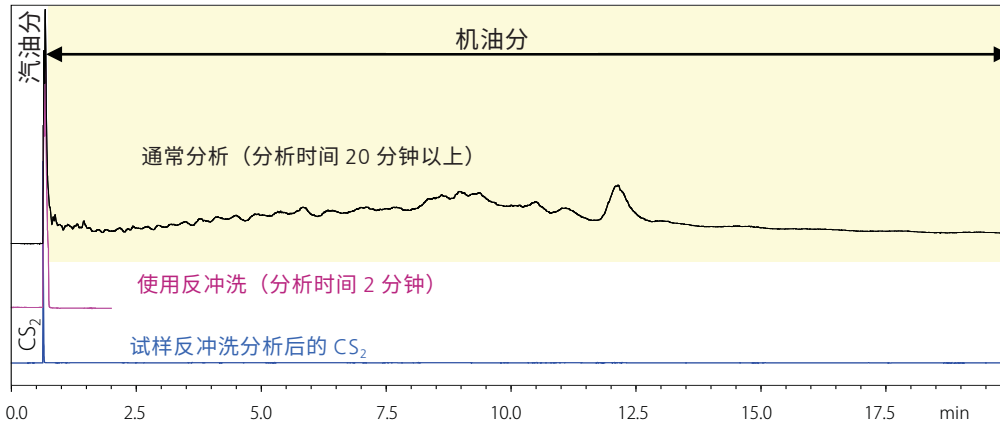


图 3 含汽油的机油色谱图

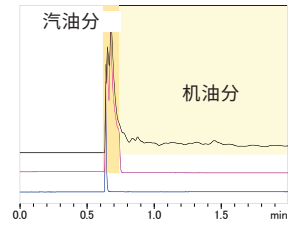


图 4 放大色谱图 (0-2 min)

## 校正曲线的线性

根据表 1 条件分析出的标准试样结果的制作如图 5 所示。

汽油在 0-5% 浓度范围内制作了标准曲线。得到了相关系数 R<sup>2</sup>=0.999 以上的良好线性。

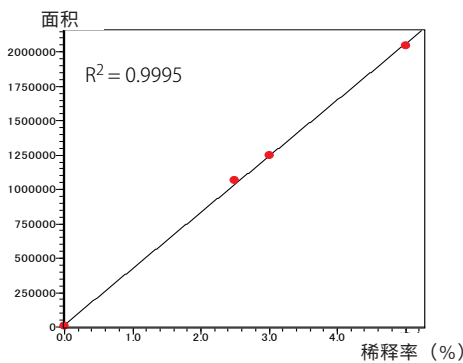


图 5 标准曲线及相关系数

表 2 汽油稀释率 (%) 的重复性 %RSD (n = 10)

	Sample1	Sample2	Sample3	Sample4	Sample5
1	2.58	2.97	4.95	1.14	4.08
2	2.52	3.01	4.97	1.16	4.10
3	2.50	3.01	5.11	1.16	4.11
4	2.54	2.97	4.98	1.15	4.13
5	2.51	2.98	5.01	1.13	4.18
6	2.52	2.94	4.99	1.17	4.04
7	2.55	2.97	4.97	1.14	4.08
8	2.53	2.95	4.94	1.12	4.16
9	2.49	3.01	4.98	1.14	4.11
10	2.57	2.92	4.92	1.12	4.07
Average	2.53	2.97	4.98	1.14	4.11
%RSD	1.15	1.04	1.04	1.49	1.03

## 结论

使用反冲洗法实现了作业周期时间在 3 分钟以内的高产出分析。Nexis GC-2030 可以搭载 2 个反冲洗分析线，因此 1 台 GC 可以处理 2 倍的试样。而且在分析条件下不进行溶剂稀释等预处理，利用氮气载气获得了标准要求的精度。通过减少作业工时和使用成本更低的载气为降低实验室成本做出贡献。

燃料稀释率，相关应用新闻请参考表 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

## 稀释率的重复性

通过图 5 的标准曲线计算出的机油中汽油的稀释率的重复性如表 2 所示。重复性 %RSD (n = 10) 良好。室内允许差均满足标准中的要求。

本系统的长期稳定性的相关内容在应用新闻 No.G314 中有所记载，请参考。

<参考文献>  
ASTM D7593-14

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