

### 使用优势

- ◆ 根据 ASTM D7500 测定基础油和润滑油基础油的沸程分布。
- ◆ 使用 LabSolutions™ SIMDIS GC 软件可以采集数据、处理 SIMDIS 数据并编写报告。
- ◆ i-PeakFinder 功能便于测定积分参数，以此计算出峰偏度。

### 简介

汽油、柴油、润滑油和沥青等石油产品是我们日常生活的关键产品。这些物质是由几种碳氢化合物组成的络合物，其属性也因其成分的不同而有所差异。通过研究蒸馏特性，可以更高效地利用这些物质，控制其质量并确定价格。

ASTM D7500 是一种通过使用毛细管气相色谱法和火焰离子化检测器 (FID) 模拟蒸馏来测定石油产品的沸程分布的标准检测方法。这种方法适用于初沸点 (IBP) 为 100°C 或更高及终沸点 (FBP) 为 735°C (碳 110 的沸点) 或更低的蒸馏油，如基础油和润滑油基础油。进样必须从色谱柱中完全洗脱，并使用样品色谱图得出蒸馏曲线。

在本文中，我们介绍了基于 ASTM D7500 使用全新的 SHIMADZU OCI-2030 NX 分析润滑油的案例。

### 样品制备

样品的制备步骤如下：将二硫化碳用作冲洗溶剂。

#### (1) 校正混合物

聚乙烯 655，含高沸点化合物，用环己烷稀释至 0.5% (重量比)。添加含有等量 C5-10、C12、C14、C16、C18、C20、C24、C26 和 C28 的混合物 (以下称为聚乙烯 655 标准品)。对于低沸点化合物的系统性能检验，使用环己烷将 C8-C40 烷烃校正标准品 (P/N: 40147-U) 稀释至 100ppm 来制备 n- 烷烃标准品。

#### (2) 参比油样品

使用二硫化碳将参比物质 5010 (P/N: SD-020-02) 稀释至 1% (重量 / 体积比)。

#### (3) 润滑油样品

使用二硫化碳将市售润滑油稀释至 1% (重量比)。

### 仪器配置

表 1 所示为分析中使用的仪器及配置。

表 1 仪器配置	
型号	: Nexis GC-2030
自动进样器	: AOCTM-20i Plus
进样口	: OCI-2030 NX
检测器	: FID-2030
色谱柱	: Ultra ALLOY-SIMDIS(HT) (5 m × 0.53 mm I.D., df = 0.1 μm) (P/N: UASIM (HT)-5W-0.1F)
注射器	: OCI 注射器 (P/N: 221-37282-02)

### 条件

本分析的操作条件如表 2 所示。

表 2 基于的 ASTM D7500 典型操作条件

进样器升温程序	: 100 °C → (15 °C /min) → 430 °C
平衡时间	: 10 min
柱温箱升温程序	: 35 °C → (10/min) → 430 (10 min)
FID 温度	: 450
补气	: 氦气 (24 mL/min)
气流	: 200 mL/min
H <sub>2</sub> 流	: 32 mL/min
载气	: 氦气, 恒流 (19 mL/min)
进样量	: 0.6 μL

### 系统性能检验

共制备并分析了两种校正混合物，然后根据结果对系统性能进行检验。图 1 所示为每种化合物的色谱图。

C50 和 C52 峰的色谱柱分离度为 2.5，符合 2 到 4 的标准值。C12 到 C110 的所有峰偏度介于标准值 0.8 到 1.8 之间。偏度由拖尾因子转化而来。转化为拖尾因子的标准值为 0.778 到 1.125。获得的拖尾因子示例和偏度如表 3 所示。n- 烷烃标准品的色谱图被用于检验 C12-C30 的偏度，聚乙烯 655 标准品的色谱图被用于检验 C32-C110 的偏度。

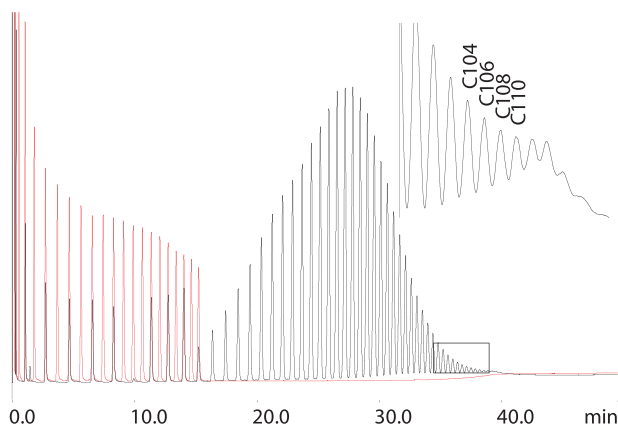


图 1 校正混合物的典型色谱图及 C110 附近峰的放大图  
(红色: n- 烷烃标准品, 黑色: 聚乙烯 655 标准品)

表 3 根据校正混合物分析结果获得的沸点 (b.p.)、拖尾因子和偏度示例

碳编号	b.p. (°C)	拖尾因子	偏度	碳编号	b.p. (°C)	拖尾因子	偏度
16	287	1.01	0.99	60	615	0.80	1.68
18	316	1.00	1.00	62	622	0.81	1.62
20	344	0.98	1.05	64	629	0.81	1.61
22	369	0.98	1.04	66	635	0.83	1.53
24	391	0.98	1.04	68	641	0.84	1.48
26	412	0.99	1.02	70	647	0.85	1.42
28	431	0.98	1.03	72	653	0.86	1.38
30	449	0.99	1.03	74	658	0.87	1.35
32	466	1.07	0.88	76	664	0.89	1.29
34	481	1.04	0.92	78	670	0.92	1.20
36	496	0.97	1.05	80	675	0.91	1.22
38	509	0.94	1.13	82	681	0.93	1.16
40	522	0.91	1.21	84	686	0.95	1.11
42	534	0.90	1.26	86	691	0.99	1.03
44	545	0.87	1.35	88	695	0.99	1.02
46	556	0.84	1.46	90	700	0.97	1.07
48	566	0.85	1.43	92	704	1.02	0.95
50	575	0.83	1.51	94	708	0.98	1.05
52	584	0.82	1.54	96	712	1.00	1.00
54	592	0.81	1.61	98	716	1.03	0.94
56	600	0.80	1.69	100	720	1.03	0.94
58	608	0.79	1.75	110	735	0.92	1.18

## ■ 使用 i-PeakFinder

i-PeakFinder 是包含在 SHIMADZU LabSolutions 中的一个峰积分算法，可协助轻松处理复杂的色谱图。为了计算峰偏度，即使聚乙烯 655 标准品色谱图的轻微峰也要检测到，哪怕它的基线出现明显的偏移。

部署 i-PeakFinder 之后，轻微峰的检测和基线的处理就更加容易，具体如图 2 所示。i-PeakFinder 无需测定积分参数，即可计算偏度。

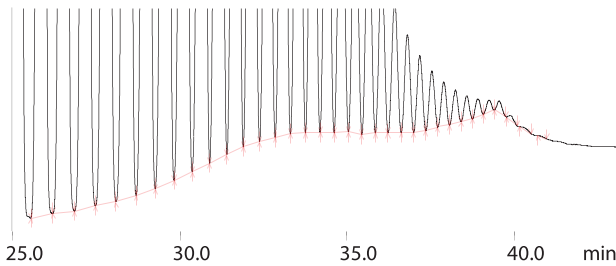


图 2 使用 i-PeakFinder 处理的典型乙烯 655 标准品色谱图

注：如图 2 所示，使用 i-PeakFinder 得出的结果需要测定沸程分布，而不是计算标准曲线、色谱柱分离度和偏度。为计算沸程分布，需使用切片面积。

## ■ 保留时间与沸点的标准曲线

图 3 所示为根据表 3 中的校正混合物分析结果得出的保留时间与沸点的标准曲线。

使用 LabSolutions SIMDIS GC 软件可轻松生成给标准曲线。

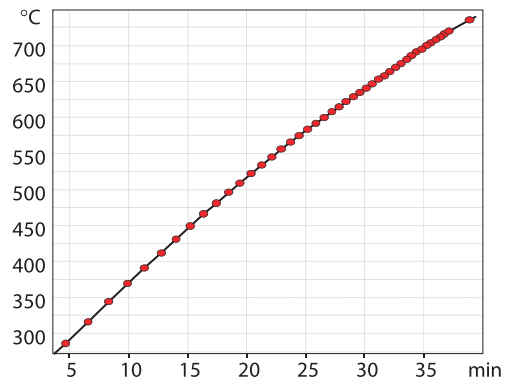


图 3 典型的保留时间与沸点的标准曲线

## ■ 参比油样品分析

图 4 和表 4 分别为参比油色谱图和检测结果。结果表明，使用此分析系统测定沸程分布满足重复性公差要求。

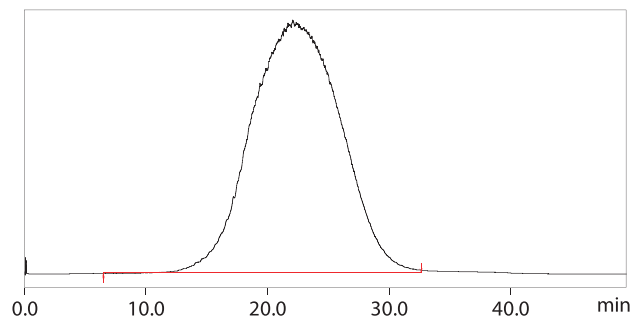


图 4 参比油样品的典型色谱图

表 3 根据校正混合物分析结果获得的沸点 (b.p.)、拖尾因子和偏度示例

回收质量 %	分析 b.p. (°C)	接受的 b.p. (参比物质 5010) (°C)	偏离 (°C)	允许偏离 (°C)
IBP	429.3	428	1.3	±9
5%	476.5	477	-0.5	±3
10%	492.2	493	-0.8	±3
15%	502.1	502	0.1	±3
20%	510.2	510	0.2	±3
25%	517.7	518	-0.3	±4
30%	524.6	524	0.6	±4
35%	531	531	0	±4
40%	536.9	537	-0.1	±4
45%	542.6	543	-0.4	±4
50%	548.4	548	0.4	±5
55%	554.3	554	0.3	±4
60%	560.1	560	0.1	±4
65%	566	566	0	±4
70%	571.7	572	-0.3	±4
75%	577.8	578	-0.2	±5
80%	584.5	585	-0.5	±4
85%	591.7	593	-1.3	±4
90%	600.7	602	-1.3	±4
95%	613.7	616	-2.3	±4
FBP	648.7	655	-6.3	±18

## 样品分析

使用此检测方法对润滑油样品作了分析。色谱图如图 5 所示，蒸馏曲线如图 6 所示。该曲线也使用 LabSolutions SIMDIS GC 软件生成。

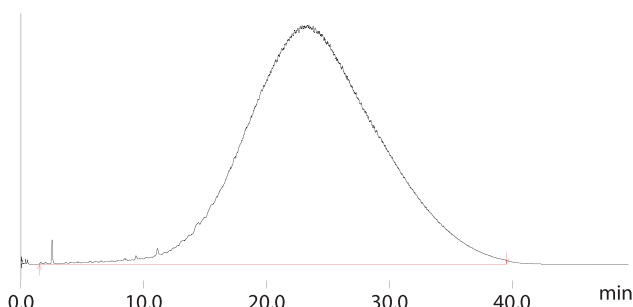


图 5 润滑油样品的典型色谱图

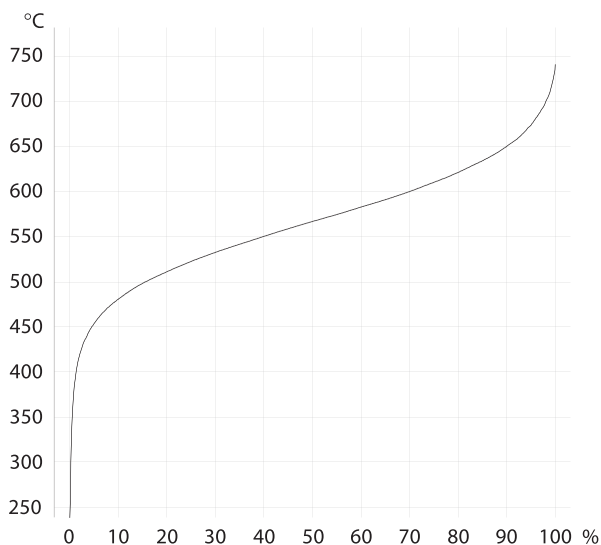


图 6 润滑油样品的典型蒸馏曲线

## LabSolutions SIMDIS GC 软件

LabSolutions SIMDIS GC 软件主要用于进行这些分析和计算。如上所述，其有许多实际的功能，如创建校准曲线和蒸馏曲线。此外，该软件还能生成多种格式的报告。例如，可以轻松输出如图 7 所示的报告。参比油检测结果也可转换为如下图 8 所示的报告。

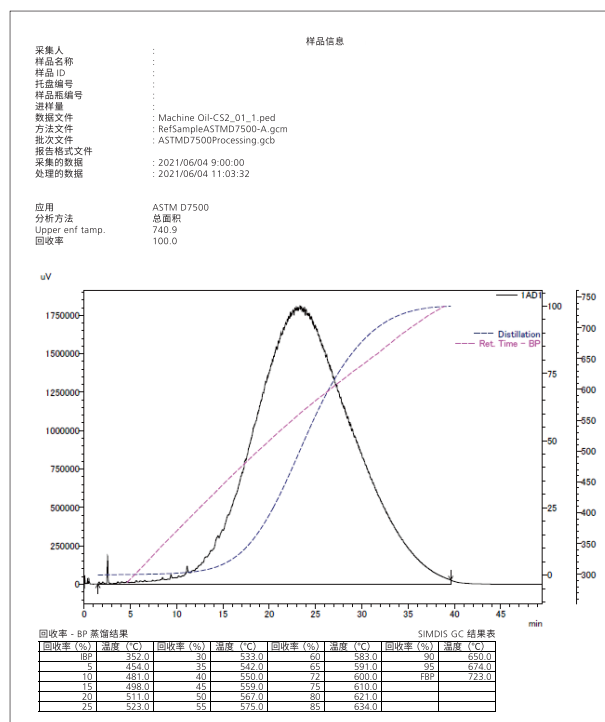


图 7 LabSolutions GC 软件输出的报告格式示例

## 注意事项

此次 SIMDIS 分析中使用的某些校正混合物及润滑油样品均作了必要的加热处理，然后将其正确引入气相色谱仪。请保障操作员的安全，并消息处理，以防将溶剂点燃。

请注意，进行加热以软化的样品很容易就会再次固化，可能无法进入气相色谱仪，而这会影响重现性。请注意沸程分布由于重新固化而发生的变化。

## 结论

润滑油根据 ASTM D7500 标准使用 Nexis GC-2030 及新款 SHIMADZU OCI- 2030 NX 进行了分析。也对系统性能及参比油重复性进行了检测，其结果均符合标准值。

该分析使用 LabSolutions SIMDIS GC 软件完成。此软件具备许多实用的功能，可为操作员提供协助，也便于使用分析结果创建报告。

回收率 - BP 蒸馏结果

SIMDIS GC 结果表<sup>4</sup>

回收率 (%)	温度 (°C)	BP 标准	阈值	检验	回收率 (%)	温度 (°C)	BP 标准	阈值	检验
IBP	429.0	428	9	通过	55	554.0	554	4	通过
5	477.0	477	3	通过	60	560.0	560	4	通过
10	492.0	493	3	通过	65	566.0	566	4	通过
15	502.0	502	3	通过	70	572.0	572	4	通过
20	510.0	510	3	通过	75	578.0	578	5	通过
25	518.0	518	4	通过	80	585.0	585	4	通过
30	525.0	524	4	通过	85	592.0	593	4	通过
35	531.0	531	4	通过	90	601.0	602	4	通过
40	537.0	537	4	通过	95	614.0	616	4	通过
45	543.0	543	4	通过	FBP	649.0	655	18	通过
50	548.0	548	5	通过					

图 8 LabSolutions SIMDIS GC 软件的参比油检验输出示例

岛津应用云



Nexis GC-2030、LabSolutions 和 AOC 均为岛津制作所在日本和 / 或其他国家的商标。



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: 2021 年 9 月