

GCMS 法测定润滑油脂中 2,4,6- 三叔丁基苯酚含量

GCMS-404

摘要：本文使用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了润滑油中 2,4,6- 三叔丁基苯酚含量的检测方法。2,4,6- 三叔丁基苯酚标准曲线在 0.5~10 mg/L 浓度范围内，相关系数在 0.999 以上。取浓度为 1.0 mg/L 标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD% 小于 2%。加标回收率测试中，内燃机油和齿轮润滑脂两样品的平均加标回收率分别为 100.1% 和 103.4%，满足定量检测的要求。

关键词：气相色谱质谱联用法 润滑油 2,4,6- 三叔丁基苯酚

内燃机油、液压油等润滑油脂通常是在高温高压、与金属或氧气接触等环境下工作的。长期在这种环境下使用，润滑油中的烃类成分会发生氧化反应，产生油泥、不溶性胶质、漆膜及酸性沉积物。这些产物会附着在机械表面，降低润滑油的润滑性能，还会导致金属件的腐蚀。因此，一般需要在润滑油脂中添加如 2,4,6- 三叔丁基苯酚等的抗氧化剂，以减缓氧化反应的发生。

2021 年 1 月 6 日美国环境保护局（US EPA）根据《有毒物质控制法案》发布了针对五种具有持久性，生物累积性和有毒（PBT）物质的终规则 40 CFR 751.401-

751.413。该规则对产品和物品中的 Deca BDE、PCTP、PIP (3:1)、HCBd、2,4,6- 三叔丁基苯酚等 5 项 PBT 毒性物质含量提出了管控要求。其中，规定了商业加工和分销的机油和润滑油中，2,4,6- 三叔丁基苯酚的含量不得超过 0.3%。

本文采用岛津气相质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了润滑油脂样品中 2,4,6- 三叔丁基苯酚含量的检测方法。该方法的线性关系、重复性及回收率良好，方法选择性强，可以为润滑油脂中的 2,4,6- 三叔丁基苯酚含量检测提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：Rxi-1HT, 15 m×0.25 mm×0.1 μm

柱温程序：80°C (1 min)_20°C /min_300°C (5 min)

进样口温度：300°C

恒线速度：52.1 cm/sec

色谱质谱接口温度：300°C

进样方式：分流进样

分流比：30:1

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

采集模式：SIM，化合物信息见表 1

■ 样品前处理

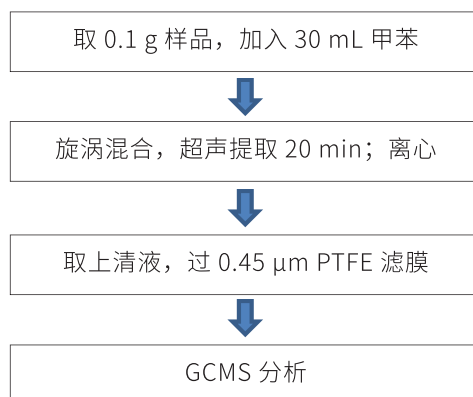


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

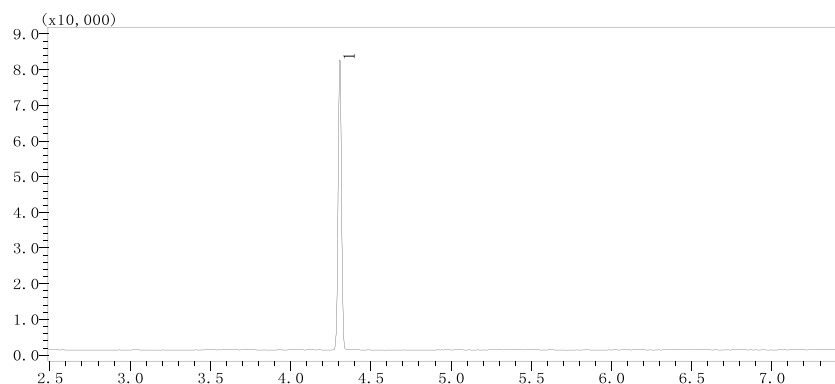


图 2 2,4,6- 三叔丁基苯酚化合物色谱图 (0.5 mg/L)

表 1 2,4,6- 三叔丁基苯酚化合物信息

序号	化合物名称	英文名长	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	2,4,6- 三叔丁基苯酚	2,4,6-Tri-tert-butylphenol	732-26-3	4.308	247	262、248

3.2 标准曲线及检出限

用甲苯作为溶剂，配制系列浓度为 0.5、1.0、2.0、5.0、10 mg/L 的标准曲线溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标制作标准曲线。标准曲线如下图所示。以标准曲线最低浓度点的信噪比计算出检出限 (S/N=3)，标准曲线信息及检出限见表 2。

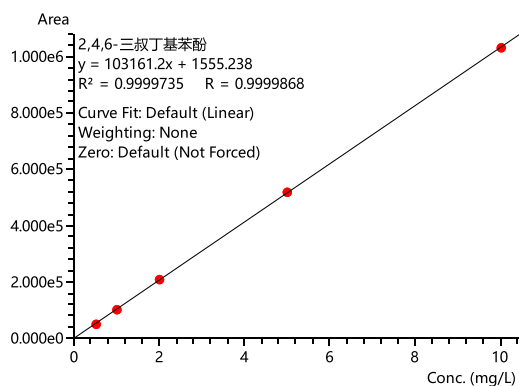


图 3 2,4,6- 三叔丁基苯酚标准曲线

表 2 标准曲线及检出限

化合物名称	标准曲线	相关系数 R	检出限 (mg/L)
2,4,6- 三叔丁基苯酚	$Y=103161.2 X+1555.238$	0.9999	0.0016

3.3 重复性测试

取浓度为 1.0 mg/L 标准溶液连续 6 次进样，考察重复性。

表 3 重复性结果 (n=6)

化合物名称	峰面积						RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
2,4,6- 三叔丁基苯酚	133434	137367	136390	137044	135643	137747	1.2

3.4 样品检测及加标回收率

分别采用内燃机油和齿轮润滑脂两个空白样品，进行加标回收实验，加标浓度为 300 mg/kg，空白样品及样品加标色谱图见图 4、图 5，回收率结果见表 4。

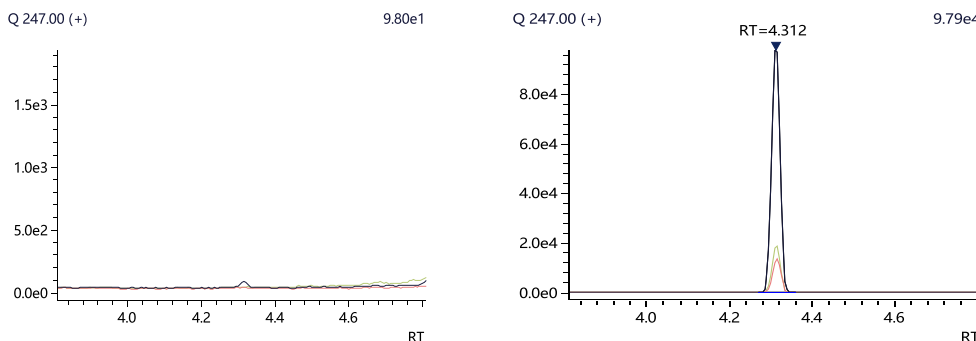


图 4 内燃机油样品色谱图（左）、样品加标色谱图（右）

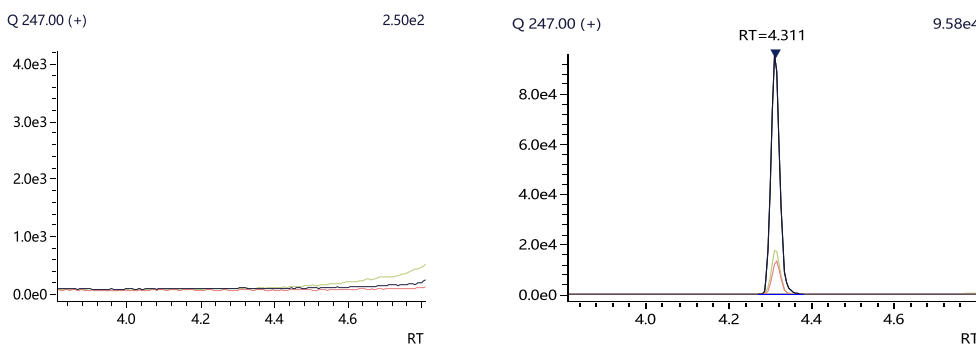


图 5 齿轮润滑脂样品色谱图（左）、样品加标色谱图（右）

表 4 回收率结果

No	样品名称	样品含量 (mg/kg)	回收率 %			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	内燃机油	N.D.	96.5	101.1	102.7	100.1
2	齿轮润滑脂	N.D.	103.2	103.3	103.7	103.4

注：N.D. 表示未检出

结论

采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 建立了润滑油样品中 2,4,6- 三叔丁基苯酚含量的检测方法，在 0.5~10 mg/L 浓度范围内，相关系数 R 在 0.999 以上。取浓度为 1.0 mg/L 的标准溶液连续 6 次进样，峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 小于 2%，重复性良好。在浓度为 300 mg/kg 的加标水平下，内燃机油和齿轮润滑脂样品的平均加标回收率分别为 100.1% 和 103.4%，回收率良好。该方法可为润滑油脂样品中的 2,4,6- 三叔丁基苯酚含量的测定提供参考。

岛津应用云

