

Application News

No. G312

气相色谱法

依据 ASTM D3525、JPI-5S-24 进行机油中汽油稀释率试验

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。

燃料稀释率的检测标准有 ASTM D3524、ASTM D3525、ASTM D7593 等。ASTM D3525 试验方法针对汽油检测。适用于日本石油学会标准 JPI-5S-24。本文将依据 ASTM 及 JPI 标准对机油中汽油稀释率进行检测

A. Miyamoto, R. Kubota, T. Wada

■ 试样的制备

在 1g 含有汽油的机油试样中加入 20 μL 内标物 n-C₁₄^{*1}。

作为色谱柱分离度测定试样，在 n-C₈^{*2} 中分别加入 n-C₁₄ 和 n-C₁₆^{*3}，各配制 1 容量 % 的混合溶液。

各试样不通过溶剂稀释，直接用于分析。

■ 分析条件

表 1 为参考的分析条件。

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.	: 50 °C (0 min) - 45 °C/min - 290 °C (10 min) total : 15.33 min
Injection Temp.	: 255 °C
Carrier Gas	: N ₂ , 15 mL/min
Purge Flow	: 3 mL/min
Injection Method	: Split 1 : 5
Carrier Gas Controller	: constant linear velocity mode
Detector	: FID
Detector Temp.	: 300 °C
Injection Volume	: 0.1 μL

* 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

■ 含汽油的机油色谱图

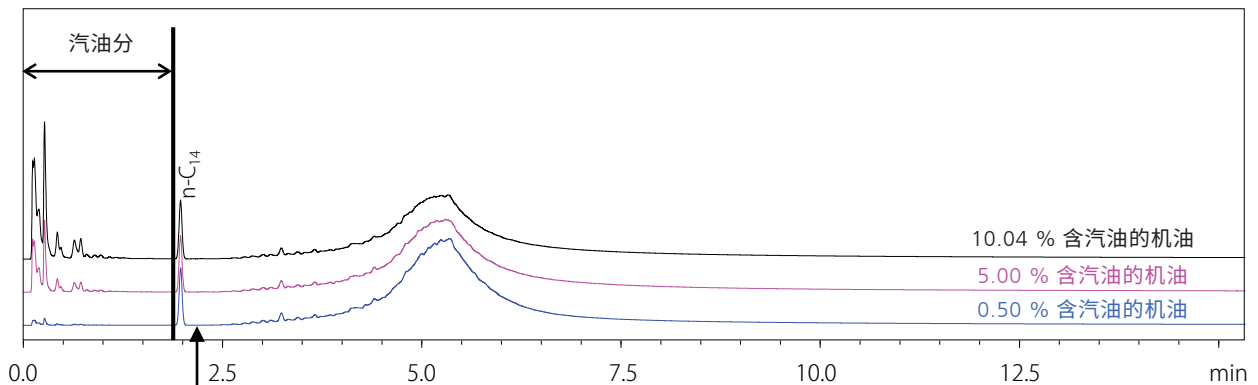


图 1 含汽油的机油色谱图

汽油分为在 n-C₁₄ 前析出的成分。汽油稀释率 (质量 %) 是通过加入 n-C₁₄ 的试样中的汽油分与 n-C₁₄ 的面积比得出的。

汽油稀释率 (质量 %) 的计算方法

$$F = \frac{A_1 \times W_1}{A_2 \times W_2} \times 100$$

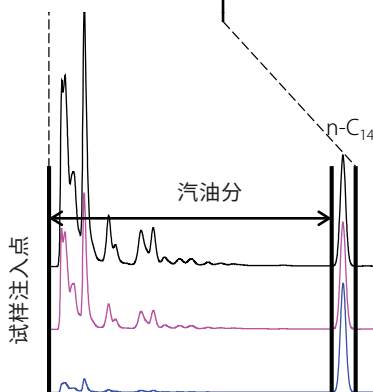
F: 汽油稀释率 (质量 %)

A₁: n-C₁₄ 以前的色谱图的峰值面积 (不包括 n-C₁₄)

A₂: n-C₁₄ 的峰值面积

W₁: n-C₁₄ 取样量 (g)

W₂: 试样的取样量 (g)



■ 注入试样的注意点

本分析条件不需要通过 $n-C_{16}$ 或二硫化碳 (CS_2) 等溶剂进行试样稀释等预处理。试验中会注入少量粘性高的试样，但通过提高操作人员的进样重复性，也能确保足够的精度。试样注入的条件汇总在表 2 中。

表 2 进样条件

进样针	: 0.5 μ L 进样针 (P/N 000445; 图 2) *4
清洗溶剂	: CS_2
活塞芯杆吸入速度	: 低速
试样清洗	: 无
抽吸次数	: 0 次
衬管	: P/N 227-35007-01 (图 3) 石英绵距顶部 18mm

* 4: 使用新品时, 请反复抽吸、推出, 使芯杆动作顺滑。



图 2 0.5 μ L 进样针 (P/N 000445)



图 3 经过惰性化处理的分流用衬管 (P/N 227-35007-01)

■ 分离度确认

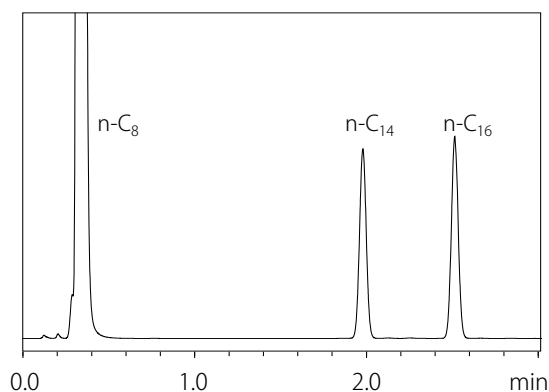


图 4 柱析分离度检测试剂的分离谱

柱析分离度检测试剂的分析结果如图 4 所示。 $n-C_{14}$ 与 $n-C_{16}$ 的分离度为 7.3。ASTM 标准要求的柱层析分离度试样的 $n-C_{14}$ 与 $n-C_{16}$ 的分离度 (USP) 要求为: $3 \leq USP \leq 8$ 。

<参考文献>

ASTM D3525-04
JPI-55-24-2017

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。

■ 汽油稀释率的重复性

汽油稀释率的重复性如表 3 所示。重复性 %RSD ($n = 10$) 良好。室内允许差均满足标准要求。

表 3 汽油稀释率 (%) 重复性 % RSD ($n = 10$)

	Sample 1	Sample 2	Sample 3
1	0.66	4.91	9.91
2	0.66	4.87	9.89
3	0.66	4.86	9.97
4	0.65	4.89	9.90
5	0.65	4.87	9.80
6	0.65	4.84	9.76
7	0.65	4.82	9.76
8	0.65	4.88	9.73
9	0.65	4.86	9.71
10	0.65	4.85	9.64
Average	0.65	4.87	9.81
%RSD	0.74	0.52	1.08

■ 结论

本分析不进行溶剂稀释等预处理, 在使用氮气作载气的分析条件下, 满足 ASTM D3525 与 JPI-55-24 标准中要求的精度。

在这些标准中, 记载了有关使用反冲洗法去除残留成分的内容。使用反冲洗进行汽油稀释率试验的高产出分析请参考 ASTM D7593 应用新闻 No.G313。

燃料稀释率的相关 APP 新闻请参考表 3 所示。

表 3

规格标准	分析对象	APP 新闻
D3524	轻油	G310
JPI-55-23	轻油	G311
D3525	汽油	G312
JPI-55-24	汽油	G313
D7593	汽油	G314
	轻油、生物柴油	

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