

Application News

No. G310

气相色谱法

依据 ASTM D3524 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。轻油稀释率的实验依据 ASTM D3524、JPI-5S-23 实施。本文将介绍根据 ASTM 标准检测机油中轻油稀释率。

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% 浓度范围内配制 6 点标准试剂，每 1g 标准试剂中添加 0.1g 内标物 n-C₁₀^{*1}。另外，不通过 CS₂ 进行稀释。向柱析分离度检测试剂 n-C₈^{*2} 中加入 n-C₁₆^{*3} 及 n-C₁₈^{*4}，分别调制 wt=1% 的混合溶液。

配制含有 wt=1% n-C₁₉^{*5} 的 n-C₈ 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

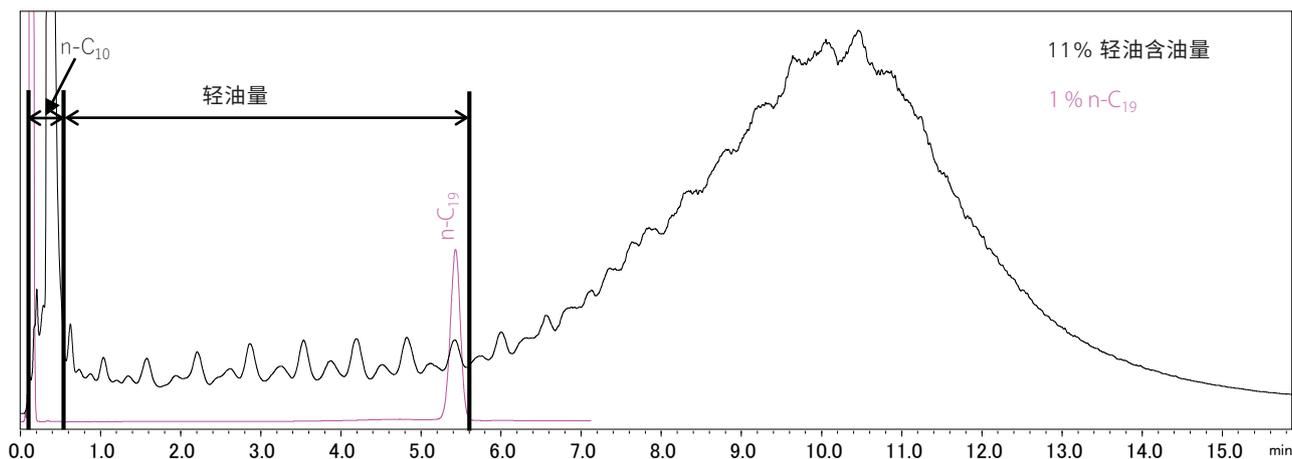


图 1 轻油含有机油的分离谱图

图 1 所示为分离谱图。轻油的洗脱时间等于 n-C₁₉ 的保留时间，以区别于机油。求稀释率所使用的公式如右所示。

$$C_5 = C_1 + \frac{(C_2 - C_1)(R_5 - R_1)}{(R_2 - R_1)}$$

R = 轻油总面积值 / n-C₁₀ 的面积值

C₅: 试剂中轻油的稀释率 (质量 %)

R₅: 试剂中的 n-C₁₀ 与轻油面积值的比

R₁: 低于 R₅ 的标准试剂的 n-C₁₀ 轻油面积值的比

R₂: 高于 R₅ 的标准试剂的 n-C₁₀ 与轻油面积值的比

C₁: R₁ 对应的油中轻油的质量 %

C₂: R₂ 对应的油中轻油的质量 %

■ 分析条件

表 1 所示为参考设定的分析条件。要求分离度检测试剂 n-C₁₆ 及 n-C₁₈ 的分离度 USP 要求为: 3 ≤ USP ≤ 8。

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 0.5 μL 容量注射器 (P/N 000445)。

清洗溶剂使用 CS₂，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。

■ 系统适合性确认

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。确认分离度与 FID 检测器的响应因子符合 ASTM 标准的要求。

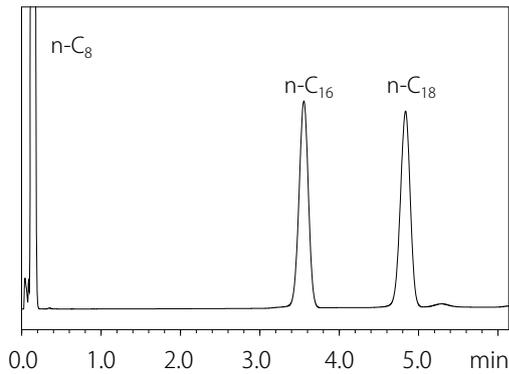


图 2 柱析分离度检测试剂的谱图

■ 标准曲线

按照表 1 的条件对 6 点标准试剂进行分析，根据其结果所做的标准曲线如图 3 所示。

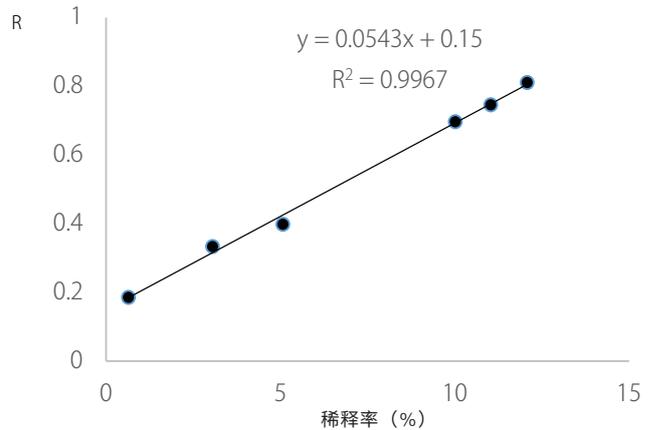


图 3 标准曲线

■ 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) 良好。确认房间平行公差满足 ASTM 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	3.70	4.44	10.28	10.87
2	3.80	4.35	10.43	10.68
3	3.62	4.38	10.42	10.56
4	3.85	4.34	10.30	10.93
5	3.71	4.33	10.34	11.06
6	3.75	4.36	10.57	10.87
7	3.81	4.43	10.28	11.05
8	3.84	4.38	10.28	10.71
9	3.61	4.39	10.33	10.96
10	3.70	4.35	10.41	10.68
Average	3.74	4.38	10.36	10.84
%RSD	2.29	0.84	0.90	1.58

■ 结论

本次分析中未对试剂进行稀释等预处理，将氮气作为载气的分析条件下可以达到 ASTM D3524 中要求的精密密度。

有关轻油稀释率实验的相关内容记载在 ASTM D7593 中，该标准中记载了利用反吹法进行高通量分析。详细内容请参照 APP 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
ASTM D4626-95
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。