

GCMS测定润滑脂中的月桂酸异丙酯

No.GCMS-040

摘要：本文建立了一种润滑脂中月桂酸异丙酯的GCMS测定方法。样品经石油醚溶解后，直接进样，用气相色谱质谱联用仪进行定性和定量分析。月桂酸异丙酯在1~500mg/L浓度范围内线性良好，相关系数为0.9999。分别针对5mg/L标准溶液和样品进行精密度实验，6次分析峰面积相对标准偏差分别为0.56%和2.04%，保留时间相对标准偏差分别为0.005%和0.01%，系统精密度良好。样品添加回收率测试结果均在87~105%之间，能够用于润滑脂中月桂酸异丙酯的监测。

关键词：气质联用仪 月桂酸异丙酯

润滑脂是工业上常用的润滑材料之一，润滑脂是一种具有塑性的润滑剂，它由润滑液体、稠化剂和添加剂三部分组成。润滑脂的润滑性质取决于润滑液体的性质。添加剂是指为改善润滑脂某方面的使用性能而添加的少量物质(如抗氧化剂、抗腐蚀剂等)。为了提高润滑脂的防护性，防止空气、水分等透过润滑脂膜，造成金属的生锈，要向润滑脂中加入防锈添加剂。作为防锈添加剂的物质是一些有机极性化合物，如金属皂、有机酸、酯、胺等。其作用机理是：这些极性化合物吸附在金属表面，或是与金属发生化学反应而生成盐，它们在金属表面上形成致密而稳定的薄膜使金属面与水分和空气相隔离，从而起到防锈作用。月桂酸异丙酯是一种新型的润滑脂防锈添加剂，能够改善润滑脂的质量和性能，为保证润滑脂的质量和性能，必须对月桂酸异丙酯添加剂进行实时监控，合理调配。

■ 实验部分

1、仪器与试剂

GCMS-QP2010 Plus气相色谱-质谱联用仪，配自动进样器(AOC-20i)，GCMS-Solution工作站，NIST谱库。月桂酸异丙酯标准品购于香港先进技术工业公司，石油醚为分析纯。

2、色谱条件

色谱柱：DB-WAX, 30m × 0.25mm × 0.5 μm	柱流量：1.5mL/min	进样量：1 μL
进样口温度：240℃	进样模式：分流进样	分流比：30
柱温程序：100℃(0min)-10℃/min-230℃(2min)	接口温度：240℃	离子源温度：230℃
流量控制方式：恒线速度方式	电离方式：EI	检测器电压：0.93kV
	溶剂延迟：1.5min	扫描范围：50~500amu

3、标准溶液的配制及样品前处理

分别准确称取一定量的月桂酸异丙酯标准品，用石油醚溶解定容，配制成浓度约为10000mg/L的标准储备液，放于冰箱冷藏保存。使用时再逐步稀释至所需浓度。

移取1mL样品于100mL容量瓶中，用石油醚定容至刻度，取1 μL进样。

结果与讨论

1、月桂酸异丙酯TIC图及质谱图

配制500mg/L的月桂酸异丙酯标准溶液，取1 μ L进样，扫描得到TIC谱图及质谱图如下：

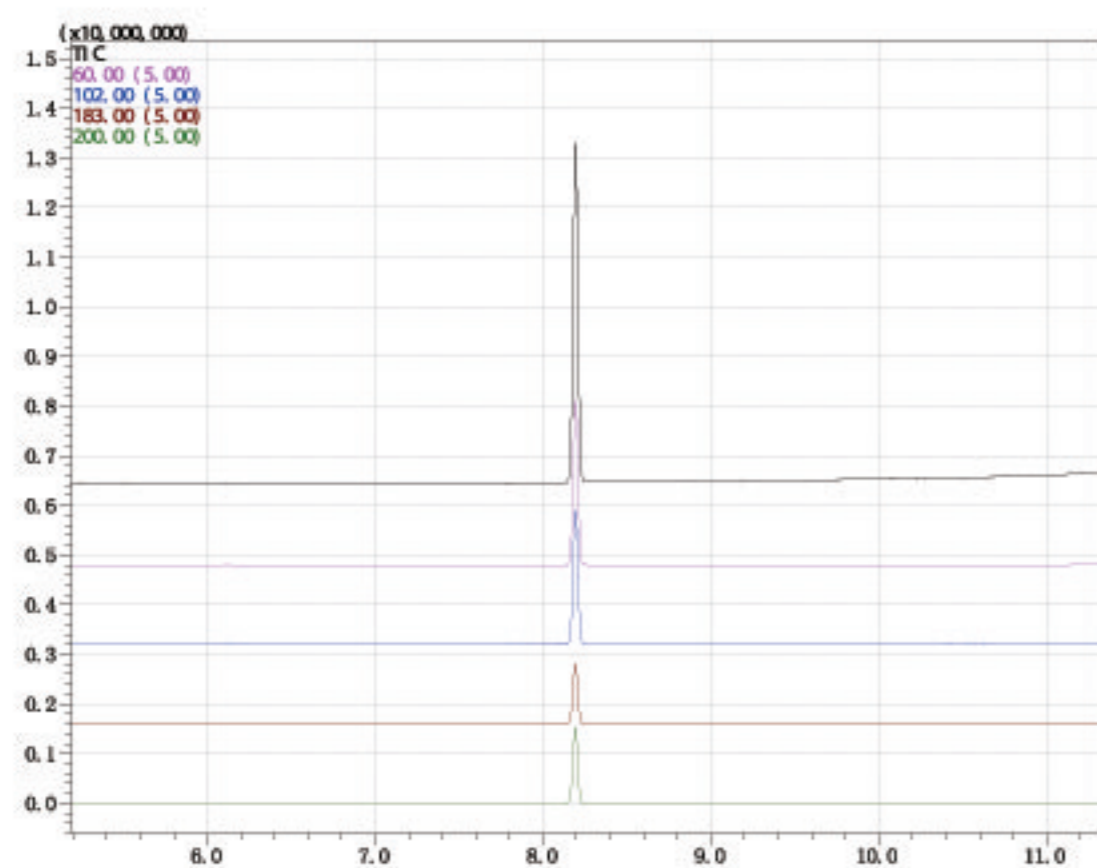


图1 月桂酸异丙酯标准溶液的TIC图

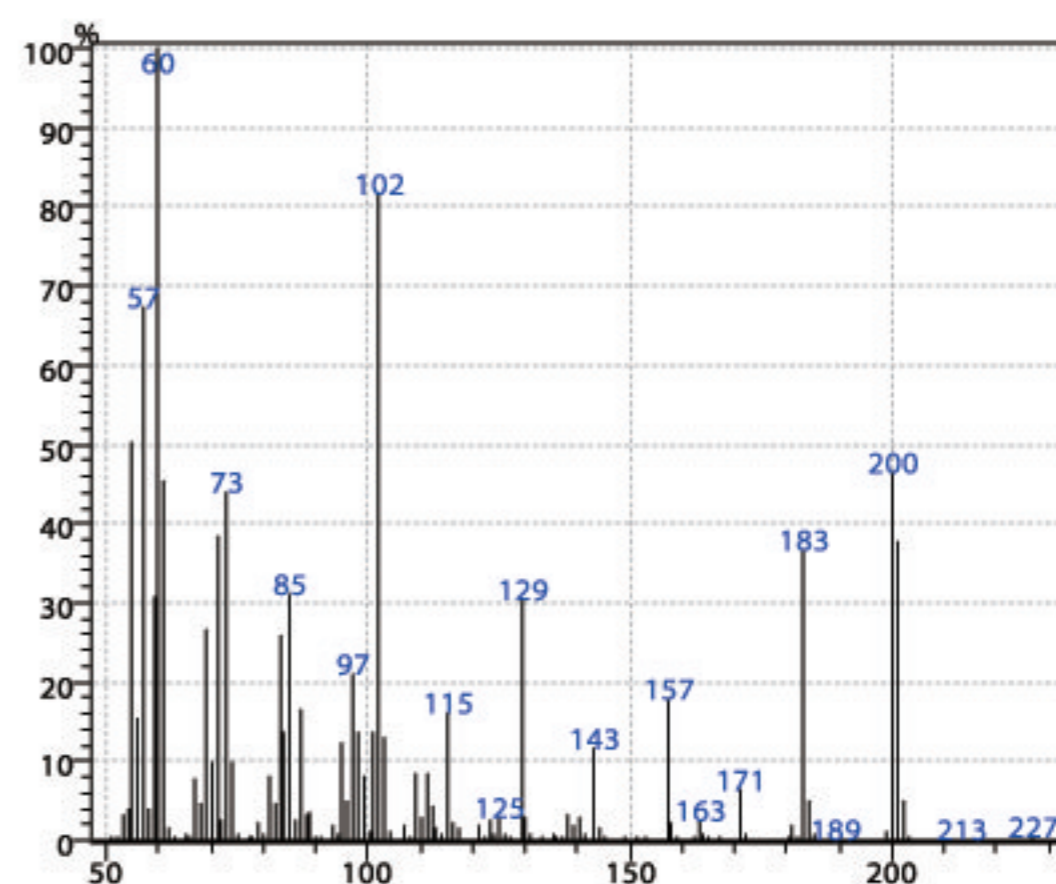


图2 月桂酸异丙酯的质谱图

2、标准曲线

分别配制一系列浓度为1、5、10、50、100、200、500mg/L月桂酸异丙酯标准溶液，按1.2中的分析条件进行测定，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标绘制工作曲线（图3）。结果表明：在1~500 mg/L的范围内，浓度与峰面积有良好的线性关系，相关系数为0.9999（表1）。

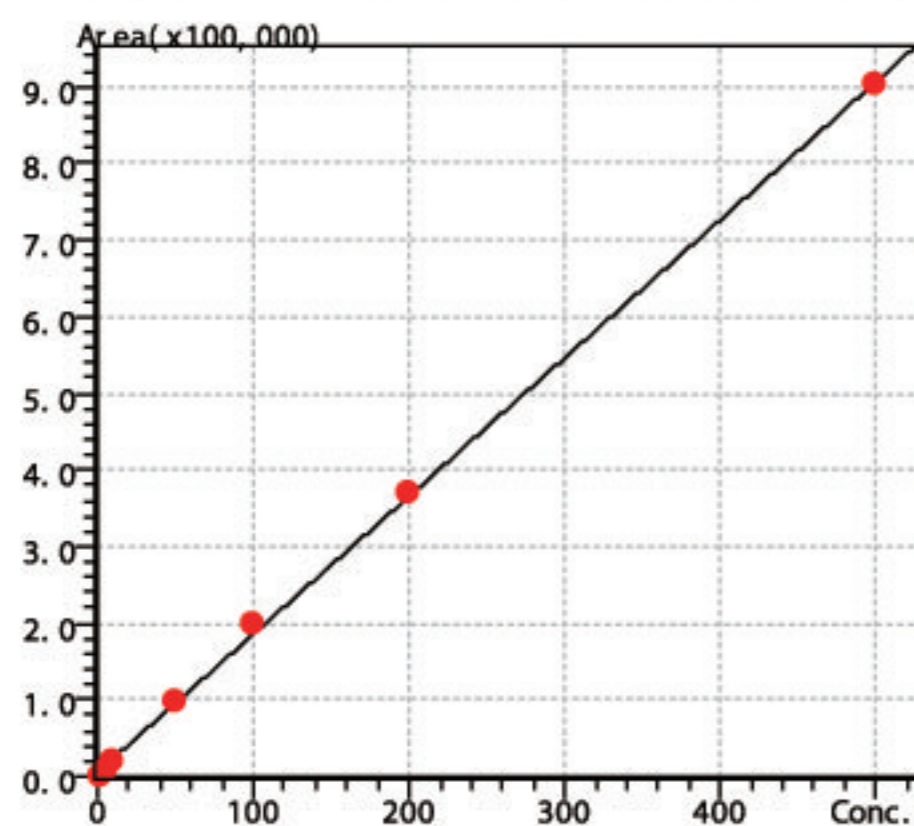


图3 月桂酸异丙酯的工作曲线

表1 定量离子及线性方程

名称	月桂酸异丙酯
保留时间	8.183
定量离子	60
线性方程	$Y = 1071.4X + 1718.214$
相关系数	0.9998908

3、精密度及回收率实验

5mg/L的月桂酸异丙酯标样及二期1550润滑脂（稀释100倍）分别连续测定6次，考察方法的精密度。重现性结果如表1和表2所示。

准确称取3份空白样品，分别加入一定量的标液，用石油醚定容，定容后加标浓度分别为0，10，100mg/L，重复测定3次，结果表明月桂酸异丙酯的回收率在87%~105%之间。

表2 5 mg/L标液的重现性 (n=6)

	保留时间	面积
1	8.183	9853
2	8.183	9727
3	8.183	9835
4	8.184	9805
5	8.183	9849
6	8.183	9886
平均值	8.1833	9826
RSD%	0.005	0.56

表3 二期1550（稀释100倍）的重现性 (n=6)

	保留时间	面积
1	8.182	216370
2	8.183	217864
3	8.184	219154
4	8.183	224950
5	8.184	223512
6	8.185	227945
平均值	8.1835	221633
RSD%	0.01	2.04

3、实际样品分析结果

吸取1mL的黑油样品于100mL的容量瓶中，用适量石油醚振摇均匀并定容至刻度，取1 μ L分析。得到黑油的TIC图（图4）及分析结果（表4）如下：

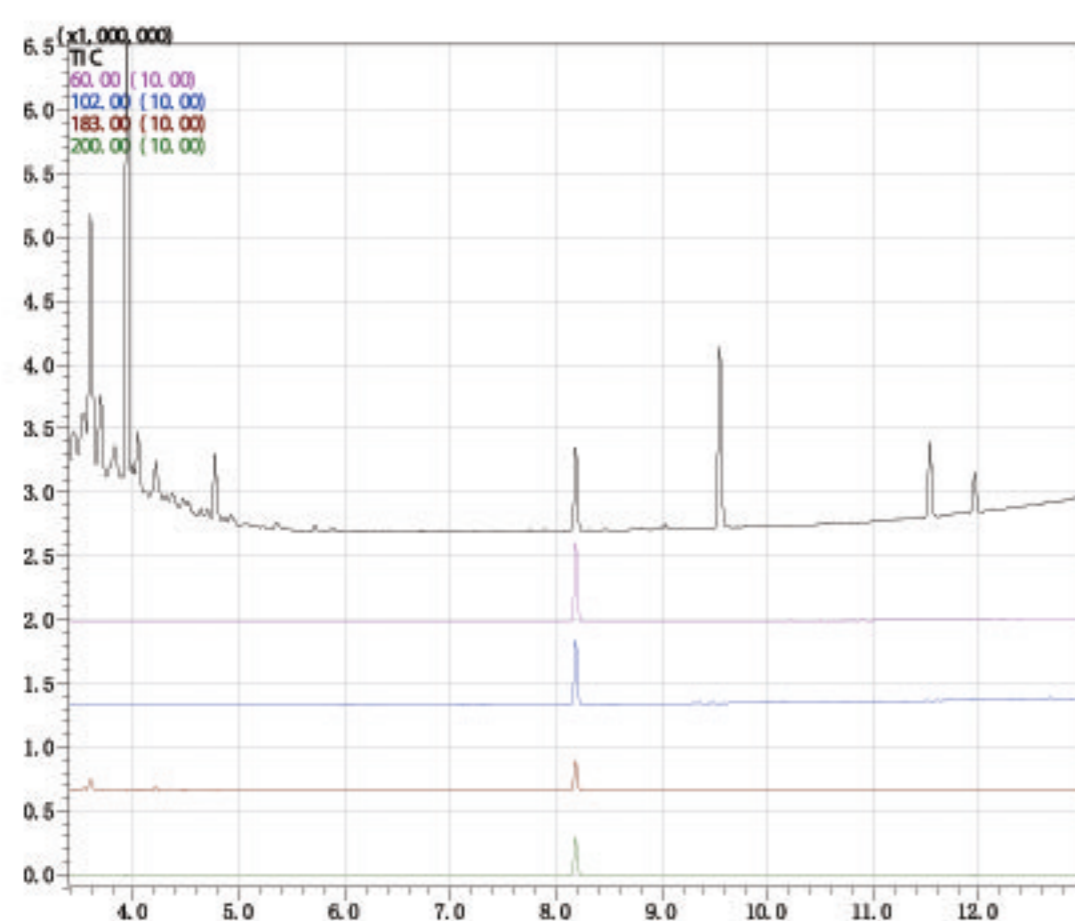


图4 黑油样品的TIC图

表4 黑油样品的分析结果

名称	保留时间	面积	浓度 (mg/L)	含量 (%)
月桂酸 异丙酯	8.185 min	160507	86.03	0.8603

■ 结论

本文建立了GCMS测定润滑脂中月桂酸异丙酯的分析方法，标准曲线线性关系良好，相关系数达到0.9999；对5mg/L标准溶液和样品进行精密度实验，6次分析峰面积相对标准偏差分别为0.56%和2.04%，保留时间相对标准偏差分别为0.005%和0.01%，系统精密度良好；样品添加回收率在87%~105%之间，能够快速准确的检测润滑脂中的月桂酸异丙酯。