

作者:

Timothy D. Ruppel

Gerald Hall

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

顶空气相色谱法测定 使用过的发动机润滑油 中乙二醇

引言

使用过的发动机润滑油中存在乙二醇，这是一种指示，说明防冻冷却剂已经渗漏到了内燃机的曲轴箱，因此可以预测发动机磨损问题。目前测

定乙二醇的方法有几个，包括比色法，该方法容易操作，但是在解释说明结果时，主观性大，而且测试灵敏度不高，快速，成本低。虽然使用气相色谱法也可以分析测定该物质，但是乙二醇的分子量较低，挥发性不佳，以及极性较强，检测和定量乙二醇时有点困难，色谱峰峰形经常难以控制，存在偏移问题。

直接进样到气相色谱, 分析测定使用过的发动机润滑油, 会引进高分子油和不挥发性组分到进样口和色谱柱。因此色谱法需要较长的分析时间, 色谱柱寿命会缩短, 同时样品处理量较低, 因为样品油中高沸点组分必须在下一次进样分析前流出色谱柱。ASTM方法D4291-98详细说明了用正己烷稀释油样, 提取乙二醇到水相, 然后通过GC分析即可, 但这是一个特别耗费人力的样品前处理过程, 不宽恕人的色谱方法, 水和极性被测物在柱上进样分析。

下面研究了ASTM方法D4291-98另一可替代的前处理方法, 该方法包含了一个简单的现场衍生化技术, 衍生后乙二醇变成了挥发性较强, 极性较小的物质。顶空萃取技术用来从复杂样品基质中隔离乙二醇, 然后进样到气相色谱, 快速得到分离定量, 而没有油品基质的影响。该方法测定速度快, 可以高通量处理样品, 每天分析100多个含有乙烯乙二醇和丙烯乙二醇的发动机油样。

实验条件

适用于该方法的系统和色谱条件见下表1

校正标样

准备乙二醇标样, 在发动机油中乙二醇的定量范围浓度在0.01%到0.2% W/W之间

样品准备

加100ul样品油到22ml的顶空瓶, 再加5mg的衍生化试剂 (PerkinElmer 货号N9301741), 密封后顶空分析。由于样品油有粘性, 经常使用移液管准确吸取油样, 为了快速准备好样品, 顶空瓶预先使用衍生化试剂润洗。

结果

在加热的条件下, 衍生化反应可以简单而快速完成, 顶空进样器可以从复杂的样品基质中提取掉挥发性组分, 然后可以干净的进入到气相色谱柱, 避免了高沸点的发动机油, 煤烟和其他不挥发的物质进入色谱柱, 乙烯乙二醇组分通过优化条件, 从较早流出的衍生化副产物中分离开, 气相色谱法等温运行, 运行周期3min或者是更短, 结果见figure1。和目前ASTM方法相比, 该方法可以提高10倍的生产效率, 在测定乙烯乙二醇浓度范围0.01%到0.2%之间时, 有极好的定量相关系数, 达到了0.997, 结果见figure2, 和较好的精密度, 3%RSD, 系统维护仅仅需要更换O-型圈, 在大约分析2000个样品后更换。

表1 使用PerkinElmer Clarus S80 GC和TurboMatrix HS 通过Waters Empower 3软件实验条件

顶空进样器	PerkinElmer TurboMatrix HS-40 或 HS-110		
温度 (度)	炉温: 120度	针温: 150度	传输线温度: 160度
时间 (分钟)	加热时间: 18	进样时间: 0.01	拨针时间: 0.5
	GC 循环时间: 3	一个样到下一个样分析周期: 3	
压力	40psi氦气	压力化时间: 1min	传输线: 320um惰性熔融石英
顶空瓶	22ml 顶空瓶, 涂聚PTFE的硅胶隔垫		
气相色谱	PerkinElmer Clarus 580 GC		
进样口	带PPC分流/不分流进样口	180度 25psi	分流: 50ml/min
检测器	带PPC的FID	量程×1, 衰减×32	温度: 250度
	空气: 450ml/min	氢气: 45ml/min	
色谱柱	Elite-5 15m×0.32mmID×0.25um	100度恒温2分钟	平衡时间: 0分钟
软件	Empower 3 CDS		

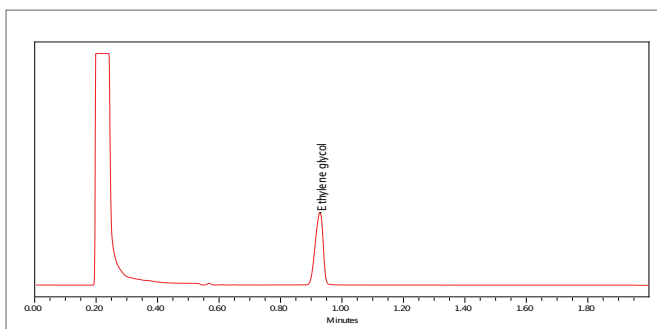


Figure 1. Chromatogram shows elution of ethylene glycol.

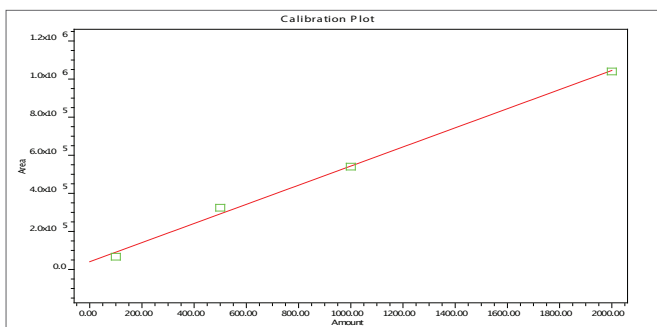


Figure 2. Calibration curve of ethylene glycol.

结论

本文开发和测试了一个适用的高通量分析方法，用来测试使用过的发动机油中稀释剂乙二醇组分，使用该方法每天可以分析多达400个样品，同时可以直接得到结果，该结果可以比得上和已确定方法得到的结果，顶空进样分析使用过的发动机油，样品前处理简单，具有高通量的分析能力，和较少的人为错误，每个样品的分析成本（不包括劳动力和启动成本）少于0.70美元。

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
 地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号
 邮编：201203
 电话：021-60645888
 传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2014, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。