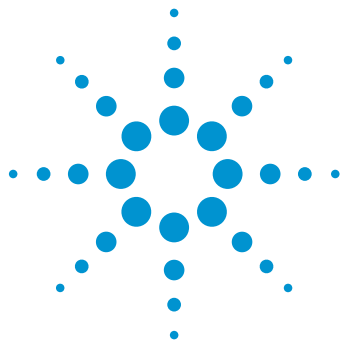




使用配备示差折光检测器的 Agilent 1260 Infinity 二元 HPLC 系统根据 ASTM D7419 测定总芳香烃和总饱和烃

应用简报

能源与化工 — 石化产品

作者

Edgar Naegele
安捷伦科技公司
Waldbronn, Germany

Nagesh Babu 与 Sumitra Sankar
Gulf Bio Analytical
Dubai, United Arab Emirates

摘要

本应用简报展示了 ASTM D7419 方法使用小内径色谱柱的一个优化版本。该方法的主要目的为在不影响所用标准品的前提下缩短运行时间并减少溶剂消耗量。方法可获得与 ASTM 原版方法相当的结果。



Agilent 1260 Infinity II
LC 已得到验证



Agilent Technologies

前言

润滑油的组成对油的特性和用途都有很大的影响。而饱和烃、芳香烃和极性化合物测定对这种组成分析必不可少。表征润滑油的组成对于确定混合产品中每种组分的可互换性也十分重要¹。

本应用简报介绍了使用配备示差折光检测器的 HPLC，根据下述 ASTM D7419 测定无添加剂的润滑油基础油中的总芳香烃和总饱和烃。此方法适用于含有 0.2%-46%（质量）总芳香烃的样品，如润滑油¹。

ASTM D7419 采用 7.7-10 mm 的大内径色谱柱，流速范围为 3.0-3.5 mL/min，进样量为 10 µL。该方法的运行时间为 30 分钟。本应用简报描述了一种优化方法，其中采用 4.6 mm 小内径色谱柱、1 mL/min 的流速以及 2 µL 的进样量。主要目的为缩短运行时间并减少溶剂消耗量。采用小内径色谱柱获得的结果与原始 ASTM 方法的结果相当，表明该方法是原方法规模缩小、成本降低的一个替代选择。

利用所描述的仪器设置，可以根据 IP391 (01)/ASTM D6591(11) 测定单环、双环和多环芳香烃²，也可根据 IP436/ASTM D6379(11) 方法测定单环芳烃和双环芳烃³。

实验部分

仪器

Agilent 1260 Infinity 液相色谱系统

- 配备 Agilent 1260 Infinity 标准脱气机 (G1322A) 的 Agilent 1260 Infinity 二元泵 (G1312B)
- 配备 Agilent 1290 Infinity 自动进样器温控器 (G1330B) 的 Agilent 1260 Infinity 标准进样器 (G1329B)
- 配备 Agilent 1200 Infinity 系列 Quick Change 快速更换 2 位/6 通阀 (G4231A) 的 Agilent 1260 Infinity 柱温箱 (G1316A)
- Agilent 1260 Infinity 示差折光检测器 (G1362A)

软件

Agilent OpenLAB CDS ChemStation 版，适用于 LC 和 LC/MS 系统，修订版 C.01.04

液相色谱方法

RID	
峰宽	> 0.2 分钟 (4 秒响应时间) (2.28 Hz)
温度	35.00 °C
柱温箱	
阀位置	端口 1 → 6
温度	20.00 °C
8.50 分钟	切换阀位置至端口 1 → 2
23.00 分钟	切换阀位置至端口 1 → 6
进样器	
进样量*	2.00 µL
温度	10 °C
二元泵	
流速**	1.000 mL/min
停止时间	25.00 分钟
溶剂 A	庚烷

* 由于采用了内径更小的色谱柱，因此进样量相对于 ASTM D7419 建议的进样量 (10 µL) 进行了更改

** 与 ASTM D7419 建议的 3-3.5 mL/min 的流速相比，该流速进行了调整以与内径较小的色谱柱相匹配

色谱柱

与 ASTM D7419 方法 (7.5-10 mm，第 6.3 节) 相比，色谱柱采用了更小的内径 (4.6 mm)。

- Lichrosorb Si 60-5, 4.6 × 250 mm, 5 µm (部件号 LI60-5-250A) (2 根色谱柱串联)
- Agilent ZORBAX 快速高分离度 SB-CN, 4.6 × 150 mm, 5 µm (部件号 863953-905)
- Agilent ZORBAX SB-CN 保护柱芯, 4.6 × 12.5 mm (部件号 820950-916)
- 安捷伦高性能 ZORBAX 保护柱接头工具包 (部件号 820888-901)

试剂

流动相

庚烷，HPLC 级

标准品

十八烷基苯、十六烷

使用两根色谱柱的阀操作

本方法中使用了一根硅胶柱和一根氰基柱。将样品进样至氰基柱中。分离色谱柱组合对饱和烃几乎没有亲和力，而会吸附芳香烃和极性化合物。这种保留特性使芳香烃和极性化合物与饱和烃发生分离。在预先确定的时间下，待饱和烃洗脱之后对色谱柱进行反冲，洗脱芳香烃和极性化合物。

根据性能标准品计算反冲时间：

$$B = t_1 + 0.1 (t_2 - t_1)$$

式中：

t₁ = 十六烷的保留时间，单位：分钟

t₂ = 十八烷基苯的保留时间，单位：分钟

标准品前处理

系统性能标准品

配制系统性能标准品 (SPS)：称取十六烷 (1.0±0.1 g) 和十八烷基苯 (1.0±0.1 g) 至 10 mL 容量瓶中，加入庚烷定容至刻度线。

校准标样

按照表 1 中给出的浓度配制五个校准标样（A、B、C、D 和 E），称取适量材料加入到 10 mL 容量瓶中（精确至 0.0001 g），加入庚烷定容至刻度线。

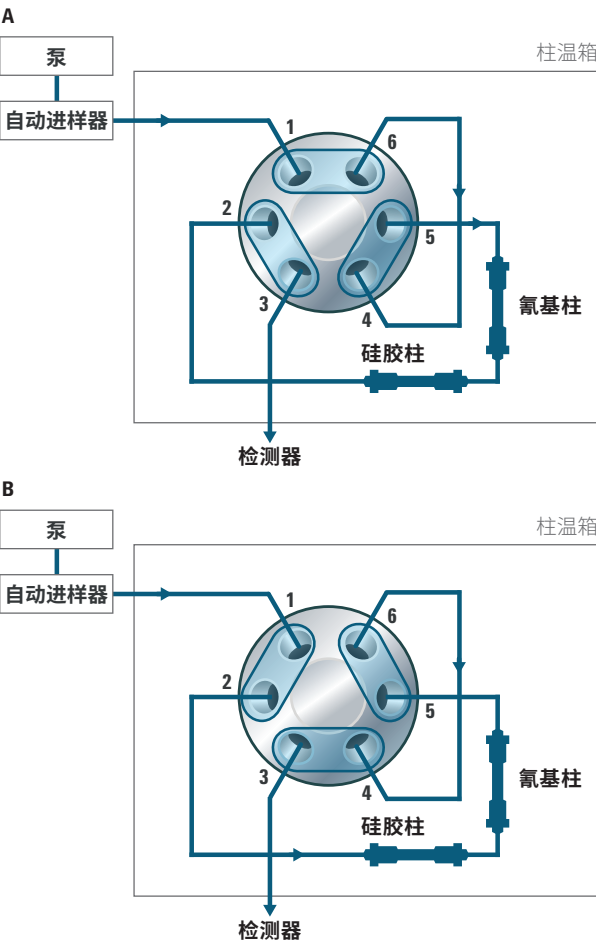


图 1. ASTM D7419 方法规定的阀配置。A) 位置 1 → 6 为加载位置。B) 切换至位置 1 → 2 后，化合物在反冲中洗脱和分析

表 1. 校准标样

校准标样	十六烷 (g/10 mL)	十八烷基苯 (g/10 mL)
A	0.01	0.01
B*	0.1	0.1
C	1	0.5
D	2	1
E	5	3

* 1 g/100 mL = 1% 的溶液

样品前处理

称取 0.5 g 样品至 1.5 mL 自动进样器样品瓶中，加入 0.5 mL 庚烷。摇匀，使样品与溶液充分混合。如果需要其他浓度的样品，可以在样品/溶剂比相似的较大容器中配制，然后将其转移至自动进样器样品瓶中。

结果与讨论

由于使用了阀解决方案去除饱和烃并反冲洗脱芳香烃和极性化合物，所以各化合物以单一的窄谱带形式洗脱。将含有 10% 十六烷和十八烷基苯的 SPS 进样分析，检查系统性能 (图 2)。图中显示出化合物在 8.301 和 9.797 分钟处洗脱，并通过 RI 检测器进行检测。将色谱柱切换至反冲的时间通过上述化合物的保留时间计算得到。

校准中使用的十六烷浓度范围是 0.1%-50%，十八烷基苯浓度范围是 0.1%-30%。如图 3 所示，最低浓度标准品对应色谱图中十六烷和十八烷基苯的浓度为 0.1%，最高浓度标准品对应色谱图中二者的浓度分别为 50% 和 30%。二者的校准曲线均显示出良好的线性，且线性浓度均低至 0.1% (图 4)。

系统的精密度在类似应用中得到了证明，应用中包括的进样阀将色谱柱切换至反吹，以从基质中分离分析物。通常，保留时间 RSD 低于 0.1%，面积 RSD 低于 0.2%。采用本文方法得到的芳香烃检测限 (LOD) 通常为 1 $\mu\text{g/mL}$ (以 3 的信噪比计算)²。

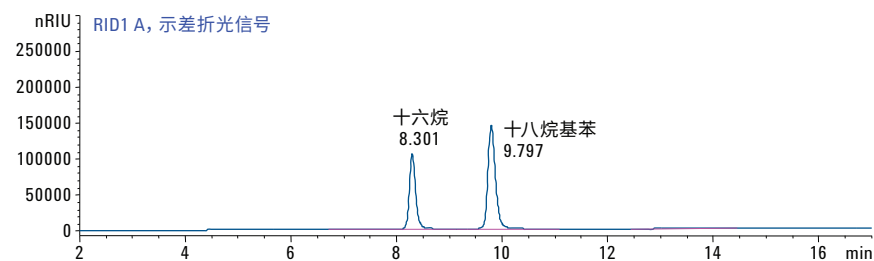


图 2. 含十六烷和十八烷基苯的系统性能标准品 (SPS)

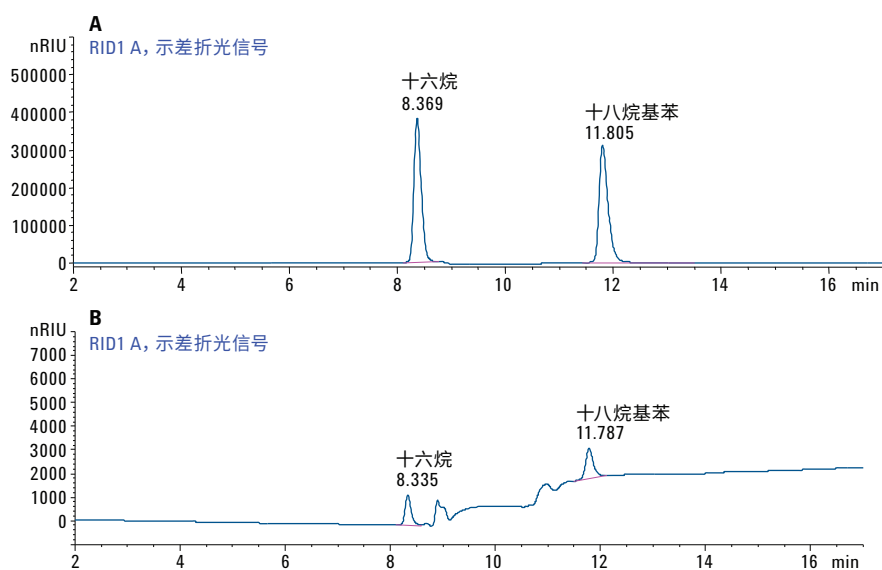


图 3. 十六烷和十八烷基苯浓度最高 (A) 和最低 (B) 的两个校准样

结论

本应用简报介绍了采用配备安捷伦 RID 检测器的 Agilent 1260 Infinity 二元液相色谱系统，根据 ASTM D7419 测定无添加剂的润滑油基础油中的总芳香烃和总饱和烃。

本应用简报中采用的方法是一种优化版本，其中采用小内径色谱柱、低流速和小进样量。小内径色谱柱缩小了分析规模，因此溶剂消耗量更少，可在更短的分析时间内获得结果。另外，所述方法是经典 ASTM 方法的低成本替代选择。结果表明该优化方法与 ASTM 原版方法结果一致性良好。

参考文献

1. American Society for Testing and Materials (ASTM): ASTM D7419-13, Standard Test Method for Determination of Total Aromatics and Total Saturates in Lube Basestocks by High Performance Liquid Chromatography (HPLC) with Refractive Index Detection, URL: <http://www.astm.org/Standards/D7419.htm>
2. 使用配备示差折光检测器的 Agilent 1260 Infinity 二元 HPLC 系统根据 IP391(01)/ASTM D6591(11) 测定石油中间馏分中的芳香烃，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-3170CHCN，2013
3. 使用配备示差折光检测器的 Agilent 1260 Infinity 二元液相色谱系统根据 IP436/ASTM D6379(11) 测定航空燃料中的芳香烃，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-3172CHCN，2014

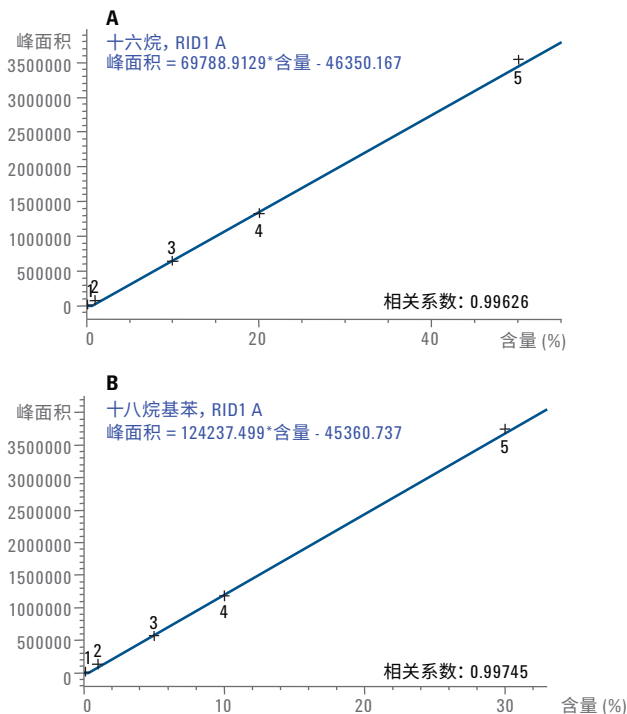


图 4. A) 0.1%-50% 十六烷和 B) 0.1%-30% 十八烷基苯的校准曲线

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017

2017 年 5 月 1 日，中国出版

5991-3171CHCN



Agilent Technologies