

车用柴油快速筛查技术规范

Technical specification for rapid screening of automobile diesel fuels

地方标准信息服务平台

2024 - 01 - 11 发布

2024 - 02 - 11 实施

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由安徽省产品质量监督检验研究院提出。

本文件由安徽省市场监督管理局归口。

本文件起草单位：安徽省产品质量监督检验研究院、中国石油天然气股份有限公司安徽销售分公司、中国石化销售股份有限公司安徽石油分公司、六安市产品质量监督检验所、宣城市产品质量监督检验所、芜湖市产品质量监督检验所、上海石博科技有限公司。

本文件主要起草人：丁燕、姚帮本、张开宇、潘剑婷、吴翔、张佳莉、曾华松、洪长亮、宋海华、汪怡然、梁琦、吴军、陶云峰、徐丽娜、王昭、钮长鸣、王跃、潘超、李振龙、刘向宁。

地方标准信息服务平台

车用柴油快速筛查技术规范

1 范围

本文件规定了车用柴油快速筛查阈值和快速检测方法、取样、质量保证、检测环境、快速筛查结果处理和报告等内容。

本文件仅适用于车用柴油产品的快速筛查。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 261 闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法
- GB/T 386 柴油十六烷值测定法
- GB/T 510 石油产品凝点测定法
- GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)
- GB/T 1885 石油计量表
- GB/T 4756 石油液体手工取样法
- GB 19147 车用柴油
- NB/SH/T 0248 柴油和民用取暖油冷滤点测定法
- NB/SH/T 0606 中间馏分烃类组成的测定 质谱法
- NB/SH/T 0806 中间馏分芳烃含量的测定 示差折光检测器高效液相色谱法
- SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法(U形振动管法)
- SH/T 0694 中间馏份燃料十六烷指数算法(四变量公式法)
- SH/T 0768 闪点测定法(常闭式闭口杯法)
- ASTM D7039 用单色波长色散x射线荧光光谱法测定法测定汽油、柴油、喷气燃料、煤油、生物柴油、生物柴油混合燃料和汽油乙醇混合燃料中硫的试验方法(Standard Test Method for Sulfur in Gasoline, Diesel Fuel, Jet Fuel, Kerosine, Biodiesel, Biodiesel Blends, and Gasoline-Ethanol Blends by Monochromatic Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry)

3 术语和定义

GB 19147 界定的术语和定义适用于本文件。

4 快速筛查阈值和快速检测方法

车用柴油快速筛查阈值见表1。

表1 车用柴油快速筛查阈值和快速检测方法

项目	阈值						检验方法
	5号	0号	-10号	-20号	-35号	-50号	
硫含量/(mg/kg) >	10						ASTM D7039
多环芳烃含量(质量分数)/% >	7						附录 A
凝点/°C >	5	0	-10	-20	-35	-50	附录 A
冷滤点/°C >	8	4	-5	-14	-29	-44	附录 A
闪点(闭口)/°C <	60			50	45		SH/T 0768 或附录A
十六烷值 <	51			49	47		附录 A
十六烷指数 <	46			46	43		附录 A
密度(20°C)/(kg/m ³)	< 810; > 845			< 790; > 840			附录 A

5 取样

按照 GB/T 4756 的规定操作进行，取样量为 400 mL，用于快速筛查。

6 质量保证

- 6.1 为保障快速筛查方法的准确性，需与省级检测机构进行快速筛查方法比对。
6.2 快速筛查方法与 GB 19147 标准定期评估时间为每半年一次。

7 检测环境

电源、通风、减震、消防等设施满足检验要求，能够保证检测设备的稳定性和检测数据的准确性。

8 快速筛查结果处理和报告

- 8.1 快速筛查结果符合 GB 19147 的要求，则快速筛查结果合格，出具快速筛查报告单。
8.2 快速筛查结果在表 1 中阈值内，则快速筛查结果可疑，按 GB 19147 的规定进行检验。

附录 A

(规范性)

车用柴油快速检测 近红外光谱法

A.1 原理

近红外光谱法是利用含有氢基团 (X—H, X 为: C, O, N 等) 化学键伸缩振动的倍频或合频, 以透射或反射方式获取在近红外区的吸收光谱, 无需前处理, 直接通过主成分分析、偏最小二乘法等现代化学计量学方法, 建立光谱与质量指标之间的线性或非线性关系 (定标模型), 从而实现利用光谱信息对待测样品的多种质量指标的快速测定。

A.2 仪器

A.2.1 傅立叶变换近红外光谱仪 (带化学计量学软件): 近红外光谱的有效波数区间 $12500\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$, 光谱分辨率优于 2 cm^{-1} , 波数准确度优于 $\pm 0.03\text{ cm}^{-1}$, 波数重复性优于 0.05 cm^{-1} , 扫描速度优于 5 次/秒。光谱系统配备具有电磁驱动干涉功能的动态准直干涉仪。

A.2.2 光栅式近红外光谱仪 (带化学计量学软件): 近红外光谱的有效波长区间 $1000\text{ nm}\sim 1800\text{ nm}$, 波长准确性优于 $\pm 0.2\text{ nm}$, 波长重复性优于 0.01 nm , 扫描速度优于 5 次/秒, 光谱系统配备 TEC 制冷控温型铟镓砷 (InGaAs) 检测器。

A.3 定标模型的验证

A.3.1 仪器准备

A.3.1.1 仪器性能检查

每次测定试样之前, 应按照仪器操作手册检查仪器性能, 确保仪器正常运行。

A.3.1.2 仪器工作参数设置

按照仪器操作手册设定仪器参数。测定定标集样品、验证集样品和待测试样时, 仪器参数应一致。

A.3.2 基准数据测定试验方法

按照表 A.1 规定的标准方法, 测定定标样品集的基准数据。

表 A.1 车用柴油标准试验方法

项 目	标准方法
多环芳烃含量	NB/SH/T 0606、NB/SH/T 0306
凝点	GB/T 510
冷滤点	NB/SH/T 0248
闪点 (闭口)	GB/T 261
十六烷值	GB/T 386
十六烷指数	SH/T 0694
密度	GB/T 1884、GB/T 1885、SH/T 0604

A.3.3 光谱采集

以空气为参比,采集背景光谱。样品摇匀后,移取样品置入样品池中,样品注入量满足样品池要求,并确保光度有效通过样品池且无气泡存在,测量样品光谱。

A.3.4 基准数据测定

按照表A.1 车用柴油标准试验方法,测定车用柴油定标集和验证集样品的各项质量指标。

A.3.5 定标模型验证

通过验证集样品的吸收光谱数据,利用定标集样品所建立的校正模型,测定验证集样品的各项质量指标,并与基准数据进行比较,验证定标模型的分析准确度。近红外光谱法与标准方法的测定结果之差应满足表A.2 准确性要求。

A.3.6 定标模型维护

定标模型应进行定期升级维护,根据待分析样品变化情况及时更新定标模型样品集,可将原来定标模型的验证光谱用于更新定标模型验证,建议每半年一次。

A.4 样品测定

A.4.1 样品分析前应在室温 $23^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下恒定,为满足快速检测需求,样品池部分应配置制冷、加热恒温装置或快检车内环境温度符合要求。

A.4.2 测量待测样品的近红外光谱,利用相应的定标模型分析待测样品的近红外光谱,即可得出各质量指标的分析数据和置信度值。

A.4.3 每个样品平行测定两次,并计算平均值。

A.5 重复性

同一操作者,在同一实验室,使用同一仪器,按相同的试验方法,对同一试样进行连续测定,所得两个试验结果之差不应大于表A.2 中规定的数值。

A.6 准确性

近红外光谱法的测定结果,与按照表A.1 所列的标准方法的测定结果之差不应超过表A.2 中规定的数值。

表A.2 车用柴油各项质量指标重复性和准确性

项 目	重复性	准确性
多环芳烃含量(质量分数)/%	1.0	同 NB/SH/T 0806 再现性
凝点/ $^{\circ}\text{C}$	2.0	4.8
冷滤点/ $^{\circ}\text{C}$	1.0	同 NB/SH/T 0248
闪点(闭口)/ $^{\circ}\text{C}$	2.0	同 GB/T 261 再现性
十六烷值	1.0	4.8
十六烷指数	1.0	2.0
密度(20°C)/(kg/m^3)	0.5	1.2