20XX-XX-XX 发布



中华人民共和国国家标准

GB 18351-20XX

代替GB 18351-2017

车用乙醇汽油

Ethanol gasoline for motor vehicles

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本文件代替 GB 18351-2017《车用乙醇汽油(E10)》。

本文件与 GB 18351-2017 相比主要技术变化如下:

- ——将文件名称修改为车用乙醇汽油;
- ——将第1章范围修改为"本文件规定了车用乙醇汽油的术语和定义、产品分类、要求和试验方法、取样、标志、包装、运输和贮存、安全及标准实施。本文件适用于在车用乙醇汽油调合组分油中加入一定量变性燃料乙醇及改善性能添加剂组成的车用乙醇汽油"(见第1章,2017版的第1章);
 - 一一将第2章 规范性引用文件进行修改(见第2章,2017版的第2章);
- ——增加了第3章车用乙醇汽油调合组分油、车用乙醇汽油(E5)、车用乙醇汽油的术语和定义(见第3章,2017版的第3章);
- ——将第4章 产品分类修改为"车用乙醇汽油按照变性燃料乙醇含量不同分为车用乙醇汽油(E10)和车用乙醇汽油(E5),车用乙醇汽油(E10)按研究法辛烷值分为89号、92号、95号和98号4个牌号,车用乙醇汽油(E5)按研究法辛烷值分为89号、92号、95号和98号4个牌号(见第4章,2017版的第4章);
- ——删除了车用乙醇汽油(E10)(V)技术要求和试验方法(2017版表 1),增加了车用乙醇汽油(E5)(VIA)和车用乙醇汽油(E5)(VIB)的技术要求和试验方法(见表 3、表 4);
- ——修改了蒸气压的脚注 b 和 c (见表 1、表 2、附录 A 中表 A.1,2017 版表 2、表 3、附录 A 中表 A.2);
- ——删除了未洗胶质含量(加入清净剂前)的技术要求(见表 1、表 2、附录 A 中表 A.1,2017版表 2、表 3、附录 A 中表 A.2);
- ——修改了硫含量试验方法及仲裁方法;(见表 1、表 2、附录 A 中表 A.1,2017 版表 2、表 3、 附录 A 中表 A.2);
- ——增加了硅含量、氯含量、甲缩醛含量、苯胺类化合物总含量技术要求及试验方法(见表 1、表 2、附录 A 中表 A.1, 2017 版表 2、表 3、附录 A 中表 A.2);
- ——增加了 5.5 条 "市场销售的车用乙醇汽油中应加入标称剂量以上的符合 GB 19592 要求的汽油清净剂";
 - ——修改了第9章 标准的实施(见第9章,2017版的第9章);
 - ——修改了附录 A(见附录 A, 2017 版的附录 A);
 - ——增加了附录 B。

本文件由国家能源局提出并归口。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为:

— GB18351-2001 、 GB18351-2004 、 GB18351-2010 、 GB18351-2013 、 GB18351-2015 、 GB18351-2017。

车用乙醇汽油

警示——如果不遵守适当的防范措施,本文件所属产品在生产、储运和使用等过程中可能存在危险。本文件无意对与本产品有关的所有安全问题提出建议。用户在使用本标准之前,有责任建立适当的安全和健康措施,并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定了车用乙醇汽油的术语和定义、产品分类、要求和试验方法、取样、标志、包装、运输和贮存、安全及标准实施。

本文件适用于在车用乙醇汽油调合组分油中加入一定量变性燃料乙醇及改善性能添加剂组成的车用乙醇汽油。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 190 危险货物包装标志
- GB/T 259 石油产品水溶性酸及碱测定法
- GB/T 503 汽油辛烷值的测定 马达法
- GB/T 511 石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法
- 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/T 5096 石油产品铜片腐蚀试验法
- GB/T 5487 汽油辛烷值的测定 研究法
- GB/T 6536 石油产品常压蒸馏特性测定法
- GB/T 8017 石油产品蒸气压的测定 雷德法
- GB/T 8018 汽油氧化安定性的测定 诱导期法
- GB/T 8019 燃料胶质含量的测定 喷射蒸发法
- GB/T 8020 汽油中铅含量的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 11132 液体石油产品烃类的测定 荧光指示剂吸附法
- GB/T 11140 石油产品硫含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法
- GB 18350 变性燃料乙醇
- GB 19592 车用汽油清净剂
- GB 22030 车用乙醇汽油调合组分油
- GB/T 28768 车用汽油烃类组成和含氧化合物的测定 多维气相色谱法
- GB 30000.7-2013 化学品分类和标签规范 第7部分:易燃液体

GB/T 30519 轻质石油馏分和产品中烃族组成和苯的测定 多维气相色谱法

GB/T 33647 车用汽油中硅含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

GB/T 33649 车用汽油中含氧化合物和苯胺类化合物的测定 气相色谱法

GB/T 34100 轻质烃及发动机燃料和其他油品中总硫含量的测定 紫外荧光法

NB/SH/T 0164 石油及相关产品包装、储运及交货验收规则

NB/SH/T 0174 石油产品和烃类溶剂中硫醇和其他硫化物的检验 博士试验法

SH/T 0246 轻质石油产品中水含量测定法(电量法)

SH/T 0253 轻质石油产品中总硫含量测定法(电量法)

SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法(U形振动管法)

NB/SH/T 0663 汽油中醇类和醚类含量的测定 气相色谱法

SH/T 0689 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法(紫外荧光法)

SH/T 0693 汽油中芳烃含量测定法(气相色谱法)

NB/SH/T 0711 汽油中锰含量的测定 原子吸收光谱法

SH/T 0712 汽油中铁含量测定法 (原子吸收光谱法)

SH/T 0713 车用汽油和航空汽油中苯和甲苯含量测定法(气相色谱法)

SH/T 0720 汽油中含氧化合物测定法(气相色谱及氧选择性火焰离子化检测器法)

NB/SH/T 0741 汽油中烃组成的测定 多维气相色谱法

SH/T 0794 石油产品蒸气压的测定 微量法

NB/SH/T 0842 轻质液体燃料中硫含量的测定 单波长色散X射线荧光光谱法

NB/SH/T 0991 汽油中苯胺类化合物的测定 气相色谱-氮化学发光检测法

NB/SH/T 0994-2019 汽油中含氧和含氮添加物的分离和测定 固相萃取/气相色谱-质谱法

SH/T 1757 工业芳烃中有机氯的测定 微库仑法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3. 1

抗爆指数 antiknock index

研究法辛烷值(RON)和马达法辛烷值(MON)之和的二分之一。 [GB 17930-2016, 定义3.1]

3. 2

变性燃料乙醇 denatured fuel ethanol

加入变性剂后不适于饮用的燃料乙醇。

[GB 18350-2013, 定义3.3]

3. 3

车用乙醇汽油调合组分油 blendstocks of ethanol gasoline for motor vehicles

调合车用乙醇汽油所使用的基础汽油组分。

3.4

车用乙醇汽油(E10)ethanol gasoline for motor vehicles(E10)

在车用乙醇汽油调合组分油中加入体积分数10%的变性燃料乙醇调合而成的用作车用点燃式发动机的燃料。

3.5

车用乙醇汽油(E5) ethanol gasoline for motor vehicles(E5)

在车用乙醇汽油调合组分油中加入体积分数5%的变性燃料乙醇调合而成的用作车用点燃式发动机的燃料。

3.6

车用乙醇汽油 ethanol gasoline for motor vehicles

在车用乙醇汽油调合组分油中加入变性燃料乙醇调合而成的用作车用点燃式发动机的燃料,包括车用乙醇汽油(E10)和车用乙醇汽油(E5)。

4 产品分类

车用乙醇汽油按照变性燃料乙醇含量不同分为车用乙醇汽油(E10)和车用乙醇汽油(E5),车用乙醇汽油(E10)按研究法辛烷值分为89号、92号、95号和98号4个牌号,车用乙醇汽油(E5)按研究法辛烷值分为89号、92号、95号和98号4个牌号。

5 要求和试验方法

- 5.1 车用乙醇汽油中所使用的添加剂应无公认的有害作用,并按推荐的适宜用量使用。车用乙醇汽油中不应含有任何可导致车辆无法正常运行的添加物和污染物。车用乙醇汽油不得人为加入甲缩醛、苯胺类以及含卤素、磷、硅等化合物。
- 5.2 车用乙醇汽油应采用符合GB 22030的车用乙醇汽油调合组分油与符合GB 18350的变性燃料乙醇进行调合,对于车用乙醇汽油(E10),变性燃料乙醇的加入量应符合表1、表2或附录A中表A. 1的规定;对于车用乙醇汽油(E5),变性燃料乙醇的加入量应符合表3、表4或附录A中表A. 2的规定。
- 5.3 89号、92号和95号车用乙醇汽油(E10)(VIA)、(VIB)的技术要求和试验方法分别见表1、表2。企业有条件生产和销售98号车用乙醇汽油(E10)(VIA)/(VIB)时,其技术要求应符合附录A中表A.1。
- 5.4 89号、92号和95号车用乙醇汽油(E5)(VIA)、(VIB)的技术要求和试验方法分别见表3、表4。企业有条件生产和销售98号车用乙醇汽油(E5)(VIA)/(VIB)时,其技术要求应符合附录A中表A.2。5.5 市场销售的车用乙醇汽油中应加入标称剂量以上的符合GB 19592要求的汽油清净剂。

6 取样

取样按GB/T 4756进行,取4 L作为检验和留样用。取样时应避光。

7 标志、包装、运输和贮存

- 7.1 标志、包装、运输和贮存及交货验收按 SH/T 0164、GB 30000.7-2013 和 GB 190 进行。
- 7.2 向用户销售的符合本标准要求的车用乙醇汽油(E10)和车用乙醇汽油(E5)所使用的加油机都应明确标示产品的名称、牌号和等级(VIA 和VIB)。如: "92 号车用乙醇汽油(E10)(VIA)"、"95 号车用乙醇汽油(E5)(VIA)"等,并应标识在消费者可以看见的地方。
- 7.3 符合本标准的车用乙醇汽油在运输、贮存过程中应使用专用的管道、容器和机泵。在贮存运输过程中,整个系统应于净和不含水。如果发生相分离,分离出的水相应送往专门的废水处理厂进行处理。

注: 车用乙醇汽油在运输、贮存过程中使用的储罐、泵、管线、计量器的密封件和材质不应对产品质量产生影响。

8 安全

根据GB 30000.7-2013, 车用乙醇汽油属于易燃液体, 其危险说明和防范说明见GB 30000.7-2013 的附录D。

9 标准的实施

本标准自发布之日起实施,并实行逐步引入的过渡期要求。表 1、表 3、附录 A 中表 A.1 和表 A.2 中硅含量、氯含量、甲缩醛含量和苯胺类化合物总含量要求自 2022 年 7 月 1 日起执行;表 2 和表 4 规定的技术要求过渡期至 2022 年 12 月 31 日,自 2023 年 1 月 1 日起,表 1 和表 3 规定的技术要求废止。

考虑到国内某些地区环保的特殊需求,各地方政府可依据其环保治理要求,与相关油品供应部门 协商一致后,可提前实施相应阶段的车用乙醇汽油技术要求。

表 1	车用 乙醇汽油	(F10)	(技术要求和试验方法
1X I	_	(L I U)	\ VIA /	1 V / IX 2 / / IX / III IX IX IX IX IX I

				C 17 (1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	3,14
项目		00	质量指标	0.5	试验方法
		89	92	95	
犰糜性: 研究法辛烷值(RON)	不小于	89	92	95	GB/T 5487
抗爆指数(RON+MON)/2	不小于	84	87	90	GB/T 503、 GB/T 5487
報含量 a/ (g/L)	不大于	01	0.005	30	GB/T 8020
馆程:	41.76.1		0.000		GD/ 1 0020
10%蒸发温度/℃	不高于		70		
50%蒸发温度/℃	不高于		110		an /m a=a
90%蒸发温度/℃	不高于		190		GB/T 6536
终馏点/℃	不高于		205		
残留量(体积分数)/%	不大于		2		
蒸气压 b/kPa					
11月1日至4月30日			$45 \sim 85$		GB/T 8017
5月1日至10月31日			40~65°		
溶剂洗胶质含量/(mg/100mL)	不大于		5		GB/T 8019
诱导期/min	不小于		480		GB/T 8018
硫含量 d/(mg/kg)	不大于		10		GB/T 34100
硫醇 (博士试验)			通过		NB/SH/T 0174
铜片腐蚀 (50℃, 3h)/级	不大于		1		GB/T 5096
水溶性酸或碱			无		GB/T 259
机械杂质。			无		GB/T 511
水分(质量分数)/%	不大于		0. 20		SH/T 0246
乙醇含量(体积分数)/%			10.0 \pm 2.0		NB/SH/T 0663
其他有机含氧化合物含量 (质量	分数) / % 不大于		0.5		NB/SH/T 0663
苯含量 g (体积分数) /%	不大于		0.8		SH/T 0693
芳烃含量 h (体积分数)/%	不大于		35		GB/T 30519
烯烃含量 h (体积分数)/%	不大于		18		GB/T 30519
锰含量 a/ (g/L)	不大于		0.002		SH/T 0711
铁含量 a/ (g/L)	不大于		0.010		SH/T 0712
密度 i (20℃)/ (kg / m³)			$720 \sim 775$		GB/T 1884、GB/T 1885
硅含量 ^j / (mg/kg)	不大于		5		GB/T 33647
氯含量 İ/(mg/kg)	不大于		10		SH/T 1757
甲缩醛含量(质量分数) ^{j, k} /(%)	不大于		0.5		NB/SH/T 0994
苯胺类化合物总含量 j,l/ (mg/L)			1500		附录 B
2 7 俎 1 斗+四) 人切 人炒		देश			

- ^a 不得人为加入含铅、含铁、含锰的添加剂。
- ^b 也可采用 SH/T 0794 进行测定,在有异议时,以 GB/T 8017 方法为准。换季时,加油站允许有 15 天的置换期。黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古、甘肃、宁夏、青海、西藏、新疆使用车用乙醇汽油(E10)的地区 10 月 1 日至 4 月 30 日执行冬季蒸气压,5 月 1 日至 9 月 30 日执行夏季蒸气压。
- °广东、广西、海南、福建使用车用乙醇汽油(E10)的地区全年执行此项要求。
- ^d 也可采用 SH/T 0689、GB/T 11140、SH/T 0253、NB/SH/T 0842 进行测定,在有异议时,以 GB/T 34100 方法为准。
- [°] 也可采用目测法:将试样注入 100mL 玻璃量筒中观察,应当透明,没有悬浮和沉降的机械杂质及分层。 在有异议时,以 GB/T 511 方法为准。
- 「不得人为加入。也可采用 SH/T 0720 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0663 方法为准。
- * 也可采用 SH/T 0713 、GB/T 28768、GB/T 30519 进行测定。在有异议时,以 SH/T 0693 方法为准。
- ^h 也可采用 GB/T 11132、GB/T 28768 进行测定。在有异议时,以 GB/T 30519 方法为准。
- ¹ 也可采用 SH/T 0604 进行测定,在有异议时,以 GB/T 1884、GB/T 1885 方法为准。
- ¹ 不得人为加入。此项目不作为产品必检项目,但质检部门需要时,按本标准规定执行。
- * 也可采用 GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0994 方法(最新版本)为准。
- ¹ 也可采用 NB/SH/T 0991、GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以附录 B 为准。

表 2 车用乙醇汽油(E10)(VIB)技术要求和试验方法

- F			质量指标		ν-₽ πΛ →- λ- Ι -
项目		89	92	95	- 试验方法 -
抗爆性:					
研究法辛烷值(RON)	不小于	89	92	95	GB/T 5487
抗爆指数(RON+MON)/2	不小于	84	87	90	GB/T 503、 GB/T 5487
铅含量 a/ (g/L)	不大于		0.005		GB/T 8020
馏程:					
10%蒸发温度/℃	不高于		70		
50%蒸发温度/℃	不高于		110		GB/T 6536
90%蒸发温度/℃	不高于		190		32, 1 3333
终馏点/℃	不高于		205		
残留量(体积分数)/%	不大于		2		
蒸气压 b/kPa			45 05		OD /m 0017
11月1日至4月30日			45~85		GB/T 8017
5月1日至10月31日	 不大于		40~65° 5		OD /T 0010
溶剂洗胶质含量/(mg/100mL) 诱导期/min			480		GB/T 8019 GB/T 8018
院号期/min 硫含量 d/(mg/kg)	一 <u>不亦于</u> 不大于		10		SH/T 0689
硫醇(博士试验)	小人丁		10 通过		NB/SH/T 0174
航時 (((50 °C , 3 h)/级	不大于				GB/T 5096
水溶性酸或碱	小人 1		 无		GB/T 259
机械杂质。			 无		GB/T 511
水分(质量分数)/%	不大于		0. 20		SH/T 0246
乙醇含量(体积分数)/%	小火1		$\frac{0.20}{10.0\pm2.0}$		NB/SH/T 0663
其他有机含氧化合物含量「(质量分	- 数) / 0/2				
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	不大于		0.5		NB/SH/T 0663
苯含量 g (体积分数) /%	不大于		0.8		SH/T 0693
芳烃含量 h (体积分数)/%	不大于		35		GB/T 30519
烯烃含量 h (体积分数) /%	不大于		15		GB/T 30519
锰含量 a/ (g/L)	不大于		0.002		SH/T 0711
铁含量 a/ (g/L)	不大于		0.010		SH/T 0712
密度 ⁱ (20℃)/(kg / m³)			$720 \sim 775$		GB/T 1884、GB/T 1885
硅含量 ^j / (mg/kg)	不大于		5		GB/T 33647
氯含量 i/ (mg/kg)	不大于		10		SH/T 1757
甲缩醛含量(质量分数) ^{j, k} /(%)	不大于		0. 5		NB/SH/T 0994
苯胺类化合物总含量 ^{j, l} /(mg/L)	不大于		1500		附录 B

- ^a 不得人为加入含铅、含铁、含锰的添加剂。
- ^b 也可采用 SH/T 0794 进行测定,在有异议时,以 GB/T 8017 方法为准。换季时,加油站允许有 15 天的置换期。黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古、甘肃、宁夏、青海、西藏、新疆使用车用乙醇汽油(E10)的地区 10 月 1 日至 4 月 30 日执行冬季蒸气压,5 月 1 日至 9 月 30 日执行夏季蒸气压。
- °广东、广西、海南、福建使用车用乙醇汽油(E10)的地区全年执行此项要求。
- ^d 也可采用 SH/T 0689、GB/T 11140、SH/T 0253、NB/SH/T 0842 进行测定,在有异议时,以GB/T 34100 方法为准。
- [°] 也可采用目测法:将试样注入 100mL 玻璃量筒中观察,应当透明,没有悬浮和沉降的机械杂质及分层。 在有异议时,以 GB/T 511 方法为准。
- 「不得人为加入。也可采用 SH/T 0720 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0663 方法为准。
- * 也可采用 SH/T 0713 、GB/T 28768、GB/T 30519 进行测定。在有异议时,以 SH/T 0693 方法为准。
- h 也可采用 GB/T 11132、GB/T 28768 进行测定。在有异议时,以 GB/T 30519 方法为准。
- ¹ 也可采用 SH/T 0604 方法测定,在有异议时,以 GB/T 1884、GB/T 1885 方法为准。
- ¹ 不得人为加入。此项目不作为产品必检项目,但质检部门需要时,按本标准规定执行。
- ^k 也可采用 GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0994 方法(最新版本)为准。
- 1 也可采用 NB/SH/T 0991、GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以附录 B 为准。

表 3 车用乙醇汽油(E5)(VIA)技术要求和试验方法

-cf.		质量指标) NAA ->->-L
项 目		89	92	95	试验方法
抗爆性:					
研究法辛烷值(RON)	不小于	89	92	95	GB/T 5487
抗爆指数(RON+MON)/2	不小于	84	87	90	GB/T 503、 GB/T 5487
铅含量 a/ (g/L)	不大于		0.005		GB/T 8020
馏程:					
10%蒸发温度/℃	不高于		70		
50%蒸发温度/℃	不高于		110		GB/T 6536
90%蒸发温度/℃	不高于		190		GD/ 1 0000
终馏点/℃	不高于		205		
残留量(体积分数)/%	不大于		2		
蒸气压 b/kPa					/
11月1日至4月30日			45~85		GB/T 8017
5月1日至10月31日			40~65°		an /m aasa
溶剂洗胶质含量/(mg/100mL)	不大于		5		GB/T 8019
诱导期/min	不小于		480		GB/T 8018
硫含量 d/ (mg/kg)	不大于		10		SH/T 0689
硫醇(博士试验)	プ し, ブ		通过		NB/SH/T 0174
铜片腐蚀 (50℃, 3h)/级	不大于		1 -		GB/T 5096
水溶性酸或碱					GB/T 259
机械杂质。	プ .レ. エ		无		GB/T 511
水分(质量分数)/%	不大于		0.20		SH/T 0246
乙醇含量(体积分数)/%			5.0±1.5		NB/SH/T 0663
氧含量 f(质量分数) / % 不大于	プ し. エ		3. 7		NB/SH/T 0663
苯含量 g (体积分数) /%	不大于		0.8		SH/T 0693
芳烃含量 h (体积分数)/%	不大于		35		GB/T 30519
烯烃含量 h (体积分数)/%	不大于		18		GB/T 30519
锰含量 a/ (g/L)	不大于		0.002		SH/T 0711
铁含量 a/ (g/L)	不大于		0.010		SH/T 0712
密度 ⁱ (20℃)/(kg / m³)			720~775		GB/T 1884、GB/T 1885
硅含量 i/(mg/kg)	不大于		5		GB/T 33647
氯含量 ^j / (mg/kg)	不大于		10		SH/T 1757
甲缩醛含量(质量分数) ^{j, k} /(%)	不大于		0.5		NB/SH/T 0994
苯胺类化合物总含量 j, l/ (mg/L)	不大于		1500		附录 B

- ^a 不得人为加入含铅、含铁、含锰的添加剂。
- ^b 也可采用 SH/T 0794 进行测定,在有异议时,以 GB/T 8017 方法为准。换季时,加油站允许有 15 天的置换期。黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古、甘肃、宁夏、青海、西藏、新疆使用车用乙醇汽油(E5)的地区 10 月 1 日至 4 月 30 日执行冬季蒸气压,5 月 1 日至 9 月 30 日执行夏季蒸气压。
- °广东、广西、海南、福建使用车用乙醇汽油(E5)的地区全年执行此项要求。
- ^d也可采用 SH/T 0689、GB/T 11140、SH/T 0253、NB/SH/T 0842 进行测定,在有异议时,以 GB/T 34100 方法为准。
- [°] 也可采用目测法:将试样注入 100mL 玻璃量筒中观察,应当透明,没有悬浮和沉降的机械杂质及分层。 在有异议时,以 GB/T 511 方法为准。
- ^f 也可采用 SH/T 0720 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0663 方法为准。允许添加的其他含氧化合物为甲基叔丁基醚(MTBE),除 MTBE 外的其他有机含氧化合物含量不大于 0.5%(质量分数)。
- * 也可采用 SH/T 0713 、GB/T 28768、GB/T 30519 进行测定。在有异议时,以 SH/T 0693 方法为准。
- ћ 也可采用 GB/T 11132、GB/T 28768 进行测定。在有异议时,以 GB/T 30519 方法为准。
- ¹ 也可采用 SH/T 0604 进行测定,在有异议时,以 GB/T 1884、GB/T 1885 方法为准。
- ¹ 不得人为加入。此项目不作为产品必检项目,但质检部门需要时,按本标准规定执行。
- * 也可采用 GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0994 方法(最新版本)为准。
- ¹ 也可采用 NB/SH/T 0991、GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以附录 B 为准。

表 4	车用 乙醇汽油	(F5)	(VIR)	技术要求和试验方法
42 +	—— (T) () (H) () (I) (I)	(LJ)	(VID)	1 V / N 2 / / N / N W M / N / N

			质量指标		V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F-4-V-F
项 目		89	92	95	试验方法
抗爆性:					
研究法辛烷值(RON)	不小于	89	92	95	GB/T 5487
抗爆指数(RON+MON)/2	不小于	84	87	90	GB/T 503、 GB/T 5487
铅含量 a/ (g/L)	不大于		0.005		GB/T 8020
馏程:					
10%蒸发温度/℃	不高于		70		
50%蒸发温度/℃	不高于		110		GB/T 6536
90%蒸发温度/℃	不高于		190		GD/ 1 0030
终馏点/℃	不高于		205		
残留量(体积分数)/%	不大于		2		
蒸气压 ^b /kPa					
11月1日至4月30日			$45 \sim 85$		GB/T 8017
5月1日至10月31日			$40{\sim}65^{\circ}$		
溶剂洗胶质含量/(mg/100mL)	不大于		5		GB/T 8019
诱导期/min	不小于		480		GB/T 8018
硫含量 d/ (mg/kg)	不大于		10		SH/T 0689
硫醇 (博士试验)			通过		NB/SH/T 0174
铜片腐蚀 (50℃, 3h)/级	不大于		1		GB/T 5096
水溶性酸或碱			无		GB/T 259
机械杂质。			无		GB/T 511
水分(质量分数)/%	不大于		0. 20		SH/T 0246
乙醇含量(体积分数)/%			5.0 \pm 1.5		NB/SH/T 0663
氧含量 f (质量分数)/ % 不大于			3. 7		NB/SH/T 0663
苯含量 g (体积分数) /%	不大于		0.8		SH/T 0693
芳烃含量 h (体积分数) /%	不大于		35		GB/T 30519
烯烃含量 h (体积分数) /%	不大于		15		GB/T 30519
锰含量 a/ (g/L)	不大于		0.002		SH/T 0711
铁含量 a/ (g/L)	不大于		0.010		SH/T 0712
密度 ⁱ (20℃)/(kg / m³)			$720 \sim 775$		GB/T 1884、GB/T 1885
硅含量 ^j / (mg/kg)	不大于		5		GB/T 33647
氯含量 ^j / (mg/kg)	不大于		10		SH/T 1757
甲缩醛含量(质量分数) ^{j, k} /(%)	不大于		0. 5		NB/SH/T 0994
苯胺类化合物总含量 j, l/ (mg/L)	不大于		1500		附录 B

- ^a 不得人为加入含铅、含铁、含锰的添加剂。
- ^b 也可采用 SH/T 0794 进行测定,在有异议时,以 GB/T 8017 方法为准。换季时,加油站允许有 15 天的置换期。黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古、甘肃、宁夏、青海、西藏、新疆使用车用乙醇汽油(E5)的地区 10 月 1 日至 4 月 30 日执行冬季蒸气压,5 月 1 日至 9 月 30 日执行夏季蒸气压。
- 。广东、广西、海南、福建使用车用乙醇汽油(E5)的地区全年执行此项要求。
- ^d 也可采用 SH/T 0689、GB/T 11140、SH/T 0253、NB/SH/T 0842 进行测定,在有异议时,以 GB/T 34100 方法为准。
- [°] 也可采用目测法:将试样注入 100mL 玻璃量筒中观察,应当透明,没有悬浮和沉降的机械杂质及分层。 在有异议时,以 GB/T 511 方法为准。
- ^f 也可采用 SH/T 0720 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0663 方法为准。允许添加的其他含氧化合物为甲基叔丁基醚(MTBE),除 MTBE 外的其他有机含氧化合物含量不大于 0.5%(质量分数)。
- * 也可采用 SH/T 0713 、GB/T 28768、GB/T 30519 进行测定。在有异议时,以 SH/T 0693 方法为准。
- ћ 也可采用 GB/T 11132、GB/T 28768 进行测定。在有异议时,以 GB/T 30519 方法为准。
- ¹ 也可采用 SH/T 0604 方法测定,在有异议时,以 GB/T 1884、GB/T 1885 方法为准。
- ¹ 不得人为加入。此项目不作为产品必检项目,但质检部门需要时,按本标准规定执行。
- ^k 也可采用 GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0994 方法(最新版本)为准。
- ¹ 也可采用 NB/SH/T 0991、GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以附录 B 为准。

附 录 A (规范性附录)

98号车用乙醇汽油(E10)和98号车用乙醇汽油(E5)的技术要求和试验方法

98号车用乙醇汽油 (E10) (VIA) / (VIB) 的技术要求和试验方法见表A. 1,98号车用乙醇汽油 (E5) (VIA) / (VIB) 的技术要求和试验方法见表A. 2。

表 A. 1 98 号车用乙醇汽油(E10)(VIA)/(VIB)技术要求和试验方法

项目		质量指标	试验方法
抗爆性:			
研究法辛烷值(RON)	不小于	98	GB/T 5487
抗爆指数(RON+MON)/2	不小于	93	GB/T 503、 GB/T 5487
铅含量 a/ (g/L)	不大于	0.005	GB/T 8020
馏程:			
10%蒸发温度/℃	不高于	70	
50%蒸发温度/℃	不高于	110	GB/T 6536
90%蒸发温度/℃	不高于	190	(D) 1 (0000
终馏点/℃	不高于	205	
残留量(体积分数)/%	不大于	2	
蒸气压 b/kPa			
11月1日至4月30日		45~85	GB/T 8017
5月1日至10月31日		40~65°	
溶剂洗胶质含量/(mg/100mL)	不大于	5	GB/T 8019
诱导期/min	不小于	480	GB/T 8018
硫含量 ^d /(mg/kg)	不大于	10	SH/T 0689
硫醇 (博士试验)		通过	NB/SH/T 0174
铜片腐蚀 (50℃, 3h)/级	不大于	1	GB/T 5096
水溶性酸或碱		无	GB/T 259
机械杂质。		无	GB/T 511
水分(质量分数)/%	不大于	0. 20	SH/T 0246
乙醇含量(体积分数)/%		10.0±2.0	NB/SH/T 0663
其他有机含氧化合物含量 f (质量分	不大于	0.5	NB/SH/T 0663
苯含量g(体积分数)/%	不大于	0.8	SH/T 0693
芳烃含量 h (体积分数) /%	不大于	35	GB/T 30519
烯烃含量 h (体积分数) /%	不大于	15	GB/T 30519
锰含量 a/ (g/L)	不大于	0.002	SH/T 0711
铁含量 ^a / (g/L)	不大于	0.010	SH/T 0712
密度 ⁱ (20℃)/(kg / m³)		720~775	GB/T 1884、GB/T 1885
硅含量 ^j /(mg/kg)	不大于	5	GB/T 33647
氯含量 ʲ/(mg/kg)	不大于	10	SH/T 1757
甲缩醛含量(质量分数) ^{j, k} / (%)	不大于	0. 5	NB/SH/T 0994
苯胺类化合物总含量 j, l/ (mg/L)	不大于	1500	附录 B

- ^a 不得人为加入含铅、含铁、含锰的添加剂。
- ^b 也可采用 SH/T 0794 进行测定,在有异议时,以 GB/T 8017 方法为准。换季时,加油站允许有 15 天的置换期。黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古、甘肃、宁夏、青海、西藏、新疆使用车用乙醇汽油(E10)的地区 10 月 1 日至 4 月 30 日执行冬季蒸气压,5 月 1 日至 9 月 30 日执行夏季蒸气压。
- °广东、广西、海南、福建使用车用乙醇汽油(E10)的地区全年执行此项要求。
- ^d 也可采用 SH/T 0689、GB/T 11140、SH/T 0253、NB/SH/T 0842 进行测定,在有异议时,以 GB/T 34100 方法为准。
- [°] 也可采用目测法:将试样注入 100mL 玻璃量筒中观察,应当透明,没有悬浮和沉降的机械杂质及分层。 在有异议时,以 GB/T 511 方法为准。
- 「不得人为加入。也可采用 SH/T 0720 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0663 方法为准。
- * 也可采用 SH/T 0713 、GB/T 28768、GB/T 30519 进行测定。在有异议时,以 SH/T 0693 方法为准。
- ћ 也可采用 GB/T 11132、GB/T 28768 进行测定,在有异议时,以 GB/T 30519 方法为准。
- ¹ 也可采用 SH/T 0604 进行测定,在有异议时,以 GB/T 1884、GB/T 1885 方法为准。
- ¹ 不得人为加入。此项目不作为产品必检项目,但质检部门需要时,按本标准规定执行。
- *也可采用GB/T 33649进行测定,在有异议时,以NB/SH/T 0994方法(最新版本)为准。
- 1 也可采用 NB/SH/T 0991、GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以附录 B 为准。

表 A. 2 98 号车用乙醇汽油(E5)(VIA)/(VIB)技术要求和试验方法

项目		质量指标	试验方法
抗爆性:			
研究法辛烷值(RON)	不小于	98	GB/T 5487
抗爆指数(RON+MON)/2	不小于	93	GB/T 503、 GB/T 5487
铅含量 a/ (g/L)	不大于	0.005	GB/T 8020
馏程:			
10%蒸发温度/℃	不高于	70	
50%蒸发温度/℃	不高于	110	GB/T 6536
90%蒸发温度/℃	不高于	190	GD/ 1 0000
终馏点/℃	不高于	205	
残留量(体积分数)/%	不大于	2	
蒸气压 b/kPa			
11月1日至4月30日		45~85	GB/T 8017
5月1日至10月31日		40~65°	
溶剂洗胶质含量/(mg/100mL)	不大于	5	GB/T 8019
诱导期/min	不小于	480	GB/T 8018
硫含量 d/ (mg/kg)	不大于	10	SH/T 0689
硫醇 (博士试验)		通过	NB/SH/T 0174
铜片腐蚀 (50℃,3h)/级	不大于	1	GB/T 5096
水溶性酸或碱		无	GB/T 259
机械杂质。		无	GB/T 511
水分(质量分数)/%	不大于	0. 20	SH/T 0246
乙醇含量(体积分数)/%		5.0±1.5	NB/SH/T 0663
氧含量 f (质量分数)/ % 不大于		3. 7	NB/SH/T 0663
苯含量 g (体积分数) /%	不大于	0.8	SH/T 0693
芳烃含量 h (体积分数) /%	不大于	35	GB/T 30519
烯烃含量 h (体积分数) /%	不大于	15	GB/T 30519
锰含量 a/(g/L)	不大于	0.002	SH/T 0711
铁含量 a/ (g/L)	不大于	0.010	SH/T 0712
密度 ⁱ (20℃)/(kg/m³)		720~775	GB/T 1884、GB/T 1885
硅含量 ^j / (mg/kg)	不大于	5	GB/T 33647
氯含量 ^j /(mg/kg)	不大于	10	SH/T 1757
甲缩醛含量(质量分数) ^{j, k} /(%)	不大于	0.5	NB/SH/T 0994
苯胺类化合物总含量 j, l/ (mg/L)	不大于	1500	附录 B

- ^a 不得人为加入含铅、含铁、含锰的添加剂。
- ^b 也可采用 SH/T 0794 进行测定,在有异议时,以 GB/T 8017 方法为准。换季时,加油站允许有 15 天的置换期。黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古、甘肃、宁夏、青海、西藏、新疆使用车用乙醇汽油(E5)的地区 10 月1日至4月30日执行冬季蒸气压,5月1日至9月30日执行夏季蒸气压。
- °广东、广西、海南、福建使用车用乙醇汽油(E5)的地区全年执行此项要求。
- ^d 也可采用 SH/T 0689、GB/T 11140、SH/T 0253、NB/SH/T 0842 进行测定,在有异议时,以 GB/T 34100 方法为准。
- [°] 也可采用目测法:将试样注入 100mL 玻璃量筒中观察,应当透明,没有悬浮和沉降的机械杂质及分层。 在有异议时,以 GB/T 511 方法为准。
- ^f 也可采用 SH/T 0720 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0663 方法为准。允许添加的其他含氧化合物为甲基叔丁基醚(MTBE),除 MTBE 外的其他有机含氧化合物含量不大于 0.5% (质量分数)。
- * 也可采用 SH/T 0713 、GB/T 28768、GB/T 30519 进行测定。在有异议时,以 SH/T 0693 方法为准。
- h 也可采用 GB/T 11132、GB/T 28768 进行测定,在有异议时,以 GB/T 30519 方法为准。
- ⁱ 也可采用 SH/T 0604 进行测定,在有异议时,以 GB/T 1884、GB/T 1885 方法为准。
- 「不得人为加入。此项目不作为产品必检项目,但质检部门需要时,按本标准规定执行。
- * 也可采用 GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以 NB/SH/T 0994 方法(最新版本)为准。
- ¹ 也可采用 NB/SH/T 0991、GB/T 33649 进行测定,在有异议时,以附录 B 为准。

附 录 B (规范性附录)

汽油中苯胺类化合物的分离和测定 固相萃取/气相色谱—质谱法

B. 1 方法概要

将适量试样滴加到固相萃取柱中,采用不同极性的溶剂洗脱,使烃类组分与苯胺类化合物组分分离,在萃取分离出的苯胺类化合物组分中加入一定体积的内标溶液,再导入气相色谱—质谱仪分别采用全扫描和选择离子扫描方式进行定性和定量分析。

B. 2 方法应用

本方法可测定汽油中苯胺类化合物,也可用于识别汽油中人为添加的苯胺类化合物并测定它们的含量。对汽油质量的有效控制及监督、进一步提高汽油产品质量有着重要的意义。

B.3 仪器

B. 3. 1 固相萃取分离系统

- B. 3. 1. 1 固相萃取柱:如图 B.1 所示,固相萃取柱为加入约 1.5g 固定相的 3mL 固相萃取柱,固定相为改性硅胶。固相萃取的作用是使汽油中的烃类化合物与苯胺类化合物进行有效分离。固相萃取柱分离效率详细的验证过程及标准见 NB/SH/T 0994-2019 中附录 A。
 - 注1:符合本方法要求的固相萃取柱可由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院提供,其它满足本方法要求的固相萃取柱也可使用。
 - 注2: 固相萃取柱应密封保存。
 - 注3: 固相萃取柱不可重复使用。
 - 注4: 可使用满足分离条件的自动固相萃取仪进行分离。

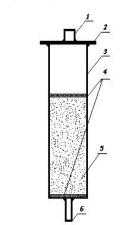


图 B.1 固相萃取柱示意图

- 1一样品入口;
- 2一压盖;
- 3-萃取柱;
- 4一筛板;
- 5一固定相;
- 6一样品出口。
- B. 3. 1. 2 锥形瓶: 25mL。
- B. 3. 1. 3 注射器: 5mL, 1mL。
- B. 3. 1. 4 移液枪或移液管: 1000μL。
- B. 3. 1. 5 移液枪: 100μL。
- B. 3. 1. 6 容量瓶: 25mL或50mL。
- B. 3. 2 气相色谱—质谱分析系统
- B. 3. 2. 1 符合表 B.1 所列性能和参数要求的任何气相色谱—质谱仪均可使用。
- B. 3. 2. 2 色谱柱: 固定相为 100%二甲基聚硅氧烷的非极性石英毛细管色谱柱,使试样按沸点进行分离。
- B. 3. 2. 3 汽化系统:可采用分流进样,但要保证进入气相色谱一质谱系统的实际样品量满足柱效和检

测器线性范围的要求。

- B. 3. 2. 4 质谱离子源: 电子轰击电离源。
- B. 3. 2. 5 扫描方式: 具备全扫描和选择离子扫描功能。
- B. 3. 2. 6 色谱—质谱工作站:可获得采集的总离子流和选择离子色谱图,显示色谱峰的质谱图并测量色谱峰的峰面积。

及 D. I 类型 C. II 次 I					
色谱					
色谱柱	石英毛细管色谱柱				
尺寸	柱长 30m、内径 0.25mm、膜厚 0.25μm				
固定相	非极性,100%二甲基聚硅氧烷				
温度					
汽化室/℃	250				
柱箱	40℃保持 2min,再以 40℃/min 升至 250℃,保持 2min				
载气	氦气				
柱流速/(mL/min)	1.0				
分流比	条件 1: 20:1、条件 2: 100:1				
进样量/μL	条件 1: 1.0、条件 2: 0.2				
质谱					
离子源	电子轰击电离源				
电离能量	70eV				
扫描方式	全扫描/选择离子扫描。全扫描的质量范围: 20 amu~				
	200amu;选择离子扫描的检测离子见表B.4中的定量离				
	子				
溶剂延迟/min	4.5				
注: 表中所给出的仪器参数为可选的参数条件, 合适的仪器条件按照第8章的要求					

表 B. 1 典型色谱--质谱仪操作参数

注:表中所给出的仪器参数为可选的参数条件,合适的仪器条件按照第8章的要求确定。

B. 4 试剂与材料

- B. 4. 1 试剂
- B. 4. 1. 1 正庚烷: 色谱纯。
- B. 4. 1. 2 二氯甲烷:分析纯。

警示——有毒,若摄取或通过皮肤吸收将对人体产生伤害。

B. 4. 1. 3 丙酮: 色谱纯。

警示——有毒,若摄取或通过皮肤吸收将对人体产生伤害。

- B. 4. 1. 4 正十五烷: 纯度应不低于 99.0%。
- B. 4. 1. 5 内标物溶液:将正十五烷溶于正庚烷中,质量浓度为 10.00g/L。
- B. 4. 1. 6 用于定性和定量的苯胺类化合物试剂:苯胺、N-甲基苯胺、邻甲基苯胺、对甲基苯胺、间甲基苯胺、邻乙基苯胺、对乙基苯胺、2,6-二甲基苯胺、2,5-二甲基苯胺、2,4-二甲基苯胺、2,3-二甲基苯胺、3,5-二甲基苯胺、3,4-二甲基苯胺、2.4.6-三甲基苯胺。试剂纯度应不低于 98.0%。B. 4. 1. 7 质量控制检查样品:用于常规检测方法可靠性的样品,含有苯胺、N-甲基苯胺、邻甲基苯胺、间甲基苯胺、邻乙基苯胺、2,5-二甲基苯胺、2,3-二甲基苯胺、2.4.6-三甲基苯胺的汽油试样,各化合物质量浓度均为 2g/L,由这些化合物含量均小于 0.0001g/L 的汽油试样中定量加入上述化合物配制而成或购买得到。质量控制检查样品应采用密封包装,并在 0℃~5℃下保存,在储存期间化合物组成应保持不变。

B. 4. 1. 8 校正样品(一)。在 25mL 或 50mL 容量瓶中,准确称量和混合各苯胺类化合物,配制表 B. 2 中序号为 1~5 的校正样品(一)。校正样品(一)包括的化合物为正十五烷、苯胺、N-甲基苯胺、邻甲基苯胺、间甲基苯胺、邻乙基苯胺、2,5-二甲基苯胺、2,3-二甲基苯胺、2.4.6-三甲基苯胺,用正庚烷定容,建议各组分的浓度见表 B.2。校正样品应采用密封包装并在 0° 0° 0° 下保存,在储存期间化合物组成应保持不变。

	KOI KETH C / HONK						
序号	单体化合物浓度/(g/L)	单体化合物质量/正十五烷质量					
1	0.0500	0.100					
2	0.0250	0.050					
3	0.0125	0.025					
4	0.0050	0.010					
5	0.0025	0.005					
注: 正-	注: 正十五烷浓度为 0.50g/L。						

表 B. 2 校正样品(一)配制表

序号	单体化合物浓度/(g/L)	单体化合物质量/正十五烷质量			
1	1.5	3.0			
2	1.0	2.0			
3	0.5	1.0			
4	0.2	0.4			
5	0.1	0.2			
注: 正十五烷浓度为 0.50g/L。					

表 B. 3 校正样品(二)配制表

B. 4. 2 材料

载气: 氦气,纯度不小于99.99%。

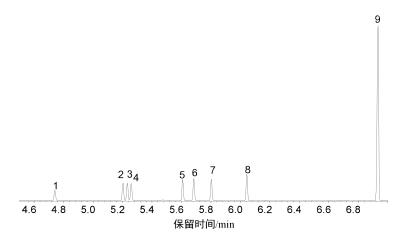
警示——高压气体,注意安全。

B.5 取样

除非另有规定,取样应按GB/T 4756进行。样品应储存于密闭容器中。储存温度要求为0℃~5℃。

B. 6 气相色谱—质谱仪的准备及条件的建立

- B. 6.1 一般情况下,气相色谱一质谱仪连续运转时,分析试样前不需其它准备工作。如果仪器刚启动,则需按本方法及仪器说明书检查仪器状态,以确保仪器稳定。
- B. 6. 2 按照表 B.1 中的条件 1 对 B.4.1.8 中序号为 1 的校正样品(一)进行分析,采用全扫描方式得到如图 B.2 的总离子流色谱图。检验各苯胺类化合物的分离效果。如有必要,调整色谱柱升温程序或更换色谱柱使各化合物达到完全分离。确定各化合物峰的保留时间,见表 B.4。



说明: 峰序号见表B.4。

图 B. 2 B. 4. 1. 8 中序号为 1 的校正样品(一)的总离子流色谱图

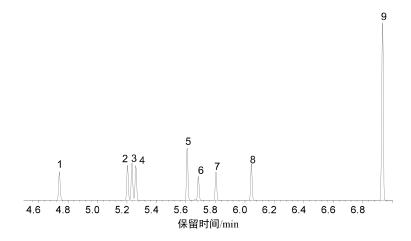
B. 6. 3 按表 B.4 中各化合物的保留时间和定量离子,确定各化合物选择离子扫描的起始和结束时间, 设置选择离子扫描条件。对 B.4.1.8 中序号为 1 的校正样品(一)采用选择离子扫描条件进行气相色谱 一质谱分析,得到如图 B.3 的选择离子色谱图。选择离子色谱图中所检测出苯胺类化合物个数应为 9 个,如有缺失,则调整所缺失化合物的选择离子扫描的起始和结束时间。

峰序号	化合物	定量离子	保留时间/min	扫描定量离子起始- 结束时间/min		
1	苯胺	93	4.74	4.50~5.00		
2	N-甲基苯胺	106	5.21	5.00~5.50		
3	邻甲基苯胺	106	5.24	5.00~5.50		
4	间甲基苯胺	106	5.27	5.00~5.50		
5	邻乙基苯胺	106	5.61	5.50~5.90		
6	2,5-二甲基苯胺	106	5.69	5.50~5.90		
7	2,3-二甲基苯胺	106	5.81	5.50~5.90		
8	2.4.6-三甲基苯胺	120	6.05	5.59~6.50		
9	正十五烷(内标)	57	6.90	6.50~7.50		
注:可根据各化合物实际的出峰保留时间更改选择离子扫描的起始和结束时间。						

表 B 4 选择离子扫描条件测定化合物名称及定量离子

B.7 校正

- B. 7. 1 按 B.6.3 条确定的选择离子扫描条件,按照表 B.1 中的条件 1 分析 B.4.1.8 中每一个校正样 品(一),测得苯胺、N-甲基苯胺、邻甲基苯胺、间甲基苯胺、邻乙基苯胺、2,5-二甲基苯胺、2,3-二甲基苯胺、2.4.6-三甲基苯胺和内标峰的峰面积,按照式(B.1)和式(B.2)计算每一个校正样 品(-)中每一个组分的响应比 (X_i) 和质量比 (Y_i) 。
- B. 7. 2 按 B.6.3 条确定的选择离子扫描条件,按照表 B.1 中的条件 2 分析 B.4.1.9 中每一个校正样 品(二),测得苯胺、N-甲基苯胺、邻甲基苯胺、间甲基苯胺、邻乙基苯胺、2.5-二甲基苯胺、2.3-二甲基苯胺、2.4.6-三甲基苯胺和内标峰的峰面积,按照式(B.1)和式(B.2)计算每一个校正样 品(二)中每一个组分的响应比(X_i)和质量比(Y_i)。



说明: 峰序号见表B.4。

图 B. 3 B. 4. 1. 8 中序号为 1 的校正样品(一)选择离子扫描的色谱图

B. 7. 3 以 X_i 为横坐标, Y_i 为纵坐标,根据最小二乘法分别做出校正样品(一)和校正样品(二)中每个待测组分的定量校正曲线,过原点绘制工作曲线,组分的校正曲线可以按照式 (B.3) 表示。为保证定量的准确性,定量校正曲线的相关系数的平方(R^2)不应小于 0.995。

$$X_i = \frac{A_d}{A_n} \tag{B.1}$$

式中:

Ad一待测组分的峰面积;

An一内标物的峰面积。

$$Y_i = \frac{M_i}{M_s} \tag{B.2}$$

式中:

 M_i 一待测组分的质量,单位为克(g);

Ms-内标物的质量,单位为克(g)。

$$Y_i = a_i \times X_i \qquad \dots$$
 (B.3)

式中:

 a_i 一待测化合物 i 线性方程的斜率。

B.8 试验步骤

B. 8.1 固相萃取分离步骤

- B. 8. 1. 1 取一支固相萃取柱,用移液枪或移液管准确吸取 500μL 试样滴入固相萃取柱中的上部筛板上并被完全吸附。
- B. 8. 1. 2 依次用 5mL 正庚烷与二氯甲烷体积比为 8:2 的混合溶液和 1mL 丙酮冲洗固定相,待丙酮溶液刚刚完全进入到固相萃取柱中的上部筛板后,舍弃此烃类化合物洗脱液。洗脱速度约为 5mL/min。
- B. 8. 1. 3 在固相萃取柱的样品出口下端放置一个 25mL 锥形瓶,用 5mL 丙酮冲洗固定相,洗脱出所吸附的苯胺类化合物组分,苯胺类化合物组分洗脱液收集于此 25mL 锥形瓶中。洗脱速度约为 5mL/min。

注: 可在固相萃取柱上部安装适配器上连接一个注射器加压,以控制溶剂流出速度。

B. 8. 1. 4 用移液枪准确吸取 100μL 内标物溶液加入到接收有苯胺类化合物组分洗脱液的 25mL 锥形瓶中,摇匀。

注: 此苯胺类化合物组分洗脱液若不及时进行气相色谱一质谱分析,则密封后在0℃~5℃下保存。

B. 8. 2 气相色谱—质谱分析

- B. 8. 2. 1 气相色谱—质谱仪的准备:分析试样前需按分析步骤将仪器空运行一次,以除去气相色谱仪内的残留物质。
- B. 8. 2. 2 将 B.8.1.4 已加入内标物的苯胺类化合物组分的洗脱液进行气相色谱—质谱分析,采用全扫描方式进行定性分析,采用选择离子扫描条件进行定量分析。如仪器功能许可,建议同时采用全扫描和选择离子检测方式进行气相色谱—质谱分析。
- B. 8. 2. 2. 1 定性分析:按照表 B.1 中的条件 1 对 B.8.1.4 已加入内标物的苯胺类化合物组分洗脱液进行气相色谱—质谱分析,采用全扫描方式进行定性分析。若苯胺类化合物组分的洗脱液的总离子流色谱图中色谱峰保留时间和 B.4.1.8 中序号为 1 的校正样品(一)总离子流色谱图(见图 B.2)中色谱峰的保留时间重叠,并与表 B.5 中相应的定性离子一致,则可判定样品中存在对应的待测化合物。C2 取代的苯胺类化合物有 9 个同分异构体,在此分析条件下部分化合物会发生重叠峰重叠(见图 B.4),如对乙基苯胺和 2,4/2,6-二甲基苯胺峰重叠,间乙基苯胺和 2,5/3,5-二甲基苯胺峰重叠,3,4/2,3-二甲基苯胺峰重叠,在此情况下,可参照图 B.5 中典型乙基苯胺和二甲基苯胺的质谱图图差异对乙基苯胺和二甲基苯胺进行类型区分,如质谱图中有很强的 m/z=120 峰,则说明是二甲基苯胺,如果 m/z=120 峰较弱,则为乙基苯胺。图 B.6 为典型汽油样品中苯胺类化合物的选择离子色谱图及各峰的归属。

 化合物
 定性离子

 苯胺
 66、93

 N-甲基苯胺
 77、106、107

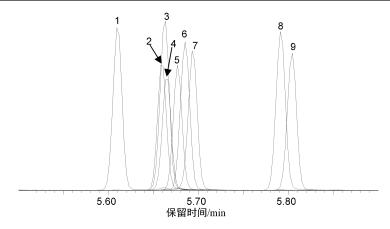
 邻/间/对甲基苯胺
 77、106、107

 乙基苯胺
 77、106、121

 二甲基苯胺
 77、106、120、121

 三甲基苯胺
 91、120、134、135

表 B. 5 苯胺类化合物定性离子



说明:

1 — 邻乙基苯胺; 4—2,6-二甲基苯胺; 7—3,5-二甲基苯胺; 2—2,4-二甲基苯胺; 5—间乙基苯胺; 8—3,4-二甲基苯胺; 3—对乙基苯胺; 6—2,5-二甲基苯胺; 9—2,3-二甲基苯胺

图 B. 4 C2 取代苯胺类化合物总离子流色谱图

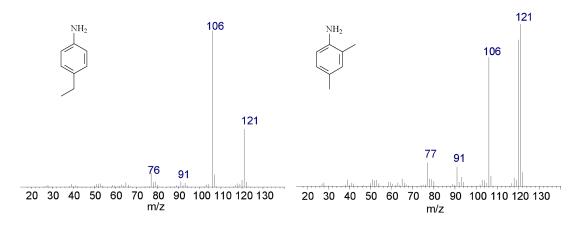
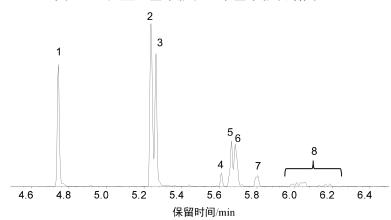


图 B. 5 典型乙基苯胺和二甲基苯胺质谱图



说明:

1一苯胺; 5—2,4/2,6-二甲基苯胺和对乙基苯胺; 2—邻/对甲基苯胺; 6—2,5/3,5-二甲基苯胺和间乙基苯胺;

3一间甲基苯胺; 7-3,4/2,3-二甲基苯胺;

4一邻乙基苯胺; 8一三甲基苯胺

图 B. 6 典型汽油中苯胺类化合物的选择离子色谱图

B. 8. 2. 2. 2 定量分析:按B.6.3条确定的选择离子扫描条件,按照表B.1中的条件1对B.8.1.4已加入内标物的苯胺类化合物组分的洗脱液进行气相色谱——质谱分析。得到每个待测化合物的峰面积和内标峰面积。若单体苯胺类化合物的含量大于0.2g/L,则按B.6.3条确定的选择离子扫描条件,按照表B.1中的条件2对B.8.1.4已加入内标物的苯胺类化合物组分的洗脱液进行气相色谱——质谱分析。得到每个待测化合物的峰面积和内标峰面积。

B.9 质量控制检查

为了确认分析系统的可靠性,在仪器运行三个月或仪器进行维护和维修后,应分别对质量控制检查样品(B.4.1.7)进行分析,质量控制检查样品的分析步骤与汽油样品的分析步骤一致。测定各组分的含量应和参考值一致,如果测定结果超出参考值 \pm ($R/\sqrt{2}$) 范围 (R 为 B.11.1.3 中再现性要求),则检查固相萃取柱的分离效率和仪器操作条件。

B. 10 计算和报告

B. 10. 1 苯胺类化合物的质量浓度计算:对谱峰定性后,由选择离子扫描条件分析得到的选择离子色谱图确定待测苯胺类化合物的峰面积和内标峰面积,根据由式 (B.3) 求出的待测化合物的方程斜率,按式 (B.4) 计算试样中每个单体苯胺类化合物的质量浓度 (C_i) ,单位为 g/L。

$$C_i = \left(a_i \times \frac{A_i}{A_s}\right) \times \left(N \times \frac{V_1}{V_2}\right) \tag{B.4}$$

式中:

 a_i 一待测苯胺类化合物 i 线性方程的斜率;

 A_i 一待测苯胺类化合物 i 的峰面积;

As一内标物的峰面积。

N一内标物质量浓度,单位为克每升(g/L);

V1-内标物溶液加入体积; 单位为微升 (μL);

 V_2 一试样体积,单位为微升(μ L)。

注: 邻/间/对-乙基苯胺均按邻乙基苯胺方程斜率计算试样中邻/间/对-乙基苯胺的质量浓度; 2,4/2,5/2,6/3,5 二甲基苯胺均按 2,5-二甲基苯胺方程斜率计算试样中 2,4/2,5/2,6/3,5-二甲基苯胺的质量浓度; 3,4/2,3-二甲基苯胺均按 2,3-二甲基苯胺方程斜率计算试样中 3,4/2,3-二甲基苯胺的质量浓度。

B. 10. 2 试样中苯胺类化合物的质量分数计算:如有需求,可按式 (B.5) 计算试样中每个单体苯胺类化合物的质量分数 W_{i} (%)。

$$W_i = \frac{C_i}{10 \times d}$$
 (B.5)

式中:

 C_i 一由式(B.4)计算的单体苯胺类化合物的质量浓度,单位为克每升(g/L);

d一所测汽油试样的密度(按 SH/T 0604 测定),单位为克每毫升(g/mL)。

B. 10. 3 试样中总苯胺类化合物的质量浓度计算:可按式 (B.6) 计算试样中总苯胺类化合物的质量浓度 (C_{tot}),单位为 g/L。

$$C_{tot} = \sum C_i$$
 (B.6)

式中:

 C_i 一由式 (B.4) 计算的单体苯胺类化合物的质量浓度,单位为克每升 (g/L)。

B. 10. 4 试样中总苯胺类化合物的质量分数计算:可按式 (B.7) 计算试样中总苯胺类化合物的质量分数 (W_{tot}),单位为%。

$$W_{tot} = \sum W_i$$
 (B.7)

式中:

W:一由式(B.5)计算的单体苯胺类化合物的质量分数,单位为%。

B. 10.5 报告试样中单体苯胺类化合物和总苯胺类化合物的质量浓度,若单体苯胺类化合物和总苯胺类化合物的质量浓度小于0.2g/L,则结果精确到0.0001g/L;若单体苯胺类化合物和总苯胺类化合物的质量浓度大于0.2g/L,则结果精确到0.01g/L。

B. 11 精密度和偏差

B. 11. 1 精密度

- B. 11. 1. 1 概述:本方法精密度是在八个实验室,对十一个汽油中单体苯胺类化合物含量范围为 0.005g/L~20.0g/L、总苯胺类化合物含量为 0.04g/L~80.0g/L 的样品进行实验室间协作试验得到的;协作试验结果按照 GB/T 6683 方法进行统计分析和计算。按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。
- B. 11. 1. 2 重复性:由同一操作者用相同仪器,对同一样品重复测定的两个结果之差不应大于表 B.6 中规定的重复性数值。
- B. 11. 1. 3 再现性:不同实验室的不同操作者,用不同仪器,对同一样品各自测定的两个单一、独立结果之差不应大于表 B.6 中规定的再现性数值。

B. 11. 2 偏差

由于没有用于确定偏差的参考物质,因此本方法的偏差无法确定。

注: X 为两个结果的平均值,单位为克每升(g/L)。

表 B. 6 精密度 单位为 g/L 组分 含量范围 重复性 (r) 再现性(R) $0.005 \sim 20.0$ $0.1480X^{1.0148}$ $0.3167X^{0.9588}$ 苯胺 $0.005 \sim 20.0$ $0.1474X^{0.9943}$ $0.3127X^{0.8983}$ N-甲基苯胺 $0.005 \sim 20.0$ $0.1183X^{0.9651}$ $0.2904X^{0.9089}$ 邻/对甲基苯胺 $0.005 \sim 20.0$ $0.1540X^{0.9984}$ $0.3161X^{0.9185}$ 间甲基苯胺 $0.005 \sim 20.0$ $0.2618X^{0.9082}$ $0.1554X^{0.9590}$ 邻/间/对-乙基苯胺 $0.005 \sim 20.0$ 2,4/2,6/2,5/3,5-二甲基苯胺 $0.1590X^{0.9671}$ $0.2720X^{0.9427}$ $0.005 \sim 20.0$ $0.1500X^{0.9700}$ $0.2745X^{0.9294}$ 2,3/3,4-二甲基苯胺 $0.005 \sim 20.0$ $0.1217X^{0.9471}$ $0.2929X^{0.9772}$ 三甲基苯胺 $0.040 \sim 80.0$ 0.3124X^{0.9652} $0.1553X^{1.0555}$ 总苯胺类化合物

参考文献

[1] GB 17930-2016 车用汽油