

山 西 省 地 方 标 准

DB 14/T 2482—2022

车用柴油快速筛查技术规范

Technical Specification for Rapid Screening of automobile diesel fuels

2022 - 07 - 01 发布

2022 - 10 - 01 实施

山西省市场监督管理局 发 布

目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 要求和试验方法..... 2

5 取样..... 3

6 筛查结论..... 3

附录 A（规范性） 车用柴油快速检测方法 近红外光谱法..... 4

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。

本文件由山西省工业和信息化厅提出、组织实施和监督检查。

山西省市场监督管理局对标准的组织实施情况进行监督检查。

本文件由山西省煤化工标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：山西省检验检测中心（山西省标准计量技术研究院）、长治市综合检验检测中心、上海石博科技有限公司、济南弗莱德科学仪器有限公司、杭州仰仪科技有限公司、北京易兴元石化科技有限公司、奥地利格拉布纳仪器公司、湖南津市市石油化工仪器有限公司（深圳市湘津石仪器有限公司）、苏州佳谱科技有限公司、山西省醇醚清洁燃料行业技术中心（有限公司）、山西安弘检测技术有限公司。

本文件主要起草人：侯大庆、智红梅、蒲伟、赵纪辉、郑智峰、闫建康、秦小艳、李雁如、田小鹏、贾德芳、仇士磊、叶树亮、杜彪、滕云、赵欣、常永龙、霍明奇、杨红梅、王永苗、江湘津、张西强、周婷婷、张鑫、陈彦华、张晨飞、陈晶晶。

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的术语和定义、要求和试验方法、取样及筛查结论。

本文件适用于山西省内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 260 石油产品水含量的测定 蒸馏法

GB/T 261 闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法

GB/T 265 石油产品运动黏度测定法和动力黏度计算法

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 4756 石油液体手工取样法

GB 19147 车用柴油

GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则

NB/SH/T 0916 柴油燃料中生物柴油（脂肪酸甲酯）含量的测定 红外光谱法

SH/T 0248 柴油和民用取暖冷滤点测定法

SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法（U形振动管法）

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 0694 中间馏份燃料十六烷指数计算法(四变量公式法)

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

ASTM D7039 汽油、柴油、喷气燃料、煤油、生物柴油、生物调合柴油，以及乙醇汽油中硫含量的测定（单色波长色散X射线荧光光谱法）（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

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

阈值

又称临界值，是一个效应能够产生的最低值或最高值。

3.2

多元校正

用一个以上波长或频率，建立一组样品的质量指标与吸收光谱之间的关系（定标模型）的过程。在本文件中，多元校正通过化学计量学软件来实现。

3.3

定标模型

利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应质量指标之间关系的数学模型。

3.4

定标模型验证

使用验证集样品验证定标模型预测结果与标准测定值之间一致性的过程。

3.5

置信度

表征被测样品近红外光谱与定标模型差异的量化指标。

4 要求和试验方法

4.1 一般要求

- 4.1.1 快速筛查可在固定检测场所或移动检测车上进行。
- 4.1.2 移动检测车应根据检验需求配置相应的车载检测设备，设备应具备抗冲击和抗震动等性能。
- 4.1.3 移动检测车配置的电源、通风、空调、消防等设施应满足检验要求，并符合加油站及储油库安全规范要求。
- 4.1.4 快速筛查项目分为 A 类和 B 类。

4.2 A 类项目的要求和试验方法

A类为警告性项目，其要求和试验方法见表1。

表 1 A 类项目的要求和试验方法

项目	质量指标						试验方法
	5 号	0 号	-10 号	-20 号	-35 号	-50 号	
密度(20 ℃)/(kg/m³)	810~845			790~840			SH/T 0604
硫含量/(mg/kg)	不大于10						SH/T 0689 ASTM D7039
闪点（闭口）/℃	不低于60			50	45		GB/T 261
水含量（体积分数）/%	不大于痕迹						目测 ^a
脂肪酸甲酯含量（体积分数）/%	不大于1.0						NB/SH/T 0916
运动黏度（20 ℃）/（mm²/s）	3.0~8.0		2.5~8.0		1.8~7.0		GB/T 265
^a 将试样注入 100 ml 的玻璃量筒中，在室温（20 ℃±5 ℃）下观察，应当透明，没有悬浮和沉降的水分。在有异议时，以 GB/T 260 方法为准。							

4.3 B 类项目的阈值和试验方法

B类为警示性项目，其阈值和试验方法见表2。

表 2 B 类项目的阈值和试验方法

项目	閾値						试验方法
	5 号	0 号	-10 号	-20 号	-35 号	-50 号	
多环芳烃含量（质量分数）/% 大于	7						附录 A
十六烷值 小于	51			49	47		
十六烷指数 小于	46			46	43		
凝点/℃ 高于	5	0	-10	-20	-35	-50	
冷滤点/℃ 高于	8	4	-5	-14	-29	-44	

5 取样

- 5.1 加油机油枪取样：从待测样品的加油枪放出 4 L 后，抽取 500 mL 样品，用于快速筛查。
- 5.2 其他地点取样或筛查结论有争议时，按照 GB/T 4756 的要求进行。

6 筛查结论

- 6.1 检测结果符合表 1 要求，并且不在表 2 阈值内，样品筛查合格。
- 6.2 检测结果有 1 项及以上不符合表 1 要求，样品筛查不合格。
- 6.3 检测结果符合表 1 要求，但有 1 项及以上检测结果在表 2 阈值内，样品筛查不合格，需按 GB 19147 进行检测。

附录 A

(规范性)

车用柴油快速检测方法 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) 化学键的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, 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 仪器设备

A.2.1 近红外光谱仪

A.2.1.1 傅立叶变换近红外光谱仪: 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。光谱系统配备具有平面镜电磁驱动干涉功能的动态准直干涉仪。

A.2.1.2 光栅式近红外光谱仪: 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.2.2 化学计量学软件

化学计量学软件至少含偏最小二乘法 (PLS) 多元校正算法, 具有近红外光谱数据的收集、存储分析和计算功能, 采用置信度值判断样品的异常性。

A.3 试剂

石油醚 ($90\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$): 分析纯。

A.4 定标模型验证

A.4.1 仪器准备

按照仪器操作手册开机, 仪器进入正常工作状态后, 设定仪器参数, 验证集样品和待测样品的参数应一致。

A.4.2 验证集样品的选择

验证集样品应具有代表性, 覆盖不同牌号、不同生产企业的车用柴油, 能够覆盖使用该模型预测样品中遇到的样品特性; 验证集样品数目应足够多, 能统计确定光谱变量与待校正组分浓度与性质之间的关系; 验证集样品数量应不少于 $4k$ (k 为 PLS 的主因子数), 包含异常样品。

A.4.3 验证集样品的标准测定值

按表 A.1 规定的标准试验方法, 分别测定验证集样品的多环芳烃含量、十六烷值、十六烷指数、凝点和冷滤点等项目, 即为标准测定值。

表 A.1 标准试验方法

项目	标准试验方法
多环芳烃含量	SH/T 0806
十六烷值	GB/T 386
十六烷指数	SH/T 0694
凝点	GB/T 510
冷滤点	SH/T 0248

A.4.4 定标模型的验证

- A.4.4.1 以空气为参比，采集背景光谱；分别用石油醚（A.3）和待测样品清洗样品池，然后采集样品光谱进行测定。
- A.4.4.2 随机选择 3 个验证样品，分别重复 9 次测定表 A.2 中各项目，测定极差应符合表 A.2 重复性要求。
- A.4.4.3 项目的近红外测定值与标准测定值的绝对偏差应符合表 A.2 再现性要求；验证标准误差应符合 GB/T 29858 要求。
- A.4.4.4 定标模型的验证应由具备 GB 19147 资质认定检测能力的检测机构进行，验证集样品数应不少于 30 个，每 6 个月验证一次。

A.5 样品测定

A.5.1 样品准备

样品温度应符合室温（20℃±5℃）要求。

若仪器带有控温功能，可设定样品池的温度为室温，待样品达到样品池温度后采集光谱；若仪器没有控温功能，则样品需在室温下放置一定时间，达到室温后开始测量。

A.5.2 样品测定

按A.4.4.1采集样品光谱，用定标模型分析待测样品的近红外光谱，即可得出表A.1各项的检测结果和置信度值。

A.6 结果报告

- A.6.1 样品检测结果的置信度值≥80 %，检测结果有效，以两次测定结果的平均值报出。
- A.6.2 样品检测结果置信度值<80 %，检测结果无效，应按表A.1规定的试验方法进行测定。

A.7 重复性和再现性

检测结果的重复性和再现性应符合表 A.2。

表 A.2 重复性和再现性要求

项目		重复性	再现性
多环芳烃含量（质量分数）/%		$0.13(X+2.5)$	$0.29(X+2.5)$
十六烷值	40	0.8	2.8
	44	0.9	3.3
	48	0.9	3.8
	52	0.9	4.3
	56	1.0	4.8
十六烷指数		1.0	2.0
凝点/°C		2	4
冷滤点/°C		$1.2-0.027X$	$3.0-0.060X$
注：在上面列出的数值中间的十六烷值数值可从线性内插法得到。			