



中华人民共和国国家标准

GB/T 25963—2010

GB/T 25963—2010

含脂肪酸甲酯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

Determination of aromatic hydrocarbon types in middle distillates containing
fatty acid methyl esters—High performance liquid chromatography method
with refractive index detection

中华人民共和国
国家标准
含脂肪酸甲酯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
GB/T 25963—2010

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2011年4月第一版 2011年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-42086 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 25963-2010

2011-01-10 发布

2011-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(资料性附录)
色谱柱选择和使用

比较适用的色谱柱的柱长为 150 mm~300 mm、内径为 4 mm~5 mm。最好采用保护柱(如规格为 4.6 mm×30 mm,装有氨基键合的硅胶柱),并定期更换。

一些商品固定相由于批与批之间的差别,会使柱分辨率和对芳烃的选择性有差异。因此建议实验室在购买色谱柱前要对每根色谱柱进行测试,确保满足分辨率和选择性的最低要求。

新色谱柱里的流动相可能与本标准不同,因此应该用本标准中的流动相进行冲洗老化。推荐最少要在 1 mL/min 的流速下冲洗 2 h,但是有时需要冲洗 2 d。也可以在低流速下(0.25 mL/min)至少冲洗 12 h。

在进行精密度测试时采用的色谱柱都能够在长时间内保持稳定,柱寿命可以达到 2 y 甚至更长。但是,在缺乏相应的质控手段时,色谱柱性能的细小变化可能无法察觉。推荐日常记录柱前压和标准物质的保留时间并用作系统和色谱柱性能的检测手段。建议参加实验室比对和(或)采用质量控制试样评价色谱柱性能。

使用过的色谱柱,如果不能满足本标准要求,可以用极性溶剂(如二氯甲烷,1 mL/min 的流速下冲洗 2 h)反冲洗,然后像新色谱柱那样老化。在废弃旧色谱柱前,要仔细检查色谱系统的死体积和色谱柱以外的组件是否泄漏或堵塞,因为过滤器、过滤器板、注射器针头、管路、密封圈、进样阀的问题也会引起系统性能变差。

前 言

本标准修改采用欧洲标准 EN 12916:2006《石油产品 中间馏分芳烃含量测定法 示差折光检测器高效液相色谱法》。

本标准根据 EN 12916:2006 重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 EN 12916:2006 时进行了修改。本标准与 EN 12916:2006 的结构差异为:本标准 13.1 第 1 段的内容对应 EN 12916:2006 第 1 章第 3 段的内容;其余章条结构无差异。本标准与 EN 12916:2006 的主要差异如下:

——将 EN 12916:2006 中第 1 章范围中的警告内容置于本标准的开始部分,以符合我国标准编写规定;

——将 EN 12916:2006 第 2 章中的引用标准 EN 14214《车用燃料 用于柴油机的脂肪酸甲酯(FAME) 要求和测试方法》,用我国相应国家标准 GB/T 20828《柴油机燃料调合用生物柴油(BD100)》代替,以方便使用。

本标准还作了如下编辑性修改:

——删除了 EN 12916:2006 中目次和前言的内容。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC 280/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石化集团洛阳石油化工工程公司。

本标准主要起草人:林玉、白正伟、李铎。

t_a 是基线上刚好在非芳烃峰前的那一点；

$t_b = 0.5(t_1 + t_2)$ ；

t_c 是 t_4 ；

$t_d = t_6 + 0.4(t_7 - t_6)$ ；

t_e 是基线上所有三环+芳烃峰后的那一点。

11.4 各类芳烃的含量

单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量(质量分数) C ,用数据系统直接得到或者由式(2)计算:

$$C = \frac{[(A \times S) + I] \times V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——单环芳烃或双环芳烃或三环+芳烃的峰面积;

S ——单环芳烃或双环芳烃或三环+芳烃的工作曲线的斜率(g/100 mL 对峰面积);

I ——单环芳烃或双环芳烃或三环+芳烃的工作曲线的截距;

m ——试样量,单位为克(g)(10.1);

V ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL)(10.1)。

11.5 多环芳烃和总芳烃的含量

试样中多环芳烃含量由双环芳烃含量和三环+芳烃含量加和求得(即 DAH 和 T+AH 之和);总芳烃含量由单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量加和求得(即 MAH,DAH 和 T+AH 之和),各类芳烃含量均以 %(质量分数)表示。

12 结果表示

报告单环芳烃、双环芳烃、三环+芳烃、多环芳烃和总芳烃含量,均以质量分数表示,精确到 0.1%。

13 精密度

13.1 总述

本标准用单环芳烃含量(质量分数)为 6%~30%,双环芳烃含量(质量分数)为 1%~10%、三环+芳烃含量(质量分数)为 0~2%、多环芳烃含量(质量分数)为 1%~12%、总芳烃含量(质量分数)为 7%~42%范围,含有 FAME 和不含 FAME 的柴油确定精密度。

用下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

13.2 重复性

同一操作者用同一仪器对同一试样重复测定的两个结果之差不应大于表 2 的值。

13.3 再现性

不同操作者在不同的实验室对同一试样各自测定,所得两个单一和独立结果之差不应大于表 2 的值。

表 2 精密度

芳烃类型	含量(质量分数)/%	重复性(质量分数)/%	再现性(质量分数)/%
单环芳烃	6~30	0.032X-0.161	0.144X-0.344
双环芳烃	1~10	0.151X-0.036	0.363X-0.087
三环+芳烃	0~2	0.092X+0.098	0.442X+0.471
多环芳烃	1~12	0.074X+0.186	0.185X+0.465
总芳烃	7~42	0.040X-0.070	0.172X-1.094

注: X 为所比较的两个结果的平均值(质量分数),%。

含脂肪酸甲酯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

警告:本标准涉及某些危险的材料、操作和设备,但是并未对与此有关的安全问题提出建议。用户在使用本标准前,应建立适当的安全防护措施,并制订相应的规章制度。

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定含脂肪酸甲酯(FAME)体积分数小于 5%的柴油和馏程在 150℃~400℃的石油馏分中单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量的方法。多环芳烃含量由双环芳烃和三环+芳烃含量加和求得,总芳烃含量由单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量加和求得。

本标准适用于测定含脂肪酸甲酯(FAME)体积分数小于 5%的柴油和馏程在 150℃~400℃的石油馏分中单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量。在试样单环芳烃含量(质量分数)为 6%~30%,双环芳烃含量(质量分数)为 1%~10%,三环+芳烃含量(质量分数)为 0~2%,多环芳烃含量(质量分数)为 1%~12%,总芳烃含量(质量分数)为 7%~42%的范围,进行了方法精密度确定。试样中含有硫、氮和氧的化合物可能对测定结果有影响。单烯烃对测定结果无影响,但是共轭二烯烃和共轭多烯烃,可能对测定结果有影响。

注 1:在本标准中,用%(质量分数)表示质量百分含量,%(体积分数)表示体积百分含量。

注 2:通常,芳烃类型是根据它们在特定的液相色谱柱上的洗脱性质与模型化合物相比较来定义的,单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃的含量用外标物的工作曲线进行定量。本标准中单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃各用一个单独的芳烃化合物作为外标物,这些化合物可能代表(也许不能代表)样品中存在的芳烃。其他方法对每种芳烃类型的定义和定量与本方法可能不同。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)

GB/T 12806—1991 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)

GB/T 20828 柴油机燃料调合用生物柴油(BD100)

SY/T 5317 石油液体管线自动取样法(SY/T 5317—2006,ISO 3171:1988,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

非芳烃 non-aromatic hydrocarbon

定义为在特定的极性柱上,保留时间比大多数单环芳烃短的化合物。

3.2

单环芳烃 mono-aromatic hydrocarbon

MAH

定义为在特定的极性柱上,保留时间比大多数非芳烃长但是比大多数双环芳烃短的化合物。