



中华人民共和国国家标准

GB 17930—1999

车用无铅汽油

Unleaded petrol (gasoline) for motor vehicles



1999-12-28 发布

2000-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车 用 无 铅 汽 油

GB 17930—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 1/4 字数 33 千字

2000年1月第一版 2000年1月第二次印刷

印数 501—5 000

*

书号: 155066·1-16487 定价 12.00 元



前 言

本标准是在 SH 0041—1993《无铅车用汽油》标准基础上,考虑到我国 2000 年汽油无铅化后的实际情况及环保部门和汽车部门等的要求制定。

本标准与 SH 0041—1993 的主要差异是:

1. 硫含量指标由不大于 0.15%(m/m)降为不大于 0.10%(m/m)。但为适应大城市环保的需要,本标准规定从 2000 年 7 月 1 日起,在北京、上海和广州执行不大于 0.08%(m/m);从 2003 年 1 月 1 日起,在全国范围内执行不大于 0.08%(m/m);
2. 铅含量指标由不大于 0.013 g/L 降为不大于 0.005 g/L;
3. 增加苯含量测定项目,指标定为不大于 2.5%(V/V);
4. 增加芳烃含量测定项目,指标定为不大于 40%(V/V);
5. 增加烯烃含量测定项目,指标定为不大于 35%(V/V)。从 2000 年 7 月 1 日起,在北京、上海和广州实施;从 2003 年 1 月 1 日起,在全国范围内实施;
6. 氧含量测定项目加注说明,指标定为不大于 2.7%(m/m);
7. 规定铁不得人为加入。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 均为标准的附录。

自 2000 年 1 月 1 日起 SH 0041—1993、SH 0112—1992 废止。自 2000 年 1 月 1 日起,全国所有汽油生产企业一律停止执行 GB 484—1993《车用汽油》,自 2000 年 7 月 1 日起 GB 484—1993 废止。

本标准起草单位:中国石油化工集团公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人:杨国勋、王 飞。

中华人民共和国国家标准

GB 17930—1999

车用无铅汽油

代替 GB 484—1993

Unleaded petrol (gasoline) for motor vehicles

1 范围

本标准规定了由液体烃类和由液体烃类及改善使用性能的添加剂组成的车用无铅汽油的技术条件。

本标准规定的产品适用于作点燃式内燃机的燃料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过引用而成为本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定,下述引用标准都应是现行有效标准。

- GB/T 256 汽油诱导期测定法
- GB/T 259 石油产品水溶性酸及碱测定法
- GB/T 260 石油产品水分测定法
- GB/T 380 石油产品硫含量测定法(燃灯法)
- GB/T 503 汽油辛烷值测定法(马达法)
- GB/T 509 发动机燃料实际胶质测定法
- GB/T 511 石油产品和添加剂机械杂质测定法(重量法)
- GB/T 1792 馏分燃料中硫醇硫测定法(电位滴定法)
- 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 汽油辛烷值测定法(研究法)
- GB/T 6536 石油产品蒸馏测定法
- GB/T 8017 石油产品蒸汽压测定法(雷德法)
- GB/T 8018 汽油氧化安定性测定法(诱导期法)
- GB/T 8019 车用汽油和航空燃料实际胶质测定法(喷射蒸发法)
- GB/T 8020 汽油铅含量测定法(原子吸收光谱法)
- GB/T 11132 液体石油产品烃类测定法(荧光指示剂吸附法)
- GB/T 17040 石油产品硫含量测定法(能量色散 X 射线荧光光谱法)
- SH 0164 石油产品包装、贮运及交货验收规则
- SH/T 0174 芳烃和轻质石油产品硫醇定性试验法(博士试验法)
- SH/T 0663 汽油中某些醇类和醚类测定法(气相色谱法)

3 牌号

车用无铅汽油按研究法辛烷值分为 90 号、93 号和 95 号三个牌号。

4 定义

本标准采用下列定义。
抗爆指数 antiknock index
研究法辛烷值和马达法辛烷值之和的二分之一。

5 技术要求

本标准的技术要求见表 1。

表 1 车用无铅汽油技术要求

项 目		质 量 指 标			试验方法
		90 号	93 号	95 号	
抗爆性:					
研究法辛烷值(RON)	不小于	90	93	95	GB/T 5487
抗爆指数(RON+MON)/2	不小于	85	88	90	GB/T 503 GB/T 5487
铅含量 ¹⁾ ,g/L	不大于	0.005			GB/T 8020
馏程:					GB/T 6536
10%蒸发温度,℃	不高于	70			
50%蒸发温度,℃	不高于	120			
90%蒸发温度,℃	不高于	190			
终馏点,℃	不高于	205			
残留量,%(V/V)	不大于	2			
蒸气压,kPa					GB/T 8017
从 9 月 16 日至 3 月 15 日	不大于	88			
从 3 月 16 日至 9 月 15 日	不大于	74			
实际胶质 ²⁾ ,mg/100 mL	不大于	5			GB/T 8019
诱导期 ³⁾ ,min	不小于	480			GB/T 8018
硫含量 ⁴⁾ ,%(m/m)	不大于	0.10 ⁵⁾			GB/T 380
硫醇(需满足下列要求之一):					
博士试验		通过			SH/T 0174
硫醇硫含量,%(m/m)	不大于	0.001			GB/T 1792
铜片腐蚀(50℃,3 h),级	不大于	1			GB/T 5096
水溶性酸或碱		无			GB/T 259
机械杂质及水分		无			目测 ⁶⁾
苯含量,%(V/V)	不大于	2.5			附录 A

表 1(完)

项 目	质量 指 标			试验方法
	90 号	93 号	95 号	
芳烃含量,%(V/V)	不大于	40		GB/T 11132
烯烃含量,%(V/V)	不大于	35 ⁷⁾		GB/T 11132
注				
1 如加入有机含氧化合物,其氧含量不得大于 2.7%(m/m),试验方法采用 SH/T 0663。				
2 锰含量,其检出限量为不大于 0.018 g/L,试验方法采用附录 B。				
3 铁不得人为加入,考虑到在炼油过程和运输、储存产品时铁的污染,其检出限量为不大于 0.01 g/L,试验方法采用附录 C。				
4 从 2000 年 7 月 1 日起,在北京、上海和广州销售的车用无铅汽油中应加入有效的汽油清净剂。				
1) 本标准规定了铅含量最大限值,但不允许故意加铅。为了便于与加铅汽油区分,车用无铅汽油不添加着色染料。考虑到 2000 年 1 月 1 日全国停止生产含铅汽油,2000 年 7 月 1 日全国停止销售和使用含铅汽油,加油站在 2000 年 7 月 1 日前允许车用无铅汽油铅含量不大于 0.013 g/L。				
2) 实际胶质允许用 GB/T 509 方法测定,仲裁试验以 GB/T 8019 方法测定结果为准。				
3) 诱导期允许用 GB/T 256 方法测定,仲裁试验以 GB/T 8018 方法测定结果为准。				
4) 硫含量允许用 GB/T 17040 方法测定,仲裁试验以 GB/T 380 方法测定结果为准。				
5) 为适应大城市环保的需要,本标准规定从 2000 年 7 月 1 日起,在北京、上海和广州执行硫含量不大于 0.08%(m/m);从 2003 年 1 月 1 日起,在全国范围内执行硫含量不大于 0.08%(m/m)。				
6) 将试样注入 100 mL 玻璃量筒中观察,应当透明,没有悬浮和沉降的机械杂质及水分。在有异议时,以 GB/T 511 和 GB/T 260 方法测定结果为准。				
7) 从 2000 年 7 月 1 日起,在北京、上海和广州实施;从 2003 年 1 月 1 日起,在全国范围内实施。				

6 标志、包装、运输、贮存

标志、包装、运输、贮存及交货验收按 SH 0164 进行。符合本标准的车用无铅汽油在运输、贮存过程中不得使用含铅汽油使用过的管道、容器和机泵。如要使用含铅汽油使用过的管道、容器和机泵时,必须进行特殊冲洗后,方可使用。凡向用户销售符合本标准的车用无铅汽油所使用的加油机泵和容器都应标明下列标志:

“无铅 90 号汽油”、“无铅 93 号汽油”或者“无铅 95 号汽油”,并应标志在汽车驾驶员可以看见的地方。

7 取样

取样按 GB/T 4756 进行,取 2 L 作为检验和留样用。

附录 A

(标准的附录)

ASTM D3606—1996 车用汽油和航空汽油中苯及甲苯含量
测定法(气相色谱法)

A1 范围

- A1.1 本标准规定了用气相色谱法测定车用汽油和航空汽油中苯和甲苯含量的方法。
- A1.2 苯含量测定范围为 0.1%(V/V)~5%(V/V),甲苯含量为 2%(V/V)~20%(V/V)。
- A1.3 本标准的精密度适用于普通汽油和含有醚类含氧化合物(例如:甲基叔丁基醚、乙基叔丁基醚、叔戊基甲基醚)的汽油。
- A1.4 本标准不适用于含乙醇的汽油,甲醇也可能引起干扰。
- A1.5 本标准采用(SI)国际单位制,括号中给出的数值仅供参考。
- A1.6 本标准并无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此,在使用本标准之前应建立适当的
安全和防护措施并确定有适用性的管理制度。对于危害的详细说明见本附录注 1 至注 11。

A2 引用标准

- A2.1 ASTM D 4057 石油和石油产品手工取样法

A3 方法概要

A3.1 样品中加入甲基乙基酮(MEK)作为内标物,然后导入一个有串联双柱的气相色谱仪中。样品首先通过一个装填有非极性固定相如甲基硅酮(A8.1.1)的色谱柱,组分依沸点顺序分离。辛烷流出后,反吹非极性柱,将沸点大于辛烷的组分反吹出去。辛烷及轻组分随后通过一个装填有强极性固定相如 1,2,3-三(2-氰基乙氧基)丙烷(TCEP)(A8.1.2)的色谱柱,来分离芳烃和非芳烃化合物。流出的组分用热导检测器检测,并用记录仪记录。测量峰面积,并参照内标物计算各组分的含量。

A4 意义和应用

A4.1 苯为有毒类物质,得知这一组分的含量,有助于判断在处理及使用汽油时可能对人体健康造成的危害,但本试验方法并不试图评价此类危害。

A5 仪器

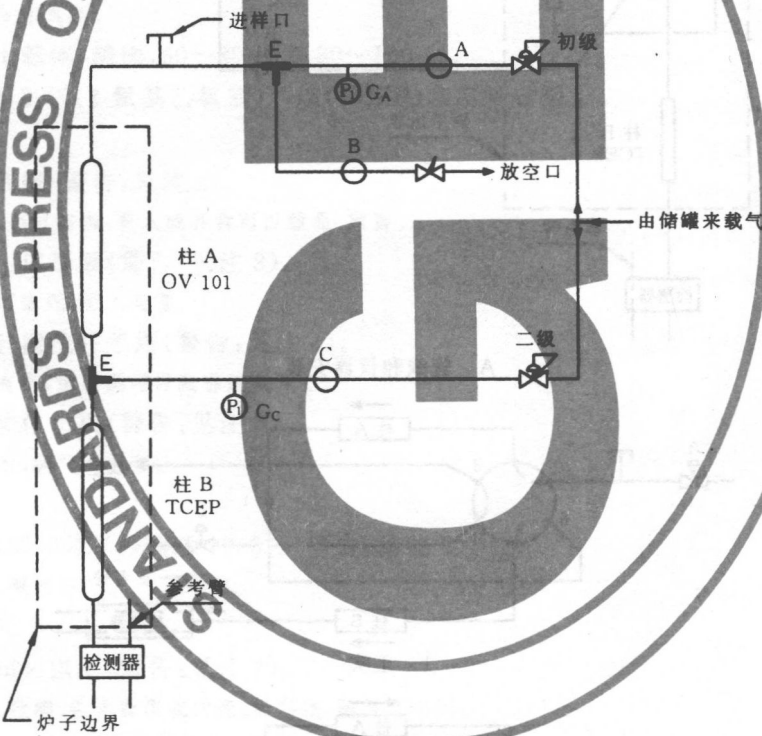
A5.1 色谱仪:任何带有反吹系统、热导检测器和可以在表 A1 给出的条件下操作的色谱仪均可使用。如图所示为两种反吹系统,图 A1 是一个压力系统,图 A2 是一个阀切换系统,可以使用其中任何一个。在最大灵敏度下,对于含 0.1%(V/V)甲基乙基酮的 2 μ L 样品,联合检测记录系统必须产生一个 4 mm 的响应。

表 A1 仪器参数

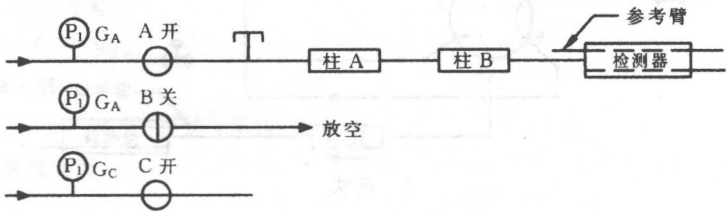
检测器	热导检测器
柱:	两根,不锈钢制
长,m	(A) 0.8;(B) 4.6
外径,mm	3.2
固定相	(A) 甲基硅酮,10%(m/m) (B) TCEP,20%(m/m)

表 A1(完)

担体	(A) Chromosorb W, 60~80 目 (B) Chromosorb P, 80~100 目
参考柱	任何柱或阻尼阀都可以用
温度:	
汽化室, C	200
检测器, C	200
柱, C	145
载气:	氮
气体线速率, cm/s	6
流量, cm ³ /min	约 30
柱前压, kPa(psi)	约 200(30)
记录器范围, mV	0~1
记录纸速度, cm/min	1
试样量, μL	2
全分析时间, min	8
反吹时间, min	约 0.75 ¹⁾
1) 对每个柱系统必须测定反吹时间	

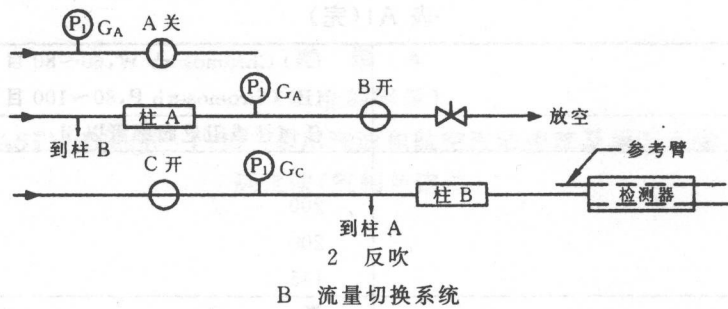


A 管线和仪器安装



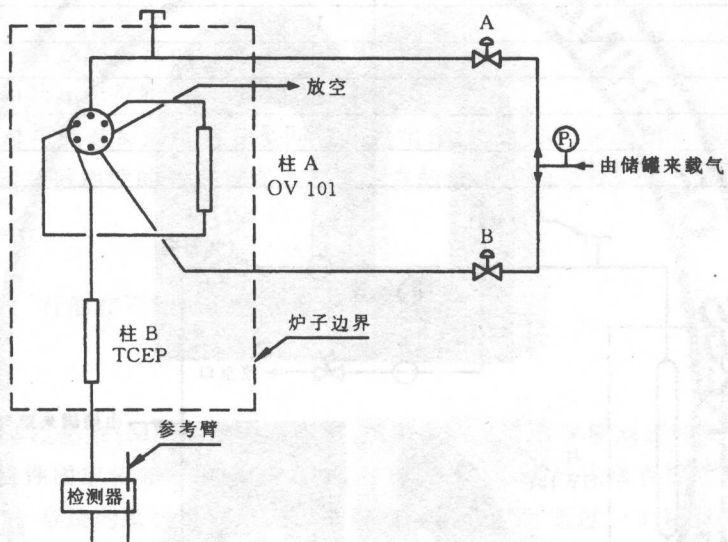
1 正吹

图 A1 压力反吹系统

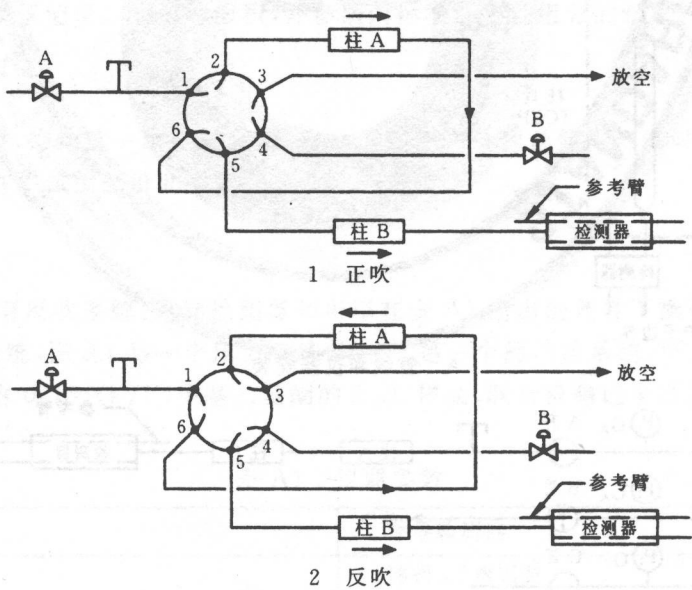


⊖:乒乓开关(TAP); :压力调节阀; :针形阀; :压力表; E:三通

图 A1(完)



A 管线和仪器安装



B 流量切换系统

:流量控制阀; :压力表; :六通阀; T:进样口

图 A2 阀反吹系统

A5.2 柱子:一根长 0.8 m (2.5 ft), 外径 3.2 mm (1/8 in) 的不锈钢管和一根长 4.6 m (15 ft), 外径 3.2 mm 的不锈钢管。

A5.3 记录器:条状记录纸,推荐使用 0~1 mV 记录范围的电位计,响应时间不超过 2 s,最大噪音为满量程的 $\pm 0.3\%$ 。

A5.4 微量注射器:容量为 5 μL 。

A5.5 移液管:容积分别为 1 mL 和 2 mL,最小刻度 0.01 mL;5 mL,10 mL 和 20 mL。

A5.6 容量瓶:容积 25 mL 和 100 mL。

A5.7 振荡器:电子振荡器。

A5.8 真空源。

A5.9 蒸发器:真空旋转蒸发器。

A5.10 烧瓶:圆底、短径,24/40 接口,容量 500 mL,用于与旋转蒸发器(A5.9)连接使用。

A5.11 灯:红外灯。

A5.12 滴定管:自动滴定管,整个容器容量为 25 mL。

A6 材料

A6.1 载气:氮气,纯度 99.99%(警告:见注 1),试剂级。

注 1:警告:高压压缩气体。

A6.2 担体:硅藻土载体,酸洗,60~80 目和 80~100 目。

A6.3 固定液:1,2,3-三(2-氰基乙氧基)丙烷(TCEP)和甲基硅酮。

A6.4 溶剂

A6.4.1 甲醇:试剂级(警告:见注 2)。

注 2:警告:易燃,蒸气有害,吸入或吞食可以致命、致盲。

A6.4.2 三氯甲烷:试剂级(警告:见注 3)。

注 3:警告:食入可致死,吸入有害。

A6.4.3 二氯甲烷:清洗柱子用(警告:见注 4)。

注 4:警告:吸入有害,浓度高可导致昏迷或死亡。

A6.4.4 丙酮:清洗柱子用(警告:见注 5)。

注 5:警告:极易燃,蒸气可闪燃。

A6.5 内标物

A6.5.1 甲基乙基酮(MEK):纯度 99.9%(警告:见注 6)。

注 6:警告:易燃,蒸气有害。

A6.6 校准标准物

A6.6.1 苯:99 mol%以上(警告:见注 7)。

注 7:警告:有毒,致癌,食入有害或致死,极易燃,蒸气可闪燃。

A6.6.2 异辛烷:99 mol%以上(警告:见注 8)。

注 8:警告:极易燃,吸入有害。

A6.6.3 甲苯:(警告:见注 9)。

注 9:警告:易燃,蒸气有害。

A6.6.4 正壬烷:99 mol%以上(警告:见注 10)。

注 10:警告:易燃,蒸气有害。

A7 采样

A7.1 本方法待测汽油(警告:见注 11)试样按照 ASTM D 4057 给出的步骤获得。

注 11:警告:极易燃,蒸气吸入有害。

A8 柱填料的制备

A8.1 根据以下步骤制备两种柱填料,一种为 10%(m/m)的甲基硅酮/Chromosorb W,另一种为 20%(m/m)的 TCEP/Chromosorb P。

A8.1.1 甲基硅酮柱的填料:称取 45 g Chromosorb W,倒入 500 mL 烧瓶中(A5.10)。将 5 g 甲基硅酮溶解于大约 50 mL 的三氯甲烷(警告:见注 3)中。将甲基硅酮-三氯甲烷溶液倒入装有 Chromosorb W 担体的烧瓶中,将烧瓶与旋转蒸发器(A5.9)相连接。连接真空源,启动旋转蒸发器,并打开红外灯,直至填料充分混合,并完全干燥。

A8.1.2 1,2,3-三(2-氰基乙氧基)丙烷(TCEP)的填料:称 80 g Chromosorb P,倒入 500 mL 烧瓶中(A5.10)。将 20 g TCEP 溶于 200 mL 甲醇中,倒入装有 Chromosorb P 的烧瓶。然后将烧瓶与蒸发器相连接,并连接真空源,启动旋转蒸发器,打开红外灯,直至填料充分混合,并完全干燥。(填料不能加热到 180℃ 以上。)

A9 色谱柱的制备

A9.1 柱的清洗:按如下步骤清洗不锈钢管。在钢管一端连一个金属漏斗,使其直立,并在管子的下部流出口放一个排液烧杯。向漏斗倒入约 50 mL 的二氯甲烷(警告:见注 4),并使其流过钢管流入烧杯中。用 50 mL 丙酮(警告:见注 5)重复此清洗步骤。拿开漏斗,并用塑料管将不锈钢管与空气管连接。用经过过滤、无油的空气吹扫或用抽真空的方法将钢管中溶剂全部除净。

A9.2 柱的填充:先将柱 A 和柱 B 制成符合仪器安装的形状。依下列步骤装填一根长 0.8 m 的甲基硅酮(A8.1.1)柱和一根长 4.6 m 的 TCEP(A8.1.2)柱。每根管子均有一端用一个小玻璃棉塞子封住,并用一根填充玻璃棉的管子将此端与真空源相连;另一端用一小段聚乙烯管与一个聚乙烯小漏斗连接。打开真空泵,并不断将填料放入漏斗,直到柱子装满为止。填好每根柱子,用电子振荡器振荡柱子,使填料装填紧密。拿开漏斗,关闭真空源,移走管子上部 6 mm(1/4 in)的填料,并塞上一小段玻璃棉。

A10 仪器的配置及条件的建立

A10.1 色谱柱老化:如图 A1 或图 A2,按照已经提到的系统(A5.1)装好 A 柱和 B 柱,在柱子老化好之前,不要将 B 柱出口与检测器连接。以约 40 cm³/min 的流量向柱内通入氦气。按下列的温度和时间表老化色谱柱。

温度,℃	该温度下小时数
50	1/2
100	1/2
150	1
170	3

A10.2 安装:将 B 柱出口与检测器口相连。按表 A1 调节操作条件,但不要开检测系统。检查气密性。

A10.3 流量调节

A10.3.1 压力反吹柱系统的建立(见图 A1):

A10.3.1.1 打开开关 A、B,关闭 C,使通过柱系统的流量达到表 A1 的设定值(相当表压约 205 kPa(30psi))。测量检测器出口样品侧的流速,观察压力表 G_c 的压力。

A10.3.1.2 关闭开关 A,打开 B、C,表 G_A 的压力应迅速下降到零。否则,打开针形阀,直到压力降到零为止。

A10.3.1.3 关闭开关 B,调节第二级压力调节阀,直到表 G_c 的读数比 A10.3.1.1 中观测数值高 3.5~7 kPa(0.5~1 psi)。

A10.3.1.4 打开开关 B、调节反吹出口的针形阀,直至表 G_A 的读数约为 14~28 kPa(2~4 psi)。

A10.3.1.5 正吹状态:打开开关 A 和 C,关闭 B(见图 A1 中 B1)。

A10.3.1.6 反吹状态:关闭开关 A,打开 B(从正吹状态切换到反吹状态应该没有基线变动,如果有基线变动,轻微地增加第二级压力)(见图 A1)。

A10.3.2 阀反吹柱系统的建立(见图 A2):

A10.3.2.1 将阀调整到正吹位置(见图 A2 中 B1),调节流量控制阀 A,使流量达到设定值(见表 A1)。测量检测器出口样品侧的流量。

A10.3.2.2 将阀调整到反吹位置(见图 A2 中 B2),测量检测器出口样品侧的流量。如果流量发生了变化,调节流量控制阀 B,以获得正确值(流量变化应在 $\pm 1 \text{ cm}^3/\text{min}$ 以内)。

A10.3.2.3 将阀从正吹到反吹位置切换几次,并观察基线,阀切换最初带来的压力变化,应该不会产生基线的变动和漂移。如果基线漂移,轻微调节流量控制阀 B,使基线平稳(连续漂移表明系统内某些地方存在泄漏)。

A10.4 反吹时间的确定:每个柱系统的反吹时间是不同的,因此必须按以下方法确定适当值。准备含 5%(V/V)异辛烷的正壬烷溶液。用 A11.4 中描述的进样方法,在正吹状态下向系统(A10.3)注入 $1 \mu\text{L}$ 的异辛烷-正壬烷混合液。记录色谱图直到正壬烷流出,记录笔回到基线。测量从进样直到记录笔回到异辛烷和正壬烷峰之间的基线的时间,以秒为单位。此时,异辛烷已全部流出,而正壬烷没有。测定时间的一半将近似作“反吹时间”,并应在 30~60 s 之间。重复包括进样在内的上述操作,在已经确定的“反吹时间”切换至反吹状态。在得到的异辛烷色谱图中,正壬烷峰很小或看不到。如果有必要,做进一步实验,调节“反吹时间”,直到全部异辛烷出峰而只有很少或没有正壬烷的峰。这样得到包括实际阀操作在内的“反吹时间”,必须用于后续所有的校准和分析中。

A11 校正和校准

A11.1 标准样品:准备 7 个如下的标准样,包括 0~5%(V/V) 的苯和 0~20%(V/V) 的甲苯。每个标准样按下面列出的体积量取苯和甲苯,分别倒入容积为 100 mL 的容量瓶中,用异辛烷稀释到指定体积。所有混合物和玻璃仪器都维持在室温。

苯		甲苯	
%(V/V)	mL	%(V/V)	mL
5	5.0	20	20.0
2.5	2.5	15	15.0
1.25	1.25	10	10.0
0.67	0.67	5	5.0
0.33	0.33	2.5	2.50
0.12	0.12	1	1.0
0.06	0.06	0.5	0.50

A11.2 校正混合物:准确地量取 1.0 mL 甲基乙基酮放入 25 mL 的容量瓶中,并加入第一个标准样品(A11.1)至刻线。对其他每个标准溶液重复此过程。

A11.3 色谱分析:按照 A10.4 中建立的条件并用下面的进样技术对每个校正混合物进行色谱分析。

A11.4 注射样品:用校正混合物样品清洗 $5 \mu\text{L}$ 微量注射器至少三次,然后吸取大约 $3 \mu\text{L}$ 的样品(避免任何气泡)。将注射器缓慢推至注射器中留有 $2.0 \mu\text{L}$ 样品。用纸巾擦针头,然后向后拉注射器,吸入 $1\sim 2 \mu\text{L}$ 的空气。将注射器针头插入色谱仪的隔膜帽,直至注射器的管体落在隔膜帽上;将活塞推到底,并迅速拔出注射器。此进样技术,对于获得尖锐、对称的峰是必要的。

A11.5 校正:按 A12.4 测量芳香族化合物和内标物两者的峰面积。计算苯的峰面积与甲基乙基酮峰面

积的比率。做苯浓度与比率的关系曲线。对甲苯做同样的计算和曲线,见图 A3 示例。必须进行此校正过程以保证整个色谱系统操作正常,且任何组分的浓度没有超出各部分响应的线性范围,包括柱、检测器、积分仪和其它部分,校正曲线应是线性的。

注 12: 如果已显示校正是线性的,可以用最小二乘法计算校正因子。本附录第 15 章述及的精密密度由校正曲线的数据得出。如果使用校正因子,则此精密密度可能不适用。

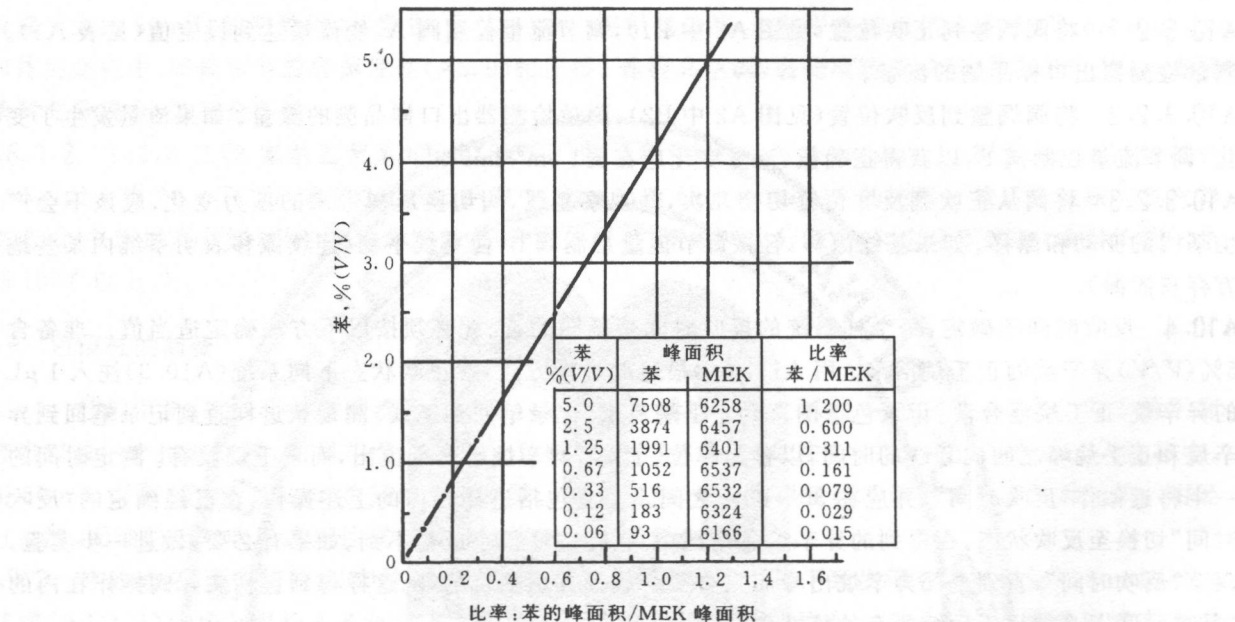


图 A3 标准校正曲线(对每个系统均需测定)

A12 步骤

A12.1 样品的制备:精确量取 1.0 mL 甲基乙基酮,倒入 25 mL 的容量瓶中,并加待测样品至刻线,使其充分混合。

A12.2 色谱分析:按 A10.4“反吹时间”和 A11.4 中描述的注射技术对样品进行色谱分析。六通阀必须在 A10.4 中确定的时间切换到反吹状态,以阻止不必要的组分进入 B 柱。

A12.3 图谱解释:按照标样的保留时间确定苯、甲苯和内标甲基乙基酮的峰。

注 13: 使用所述的 OV101 和 TCEP 色谱柱时,出峰顺序为非芳烃、苯、甲基乙基酮和甲苯。典型色谱图见图 A4。

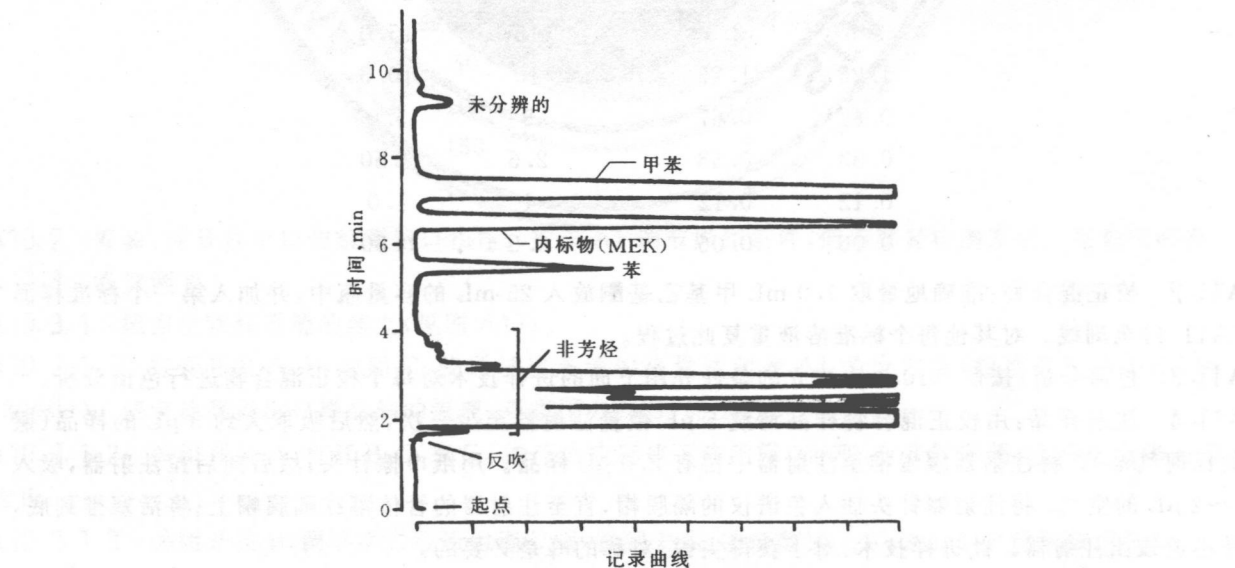


图 A4 标准色谱图

A12.4 峰面积测量:用常规方法测量芳烃峰和甲基乙基酮峰面积。

注 14: 本附录第 15 章述及的精密度由电子积分仪或在线计算机的数据得出。如果采用其他的积分方式或峰面积测量方式,则此精密度可能不适用。

A13 计算

A13.1 计算苯、甲苯的峰面积与甲基乙基酮峰面积的比率。从适当的校正曲线读出该比率相应的苯、甲苯液态体积百分数。

A13.2 如果结果要求以质量百分数为单位,按以下公式换算:

苯 % (m/m) = (V_B/D) × 0.8844 (A1)

式中:V_B——苯的体积百分数;

D——样品在 15.6/15.6℃ (60/60°F) 下的相对密度。

甲苯 % (m/m) = (V_T/D) × 0.8719 (A2)

式中:V_T——甲苯的体积百分数;

D——样品在 15.6/15.6℃ (60/60°F) 下的相对密度。

A14 报告

A14.1 报告苯和甲苯含量的液态体积百分数,精确到 0.1%。

A15 精密度和偏差

A15.1 用下述规则判断结果的可靠性(95%置信率)。使用者按试样浓度范围选择精密度表述。

A15.1.1 重复性:从长远观点看,在正常情况和正确的操作下,同一操作者使用恒定操作条件下的同一台仪器,对相同试样得出的连续测试结果之差超过表 A2 所列数值的概率仅为二十分之一。

表 A2 重复性

组 分	范围,% (V/V)	重复性	参见本附录注
苯	0.1~1.5	0.03(x)+0.01	15
苯	>1.5	0.03	16
甲苯	1.7~9	0.03(x)+0.02	15
甲苯	>9	0.62	16

注:x 为各组分含量(V/V,%)的平均值

A15.1.2 再现性:从长远观点看,在正常情况和正确的操作下,不同操作者在不同实验室对相同试样分别得出的两个独立测试结果之差超过表 A3 所列数值的概率仅为二十分之一。

表 A3 再现性

组 分	范围,% (V/V)	再现性	参见本附录注
苯	0.1~1.5	0.13(x)+0.05	15
苯	>1.5	0.28(x)	16
甲苯	1.7~9	0.12(x)+0.07	15
甲苯	>9	1.15	16

注:x 为各组分含量(V/V,%)的平均值

注 15: 为了反映汽油组成的变化,于 1994 年利用普通汽油及含有醚类含氧化合物(例如:甲基叔丁基醚、乙基叔丁基醚、叔戊基甲基醚)的汽油对此试验方法的精密度进行了确定。此精密度对含乙醇的汽油不适用。此精密度适用于苯含量在 0.1%(V/V)~1.5%(V/V)及甲苯含量在 1.7%(V/V)~9%(V/V)。试样的组成和合作

研究结果在编号为 RR:D02-1042 的 ASTM 总部报告中。

注 16: 精密度是由使用在公开市场上购买的普通汽油确定的。此精密度须在苯含量大于 1.5%(V/V)及甲苯含量大于 9%(V/V)时使用。试样的组成和合作研究结果在编号为 RR:D02-1042 的 ASTM 总部报告中。

A15.2 偏差——由于该方法测量的偏差没有合适的、可以接受的参考方法,因此没有有关偏差的说明。

A16 关键词

A16.1 航空汽油;苯;气相色谱;汽油;甲苯。

附录 B

(标准的附录)

ASTM D3831—1990(1994)

汽油中锰含量测定法(原子吸收光谱法)

B1 范围

B1.1 本方法适用于汽油中总锰含量的测定,测定范围为 0.25~30 mg/L,锰以甲基环戊二烯基三羰基锰(MMT)的形式存在。

B1.2 本方法不适用于含有大量裂解组分的汽油(溴值大于 20)。

B1.3 本方法的建立是测定汽油中一定含量范围的 MMT。至于其他范围的或其他物质中的 MMT,或在汽油中的其他锰化合物的测定均未做过试验。

B1.4 本标准并无意对与此有关的所有的安全问题都提出建议。因此,在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施并确定有适用性的管理制度。

B2 引用标准

B2.1 ASTM D4057 石油及石油产品手工取样法

B3 方法概述

B3.1 汽油样品用溴处理,然后用甲基异丁基酮(MIBK)稀释,用空气-乙炔焰在 279.5 nm,用原子吸收光谱测定,用一种有机锰标准物质配制标样。

B4 意义及应用

B4.1 某种有机锰化合物用作抗爆剂加入到汽油中,本方法提供一种测定汽油样品中该种物质含量的方法。

B5 仪器

B5.1 原子吸收光谱仪:带有标尺扩展,配有锰空心阴极灯,在 279.5 nm 处有强吸收,配有预混合可旋转槽型燃烧头和可调雾化器。

B5.2 玻璃容量瓶:40 mL,带有聚乙烯螺旋盖。

B5.3 1 mL 移液管。

B5.4 100 μ L 微量移液管,Eppendorf 型或其他相似类型。

B5.5 自动移液管,能够转移 9 mL 的量。

B6 试剂

B6.1 试剂纯度:试剂级。除特殊说明外,所有试剂应符合美国化学协会分析试剂委员会的规格要求。该规格可由委员会得到。若使用其他级别的试剂,则以其纯度不降低测定精确度为准。

B6.2 溴溶液:试剂级溴加入等体积的四氯化碳中。

注1:警告:除其他预防措施外,应了解溴接触到皮肤会导致严重的灼伤,制备该溶液时应戴防护手套,贮存或使用应保证良好通风。

B6.3 锰标准溶液(13.2, 26.42, 39.63 mgMn/L):用 MIBK 稀释 264.2 mgMn/L 标准溶液到需要的低浓度锰标准溶液。

B6.4 锰标准溶液(264.2 mgMn/L):用 MIBK 溶解一定量的硫酸锰,配成 264.2 mgMn/L 溶液。

B6.5 硫酸锰。

B6.6 甲基异丁基酮(MIBK),试剂级。

注2:注意:汽油中的 MMT 见光是不稳定的,分析前在用溴溶液稳定前见光则会导致分析结果偏低或错误。

B7 取样

B7.1 汽油样品的取样应符合 ASTM D4057 的要求。

B7.2 汽油样品直接吸入金属罐内,并尽快分析。

B8 校正

B8.1 工作标准样品制备:按 B6.3 配制 13.2, 26.42, 39.63 mgMn/L 标准溶液。

B8.1.1 用微量移液管,在三个 40 mL 玻璃容量瓶中各加入 100 μ L 溴溶液。

B8.1.2 在各玻璃容量瓶中加入 1 mL 三种低浓度锰标准溶液。摇晃容量瓶,使之与溶液混合。

B8.1.3 用自动移液管,各加入 9 mL MIBK,摇匀。这些稀释了 10 倍的工作标准样品与样品的最终稀释倍数一样。

B8.2 仪器调节:将仪器调节到操作手册建议的测定锰的操作条件,锰吸收线用 279.5 nm,使用空气-乙炔火焰。

B8.2.1 喷入 MIBK,调整雾化器(大流速)、乙炔气和空气流速,得到贫弱焰。

B8.2.2 喷入 39.63 mgMn/L 工作标准样品,记录吸光值。若吸光值超过 0.1 个单位,则旋转燃烧头以降低吸光值到大约 0.1 个单位。用 MIBK 进行仪器调零,在低吸光范围内有利于获得良好线性。

B8.2.3 使用标尺扩展,使 39.63 mgMn/L 工作标准样品基本能进行全标尺读数校正。

B8.2.4 以 MIBK 做空白,依次喷三个工作标准样品,记录吸光值,检查数据线性。若非线性,则重新轻微调整样品或乙炔气流速,降低火焰条件,重新进行仪器调节,直至吸光值呈线性。

B9 试验步骤

B9.1 用微量移液管,在玻璃容量瓶中加入 100 μ L 溴溶液。

B9.2 用 1 mL 移液管,再加入 1 mL 汽油样品,摇匀。

B9.3 用自动移液管,加入 9 mL 的 MIBK。

B9.4 依次喷入工作标准样品和样品,记录吸光值。

注3:由于吸光值可能会随时变化,故应同时测定工作标准样品和样品的吸光值。

B10 计算

B10.1 绘制工作标准样品吸光值与锰浓度的最佳工作曲线,由工作曲线读出汽油样品的锰浓度,精确到 0.2 mgMn/L。如果有可能,也可使用其他的读数方式,如浓度直读方式。在 B8.2.2 中的低吸光值范

围可用来得到校正线形。

B11 精密度与偏差

B11.1 精密度:经实验室间统计试验,该方法的精密度如下。

B11.1.1 重复性:同一操作者,用同一台仪器,在恒定的操作条件下所测的两个实验结果之差仅有 1/20 的概率会超出以下值:

$$0.42 x^{1/2} \text{ mgMn/L}$$

其中 x = 两个结果的平均值。

B11.1.2 再现性:不同实验室工作的不同操作者,对同一试样所测的两个实验结果之差仅有 1/20 的概率会超出以下值:

$$1.41 x^{1/2} \text{ mgMn/L}$$

其中 x = 两个结果的平均值。

B11.2 偏差:因为没有合适的参考物,该方法的过程偏差无法测定。

附录 C

(标准的附录)

汽油中铁含量测定法(原子吸收光谱法)

本方法适用于测定汽油中浓度范围为 2.5~25 mg/L 的总铁含量。

C1 方法概要

汽油试样用甲基异丁基甲酮稀释,加入碘和季铵盐与铁化合物反应使之稳定。以有机铁为标样,用火焰原子吸收光谱法在 248.3 nm 下测定试样中铁含量。

C2 仪器

C2.1 原子吸收分光光度计:采用空气-乙炔火焰。

C2.2 容量瓶:50 mL,100 mL,250 mL,1 000 mL。

C2.3 移液管:0.5 mL,1.0 mL,2.0 mL,5.0 mL,10 mL 和 20 mL。

C3 试剂

C3.1 甲基异丁基甲酮(MIBK):分析纯。

C3.2 结晶碘:分析纯。

C3.3 甲苯:分析纯。

C3.4 有机铁标样:石油磺酸铁或其他有机铁标准物质。

C3.5 氯化甲基三辛基铵:纯度不低于 90%。

C3.6 溶剂汽油:铁含量低于 1.25 mg/L,用作试剂空白。

注意:甲苯和汽油都是易燃品,吸入有害,而且汽油蒸气可引起突然起火。另外氯化甲基三辛基铵属于中等毒性,所以使用它们时,注意适当通风,避免吸入和接触皮肤。本标准并未述及所有相关的安全问题。安全方面的考虑请参考其使用过程。用户应该在使用前建立适当的安全健康措施并制定相应的限制规则。