

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 2650—2015

车用汽油中苯胺类化合物的测定 气相色谱法

2015-03-27 发布

2015-03-30 实施

山东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省质量技术监督局提出。

本标准起草单位：山东省产品质量检验研究院、东营市产品质量监督检验所、中国石化销售有限公司山东石油分公司。

本标准主要起草人：郑金凤、宋志龙、陶永旭、范晓明、邵荟荟、张爱。

车用汽油中苯胺类化合物的测定 气相色谱法

警告：本标准可能涉及某些有危险性的材料、操作和设备，但是并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此，使用者在应用本标准前应建立适当的安全和防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本标准规定了采用气相色谱法测定车用汽油中的苯胺类化合物的方法。所测定的特殊组分是：N, N-二甲基苯胺、N-甲基苯胺、苯胺、邻甲基苯胺、对甲基苯胺及间甲基苯胺。

本标准适用于车用汽油中苯胺类化合物的测定。单一苯胺类化合物的测定检出限为0.05%（质量分数）。

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，仅所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/T 4756 石油液体手工取样法

3 术语

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

苯胺类化合物

N, N-二甲基苯胺（分子式： $C_8H_{11}N$ ）、N-甲基苯胺（分子式： C_7H_9N ）、苯胺（分子式： C_6H_7N ）、邻甲基苯胺（分子式： C_7H_9N ）、对甲基苯胺（分子式： C_7H_9N ）和间甲基苯胺（分子式： C_7H_9N ）六种化合物。

4 方法概要

以苯乙酮作为内标物，用配置火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪对车用汽油中的苯胺类化合物的含量进行测定，并参考内标计算每个组分的浓度。

5 试剂

- 5.1 苯乙酮：纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 5.2 N, N-二甲基苯胺：纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 5.3 N-甲基苯胺：纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 5.4 苯胺：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

- 5.5 邻甲基苯胺：纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 5.6 对甲基苯胺：纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 5.7 间甲基苯胺：纯度 $\geq 99.0\%$ 。
- 5.8 二氯甲烷，分析纯。

6 仪器

- 6.1 气相色谱仪，配有火焰离子化检测器（FID），分流/不分流进样口。
- 6.2 电子天平：精度 0.1 mg。

7 取样

- 7.1 按照 GB/T 4756 进行。
- 7.2 自实验室收到样品起，在完成任何子样品取样前，应将盛装原始样品的容器冷却到 0 °C~5 °C 下保存。
- 7.3 如果必要，转移冷却样品到压力密封容器中，并在 0 °C~5 °C 储藏，直到需要进行分析时。

8 准备工作

8.1 气相色谱条件

凡是能分离N,N-二甲基苯胺、N-甲基苯胺、苯胺、邻甲基苯胺、对甲基苯胺和间甲基苯胺的任何气相色谱系统均可用于此分析。下列给出的参数证明是可行的：

- 色谱柱：弹性石英毛细管柱，键合（交联）聚乙二醇，60 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m，或性能相当者；
- 色谱柱温度：80 °C保留 2 min，5 °C/min 升温至 200 °C保留 15 min，然后 20 °C/min 升温至 230 °C，保留 6 min；
- 进样口温度：220 °C，检测器温度：250 °C，进样量：1 μ L。

8.2 校正标样的制备

- 8.2.1 按照试剂挥发性，由低到高的次序精确称量（精确至 0.1 mg）和混合的原则配制多组分的苯胺类化合物标样。
- 8.2.2 每个苯胺类化合物于 10 mL 容量瓶中，用二氯甲烷（5.8）定容至刻度，配制不同浓度范围的标样。对于每个苯胺类化合物，至少配制 5 种校正标样来覆盖样品中苯胺类化合物的浓度范围。

9 试验步骤

9.1 定量分析

- 9.1.1 称取 0.05 g（精确至 0.1 mg）内标物苯乙酮（5.1）至容量瓶中，再称取校正标样（8.2），注入 10 mL 容量瓶中至刻度，记录标样的质量（精确至 0.1 mg），摇匀后取适量含内标物的标样，进行测定，得到内标物和每个苯胺类化合物的色谱峰面积。计算每个苯胺类化合物峰面积与苯乙酮峰面积的比率，做每个苯胺类化合物浓度与面积比率的关系曲线。

9.1.2 每个苯胺类化合物相对于内标物（苯乙酮）的质量校正因子（ R_i ）按式（1）计算，应精确至0.001。

$$R_i = \frac{C_i \times A_s}{C_s \times A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- R_i ——质量校正因子；
- C_i ——标样中组分*i*的含量，%；
- C_s ——标样中内标物的含量，%；
- A_i ——标样中组分*i*的峰面积；
- A_s ——标样中内标物峰面积。

9.2 测定

称取0.05 g（精确至0.1 mg）内标物苯乙酮（5.1）至容量瓶中，再称取样品加入10 mL容量瓶至刻度，记录样品的质量（精确至0.1 mg），摇匀后进行测定。

注：若样品中苯胺类化合物含量超过本标准测试范围，需对样品进行适量稀释。

10 结果计算

10.1 每个苯胺类化合物的质量分数

10.1.1 测量峰面积，每个苯胺类化合物的含量 ω_i 以质量分数表示，按式（2）计算：

$$\omega_i = \frac{m_s \times A_i \times R_i}{m \times A_s} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ω_i ——组分*i*的含量；
- A_i ——组分*i*的峰面积；
- R_i ——组分*i*相对于内标物的校正因子；
- m_s ——内标物质量，g；
- m ——样品质量，g；
- A_s ——内标物的峰面积。

10.1.2 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果保留至小数点后2位。

10.2 苯胺类化合物的总质量分数

苯胺类化合物的总质量分数 ω ，按式（3）计算：

$$\omega = \sum \omega_i \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- ω ——样品中苯胺类化合物的总质量分数，%；
- ω_i ——样品中每个苯胺类化合物的质量分数，%。

11 结果报告

报告车用汽油中苯胺类化合物的质量分数，精确至0.01 %；每个苯胺类化合物的质量分数不大于0.05 %时，可不计入苯胺类化合物的总质量分数。

12 精密度

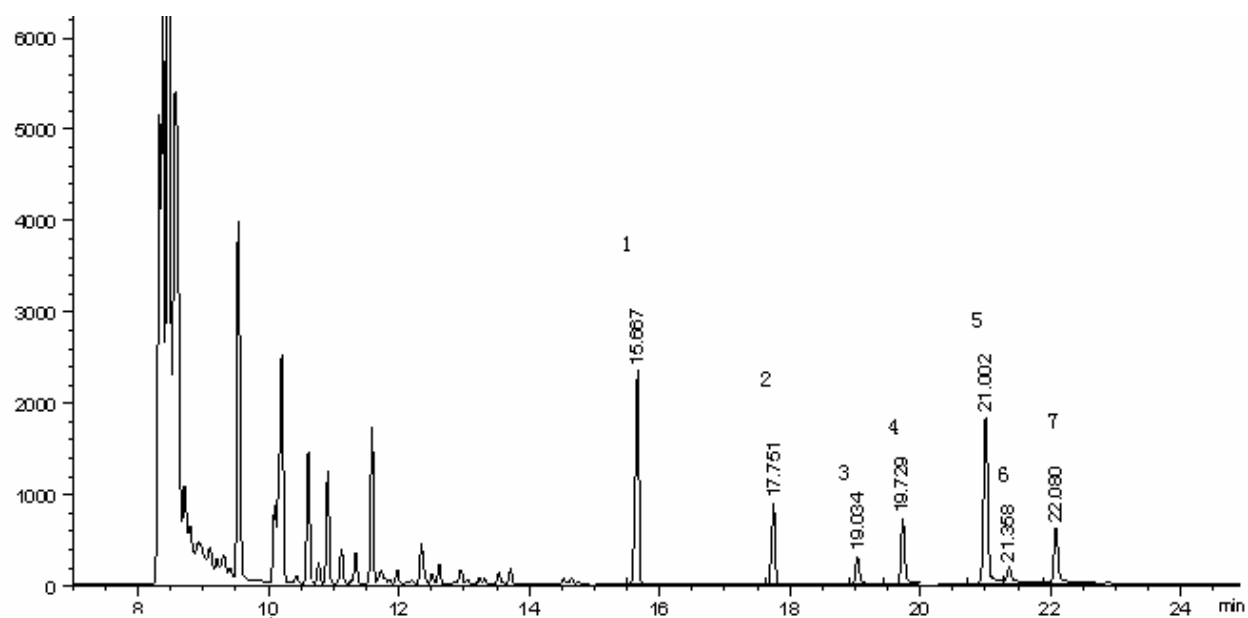
12.1 重复性

由同一操作者，用相同的仪器对同一试验材料，在恒定的操作条件下，按照规定的正确方法操作，所得两次重复试验结果的相对标准偏差不得超过10 %。

12.2 再现性

由不同操作者在不同的实验室，对同一试验材料进行试验，所得两个独立的试验结果的相对标准偏差不得超过20 %。

附 录 A
(资料性附录)
车用汽油中苯胺类化合物典型色谱图



- 1——N,N-二甲基苯胺；
 2——苯乙酮（内标）；
 3——N-甲基苯胺；
 4——苯胺；
 5——邻甲基苯胺；
 6——对甲基苯胺；
 7——间甲基苯胺。

图A.1 车用汽油中苯胺类化合物典型色谱图