

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 2651—2015

车用汽油中甲缩醛含量的测定 红外光谱法

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：夏攀登、宋志龙、董文辉、白亚昊、赵伟梦、荆晓文。

车用汽油中甲缩醛含量的测定 红外光谱法

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

本标准规定了采用红外光谱法测定车用汽油中甲缩醛含量（质量分数）的方法。
本标准适用于车用汽油中甲缩醛含量的测定。

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

GB/T 6040 红外光谱分析方法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

甲缩醛

分子式： $C_3H_8O_2$ 。又名二甲醇缩甲醛，二甲氧基甲烷。

4 方法提要

通过已知甲缩醛浓度的校准溶液得到的红外（IR）谱图，在甲缩醛特征峰位置 $1141\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处，由吸光度和已知样品浓度建立甲缩醛校准模型。测定试样的IR谱图，根据甲缩醛校准模型计算出样品的甲缩醛浓度。

5 试剂

5.1 正庚烷：纯度不低于 99.5 %。

5.2 甲缩醛：纯度不低于 98 %。

6 仪器

6.1 电子天平：精度 0.1 mg。

6.2 红外光谱仪：波数范围 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ ，最小精度 4 cm^{-1} ，符合 GB/T 6040 要求的红外光谱仪。

6.3 样品池：材质为 KBr 或 NaCl 或 CaF_2 ，具有光程数值。由于甲缩醛溶液的浓度影响，清洗测量所用的样品池具有重要意义。应用正庚烷反复清洗样品池。通过将其注满正庚烷并记录其 IR 谱图来检验是否清洗干净。如 IR 谱图与参照的正庚烷谱图精确符合，则说明样品池已清洗干净。

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 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 储藏，直到需要进行分析时。

8 试验步骤

8.1 定性

根据样品的 IR 谱图，识别如下甲缩醛的特征峰，进行定性判断：

甲缩醛在 $1141\text{ cm}^{-1}\pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处、 $1113\text{ cm}^{-1}\pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处、 $1046\text{ cm}^{-1}\pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处和 $931\text{ cm}^{-1}\pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处存在特征吸收峰。甲缩醛特征 IR 谱图见附录 A。

8.2 校准模型的建立

8.2.1 校准溶液的准备

称量一定质量的甲缩醛（精确至 0.1 mg ）于 100 mL 容量瓶中，用正庚烷定容至刻度，配置不同浓度范围的标样。至少配置五种质量浓度标样来覆盖甲缩醛的浓度范围。

注：校准和测量应选用同样的样品池进行。

8.2.2 谱图测量

校准溶液注入至样品池中，并以正庚烷谱图为背景记录其 IR 谱图。测量在 $1141\text{ cm}^{-1}\pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处的最大峰值吸收的吸光度。

8.2.3 建立模型

测定系列甲缩醛校准溶液的吸光度，并以吸光度为因变量，以质量浓度为自变量进行线性回归或作图。如回归线相关系数 (R^2) 小于 0.99，应重新制备校准溶液建立模型。

8.3 定量

8.3.1 将试样注入至样品池中，使试样充满样品池，并保证样品池中无气泡，然后采集样品的 IR 谱图。

注：若样品中甲缩醛含量超过校准模型的范围，应对样品进行适量稀释。

8.3.2 调用甲缩醛的校准模型方法，计算得到样品中的甲缩醛含量。

9 计算

$$X_i = K \times C_i \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——样品中甲缩醛含量（质量分数），%；

C_i ——标准曲线上读出的试样中甲缩醛含量（质量分数），%；

K ——样品稀释倍数。

10 结果报告

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。报告样品的甲缩醛含量（质量分数），修约至0.1 %。

11 精密度

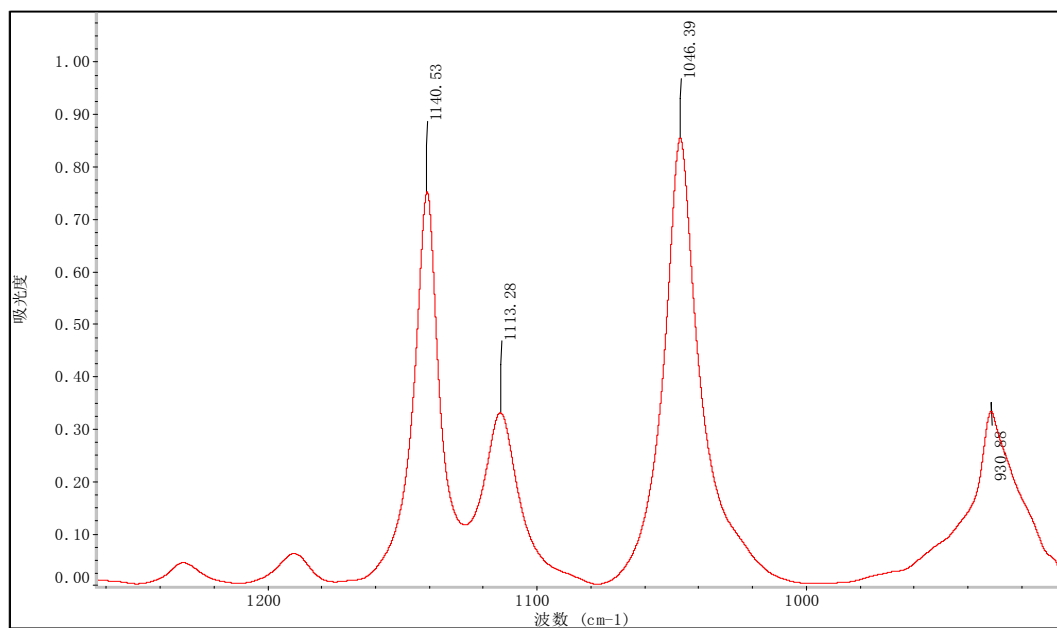
11.1 重复性

由同一操作者、采用同一仪器、对同一试样进行重复测定所得到的两个试验结果之差的绝对值不应超过0.3 %。

11.2 再现性

在不同实验室的不同操作者、采用不同仪器、对相同样品进行测定所得两个单独试验结果之差的绝对值不应超过0.9 %。

附录 A
(资料性附录)
甲缩醛特征 IR 谱图



图A.1 甲缩醛特征吸收峰