



中华人民共和国环境保护行业标准

HJ2525-2012

环境保护产品技术要求 薄层色谱法车 用汽油中清净剂快速测定仪

Technical requirement for environmental protection products

Fast analyzer for detergent in gasoline by thin-layer chromatography

本电子稿为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2012-7-31 发布

2012-11-1 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

| | |
|----------------------------------|----|
| 前 言..... | II |
| 1 适用范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 术语和定义..... | 1 |
| 4 基本要求..... | 2 |
| 5 性能要求..... | 2 |
| 6 试验方法..... | 3 |
| 7 检验规则..... | 4 |
| 8 标志、包装、运输与贮存..... | 5 |
| 附 录 A（资料性附录）汽油中清净剂快速测定仪使用方法..... | 6 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，减少汽车发动机污染物排放，监管车用汽油中清净剂的添加，制定本标准。

本标准规定了薄层色谱法车用汽油清净剂快速测定仪的基本要求、性能要求、检验方法、检验规则及标志、包装、运输与贮存等。

本标准由环境保护部科技标准司组织制定。

本标准为首次制订。

本标准主要起草单位：中国环境保护产业协会、天津悦泰石化科技有限公司、深圳润合码实业有限公司。

本标准环境保护部2012年7月31日批准。

本标准自2012年11月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

环境保护产品技术要求 薄层色谱法车用汽油中清净剂快速测定仪

1 适用范围

本标准规定了采用薄层色谱法测定车用汽油、乙醇汽油中清净剂的测定仪的技术要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输与贮存。

本标准适用于检测车用汽油、乙醇汽油及甲醇汽油中是否加入了足量的以聚异丁烯胺和聚醚胺（分子量为 600-1500）为有效清净物质的清净剂的快速测定仪。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB 9969.1 工业产品使用说明书总则

GB/T 13306 标牌

GB/T 13384 机电产品包装通用技术条件

GB 17930 车用汽油

JB/T 9329 仪器仪表运输、运输贮存基本环境条件及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 汽油清净剂中的有效物质 **effective substances in gasoline detergent**

汽油清净剂中起清净作用的物质，主要有聚异丁烯胺和聚醚胺等。

3.2 SPE 固相吸附柱 **solid phase extraction**

用于吸附或净化样品的小吸附柱。

3.3 薄层色谱 **thin layer chromatography**

将固定相均匀地涂在薄层板上，形成一定厚度的薄层并使其具有一定的分离活性，在此薄层上进行色谱分离，称为薄层色谱。

3.4 比移值 **Rf value**

薄层色谱法中，在薄层板上原点到斑点中心的距离与原点到溶剂前沿的距离的比值。

3.5 参比溶液 **reference solution**

采用聚醚胺或聚异丁烯胺配制成与有效清净剂成分相当的已知含量的溶液，用以检测仪器的各项性能及定量的参考标准液。

4 基本要求

4.1 外观

4.1.1 机箱外壳表面及装饰应无裂痕、变形、划痕、污浊、毛刺等现象，表面涂层应均匀，无腐蚀、生锈、脱落及磨损现象。

4.1.2 在正常的运行状态下，可平稳工作，无安全危险。

4.1.3 产品组装应牢固、零部件应紧固无松动，按键、开关门锁等配合适度，控制灵活可靠。

各部分不易产生机械、电路故障，应有静电接地设施。

4.1.4 分离部分的加热结合部分，应不因加热而发生变形及性能改变。

4.1.5 整机应便于维护、检查作业。

4.2 组成

薄层色谱法汽油中清净剂测定仪的构成应包括两部分：前处理部分和分离、检测部分，一般前处理部分由真空泵、旋转蒸发器和 SPE 固相吸附柱构成，用来浓缩、净化样品；分离、检测部分由薄层色谱板、紫外灯构成。

4.2.1 真空泵为真空度达到-0.090MPa~-0.096MPa 的循环水真空泵、无油真空泵等类型。

4.2.2 旋转蒸发器应确保高温下密封系统的耐腐蚀性和寿命要求，并能在高温下保持良好的密封性；玻璃附件应由耐高温、耐腐蚀的硬质玻璃制成；蒸发器的最高浴温应大于 180℃，且在室温至 180℃可调节。

4.2.3 SPE 固相吸附柱：5 毫升医用注射器，内装硅胶（180 μm~250 μm），装填量为 500 mg±20mg。

4.2.4 紫外灯：短波紫外波长应为 254nm，长波紫外波长为 365nm。

4.2.5 薄层色谱板：高度应不小于 20cm，宽度应不小于 10cm，涂布厚度为 0.2 mm~0.3mm，粒径为 10 μm~40 μm 的 HF254 硅胶，表面应均匀无气泡。

4.3 环境条件

薄层色谱法汽油清净剂测定仪的工作环境温度为-5℃~45℃，相对湿度小于 85%，适用于清净剂有效含量范围为 50mg/L~800mg/L。

5 性能要求

薄层色谱法车用汽油中清净剂快速测定仪性能应能满足表 1 的技术要求。

表 1 薄层色谱法车用汽油中清净剂快速测定仪的性能指标

| 序号 | 项目名称 | 性能要求 |
|----|-----------|---------------------|
| 1 | 准确性实验 | ±15% |
| 2 | 重复性 | ±15% |
| 3 | 分离部分真空度 | -0.090MPa~-0.096MPa |
| 4 | 旋转蒸发器最高浴温 | ≥180℃ |
| 5 | 旋转蒸发器蒸发速度 | ≥1000mL/h |
| 6 | 绝缘电阻 | 20MΩ 以上 |

| | | |
|---|-----|---|
| 7 | 薄层板 | 均匀无气泡 |
| 8 | 耐电压 | 电源相与机壳之间, 施加 50Hz, 1500V 的交流电压, 应无飞弧和击穿现象 |

6 试验方法

6.1 试验条件

6.1.1 环境温度应为 0℃~40℃之间。

6.1.2 相对湿度在 85%以下。

6.1.3 电压为 220V±20V。

6.1.4 电源频率为 50Hz±0.5Hz。

6.2 试验材料

6.2.1 5mL 医用注射器

6.2.2 薄层色谱板: 硅胶的涂泽应均匀无气泡, 并在 110℃的烘箱中干燥 2 小时。

6.2.3 参比溶液: 准确称取 1.000g (精确到 0.001g) 纯聚醚胺或聚异丁烯胺, 加入到 1.0L 汽油 (符合 GB 17930, 无添加清净剂) 中, 配制成 1000mg/L 的溶液, 密封保存在 0℃~5℃ 的冰箱中, 有效期为 7 天。使用前稀释 10 倍, 成为 100mg/L 的参考比溶液。

6.3 外观及组成的检查

采用目测或者查看设计文件的方式检查。

6.4 准确性实验

在 6.1 的实验条件下, 按照附录 A 中的方法, 测试用聚醚胺或聚异丁烯胺与汽油配制而成的聚醚胺或聚异丁烯胺含量为 100mg/L、700mg/L 的参考溶液各 3 次。计算平均值的偏差, 应小于±15%。

6.5 重复性试验

在 6.1 的实验条件下, 按照附录 A 中的方法, 测试用聚醚胺或聚异丁烯胺与汽油配制而成的聚醚胺或聚异丁烯胺含量为 100mg/L 的参考溶液 6 次。计算相对标准偏差, 应小于±15%。

6.6 真空度试验

用校验过的压力表检测真空泵的工作真空度, 把真空泵的抽嘴接上带三通的真空皮管, 三通的一边连接被抽容器, 另一端连接校验过的真空表, 观察真空表和泵上的真空表读数, 其差不应大于±0.002MPa; 真空泵的工作真空度应在-0.090MPa~-0.096MPa。

6.7 旋转蒸发器浴温

用校验过的水银温度计检测蒸发器浴温, 最高温度应大于等于 180℃。

6.8 蒸发速度

常压下, 在旋转瓶中装入 1000mL 蒸馏水, 调节浴温到 150℃, 把旋转瓶中的水蒸干所用时间应小于 1h。

6.9 绝缘电阻

在正常环境下, 关闭测定仪, 采用国家规定的阻抗计测量 (直流 500V 绝缘阻抗计) 电源相与机壳 (接地端) 之间的绝缘阻抗。

6.10 耐电压性

在正常环境条件和关闭测定仪的情况下，电源相与机壳（接地端）之间，施加 50Hz，1500V 的交流电压历时 1 分钟，应无飞弧和击穿现象。

7 检验规则

7.1 检验分类

本产品的检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 出厂检验

7.2.1 设备在出厂前应按规定项目及检测方法逐台检验，检验合格后方可出厂。每套仪器均应附有产品合格证和使用说明书。

7.2.2 出厂检验的项目见表 2 的规定。

7.3 型式检验

7.3.1 当有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品定型鉴定；
- b) 产品结构、工艺、材料变更，可能影响产品主要性能时；
- c) 正常生产，每三年一次；
- d) 产品停产一年以上，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验差异较大时。

7.3.2 型式检验应从出厂检验合格的产品中抽取一台，抽样基数不少于 5 台，检验项目见表 2。

7.4 判定规则

7.4.1 产品经检验项目符合本标准的要求，则判定该批产品为合格。

7.4.2 出厂检验若有一项不合格则不能出厂。

7.4.3 型式检验若有一项不合格，应加倍抽样，并对不合格项进行试验；若仍不合格，则判定该批产品不合格。

表 2 测定仪检测项目及检验方法

| 序号 | 项目名称 | 出厂检验 | 型式检验 | 检验方法 |
|----|---------|------|------|------|
| 1 | 外观、组成 | √ | √ | 6.3 |
| 2 | 准确性 | -- | √ | 6.4 |
| 3 | 重复性 | -- | √ | 6.5 |
| 4 | 真空度 | √ | √ | 6.6 |
| 5 | 蒸发器最高浴温 | √ | √ | 6.7 |
| 6 | 蒸发器蒸发速度 | √ | √ | 6.8 |
| 7 | 薄层板 | √ | √ | 6.3 |
| 8 | 绝缘电阻 | -- | √ | 6.9 |
| 9 | 耐电压 | -- | √ | 6.10 |

8 标志、包装、运输与贮存

8.1 标志

薄层色谱法车用汽油中清净剂快速测定仪在明显部位设置产品标牌，标牌应符合 GB/T 13306 的规定。标牌内容包括：

- a) 制造厂名；
- b) 产品名称；
- c) 商标；
- d) 产品型号或标记；
- e) 制造日期、编号或生产批号；
- f) 产品的主要参数；
- g) 电源要求。

8.2 包装

8.2.1 包装型式应符合 GB/T 13384 的规定。

8.2.2 包装箱外应有收发货标志和储运标志，并应符合 GB/T 191 的规定。

8.2.3 包装中应装入说明书，说明书应符合 GB 9969.1 的规定。

8.3 运输

清净剂快速测定仪的运输应符合 JB/T 9329 的要求。

8.4 贮存

清净剂快速测定仪成品应在干燥通风的室内存放，并避免挤压和碰撞。

附录 A

(资料性附录)

汽油中清净剂快速测定仪使用方法

A.1 范围

本实验方法适合于薄层色谱法检测车用汽油中清净剂的快速测定仪,检测范围为有效清净性物质含量 50mg/L~800mg/L。

A.2 方法介绍

为检测汽油中是否含有清净剂有效物质,量取一定量的待测样品,通过减压蒸馏浓缩至一定量,用固相萃取柱净化样品,在薄层色谱板上点样,并进行分离,最后对比薄层板上是否有斑点及斑点的位置来确定待测样品中清净剂有效物质的含量。

A.3 仪器与试剂

A.3.1 仪器

车用汽油中清净剂的快速测定仪。

A.3.2 试剂与材料

A.3.2.1 甲醇:分析纯

A.3.2.2 乙醚:分析纯

A.3.2.3 二氯甲烷:分析纯

A.3.2.4 薄层色谱板:10cm×20cm,使用前在 110℃的烘箱中干燥 2 小时。

A.3.2.5 SPE 固相吸附柱

A.3.2.6 5mL 医用注射器

A.3.3 试剂配制

A.3.3.1 参比溶液的配制

准确称取 1.000g (精确到 0.001g) 纯聚醚胺或聚异丁烯胺,加入到 1.0L 汽油 (符合 GB 17930, 无添加清净剂) 中,配制成 1000mg/L 的溶液,密封保存在 0℃~5℃的冰箱中,有效期为 7 天。使用前稀释 10 倍,成为 100mg/L 的参考溶液。

A.3.3.2 展开液的配制

将甲醇、乙醚和二氯甲烷以 58:40:2 的比例混合均匀。

A.4 试验步骤

A.4.1 油样浓缩

用量筒量取 100mL 待测汽油,倒入 500mL 的蒸馏烧瓶中,接入旋转蒸发器,开启真空泵 (真空度约-0.090~-0.096MPa),沸腾后加热速度不易过快,蒸馏至近干,停止加热并缓

慢破真空，待烧瓶降温后，一些试样会凝结在烧瓶底部，将凝结的样品倒入 5 mL 具塞刻度试管，体积约 1~1.5mL，取适量二氯甲烷洗涤烧瓶（可在超声波清洗器中进行），洗涤液一起并入试管，使总体积约在 2.5mL。

A. 4. 2 样品净化

将 5mL 医用注射器与 SPE 固相吸附柱相连，将浓缩后的样品倒入注射管，推活塞使样品通过 SPE 固相吸附柱，样品用另一只 5 mL 具塞刻度试管收集。

A. 4. 3 点样

在紫外灯的点样台上打开点样灯，用微量注射器在薄层板上点样，点样中心距薄层板底部约 2cm。每个点点样量为 5 微升（注意，点样时不要伤及薄层板，点样速度不要快，点样斑点以不超过 5mm 为宜），为防止交互影响，样品点间的距离不宜小于 2cm。每个样品在一块薄层板上点三个样品点。

A. 4. 4 展开

将配制好的展开液倒入展开缸，用量根据展开缸大小确定，溶剂深度在 0.5~0.8cm，将薄层板垂直放入展开缸，撕一条滤纸一端插入溶剂液面，另一端压在展开缸盖下。展开缸的前沿高度距板顶部 2cm 左右为宜。

注意：由于溶剂极易挥发，建议检测部分放在通风的环境中。

A. 4. 5 观察

展开完毕后，取出薄层板，晾干。打开紫外灯或用碘蒸法观察是否有清净剂的斑点存在。

A. 4. 6 试验结果的表示和计算

如图 1 所示，测量斑点的展开距离与展开前沿距离，按公式 A1 计算三个样品点的平均比移值，在标准曲线上找出对应的有效清净物质含量。

$$\text{比移值 } R_f = \frac{\text{溶质展开距离}}{\text{展开前沿距离}} \quad \text{A1}$$

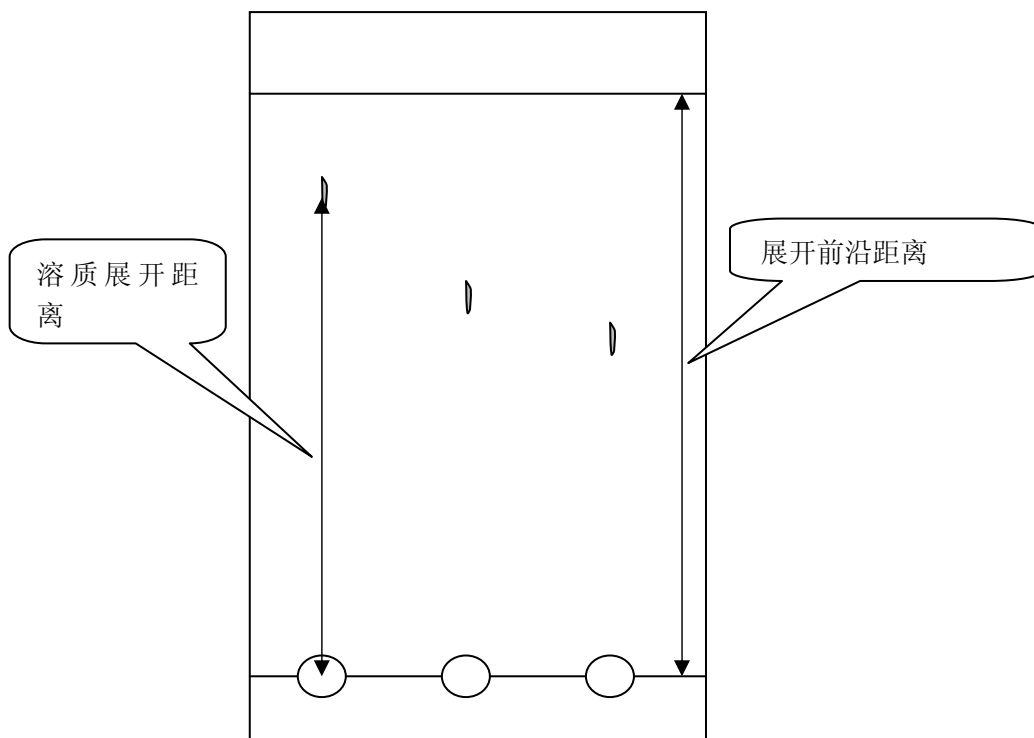


图 1 比移值计算示意图