

质量控制样品在汽油锰含量测定中的应用

李良刚 (中国石油东北销售油品监督检测中心, 黑龙江 哈尔滨 150090)

摘要: 车用汽油标准中规定用 SH/T 0711《汽油中锰含量的测定 原子吸收光谱法》测定汽油中锰含量。该方法于 2019 年 10 月 1 日更新实施, 增加了质量控制样品的要求, 用于验证仪器系统和测试过程。

关键词: 锰含量; 质量控制样品; 质控图

0 前言

目前汽油中锰含量测定方法采用 NB/SH/T 0711-2019《汽油中锰含量的测定 原子吸收光谱法》。此方法为光谱分析方法, 设备操作简单, 检测速度快, 但对质控样品的制备、使用、选择以及质控图的有效应用还存在一定困难, 我们就通过本文的论述来进一步理解质量控制样品以及质量控制图的使用。

1 锰含量测定原理和影响因素

1.1 测定原理

汽油样品用溴溶液或碘-甲苯溶液进行萃取, 以甲基异丁基酮 (MIBK) 或氯化甲基三辛基铵-MIBK 溶液稀释。采用原子吸收光谱仪, 以空气-乙炔焰为介质, 在 279.5 nm 处测定。

1.2 测定结果的影响因素

①样品避光常温保存, 避免样品中见光分解的添加剂组分析出。取样前充分摇匀, 使样品具有代表性;

②称量前检查磺酸锰或氯化锰试剂, 必要时进行质量验证, 避免失效。称量时用镊子或药匙拿取, 减少称量误差;

③使用的容量瓶、移液管或移液枪必须检定合格。溶液避光放置, 配制时间要短, 配制后立即测试, 避免引起浓度变化;

④标准工作曲线必须包含所测样品的浓度, 曲线线性相关系数需大于 0.995, 才能保证样品的准确度;

⑤乙炔钢瓶内气体压力下降到 0.5 MPa 时, 立即更换。空气要连接过滤装置, 避免乙炔-空气焰产生跳火, 影响测定结果。

2 质量控制样品的建立及应用

2.1 质量控制样品制备

依据 NB/SH/T 0843-2010 石化行业分析测试系统的评价统计技术法中 6.1 之规定, 收集了本实验室 2019 年 10 月至 2020 年 7 月的测试样品作为质控品, 在 81 个样品中随机抽取不同牌号的 20 批次汽油样品, 分别量取 50mL 混合。对混合均匀后的样品开展了稳定性试验, 确保满足质控品要求。将确认符合要求的 1000mL 质控品分装到 2 个 500mL 的棕色试剂瓶中, 一瓶作为质控品 A, 一瓶作为备用质控品 B。

2.2 质量控制样品应用

质控品作为廉价、实用的标准样品, 用于过程控制, 可从以下几个方面应用:

①制作质控图, 判断实验室检测过程的有效性;

②排查设备稳定性或异常情况;

③检查新建方法、新设备一致性, 但应注意的是质控品不能用于准确性的检查;

④质控品在不同设备、人员、环境等条件下, 进行长期的测量, 评价实验室测量过程长期的稳定性;

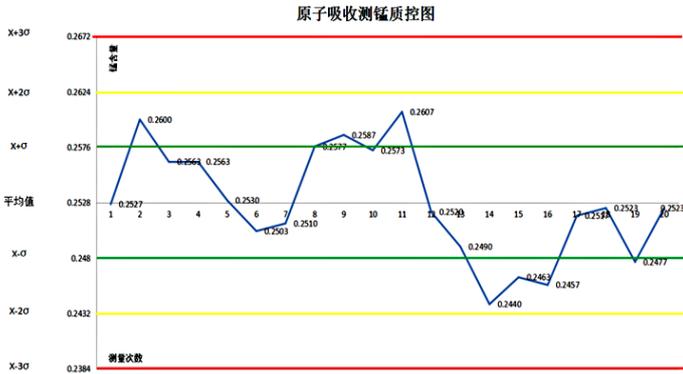
⑤在实验室有新进人员、操作岗位变动时, 用质控品进行监控;

表 1 质量控制样品测量结果统计表

序号	检测结果, mg/L				测量结果, mg/L	平均值	残差	方差	方差和	标准偏差 σ	3σ
	1	2	3	平均值							
1	0.0255	0.0251	0.0252	0.0253	0.2527	0.2528	-0.0001	6.94444E-09	2.31564E-05	0.0048	0.0144
2	0.0261	0.0259	0.0260	0.0260	0.2600		0.0072	5.25625E-05			
3	0.0257	0.0256	0.0256	0.0256	0.2563		0.0036	1.28403E-05			
4	0.0255	0.0256	0.0258	0.0256	0.2563		0.0036	1.28403E-05			
5	0.0254	0.0251	0.0254	0.0253	0.2530		0.0002	6.25E-08			
6	0.0250	0.0250	0.0251	0.0250	0.2503		-0.0024	5.84028E-06			
7	0.0252	0.0251	0.0250	0.0251	0.2510		-0.0018	3.0625E-06			
8	0.0259	0.0258	0.0256	0.0258	0.2577		0.0049	2.41736E-05			
9	0.0256	0.0260	0.0260	0.0259	0.2587		0.0059	3.50069E-05			
10	0.0257	0.0257	0.0258	0.0257	0.2573		0.0046	2.10069E-05			
11	0.0260	0.0261	0.0261	0.0261	0.2607		0.0079	6.26736E-05			
12	0.0253	0.0252	0.0251	0.0252	0.2520		-0.0008	5.625E-07			
13	0.0250	0.0249	0.0248	0.0249	0.2490		-0.0038	1.40625E-05			
14	0.0246	0.0244	0.0242	0.0244	0.2440		-0.0088	7.65625E-05			
15	0.0247	0.0246	0.0246	0.0246	0.2463		-0.0064	4.11736E-05			
16	0.0245	0.0245	0.0247	0.0246	0.2457		-0.0071	5.01736E-05			
17	0.0251	0.0251	0.0253	0.0252	0.2517		-0.0011	1.17361E-06			
18	0.0253	0.0253	0.0251	0.0252	0.2523		-0.0004	1.73611E-07			
19	0.0252	0.0251	0.0240	0.0248	0.2477		-0.0051	2.58403E-05			
20	0.0254	0.0251	0.0252	0.0252	0.2523		-0.0004	1.73611E-07			

⑥当实验室温度、湿度等发生变化,可通过测量质控品进行监控,评价环境变化对测量结果的影响程度。

2.3 质量控制图



质量控制图是对过程质量的测定、记录,检查和评估过程是否处于受控状态。本文采用单值控制图来判断汽油中锰含量分析的有效性。依据 NB/SH/T 0711-2019 测定要求,连续测量质控品 20 次,计算出平均值,统计出标准偏差 σ 及 3 倍标准偏差 3σ , 测量结果见表 1。由于数据较多,计算比较繁琐,统计工作量比较大,建议用 Excel 软件计算并绘制控制图。

2.4 质控图应用说明

在应用过程中,根据检测量和操作人员水平,确定质控频次。检测结果在上、下警告限之间,表明测定过程处于控制状态,结果有效;检测结果超出上、下警告限,但

(上接第 130 页)一次风和二次风两种不同的类型,其中一次风在空气预热器中进行充分的预热处理后进一步流入到锅炉底部位置处的风室内,而一部分的二次风同样经过空气预热器进行预热处理后进入到综合混燃炉的二次布风装置进行处理,另一部分的二次风则会与弛放气和 MTG 弛放气配合后进行充分的燃烧。

2.5 汽水系统

锅炉给水在除氧器进行充分除氧后,将其中的氧含量降低到国家标准规范要求的范围内,进而避免对锅炉管道造成腐蚀,确保锅炉的正常运行。除氧后的给水依次通过省煤器、汽包、水冷壁以及过热器等进行换热,最终转变成过热蒸汽。过热蒸汽经由蒸汽管网输送至用户处,进而为企业带来良好的经济效益。

3 综合混燃锅炉的技术性能

本文中的综合混燃锅炉可带基本负荷,能够满足不同工况下的生产需求,同时还可以将其用于可变负荷的调峰工作,其能够进行调节的范围相对较大,既 55%~110%。综合混燃锅炉由点火启动到最终满负荷的工作状态,在进行正常开启的情况下需要满足一下条件:

当停炉超过 72h 后,需要进行 6h 的冷态启动;当停炉时间介于 10h~72h 的范围内,只需要进行 3h 的温态启动;停炉时间不超过 10h,进行 1h 的热态启动即可。在实际的操作过程中,要严格按照锅炉的停炉时间,选择相适应的启动方式,进而能够避免对锅炉造成损伤,为其正常运行提供可靠保障。相较于传统的循环流化床锅炉而言,通过采用综合混燃锅炉,吨蒸汽的生产成本得到了一定的降

仍处于上、下控制限之间的,表明结果有偏差,存在“失控”的可能性;检测结果落在上、下控制限之外,表明结果无效,应立即停止试验,查找原因,制定措施并立即予以纠正。同时还应注意常规控制图异常判定的 8 个原则:

- ①一点落在控制限外;
- ②连续七点落在中心线同一侧;
- ③连续六点递增或递减;
- ④连续十四点中相邻两点交替上下;
- ⑤连续三点中有两点落在中心线同一侧的 $\pm 2\sigma$ 以外;
- ⑥连续五点有四点落在中心线同一侧 $\pm \sigma$ 以外;
- ⑦连续十五点落在中心线两侧的 $\pm \sigma$;
- ⑧连续八点落在中心线两侧,且无一在 $\pm \sigma$ 内。

3 结论

本文详细阐述和介绍了质量控制样品制备、质量控制图绘制以及使用,有助于实验室内过程控制、稳定性检查的开展,对锰含量测定中质量控制正确的理解和评价具有重要意义。

参考文献:

- [1] NB/SH/T0843-2010.石化行业分析测试系统的评价统计技术法[S].北京:国家能源局,2011(05)01.
- [2] NB/SH/T0711-2019.汽油中锰含量的测定[S].北京:原子吸收光谱法,国家能源局,2019(10)01.
- [3] GB/T4091-2001.常规控制图[S].北京:国家质量技术监督局,2001(09)01.

低,据不完全计算能够降低 23 元左右,进而能够为煤化工企业带来良好的经济效益,推动企业的长远发展。

4 结语

总而言之,在煤化工企业的生产过程中,会产生大量的废物,如果处理不到位,不仅会造成资源的浪费,而且还会对周围环境造成严重的污染,不利于煤化工企业的可持续发展。因此,为了进一步提高煤化工企业的生产水平,就要对其生产过程中所形成的可燃废物进行系统全面的有效处理,避免其对周围环境造成污染,并且还能为企业生产运行提供大量的能源,进而为企业带来良好的经济效益,从而为煤化工企业的长远发展提供了可靠保障。

参考文献:

- [1] 赵瀚恩.可燃固体废物的焚烧处理技术研究[J].科技创新,2020(02):91-92.
- [2] 李延吉,于梦竹,李润东,等.源头提质的可燃固体废物流化床气化实验[J].中南大学学报(自然科学版),2018(02):115-121.
- [3] 姜璐.基于源头提质的可燃固体废物流化床燃烧利用研究[D].沈阳:沈阳航空航天大学,2012.
- [4] 黄牛.可燃放射性废物焚烧系统的设计[D].成都:四川大学,2005.
- [5] 张江,刘海霞.焚烧可燃固废物的 HOTDISC 燃烧设备[J].水泥,2005(07):34-35.
- [6] 杨丽莉,王培义,郑博文,等.紧凑式低放可燃固体废物焚烧装置设计、建造与工程验证[J].辐射防护,2016(05):67-68.