

T/CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

车用柴油快速筛查方法 近红外光谱法

Rapid Detection Method of automobile diesel fuels-Near infrared spectrometry

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：山东省产品质量检验研究院、山东天弘化学有限公司、东营联合石化有限责任公司、山东柏森化工技术检测有限责任公司、东营市海科瑞林化工有限公司、东营华联石油化工有限公司、济南弗莱德科技有限公司。

本文件主要起草人：xxx。

车用柴油快速筛查方法 近红外光谱法

1 范围

本文件规定了采用近红外光谱法测定车用柴油多环芳烃含量、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数的方法。

本文件适用于车用柴油质量指标的快速筛查。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 386 柴油十六烷值测定法
- GB/T 510 石油产品凝点测定法
- GB/T 4756 石油液体手工取样法
- GB 19147 车用柴油
- GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则
- NB/SH/T 0248 柴油和民用取暖油冷滤点测定法
- NB/SH/T 0606 中间馏分烃类组成的测定 质谱法
- SH/T 0694 中间馏份燃料十六烷指数计算法(四变量公式法)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

样品集 sample set
具有代表性的、能够覆盖质量指标范围的样品集合。

3.2

标准方法 standard method
用来测定样品质量指标的国家标准或行业标准试验方法，其测定结果参与校正模型建立和验证。

3.3

定标模型 calibration model
利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应质量指标之间关系的数学模型。

3.4

定标模型验证 calibration model validation
使用验证样品验证定标模型预测值与参考值之间一致性的过程。

3.5

多元校正 multivariate calibration
用一个以上波长或频率，建立一组样品的质量指标与吸收光谱之间的关系（定标模型）的过程。在本标准中，多元校正是通过化学计量学软件来实现。

3.6

置信度 confidence value

表征被测样品近红外光谱与定标模型差异的量化指标。

4 原理

近红外光谱法是利用含有氢基团（X—H，X 为：C、O、N 等）化学键的伸缩振动的倍频或合频，以透射或反射方式获取在近红外区的吸收光谱，通过偏最小二乘法等现代化学计量学方法，建立车用柴油产品的近红外光谱与其质量指标之间的线性或非线性关系（定标模型），从而实现利用光谱信息对待测样品多环芳烃含量、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数的快速测定。

5 仪器与设备

5.1 近红外光谱仪：采用傅立叶变换近红外光谱仪，配备具有平面镜电磁驱动干涉功能的动态准直干涉仪。近红外光谱的有效波数区间应包括 $12500\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ ，光谱分辨率优于 2 cm^{-1} ，波数准确度优于 $\pm 0.03\text{ cm}^{-1}$ ，波数重复性优于 0.05 cm^{-1} ，扫描速度优于 5 次/秒。

5.2 化学计量学软件：使用近红外光谱仪配置的化学计量学软件。至少含 PLS（偏最小二乘法）多元校正算法，具有近红外光谱数据的收集、存储分析和计算功能，具备识别样品与定标模型的匹配性和特异性的功能。

5.3 具有分析车用柴油的可靠定标模型，且配置满足分析需求的其他近红外光谱仪均可使用。

6 试剂

样品池冲洗溶剂：石油醚（ $60^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ ），分析纯。

7 定标模型

7.1 仪器准备

按照仪器操作手册设定仪器参数。

扫描波长范围： $12500\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ ，按选择的波长范围进行设定。

扫描平均次数：32次。

测定定标样品集、验证样品集和待测试样的光谱时，仪器参数应一致。

7.2 定标集样品选择

定标模型的样品应具有代表性，应覆盖不同牌号、不同生产企业具有代表性的车用柴油，能够覆盖使用该模型预测样品中遇到的样品特性，总体定标样品集样品数不少于500个。

7.3 定标样品标准测定值

按照表1规定的标准方法，测定定标样品集的各项质量指标。

表 1 标准试验方法

项 目	标准方法
多环芳烃含量	NB/SH/T 0606
凝点	GB/T 510
冷滤点	NB/SH/T 0248
十六烷值	GB/T 386
十六烷指数	SH/T 0694

7.4 光谱采集

以空气为参比，采集背景光谱。样品摇匀后，移取样品置入样品池中，样品注入量满足样品池要求，并确保光度有效通过样品池且无气泡存在，测量样品光谱。

7.5 定标模型建立

利用化学计量学软件，以偏最小二乘法（PLS）建立各项质量指标与光谱数据关系的定标模型，应符合GB/T 29858要求。用定标集的统计偏差（SEC）评价定标模型的准确性，以SEC是否满足基准标准的再现性进行评价，计算公式见式（1）。

$$SEC = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_{i,c})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

y_i —定标样品集第*i*个样品标准方法测定值；

$\hat{y}_{i,c}$ —定标样品集第*i*个样品的指标预测值；

n—定标样品数目。

在定标模型建立过程中需要检测并删除界外点（异常值）。根据F/T 分布，计算检验值，进行异常样本的识别与筛除，异常值不得超过定标样品集的10%。

7.6 定标模型验证

定标模型的验证样品应为定标样品集外的样品，验证样品量应不少于 100 个且来源不少于 10 家生产企业，并覆盖各个项目的质量指标范围，应用 7.5 建立的定标模型进行检测，得到各检测项目的测定结果和置信度。

7.6.1 定标模型的适用性验证

若90%以上验证样品的置信度不小于80%，则认为定标模型的适用性合格。

7.6.2 定标模型的置信度和准确性验证

测定结果与7.3规定标准方法的测定结果之差应满足表3的准确性要求，若95%以上的样品量满足准确性要求，则认为定标模型的置信度和准确性合格。

7.6.3 异常样品判断的准确性

以不同的掺配方式获取不少于 10 个异常样品，应用 7.5 建立的定标模型进行检测，得到各检测项目的测定结果和置信度。

若置信度小于 80%，则认为该项目为异常样品，并报出异常项目；

若置信度不小于80%，则测定结果必须与7.3规定标准方法的测定结果比对，应满足表3的准确性要求。

7.7 定标模型维护

定标模型应进行定期升级维护，根据待分析样品变化情况及时更新定标模型样品集，可将原来定标模型的验证光谱用于更新定标模型验证，建议每半年一次。

8 样品测定

8.1 样品分析前应在室温 23 ℃±5℃下恒定。

8.2 按照 7.4 测量待测样品的近红外光谱，即可得出各质量指标的分析数据和置信度值。

8.3 每个样品平行测定两次，并计算平均值。

9 结果报告

9.1 样品检测结果置信度值不小于 80%，则认为正常，报告测定结果。

9.2 样品检测结果置信度值小于 80%，则认为可疑，必须按照表 1 规定的标准试验方法进行测定。

9.3 检测结果的报出值与其标准试验方法一致。

10 重复性

由同一操作者, 在同一实验室, 使用同一台仪器, 对同一样品连续测定的两个试验结果之差不应超过表2所列数值。

11 准确性

近红外光谱法的测定结果, 与按照表1所列的标准方法的测定结果之差不应超过表2所列数值。

表 2 再现性和准确性

项 目	重复性	准确性
多环芳烃含量（质量分数）/%	1.0	同 NB/SH/T 0606 再现性
凝点/℃	2.0	4.0
冷滤点/℃	2.0	同 NB/SH/T 0248 再现性
十六烷值	1.0	4.8
十六烷指数	1.0	2.0

《车用柴油快速筛查方法 近红外光谱法》

编制说明

（征求意见稿）

山东省产品质量检验研究院

2021.8

一、工作简况

1. 任务来源

根据中石化联质发（2021）27 号文件《关于印发 2020 年第三批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》的要求，《车用柴油快速筛查方法 近红外光谱法》标准制订项目列入 2020 年第三批团体标准制定计划。本文件是由中国石油和化学工业联合会提出，中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。标准由山东省产品质量检验研究院为牵头单位，同时参与了本标准的起草并承担了主要的检验工作。

2. 目的、意义

党的十八大以来，在习近平总书记的亲自倡议和推动下，我国实施了一系列的保护生态文明的重大改革措施。《中共中央 国务院关于全面加强生态环境保护坚决打好污染防治攻坚战的意见》《国务院关于印发打赢蓝天保卫战三年行动计划的通知》明确要求“推进成品油质量升级，改善空气质量；加强有效监管，国家和地方有关职能部门加强成品油质量监督管理”；中央环保督察组更是将成品油作为重点督查对象，尤其是加油站销售的成品油质量。生态环境保护、安全生产和产品质量监管等工作要求的日益趋严，常规的监督抽查方式逐渐不再适应新形势下的监管要求。常规的成品油监管周期远远长于成品油销售周期，经常会造成“检验结果出来后，所抽查成品油已销售完”的局面。因此，急需建立一种全新的成品油质量快速筛查方法，既能保障成品油的监管效力，又能避免不合格成品油流向市场。

山东省产品质量检验研究院开发了近红外光谱法快速检测车用柴油的检测方法，该方法具有很好的准确性和重复性，能够快速判定车用柴油产品质量的合格性，可节约抽检费用，有更多的财力支持车

用柴油监督管理的有效、全面开展；为国家和地方有关职能部门加强成品油质量监督管理提供了技术保障；能够维护车用柴油销售者、消费者的权益，有效制止不法分子从中获取暴利，有效避免不合格车用柴油产品流入消费市场，能够强有力地推进成品油质量升级。

近红外光谱法作为车用柴油的快速筛查方法，为国内首创，受到行业内一致认可，在成品油市场系统内迅速推广应用，并被国家市场监督管理总局作为“基层经验”供全国市场监管系统学习。通过制定相应的车用柴油快速筛查方法团体标准，能够减少各省（市）重复性验证工作，规范快速筛查方法，推广成品油快速筛查监管新模式，保障车用柴油产品质量稳步提升，进一步巩固打赢蓝天保卫战的成果。

3. 标准主要起草单位、协作单位、主要起草人

本标准由山东省产品质量检验研究院起草，山东天弘化学有限公司、东营联合石化有限责任公司、山东柏森化工技术检测有限责任公司、东营市海科瑞林化工有限公司、东营华联石油化工有限公司、济南弗莱德科技有限公司等单位参与完成。

本标准主要起草人：×××、×××、×××。

4. 标准制定工作简介

2021年2月，收到中石化联质标(2021)27号文件《关于印发 2020年第三批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》立项通知后，成立标准编制工作组，编制工作组查询相关文献、资料和调研，编写工作方案。

2021年3月，召开《车用柴油快速筛查方法 近红外光谱法》团体标准编制工作会，初步确定了在山东省地方标准《车用柴油快速检测方法 近红外光谱法》的基础上形成团体标准，确定了该方法的检

验指标以及相关参数，并向相关单位发函，征询对《车用柴油快速筛查方法 近红外光谱法》团体标准的建议。

2021 年 3 月～7 月，在全国范围内收集不同生产工艺和企业的样品 300 余份，补充完善近红外光谱数据库，完善定标模型；完成各项试验工作，开展了精密度和准确性试验；并开展加油站等现场快速筛查验证运行。

2021 年 8 月，编写征求意见稿与编制说明。

二、标准编制原则

1.标准编制原则及依据

标准编制遵循“先进性，实用性，统一性，规范性”的原则，按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》进行编制。

（1）本标准尽量采用国内或国外普遍采用的试验方法，有选择性参考科技文献中的试验方法。

（2）标准要具有科学性、先进性和可操作性；科学性是指新标准涉及检测方法必须符合科学合理的要求；先进性是指新标准要与国内外现有的同类标准相比，其内容应该更加全面与严格；可操作性是指新标准不能脱离我国国情。

（3）本标准与相关标准法规应协调一致。

（4）本标准应该有利于车用柴油快速筛查方法的推广应用。

2.相关参考标准

GB/T 386 柴油十六烷值测定法

GB/T 510 石油产品凝点测定法

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB 19147 车用柴油

GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则

NB/SH/T 0248 柴油和民用取暖冷滤点测定法

NB/SH/T 0606 中间馏分烃类组成测定法（质谱法）

SH/T 0694 中间馏份燃料十六烷指数算法(四变量公式法)

三、标准制定的主要内容

1.标准制定过程

标准编制小组在充分收集、认真研究相关标准及资料的基础上，结合实验室的条件和实验方法的技术特点，对车用柴油的近红外光谱测定法进行探索。

近红外光谱法是通过偏最小二乘法等现代化学计量学方法，建立光谱与质量指标之间的线性或非线性关系（定标模型），从而实现利用光谱信息对待测样品的多种质量指标的快速测定。因此，近红外分析方法的核心是建立定标模型，定标模型需要的样品数目要足够多，能统计确定光谱变量与待校正组分浓度或性质之间的关系，定标集样品数目至少 500 个，通常不少于 $6k$ （ k 为 PLS 的主因子数）。

标准制定组 2018 年 7 月以来，开始近红外数据库车用柴油的定标模型的建立与验证工作，收集了全国各大炼油企业、社会加油站及中石油中石化加油站，采集样品量上万批次，基本覆盖了全国车用柴油的牌号及加工工艺。采集样品的质量指标能够覆盖 GB 19147《车用柴油》中要求的质量指标，具有极高的数据代表性。

在考察了方法的相关系数、精密度、准确性及应用范围的前提下，通过反复研究和分析，建立了准确度高、稳定性好的车用柴油快速检测数据库，并通过实验验证，选择了多环芳烃、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数等指标含量作为快速检测项目。

完成数据库建设后，编制小组在查阅有关文献、资料和调研的基础上，收集样品 1000 余份，分别在山东、辽宁、河南、山西、广东等地区进行加油站现场样品检测验证，于 2021 年 7 月形成了《车用柴油快速检测方法 近红外光谱法》标准送审稿。

2.标准范围的确定

本文件规定了近红外光谱法测定车用柴油多环芳烃、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数的方法。本文件适用于车用柴油的近红外快速筛查。

3.术语和定义

为了便于理解，对样品集、标准方法、定标模型、定标模型验证、多元校正进行了定义。

样品集：具有代表性的、能够覆盖质量指标范围的样品集合。

标准方法：用来测定样品质量指标的国家标准或行业标准试验方法，其测定结果参与校正模型建立和验证。

定标模型：利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应质量指标之间关系的数学模型。

定标模型验证：使用验证样品验证定标模型预测值与参考值之间一致性的过程。

多元校正：用一个以上波长或频率，建立一组样品的质量指标与吸收光谱之间的关系（定标模型）的过程。在本标准中，多元校正就是通过化学计量学软件来实现。

置信度：表征被测样品近红外光谱与定标模型差异的量化指标。

4.标准方法的确定

4.1 试验仪器条件的确定

采用的傅立叶变换近红外光谱仪应符合GB/T 29858要求，光谱系统配备具有平面镜电磁驱动干涉功能的动态准直干涉仪，近红外光谱的有效波数区间应包括 $12500\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ ，光谱分辨率优于 2 cm^{-1} ，波数准确度优于 $\pm 0.03\text{ cm}^{-1}$ ，波数重复性优于 0.05 cm^{-1} ，扫描速度优于5次/秒。化学计量学软件至少含 PLS（偏最小二乘法）多元校正算法，具有近红外光谱数据的收集、存储分析和计算功能，具备识别样品与定标模型的匹配性和特异性的功能。

按照仪器操作手册设定仪器参数，扫描波长范围： $12500\text{ cm}^{-1}\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ ；扫描平均次数：32次。测定定标样品集、验证样品集和待测试样的光谱时，仪器参数应一致。

为获得良好的信噪比和平稳的光谱基线，样品池不应产生干涉条纹，用石油醚（ $60^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ ）冲洗样品池，样品注入量满足样品池要求，并确保光度有效通过样品池且无气泡存在。

4.2 光谱采集

以空气为参比，采集背景光谱。样品摇匀后，移取样品置入样品池中，样品注入量满足样品池要求，并确保光度有效通过样品池且无气泡存在，测量样品光谱。为保证样品测定光谱的平行性和重复性，本标准规定：每次测定取3次扫描光谱，每个样品平行测定两次。

4.3 定标模型的样品标准测定值

为保证采集光谱信息与理化分析测定的同源性，确保建立定标模型的真实性和准确性，本标准规定按照GB19147《车用柴油》中规定的检测方法标准测定值为定标模型样品的标准测定值（见表1）。

表1车用柴油各项质量指标的检测方法

项目	标准
多环芳烃含量/%	NB/SH/T 0606
凝点/ $^{\circ}\text{C}$	GB/T 510
冷滤点/ $^{\circ}\text{C}$	NB/SH/T 0248
十六烷值	GB/T 386

4.4 定标模型建立

近红外光谱法是利用含有氢基团（X—H，X 为：C、O、N 等）化学键的伸缩振动的倍频和合频，以透射或反射方式获取在近红外区的吸收光谱。根据此原理，选取多环芳烃、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数等项目作为车用柴油的快速检测项目。

定标模型的样品应具有代表性，应覆盖不同牌号、不同生产企业具有代表性的车用柴油，能够覆盖使用该模型预测样品中遇到的样品特性，总体定标样品集样品数不少于500个。标准制定组以收集到的车用柴油样品组成定标样品集，利用化学计量学软件，建立各项质量指标与光谱数据关系的定标模型。

4.5 定标模型验证

为确认所建立的模型能否对实际样品进行准确地预测分析，需要对所建立的模型进行验证。定标模型应至少半年一次进行定期验证，分别对定标模型的适用性、准确性以及异常样品判断的准确性进行验证。定标模型的验证样品应为定标样品集外的样品，验证样品量应不少于 100 个且来源不少于 10 家生产企业，并覆盖各个项目的质量指标范围，应用建立的定标模型进行检测，得到各检测项目的测定结果和置信度。

定标模型的适用性验证：若 90%以上验证样品的置信度不小于 80%，则认为定标模型的适用性合格；

定标模型的置信度和准确性验证：测定结果与规定标准方法的测定结果之差应满足准确性要求，若 95%以上的样品量满足准确性要求，则认为定标模型的置信度和准确性合格；

异常样品判断的准确性：以不同的掺配方式获取不少于 10 个异

常样品，应用建立的定标模型进行检测，得到各检测项目的测定结果和置信度。

若置信度小于 80%，则认为该项目为异常样品，并报出异常项目；

若置信度不小于80%，则测定结果必须与规定标准方法的测定结果比对，应满足准确性要求。

本项目采用山东、辽宁、河南、山西、广东等具有代表性的车用柴油样品作为验证样品集，对建立的定标模型进行验证。将验证集样品的测量值与标准方法测定值进行比较，以验证校正模型的标准测定值与测量值的一致程度，是否符合标准的准确性指标（实验结果见实验报告）。

5 样品测量和结果

5.1 样品测量

样品分析前应在室温 $23^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下恒定。

以空气为参比，采集背景光谱。样品摇匀后，移取样品置入样品池中，样品注入量满足样品池要求，并确保光度有效通过样品池且无气泡存在，测量待测样品的近红外光谱，利用相应的定标模型分析待测样品的近红外光谱，即可得出各质量指标的分析数据和置信度值。

5.2 测量结果

测量结果根据标准 GB/T 29858-2013《分子光谱多元校正定量分析通则》中关于测量值精密度的要求，提出本标准中测量结果为“每个样品平行测定两次，两次测量结果绝对差值不得大于规定的重复性要求，计算平均值作为最终测量结果。测量结果有效数字与相应的检测方法标准保持一致。

同时考虑检测结果的异常性，若样品检测结果置信度值不小于 80%，则认为正常，报告测定结果；若样品检测结果置信度值小于 80%，则认为可疑，必须按照 GB19147《车用柴油》中规定的标准试

验方法进行测定。

6. 方法精密度和准确性

本标准的精密度指标是通过统计不同牌号的车用柴油，按照建立的定标模型，通过对车用柴油多环芳烃、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数的计算，确定本标准的精密度（集体实验数据见附录）。

本标准以 GB19147《车用柴油》（表 1）中规定的检测方法的再现性作为本标准中各质量指标的准确性，并以验证试验和实验室间比对试验验证了可行性。

四、标准属性

根据我国对标准属性的划分原则，本文件为推荐性团体标准。

五、标准水平分析

本标准采用傅立叶变换近红外光谱仪进行车用柴油的快速检测方法进行实验验证工作，包括快速项目的选择和定标模型的建立等内容；对建立的定标模型进行了实验验证，考察了方法的准确性；进行了方法的精密度试验研究，并进行了 4 个实验室之间的比对试验。

综合分析，近红外方法可操作性强，结果可靠。本文件在各项指标项目设置方面适应了目前企业的使用要求，保证了产品的分析方法准确、适用。

目前车用柴油快速筛查方法尚无相关 ISO 标准和国内外标准。该标准是由山东省地方标准转化，为国内外首创，与现有标准、制定中的标准是相互协调的。

六、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准符合相关现行法律、法规和强制性国家标准的要求。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

标准修订过程中尚未出现重大意见分歧。

八、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性团体标准。

九、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准作为推荐性团体标准颁布，供相关组织参考采用。

十、其他应予说明的事项

无

《车用柴油快速筛查方法 近红外光谱法》团体标准

实 验 报 告

1. 定标模型建立

以收集的样品为定标样品集，利用化学计量学软件，建立各项质量指标与光谱数据关系的定标模型，定标模型的相关系数(R^2)和统计偏差（SEC）误差见表 1。从表 1 中可以看到多环芳烃、总污染物含量、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数等指标的统计偏差较小，表明定标模型的数据大多集中在它的实际值附近；相应的相关系数均大于 0.85，表明建立的定标模型线性相关系较好。由此可见，建立的定标模型具有很好的准确性可用于车用柴油质量的快速检测。

表 1 车用柴油定标模型的相关系数和统计偏差

参数指标	质量指标范围	(R^2)	统计偏差
多环芳烃/%	0.4~10.6	0.8880	0.4635
凝点/℃	-30.0~-7.0	0.9078	1.3247
冷滤点/℃	-22~4.0	0.8945	1.6697
十六烷值	41.0~54.7	0.9132	0.4794
十六烷指数	41.0~61.8	0.9711	0.4056

2. 定标模型验证

近红外定量模型的适用范围和可靠性完全依赖于校正集样品的代表性和化学数据的准确性。为了确认所建立的模型能否对实际样品进行准确地预测分析，需要对所建立的模型进行验证。采用山东、辽宁、河南、山西、广东等具有代表性的车用柴油样品作为验证样品集，对建立的定标模型进行验证。表 4~表 8 列出了部分车用柴油的近红外光谱测定值、标准测定值及其偏差。标准测定值是按照车用柴油产品标准中规定的方法测定得出。近红外光谱测定值与标准测定值的偏差满足方法标准中的再现性，即认为定标模型测定准确性符合要求。

表 2 为 GB 19147《车用柴油》中规定的各方法标准的重复性和再现性。从表 2～表 6 数据可以看出：多环芳烃、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数等各项质量指标的偏差范围均能满足表 7 中的再现性要求，可见所建立的快速检测定标模型准确性符合 GB 19147《车用柴油》国标要求。

表 2 山东省车用柴油定标模型验证结果

编号	十六烷值			十六烷指数			多环芳烃			凝点			冷滤点		
	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差
1	52.3	51.5	0.8	50.7	49.9	0.8	3.1	3.3	-0.2	-7.1	-9.0	1.9	-7.2	-5.0	-2.2
2	53.2	53.6	-0.4	49.1	48.8	0.3	3.2	3.5	-0.3	-7.1	-10.0	2.9	-3.2	-5.0	1.8
3	53.0	52.2	0.8	51.2	50.4	0.8	2.6	2.6	0.0	-12.9	-11.0	-1.9	-6.2	-5.0	-1.2
4	52.4	52.1	0.3	48.6	49.1	-0.5	2.8	3.2	-0.4	-10.4	-11.0	0.6	-1.7	-4.0	2.3
5	52.5	53.4	-0.9	50.3	50.7	-0.4	3.2	2.8	0.4	-8.3	-5.0	-3.3	-3.8	-3.0	-0.8
6	52.0	51.9	0.1	48.5	48.3	0.2	2.3	2.9	-0.6	-6.8	-7.0	0.2	-5.8	-3.0	-2.8
7	52.9	53.7	-0.8	49.9	49.8	0.1	2.6	2.2	0.4	-9.7	-11.0	1.3	-4.6	-5.0	0.4
8	53.0	53.1	-0.1	49.8	49.3	0.5	3.0	2.7	0.3	-10.4	-8.0	-2.4	-0.5	-3.0	2.5
9	52.3	53.2	-0.9	49.1	48.3	0.8	2.8	2.5	0.3	-13.9	-12.0	-1.9	-3.1	-4.0	0.9
10	52.7	53.1	-0.4	49.3	48.5	0.8	2.7	2.8	-0.1	-13.7	-11.0	-2.7	-2.0	-3.0	1.0
11	51.4	50.9	0.5	49.7	49.9	-0.2	2.7	2.1	0.6	-10.7	-12.0	1.3	-7.2	-4.0	-3.2
12	53.1	53.3	-0.2	49.9	50.6	-0.7	3.0	3.9	-0.9	-8.6	-9.0	0.4	-5.7	-4.0	-1.7
13	53.1	53.6	-0.5	49.1	49.1	0.0	2.6	2.2	0.4	-13.0	-12.0	-1.0	-6.8	-5.0	-1.8
14	52.2	52.3	-0.1	51.1	50.9	0.2	3.0	2.3	0.7	-10.7	-8.0	-2.7	-3.5	-2.0	-1.5
15	51.8	52.2	-0.4	49.6	48.8	0.8	2.3	2.9	-0.6	-12.5	-14.0	1.5	-3.2	-3.0	-0.2
16	53.5	52.6	0.9	49.3	49.5	-0.2	2.3	2.9	-0.6	-5.2	-8.0	2.8	-1.8	-4.0	2.2
17	53.7	53.5	0.2	48.5	47.9	0.6	2.5	2.0	0.5	-11.1	-8.0	-3.1	-0.5	-3.0	2.5
18	53.5	53.7	-0.2	48.7	49.2	-0.5	2.5	3.1	-0.6	-17.9	-15.0	-2.9	-0.5	-3.0	2.5
19	52.0	51.4	0.6	49.7	49.8	-0.1	2.9	2.4	0.5	-7.2	-5.0	-2.2	-2.8	-4.0	1.2
20	52.7	52.1	0.6	49.1	49.8	-0.7	2.9	3.4	-0.5	-12.0	-15.0	3.0	-4.7	-4.0	-0.7
21	52.4	53.2	-0.8	49.5	49.4	0.1	3.2	2.5	0.7	-11.7	-13.0	1.3	-0.1	-2.0	1.9
22	53.5	52.7	0.8	50.1	49.9	0.2	2.9	3.4	-0.5	-8.5	-7.0	-1.5	-2.6	-5.0	2.4
23	53.7	53.2	0.5	50.7	50.9	-0.2	2.4	1.8	0.6	-13.0	-14.0	1.0	-1.9	-4.0	2.1
24	52.9	52.4	0.5	50.1	50.7	-0.6	2.4	2.8	-0.4	-16.4	-16.0	-0.4	-3.1	-2.0	-1.1
25	52.7	53.3	-0.6	49.5	49.6	-0.1	2.8	3.2	-0.4	-4.8	-8.0	3.2	-7.7	-7.0	-0.7
26	53.0	53.1	-0.1	50.0	49.3	0.7	3.0	2.2	0.8	-5.2	-8.0	2.8	-4.8	-6.0	1.2
27	52.7	52.7	0.0	50.9	50.1	0.8	3.1	3.5	-0.4	-8.6	-8.0	-0.6	-7.3	-6.0	-1.3
28	53.5	52.9	0.6	49.0	49.7	-0.7	3.0	2.9	0.1	-9.7	-9.0	-0.7	-6.1	-5.0	-1.1

表 3 河南省车用柴油定标模型验证结果

编号	十六烷值			十六烷指数			多环芳烃			凝点			冷滤点		
	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差
1	52.1	52.5	-0.4	50.4	49.7	0.7	4.9	4.0	0.9	-11.3	-9.0	-2.3	-5.4	-6.0	0.6
2	52.4	52.6	-0.2	50.2	49.6	0.6	4.3	3.7	0.6	-8.6	-11.0	2.4	-7.5	-5.0	-2.5
3	52.4	51.8	0.6	48.5	48.8	-0.3	4.6	4.4	0.2	-8.5	-10.0	1.5	-2.0	-3.0	1.0
4	52.6	52.2	0.4	49.2	48.5	0.7	5.1	5.3	-0.2	-14.3	-14.0	-0.3	-4.1	-5.0	0.9
5	52.9	53.1	-0.2	51.1	51.7	-0.6	4.6	5.3	-0.7	-12.4	-12.0	-0.4	-2.6	-5.0	2.4
6	52.3	53.0	-0.7	51.1	50.5	0.6	4.6	5.1	-0.5	-14.2	-14.0	-0.2	-5.3	-3.0	-2.3
7	51.9	51.6	0.3	48.4	47.8	0.6	5.2	4.8	0.4	-12.1	-11.0	-1.1	-7.2	-5.0	-2.2
8	52.6	52.9	-0.3	50.9	51.4	-0.5	4.3	4.4	-0.1	-9.8	-9.0	-0.8	-0.2	-2.0	1.8
9	52.6	53.3	-0.7	49.3	49.5	-0.2	4.3	5.2	-0.9	-12.8	-10.0	-2.8	-7.9	-5.0	-2.9
10	52.1	52.8	-0.7	49.8	49.8	0.0	5.1	5.1	0.0	-11.2	-12.0	0.8	-6.3	-6.0	-0.3
11	53.0	53.7	-0.7	49.3	49.9	-0.6	4.8	5.5	-0.7	-16.0	-15.0	-1.0	-5.6	-6.0	0.4
12	52.5	53.1	-0.6	49.1	49.2	-0.1	4.5	5.1	-0.6	-8.7	-10.0	1.3	-3.9	-4.0	0.1
13	52.8	51.9	0.9	51.1	51.7	-0.6	5.0	5.0	0.0	-11.2	-12.0	0.8	-1.0	-2.0	1.0
14	52.6	52.1	0.5	48.5	48.3	0.2	4.9	5.3	-0.4	-7.9	-5.0	-2.9	-2.3	-4.0	1.7
15	52.0	51.2	0.8	49.1	49.6	-0.5	5.1	5.6	-0.5	-2.9	-5.0	2.1	-4.3	-3.0	-1.3
16	53.8	53.3	0.5	50.6	51.3	-0.7	4.5	5.0	-0.5	-15.4	-14.0	-1.4	-0.8	-3.0	2.2
17	52.4	52.5	-0.1	48.9	49.5	-0.6	5.1	5.9	-0.8	-15.4	-17.0	1.6	-3.7	-3.0	-0.7
18	48.8	50.4	-1.6	49.7	50.4	-0.7	4.3	4.7	-0.4	-14.2	-16.0	1.8	-11.0	-10.0	-1.0
19	53.4	54.2	-0.8	48.8	48.9	-0.1	4.4	3.6	0.8	-9.7	-9.0	-0.7	-11.3	-10.0	-1.3
20	53.0	53.9	-0.9	50.6	49.9	0.7	4.8	4.6	0.2	-11.6	-15.0	3.4	-3.9	-4.0	0.1
21	52.2	52.4	-0.2	50.4	49.9	0.5	4.4	4.7	-0.3	-13.9	-16.0	2.1	-8.8	-6.0	-2.8
22	53.4	53.0	0.4	50.4	51.2	-0.8	5.2	5.7	-0.5	-7.4	-10.0	2.6	-8.1	-5.0	-3.1
23	52.6	51.8	0.8	48.7	49.1	-0.4	4.7	5.3	-0.6	-12.1	-11.0	-1.1	-4.2	-5.0	0.8
24	52.7	53.2	-0.5	50.8	50.7	0.1	5.0	5.5	-0.5	-13.1	-14.0	0.9	-7.7	-5.0	-2.7
25	53.4	53.0	0.4	50.9	50.3	0.6	4.3	3.4	0.9	-17.3	-14.0	-3.3	-9.7	-10.0	0.3
26	53.3	53.4	-0.1	50.8	50.0	0.8	4.6	5.2	-0.6	-13.1	-16.0	2.9	-1.8	-3.0	1.2
27	52.1	52.4	-0.3	49.5	49.2	0.3	5.0	4.1	0.9	-7.6	-9.0	1.4	-11.4	-9.0	-2.4
28	52.1	52.0	0.1	50.4	51.1	-0.7	4.8	5.3	-0.5	-17.9	-19.0	1.1	-10.9	-9.0	-1.9

表 4 辽宁省车用柴油定标模型验证结果

编号	十六烷值			十六烷指数			多环芳烃			凝点			冷滤点		
	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差
1	54.6	54.9	-0.3	52.1	51.7	0.4	3	2.9	0.1	-14.4	-14.0	-0.4	-8.9	-9.0	0.1
2	54.0	54.2	-0.2	51.8	52.1	-0.3	2.5	2.3	0.2	-11.6	-15.0	3.4	-5.3	-6.0	0.7
3	53.9	53.8	0.1	50.5	50.4	0.1	3.1	3.4	-0.3	-9.3	-10.0	0.7	-5.9	-3.0	-2.9
4	52.9	53.8	-0.9	51.5	51.0	0.5	3.1	3.6	-0.5	-20.2	-19.0	-1.2	-8.5	-9.0	0.5
5	53.1	52.2	0.9	52.0	51.2	0.8	2.8	3.3	-0.5	-8.4	-10.0	1.6	-7.1	-5.0	-2.1
6	53.6	52.7	0.9	51.2	50.7	0.5	3.1	2.7	0.4	-26.8	-24.0	-2.8	-8.3	-8.0	-0.3
7	53.7	53.0	0.7	50.5	50.7	-0.2	2.8	3	-0.2	-19.0	-21.0	2.0	-4.6	-6.0	1.4
8	53.3	53.2	0.1	50.6	50.3	0.3	3.1	3.5	-0.4	-25.1	-23.0	-2.1	-9.4	-10.0	0.6
9	52.4	55.1	-2.7	52.2	52.2	0.0	2.4	3	-0.6	-21.7	-22.0	0.3	-12.4	-10.0	-2.4
10	53.8	54.7	-0.9	50.7	51.5	-0.8	2.6	3	-0.4	-19.7	-23.0	3.3	-2.9	-3.0	0.1
11	53.6	54.0	-0.4	51.4	52.0	-0.6	3.2	4	-0.8	-7.8	-10.0	2.2	-8.6	-8.0	-0.6
12	54.8	54.5	0.3	50.7	49.9	0.8	2.3	2.1	0.2	-15.6	-17.0	1.4	-3.3	-4.0	0.7
13	54.1	53.3	0.8	52.0	52.4	-0.4	2.8	3.3	-0.5	-21.1	-23.0	1.9	-6.5	-5.0	-1.5
14	52.0	54.9	-2.9	50.8	50.5	0.3	2.4	2.2	0.2	-18.9	-21.0	2.1	-3.1	-4.0	0.9
15	53.8	54.0	-0.2	51.5	51.8	-0.3	3.1	2.9	0.2	-10.5	-13.0	2.5	-4.9	-5.0	0.1
16	53.3	52.9	0.4	51.1	51.3	-0.2	2.4	2.9	-0.5	-18.2	-19.0	0.8	-3.1	-3.0	-0.1
17	54.0	53.8	0.2	50.6	51.2	-0.6	2.7	2.6	0.1	-12.1	-10.0	-2.1	-6.1	-5.0	-1.1
18	53.1	53.4	-0.3	51.7	51.5	0.2	3.1	3	0.1	-22.8	-25.0	2.2	-3.9	-4.0	0.1
19	53.3	52.6	0.7	52.1	52.5	-0.4	2.8	1.7	1.1	-18.1	-17.0	-1.1	-4.3	-7.0	2.7
20	54.0	53.3	0.7	50.6	49.9	0.7	3.2	3.7	-0.5	-12.1	-13.0	0.9	-11.5	-10.0	-1.5
21	52.8	53.5	-0.7	50.5	50.3	0.2	2.8	3.4	-0.6	-13.1	-11.0	-2.1	-7.9	-8.0	0.1
22	54.5	53.8	0.7	51.0	51.2	-0.2	3.2	3.1	0.1	-12.0	-15.0	3.0	-4.2	-3.0	-1.2
23	54.1	53.4	0.7	50.6	51.3	-0.7	2.8	2.6	0.2	-12.8	-12.0	-0.8	-7.3	-10.0	2.7
24	53.2	53.5	-0.3	51.7	51.7	0.0	3.1	3.6	-0.5	-12.2	-12.0	-0.2	-3.4	-3.0	-0.4
25	54.8	54.6	0.2	50.4	51.0	-0.6	2.9	2.3	0.6	-11.2	-11.0	-0.2	-6.3	-9.0	2.7
26	54.8	54.5	0.3	50.4	51.0	-0.6	3	2.5	0.5	-19.1	-18.0	-1.1	-8.9	-9.0	0.1
27	53.5	53.6	-0.1	50.4	51.2	-0.8	2.4	2.8	-0.4	-12.8	-15.0	2.2	-1.7	-4.0	2.3
28	53.4	52.6	0.8	51.2	50.8	0.4	3	3.5	-0.5	-11.9	-11.0	-0.9	-2.5	-5.0	2.5

表5 山西省车用柴油定标模型验证结果

编号	十六烷值			十六烷指数			多环芳烃			凝点			冷滤点		
	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差
1	52.4	52.6	-0.2	50.2	50.4	-0.2	4.8	4.9	-0.1	-11.3	-9.0	-2.3	-5.4	-6.0	0.6
2	51.8	51.4	0.4	50.5	50.4	0.1	4.7	5.1	-0.4	-8.6	-11.0	2.4	-7.5	-5.0	-2.5
3	52.2	52.1	0.1	49.5	49.3	0.2	4.8	4.8	0	-8.5	-10.0	1.5	-1	-3.0	2.0
4	52.0	51.2	0.8	50.7	51.4	-0.7	4.4	4.2	0.2	-14.3	-14.0	-0.3	-4.1	-5.0	0.9
5	53.5	52.6	0.9	50.2	49.4	0.8	5	5.8	-0.8	-12.4	-12.0	-0.4	-2.6	-5.0	2.4
6	54.0	54.1	-0.1	50.1	50.4	-0.3	4.6	4	0.6	-14.2	-14.0	-0.2	-5.3	-3.0	-2.3
7	53.0	53.3	-0.3	50.5	50.3	0.2	4.3	4.2	0.1	-12.1	-11.0	-1.1	-7.2	-5.0	-2.2
8	53.4	52.9	0.5	49.7	49.2	0.5	5	4.9	0.1	-9.8	-9.0	-0.8	-0.2	-2.0	1.8
9	53.2	53.5	-0.3	51.1	51.4	-0.3	5.2	6.1	-0.9	-12.8	-10.0	-2.8	-7.9	-5.0	-2.9
10	52.1	51.8	0.3	50.5	50.4	0.1	4.3	4.9	-0.6	-11.2	-12.0	0.8	-6.3	-6.0	-0.3
11	52.6	52.2	0.4	50.5	49.8	0.7	5.2	5.7	-0.5	-16.0	-15.0	-1.0	-5.6	-6.0	0.4
12	54.0	53.5	0.5	50.8	50.8	0.0	4.3	4.9	-0.6	-8.7	-10.0	1.3	-3.9	-4.0	0.1
13	51.8	52.7	-0.9	49.8	49.3	0.5	5	5.5	-0.5	-11.2	-12.0	0.8	-1.0	-2.0	1.0
14	53.2	53.0	0.2	50.8	50.8	0.0	4.8	5.7	-0.9	-7.9	-5.0	-2.9	-2.3	-4.0	1.7
15	51.8	50.9	0.9	50.0	50.3	-0.3	5	5.9	-0.9	-2.9	-5.0	2.1	-4.3	-3.0	-1.3
16	53.7	52.9	0.8	50.8	51.6	-0.8	4.7	3.9	0.8	-13.2	-11.0	-2.2	-0.5	-2.5	2.0
17	52.9	53.6	-0.7	49.8	49.3	0.5	5.2	5.7	-0.5	-6.8	-8.0	1.2	-7.0	-6.0	-1.0
18	53.3	53.8	-0.5	51.2	50.6	0.6	4.6	5.4	-0.8	-10.0	-12.0	2.0	-0.8	-2.0	1.2
19	53.8	54.3	-0.5	51.0	51.2	-0.2	4.8	4.8	0	-7.1	-5.0	-2.1	0.6	-2.0	2.6
20	52.7	51.9	0.8	50.9	51.7	-0.8	4.4	4.9	-0.5	-12.5	-15.0	2.5	-4.3	-5.0	0.7
21	54.2	54.5	-0.3	49.6	49.1	0.5	4.8	5.4	-0.6	-8.6	-7.0	-1.6	-7.2	-6.0	-1.2
22	52.9	53.1	-0.2	49.5	48.7	0.8	5	5.7	-0.7	-10.0	-13.0	3.0	-7.5	-6.0	-1.5
23	52.5	52.7	-0.2	50.3	50.4	-0.1	5.1	5.5	-0.4	-11.5	-11.0	-0.5	-4.8	-5.0	0.2
24	54.1	54.3	-0.2	49.8	50.0	-0.2	5.2	4.4	0.8	-11.3	-8.0	-3.3	-8.4	-6.0	-2.4
25	51.6	52.3	-0.7	49.6	50.3	-0.7	4.7	5.3	-0.6	-7.6	-9.0	1.4	-2.8	-3.0	0.2
26	53.4	53.7	-0.3	50.4	50.7	-0.3	4.3	4.8	-0.5	-8.8	-8.0	-0.8	-3.7	-5.0	1.3
27	53.6	52.9	0.7	49.7	50.3	-0.6	5.2	4.5	0.7	-10.3	-11.0	0.7	-2.3	-4.0	1.7
28	52.2	52.9	-0.7	49.7	50.2	-0.5	4.7	5.5	-0.8	-10.9	-8.0	-2.9	-2.7	-4.0	1.3

表6 广东省车用柴油定标模型验证结果

编号	十六烷值			十六烷指数			多环芳烃			凝点			冷滤点		
	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差	近红外	标准值	偏差
1	52.6	52.0	0.6	49.5	48.8	0.7	1.5	2.1	-0.6	-6.7	-7.0	0.3	-4.6	-4.1	-0.5
2	52.5	52.5	0.0	49.4	48.8	0.6	2.9	3.6	-0.7	-16.3	-13.0	-3.3	-8.6	-6.0	-2.6
3	51.7	51.3	0.4	49.8	50.4	-0.6	1.6	2.1	-0.5	-4.6	-5.0	0.4	0.0	-3.0	3.0
4	52.9	52.0	0.9	50.0	49.2	0.8	2.7	3.3	-0.6	-8.2	-10.0	1.8	-3.8	-5.0	1.2
5	54.0	53.2	0.8	49.6	49.1	0.5	2.0	2.6	-0.6	-10.2	-11.0	0.8	-6.3	-4.0	-2.3
6	53.0	53.4	-0.4	50.3	49.7	0.6	2.2	2.7	-0.5	-5.2	-6.0	0.8	0.2	-2.0	2.2
7	52.8	53.3	-0.5	51.1	51.8	-0.7	2.7	3.2	-0.5	-7.8	-9.0	1.2	-6.2	-6.0	-0.2
8	52.4	51.6	0.8	50.7	50.4	0.3	2.6	3.2	-0.6	-10.3	-11.0	0.7	-2.4	-4.0	1.6
9	54.1	53.9	0.2	51.0	50.9	0.1	3.2	3.8	-0.6	-10.3	-10.0	-0.3	-2.0	-3.0	1.0
10	54.2	54.3	-0.1	50.6	51.3	-0.7	3.2	3.9	-0.7	-8.8	-6.0	-2.8	-3.4	-5.0	1.6
11	52.6	53.0	-0.4	50.3	50.7	-0.4	2.3	2.7	-0.4	-9.0	-9.0	0.0	-5.8	-3.0	-2.8
12	53.5	53.4	0.1	49.9	50.0	-0.1	2.4	2.2	0.2	-14.5	-12.0	-2.5	-3.3	-2.0	-1.3
13	51.4	53.2	-1.8	50.6	50.6	0.0	2.3	2.0	0.3	-6.8	-9.0	2.2	-5.4	-3.0	-2.4
14	54.0	54.7	-0.7	50.2	50.7	-0.5	2.0	1.5	0.5	-11.3	-11.0	-0.3	-2.8	-2.0	-0.8
15	53.2	53.6	-0.4	49.6	49.1	0.5	2.7	2.7	0	-10.7	-8.0	-2.7	-3.8	-3.0	-0.8
16	53.5	53.2	0.3	50.0	49.3	0.7	1.6	2.3	-0.7	-10.6	-13.0	2.4	-4.4	-3.3	-1.1
17	54.0	53.5	0.5	51.2	51.3	-0.1	2.1	2.5	-0.4	-11.1	-9.0	-2.1	-1.0	-4.0	3.0
18	53.0	52.5	0.5	49.5	49.5	0.0	1.6	1.0	0.6	-7.9	-6.0	-1.9	-5.4	-3.0	-2.4
19	52.6	52.0	0.6	50.3	51.0	-0.7	2.2	2.1	0.1	-16.0	-13.0	-3.0	-2.9	-4.0	1.1
20	51.7	52.0	-0.3	50.1	49.8	0.3	1.7	2.1	-0.4	-6.3	-9.0	2.7	-5.8	-3.0	-2.8
21	52.4	52.4	0.0	50.6	50.0	0.6	1.6	2.1	-0.5	-5.5	-6.0	0.5	0.8	-2.0	2.8
22	52.2	52.8	-0.6	50.9	50.6	0.3	2.4	1.8	0.6	-6.8	-5.0	-1.8	1.0	-2.0	3.0
23	52.7	52.4	0.3	50.9	50.1	0.8	2.0	2.6	-0.6	-7.1	-5.0	-2.1	-3.8	-4.0	0.2
24	52.6	53.2	-0.6	50.0	50.0	0.0	2.7	3.1	-0.4	-13.6	-14.0	0.4	-2.0	-5.0	3.0
25	52.1	51.3	0.8	50.9	51.2	-0.3	2.6	2.9	-0.3	-9.4	-9.0	-0.4	-4.3	-5.0	0.7
26	53.7	54.5	-0.8	50.2	49.5	0.7	0.8	0.4	0.4	-14.4	-11.0	-3.4	-4.6	-5.0	0.4
27	51.8	52.6	-0.8	50.9	51.6	-0.7	2.6	3.2	-0.6	-14.3	-14.0	-0.3	-9.0	-6.0	-3.0
28	51.9	51.1	0.8	50.8	51.5	-0.7	3.1	3.7	-0.6	-6.1	-6.0	-0.1	-5.8	-4.0	-1.8

表 7 车用柴油各项质量指标重复性和再现性

项目	标准	重复性	再现性
多环芳烃含量/%	NB/SH/T 0606	$0.24X^{0.28}$	$0.54X^{0.41}$
凝点/°C	GB/T 510	2.0	4.0
冷滤点/°C	NB/SH/T 0248	1.2-0.027X	3.0-0.060X
十六烷值	GB/T 386	1.0	4.8
十六烷指数	SH/T 0694	1.0	4.8
X: 两次测定结果的平均值			

3. 精密度实验

分别选取车用柴油 6 批次, 平行测定 6 次, 进行多环芳烃、凝点、冷滤点、十六烷值、十六烷指数等指标的重复性试验, 实验结果见表 8。

从表 8 可见, 统计计算得出各技术指标的允许差, 结合近红外光谱法检测原理的特殊性以及实际使用情况, 参考 YLB40-2012《轻质石油燃料质量快速测定法(近红外光谱法)》, 拟选择多环芳烃含量平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%, 凝点平行测定结果的绝对差值不大于 2.0°C, 冷滤点平行测定结果的绝对差值不大于 2.0°C, 十六烷值平行测定结果的绝对差值不大于 1.0, 十六烷指数平行测定结果的绝对差值不大于 1.0。

表 8 重复性实验结果

样品		十六烷指数	十六烷值	多环芳烃/%	凝点/℃	冷滤点/℃
1	近红外测定值	52.3	52.3	4.8	-12.2	-4.1
		52.4	52.2	4.9	-11.8	-4.2
		52.1	52.2	4.7	-12.0	-4.4
		52.2	51.9	4.5	-11.7	-3.8
		52.0	52.1	4.8	-11.9	-4.2
		52.2	52.1	4.7	-11.9	-4.1
	标差	0.12	0.15	0.11	0.18	0.20
允许差	0.34	0.43	0.32	0.51	0.55	
2	近红外测定值	51.3	53.9	3.1	-6.4	-1.1
		51.4	53.4	4.0	-6.0	-1.1
		51.3	53.4	3.0	-6.4	-1.6
		51.3	53.6	3.4	-6.3	-1.2
		51.4	53.5	3.5	-6.3	-1.4
		51.4	53.6	3.5	-6.2	-1.5
	标差	0.06	0.16	0.36	0.14	0.21

	允许差	0.16	0.44	1.01	0.39	0.58
3	近红 外测 定值	51.6	53.5	2.7	-5.9	-1.0
		52.3	53.7	3.3	-6.1	-0.3
		51.7	53.5	3.6	-4.7	0.0
		51.9	53.6	3.1	-6.6	-0.4
		52.2	53.5	3.2	-6.6	-0.8
		52.3	53.6	3.2	-6.6	-0.5
4	标差	0.32	0.08	0.30	0.73	0.36
	允许差	0.88	0.24	0.83	2.04	1.01
	近红 外测 定值	56.2	53.4	3.0	-4.8	-2.3
		55.7	53.9	3.4	-4.7	-0.9
		56.1	54.0	2.5	-5.2	-1.1
		55.9	53.8	3.0	-5.9	-1.0
		56.1	53.7	3.1	-5.3	-1.1
		55.6	54.0	3.1	-5.5	-2.5
5	标差	0.24	0.24	0.31	0.44	0.72
	允许差	0.68	0.69	0.88	1.22	1.98
	近红 外测 定值	53.9	52.5	1.9	-11.9	-5.0
		54.2	52.4	2.0	-10.0	-4.6
		53.9	52.2	2.5	-11.6	-6.1
		54.6	52.4	2.1	-11.1	-5.9
		54.3	52.4	2.1	-11.5	-6.1
		53.7	52.3	2.1	-11.6	-6.4
6	标差	0.33	0.10	0.21	0.69	0.69
	允许差	0.92	0.28	0.60	1.92	1.94
	近红 外测 定值	52.8	52.1	2.3	-11.0	-7.0
		52.9	52.2	1.9	-10.1	-7.1
		53.2	52.4	2.0	-11.1	-8.0
		53.6	52.3	2.1	-11.7	-7.4
		53.4	52.2	2.1	-11.1	-7.3
		53.3	52.4	2.1	-10.8	-7.4
	标差	0.30	0.11	0.15	0.53	0.33
	允许差	0.85	0.31	0.43	1.49	0.93

4. 实验室间比对实验

选取了 10 批次柴油样品按实验方法和 3 家检测机构进行比对验证试验，所得数据如表 9 所示。从测定数据看，4 家检测机构的检测数据未超出实验室间的再现性，能够满足实验要求。

表9 实验室间比对结果

序号		1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	8#	9#	10#
十六烷值	A	52.1	53.2	52.3	51.8	52.6	54.2	52	51.9	52.8	52.5
	B	51.5	52.8	52.5	51.4	51.8	54.6	51.8	52.1	52.5	51.7
	C	51.8	53.2	51.8	52.2	52.2	53.7	51.5	51.7	52.8	51.7
	D	51.5	52.7	52.1	51.9	51.7	54.9	52.2	52.6	53	52.1
	标差	0.24	0.28	0.33	0.33	0.4	0.53	0.33	0.38	0.22	0.41
十六烷指数	A	52.3	54.6	52	50.7	53.1	54.3	52.1	52.7	53.1	52.1
	B	52.3	54.4	52.3	50.6	53.2	54.1	51.7	52.5	53.3	51.9
	C	52.4	54.1	52.4	50.8	52.7	53.9	52.6	52.3	53.6	52.1
	D	53.5	55.2	52.7	50.9	52.8	53.8	52	52.9	52.5	52.8
	标差	0.58	0.47	0.27	0.14	0.27	0.25	0.39	0.22	0.47	0.39
多环芳烃/%	A	3.5	3.1	3.1	5.1	3.6	3.9	3.8	3.6	3.4	3.8
	B	3.6	2.6	3.4	4.8	3.3	3.5	3.4	3.8	3.0	3.5
	C	3.3	3.2	3.5	5.0	3.8	4.0	3.6	4.0	3.8	3.4
	D	3.5	2.8	3.9	5.6	3.1	4.9	3.9	4.0	3.5	3.3
	标差	0.15	0.29	0.31	0.36	0.28	0.56	0.21	0.19	0.33	0.22
凝点/℃	A	-13.7	-14.8	-13.2	-19.8	-9.9	-0.3	-13.2	-15.7	-13.3	-11
	B	-12.5	-15.5	-12.6	-19.2	-9.7	-0.2	-13.6	-14.9	-14	-10.5
	C	-12.6	-14.9	-13	-18.8	-9.4	-0.9	-13.1	-14.2	-13.1	-10.2
	D	-13.6	-15.2	-12.9	-18.3	-9.1	-1	-13.9	-15.3	-14.2	-12.1
	标差	0.64	0.34	0.24	0.62	0.35	0.4	0.37	0.62	0.55	0.84
冷滤点/℃	A	-3.9	-5	-4.5	-7.3	-0.5	5.4	-5	-5.5	-4.3	-2.6
	B	-4.2	-5.3	-4.8	-7.4	-1.1	4.9	-4.4	-5.1	-4.7	-2.1
	C	-4.4	-6.8	-4.1	-7.5	-0.9	5.7	-4.2	-4.3	-3.5	-2.1
	D	-5.1	-6.1	-3.6	-6.2	-1.1	5	-5.1	-5.7	-4	-2.3
	标差	0.52	0.82	0.54	0.59	0.27	0.38	0.43	0.59	0.54	0.25