

T/SITA

团 体 标 准

T/SITA XXX—XXXX

机动车辆制动液 运动黏度、平衡回流沸点、 蒸发损失的快速测定 近红外光谱法

Rapid Determination of Kinematic Viscosity, Equilibrium Reflux Boiling Point and
Evaporation Loss of Motor Vehicle Brake Fluid Near Infrared Spectrometry

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

山东省检验检测协会 发 布

版 权 声 明

本文件系由山东省检验检测协会（简称“协会”）组织创制的团体标准文本（含制定过程中的草案），协会拥有本文件的著作权，受《中华人民共和国著作权法》保护。除法律所允许的情形或事先得到协会书面许可外，任何组织和个人不得以任何理由进行复制、销售、传播本文件，或抄袭、歪曲本文件等侵权行为，否则，行为人应承担相应的民事、行政责任，构成犯罪的，将依法追究其刑事责任。其他文件引用本文件，不属侵权行为。

凡利用本文件进行或支持贸易、认证等商业活动，应事先购买正式文本或得到协会书面授权。购买本文件或获得授权，请与协会联系。

欢迎社会各界举报侵权盗版行为，协会将依法严格保护举报人信息。

联系人：范红梅

联系电话：0531-51758070 15668365153

联系邮箱：keyanjishuzhongxin@163.com

协会对本版权声明拥有最终解释权。

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。

本文件由山东省检验检测协会提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：赵卓。

机动车辆制动液 运动黏度、平衡回流沸点、蒸发损失的快速测定 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机动车辆制动液的运动黏度（-40℃、100℃）、平衡回流沸点和蒸发损失的方法。

本文件适用于机动车辆制动液运动黏度（-40℃、100℃）、平衡回流沸点和蒸发损失的快速检测。

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 265 石油产品运动黏度测定法和动力黏度计算法

GB 12981 机动车辆制动液

GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则

NB/SH/T 0430 制动液平衡回流沸点测定法

3 术语和定义

GB/T 29858 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

参考标准方法 reference 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的建立和验证。

3.2

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。

3.3

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。

3.4

交互验证标准误差 standard error of cross validation;SECV

在多元校正中用来评价校正模型的预测能力，采用校正样品参考值和使用交互验证 的预测值计算的标准误差。

4 原理

利用机动车辆制动液中含有的氢基团（X—H，X 为：C，O，N 等）化学键伸缩振动的倍频或合频对近红外光的吸收特性，通过化学计量学方法建立机动车辆制动液近红外光谱与运动黏度（-40℃、100℃）、平衡回流沸点、蒸发损失之间的相关关系，从而实现利用光谱信息对待测样品多种质量指标的快速测定。

5 试剂

样品池冲洗溶剂：石油醚（60℃～90℃），分析纯。

6 仪器

6.1 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 cm^{-1} ～4000 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。

6.2 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。

6.3 具有分析机动车辆制动液的可靠定标模型，且配置满足分析需求的其他近红外光谱仪均可使用。

7 定标模型的建立和验证**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 cm^{-1} ～4000 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 定标样品集选择

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机动车辆制动液，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宜少于100个。

7.3 定标样品标准测定值

按照表1规定的参考标准方法，测定定标样品集的各项质量指标。

表 1 参考标准方法

检测项目	标准方法
-40℃运动黏度	GB/T 265
100℃运动黏度	GB/T 265
平衡回流沸点	NB/SH/T 0430
蒸发损失	GB 12981

7.4 光谱数据采集

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。用定标样品集的交互验证标准误差（SECV）评价定标模型的准确性，以SECV是否满足参考标准方法的再现性进行评价，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*个样品的参考标准方法测定值；

$\hat{y}_{i,c}$ ——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剔除，异常值不得超过定标样品集的10%。

7.6 定标模型验证

使用定标样品集外的样品验证定标模型的准确性和重复性，验证样品量应不少于20个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，采用7.3规定方法测定其标准测定值，近红外光谱法与参考标准方法的测定结果之差应满足表2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 样品应在 23℃±5℃下恒定，测试前充分摇匀。

8.2 按照 7.4 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测定结果。

9 结果报告

以两次平行测定的算术平均值为最终结果，检测结果的报出值与其参考标准方法一致。

10 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用同一仪器，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 所列的参考标准方法的测定结果之差不应超过表 2 所列数值。

表 2 机动车辆制动液中运动黏度、平衡回流沸点、蒸发损失的重复性和准确性

检测项目	重复性	准确性
-40℃运动黏度	算数平均值的5.0%	算数平均值的5.0%
100℃运动黏度	算数平均值的1.0%	算数平均值的2.2%
平衡回流沸点	4.0℃	10.0℃
蒸发损失	算数平均值的5%	算数平均值的10%