

MH

中华人民共和国民用航空行业标准

MH/T XXXX—XXXX

航空燃油中碳-14 生物基含量的测定 液
体闪烁计数直接测量法

Determination of C-14 biobased content in aviation fuel—Liquid scintillation direct
measurement method

（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

中国民用航空局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法概述 2

5 仪器设备与试剂 2

 5.1 LSC 2

 5.2 天平 2

 5.3 样品瓶 2

 5.4 闪烁液 2

 5.5 无淬灭源 2

 5.6 淬灭系列源 2

 5.7 空白样品 2

6 取样 2

7 试验步骤 2

 7.1 仪器的稳定性检查 2

 7.2 样品制备 2

 7.3 淬灭曲线建立 2

 7.4 样品测定 3

 7.5 空白计数扣除 3

 7.6 结果计算 3

8 报告 4

9 精密度 4

 9.1 重复性 4

 9.2 再现性 4

参考文献 5

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。

本文件由中国民用航空局航空器适航审定司提出。

本文件由中国民用航空科学技术研究院归口。

本文件起草单位：中国民用航空总局第二研究所。

本文件主要起草人：

航空燃油中碳-14 生物基含量的测定 液体闪烁计数直接测量法

1 范围

本文件描述了基于碳-14 (^{14}C) 分析原理, 采用液体闪烁计数直接测量法测定航空燃油中生物基含量的方法。

本文件适用于生物基含量在1%~100% (质量分数) 的航空燃油生物基含量的测定。

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 4756 石油液体手工取样法

SH/T 0656 石油产品及润滑剂中碳、氢、氮测定 元素分析仪法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

生物基 biobased

来源于可再生的生物质的有机物。

注: 如农作物、植物、动物、真菌或生活在与大气平衡的自然环境中的林业资源。

3.2

碳含量 carbon content

样品中的总碳含量, 以质量百分数表示。

3.3

放射性衰变 radioactive decay

放射性核素自发转变为另一种核素或同一核素的不同能量状态的过程。

注: 根据放射性核素的半衰期, 这个过程导致样品中原始放射性原子的数量随着时间的推移而减少。

3.4

闪烁液 liquid scintillation cocktail

一种由有机溶剂、发光溶质及表面活性剂组成的用于液体闪烁计数测量的混合试剂。

3.5

计数效率 counting efficiency

计数时间内测得的放射性衰变数量与发生的真实衰变数量的比值, 以百分比表示。

3.6

三管符合计数 triple coincidence count

三管两管符合液闪仪中的三个光电倍增管同时检测到的符合信号数量。

3.7

双管符合计数 double coincidence count

三管两管符合液闪仪中的任意两个光电倍增管同时检测到的符合信号的逻辑相加计数。

3.8

三双符合计数比值 triple to double coincidence ratio; TDCR

三管符合计数与双管符合计数之比。

3.9

生物基含量 biobased mass content

航空燃油中源自生物基的燃油的质量百分含量。

4 方法概述

根据生物质燃油含有与同期大气一致的 ^{14}C 浓度特性，利用 ^{14}C 的放射性衰变原理，使用具备TDCR功能的液体闪烁计数器（LSC）对航空燃油中的 ^{14}C 含量进行测定，计算获得航空燃油中的生物基含量（质量百分含量）。

5 仪器设备与试剂

5.1 LSC

具有厚重屏蔽的超低本底和TDCR功能的LSC。

5.2 天平

精确到0.1 mg。

5.3 样品瓶

20 mL低钾玻璃瓶或塑料液闪瓶，瓶体由不易与航空燃油及闪烁液发生反应的材质组成（如：高密度聚丙烯和聚四氟乙烯），样品瓶不应重复使用。

5.4 闪烁液

闪烁液应与航空燃油互溶，并可形成均质透明溶液，在试验过程中不应分层。

5.5 无淬灭源

已知 ^{14}C 活度的无淬灭标准品（密封保存）。

5.6 淬灭系列源

^{14}C 液体闪烁淬灭系列源标准物质（密封保存），如 ^{14}C -正十六烷液体闪烁淬灭系列源标准物质。

5.7 空白样品

不含有 ^{14}C 的样品（如纯石油基航空燃油样品），且与闪烁液互溶，用于测定过程空白计数，并予以扣除。

6 取样

按GB/T 4756的规定对航空燃油进行现场取样，取样样品瓶不可重复使用，取样地点、样品存储及运输均不应在有 ^{14}C 污染的环境中进行。

测定应避免 ^{14}C 污染的情况下开展。

7 试验步骤

7.1 仪器的稳定性检查

应至少每个月用 ^{14}C 无淬灭源对仪器进行一次校验，所得结果与标称值之差应小于或等于 $R/\sqrt{2}$ ，其中 R 是本文件的再现性。校验所得的结果不应作为方法的偏差，也不应用于后续生物基含量测定结果的修正。

注：使用 ^{14}C 无淬灭源校验仪器的步骤见7.2~7.6中描述的样品测定步骤。

7.2 样品制备

取10 mL待测样品放入样品瓶中，称取质量，精确至0.1 mg，记录为 m 。向样品瓶中添加10 mL闪烁液，密封样品瓶，混匀后放置于暗室避光保存至少1 h，减少光致发光干扰。试验前用无纺布清洁样品瓶外壁，避免杂质影响透光率。

7.3 淬灭曲线建立

利用LSC对已知活度的淬灭系列源进行测定, 根据公式(1)计算淬灭系列源的TDCR值($TDCR_Q$); 根据公式(2)计算设备对淬灭系列源测定的计数效率(E_Q), 计数效率应不低于60%。拟合 $TDCR_Q$ 和 E_Q , 得到淬灭曲线。

$$TDCR_Q = \frac{T - T_0}{D - D_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$TDCR_Q$ ——测定时间内, 淬灭系列源三管符合计数与双管符合计数之比;

T ——测定时间内, 淬灭系列源样品的三管符合计数;

T_0 ——测定时间内, 淬灭系列源空白样的三管符合计数;

D ——测定时间内, 淬灭系列源样品的双管符合计数;

D_0 ——测定时间内, 淬灭系列源空白样的双管符合计数。

$$E_Q = \frac{D - D_0}{A \times t_Q} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

E_Q ——淬灭系列源样品的计数效率;

D ——测定时间内, 淬灭系列源样品的双管符合计数;

D_0 ——测定时间内, 淬灭系列源空白样的双管符合计数;

A ——淬灭系列源样品的活度, 单位为贝可(Bq);

t_Q ——淬灭系列源样品测定时长, 单位为秒(s)。

7.4 样品测定

用LSC测定待测样品, 记录测定时间, 记录为 t_{sample} 。

样品碳含量按照SH/T 0656进行测定, 记录为 ω 。

7.5 空白计数扣除

取10 mL空白样品放入样品瓶中, 称取空白样品质量, 精确至0.1 mg, 记录为 m_b 。计算 m 与 m_b 的偏差, 质量偏差不应超过1%。向样品瓶中添加10 mL闪烁液, 密封样品瓶, 混匀后放置于暗室避光保存至少1 h, 减少光致发光干扰。试验前用无纺布清洁样品瓶外壁, 避免杂质影响透光率。

测定时间与样品测定时间一致。

注: 因单个样品测定时间长, 根据待测样品的数量, 在样品序列的前、中、后适当增加空白样品的测定数量, 以准确扣除测量过程空白计数影响。

7.6 结果计算

7.6.1 样品 TDCR 值($TDCR_{\text{sample}}$)按公式(3)计算:

$$TDCR_{\text{sample}} = \frac{T_{\text{sample}} - T_b}{D_{\text{sample}} - D_b} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$TDCR_{\text{sample}}$ ——测定时间内, 三管符合计数与双管符合计数之比;

T_{sample} ——测定时间内, 待测样品的三管符合总计数;

T_b ——测定时间内, 空白样品的三管符合总计数;

D_{sample} ——测定时间内, 待测样品的双管符合总计数;

D_b ——测定时间内, 空白样品的双管符合总计数。

7.6.2 样品中生物基含量按公式(4)计算:

根据拟合的 $TDCR_Q$ 与 E_Q 的淬灭曲线, 得出样品的计数效率(E_{sample}), 根据公式(4)计算样品中生物基燃油含量。

$$N = \frac{D_{\text{sample}} - D_b}{E_{\text{sample}} \times t_{\text{sample}} \times m_1 \times \omega \times k} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

N ——待测样品中生物基含量质量分数, %;

- D_{sample} ——测定时间内，待测样品的双管符合总计数；
 D_{b} ——测定时间内，空白样品的双管符合总计数；
 E_{sample} ——待测样品的计数效率；
 t_{sample} ——测定时间，单位为秒（s）；
 m_1 ——加入待测样品的质量，单位为克（g）；
 ω ——待测样品的碳含量；
 k ——现代碳中每克碳中 ^{14}C 的活度，单位为贝可/克碳（Bq/gC）。

注：现代碳中每克碳中 ^{14}C 的活度当前值为0.226 Bq/gC，该数值将根据国际或国内公布的大气 ^{14}C 本底值进行实时修订。

8 报告

最终测定报告应至少包括以下内容：

- 样品的基本信息；
- 样品测定时间；
- 样品的碳含量；
- 现代碳中每克碳中 ^{14}C 的活度；
- 样品中生物基含量，精确至0.1%。

9 精密度

9.1 重复性

同一操作者，在同一实验室，使用同一仪器，按照本文件的试验方法，对同一样品测得的两个单一、独立的试验结果之差不宜超过表1规定的重复性限值。

表1 重复性限值

生物基含量 m/m%	<5.00	10.00~20.00	30.00~40.00	50.00~60.00	70.00~100.00
重复性 m/m%	0.51	0.65	0.67	0.87	1.61

注：重复性限值仅作为试验数据参考，不作为本文件试验结果的判断依据。

9.2 再现性

不同操作者，在不同实验室，使用不同的仪器，按照本文件的试验方法，对同一样品测得的两个单一、独立的试验结果之差不宜超过表2规定的限值。

表2 再现性限值

生物基含量 m/m%	<5.00	10.00~20.00	30.00~40.00	50.00~60.00	70.00~100.00
再现性 m/m%	0.52	0.80	1.35	0.91	1.86

注：再现性限值仅作为试验数据参考，不作为本文件试验结果的判断依据。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
 - [2] GB 6537 3号喷气燃料
 - [3] CTSO-2C701a 含合成烃的民用航空喷气燃料
-