

油品檢測技術一致性會議紀錄

開會時間：113 年 9 月 9 日(星期一)上午 10 時

開會地點：標準檢驗局新竹分局桃園辦事處 2 樓會議室

主持人：楊分局長紹經

出席人員：詳如簽名冊(如附件)

紀錄：邱素琴

宣導事項：無

討論議題：

議題一：新竹分局提案

案由：

依 CNS 14298 執行汽油總芳香烴檢測，方法適用範圍 C9 以上為 5%~30%(v/v)，但方法檢量線製作濃度要求為 0.5%~10%(v/v)，依方法製作檢量線是否可符合該適用範圍，提請討論。

說明：

下列兩種解釋，討論一致性作法：

- 1、方案一：C9 以上標準品係以 1,2,4-三甲基苯代表，實際執行檢測時 C9 以上之 peak 為多峰圖形，如每一單峰面積不超過 10%(v/v)，可符合該適用範圍。
- 2、方案二：檢量線製作濃度範圍涵蓋 30%(v/v)，以符合方法適用範圍。

工研院意見：依方案二檢測，建議通過一致性討論後兩方案皆可採行。

台塑麥寮煉油廠意見：

目前是 C9 以上檢量線製作濃度為 0.5%~10%(v/v)與方法相同，並未涵蓋方法適用方法。曾測試將樣品稀釋使 C9 以上濃度落於檢量線範圍內，樣品稀釋與未稀釋之 C9 以上結果差異低於方法之重複性範圍內。

中油桃園煉油廠意見：依方案一檢測

中油大林煉油廠意見：目前方案二，但配製過程造成誤差較大，未來將採方案一。

中油基隆化驗中心意見：依方案一檢測

1. 我們使用 Accu Standard 具追溯性標準品。
2. 因 C9+以上為各成分加總，以 ASTM D6730 中可知單一成分幾乎不會超過 10%，故方法建議的檢量線為合理。符合適用範圍 5%~30%(v/v)
3. CNS14298 中表四、表五 C9 以上芳香烴之重複性與再現性之適用範圍為(8.32-25.05)mass%，乃是參照此方式建立檢量線所統計出的結果。C9 以上芳香烴適用範圍應為適用。

中油台中化驗中心意見：依方案一檢測

C9 以上標準品係以 1,2,4-三甲基苯代表，實際執行檢測時 C9 以上之 peak 為多峰圖形，如每一單峰面積不超過 10%(v/v)，可符合該適用範圍。

中油高雄化驗中心意見：依方案一檢測

本中心認為第 1 種見解可行，現況遵照標準方法第 11.1 節要求以市售 C9+標準品建立 0.5~10%(v/v)檢量線並進行品管與測試（市售標準品亦僅有此濃度）。

中油煉製研究所意見：依方案一檢測

抽檢汽油 C9+約於 12% ~ 16 % (v/v)間，且由多個峰構成，故以第 1 項解釋較佳:C9 以上標準品係以 1,2,4-三甲基苯代表，實際執行檢測時 C9 以上之 peak 為多峰圖形如每一單峰面積於 0.5%- 10%(v/v)間，可符合該適用範圍。

決議：由於國內油品 C9 以上各單一成分未超過 10%，目前大多數實驗室採方案一，請各實驗室提供方案二之技術資料或適當建議，下次會議討論。

議題二：新竹分局提案

案由：

CNS 14298 5.1.1 要求要能在表 1 所示的條件下操作，如必須依該表所規定之參數項目設定，相關爐溫、流量等條件是否應執行校正，提請討論。

說明：

層析主要是讓各成分能清楚分離，爐溫及流量只要效能能滿足即可，若有問題一定會造成 RT 跑掉，應以圖形分離情形來判定參數是否合適，標準提供之參數係供初始設定之參考用，可依實際環境情形調整，可不需校正爐溫及流量。

工研院意見：無須校正

台塑麥寮煉油廠意見：

方法表一中的條件設定僅供參考，因每支分離管柱的分離狀況略有差異，需進行分析條件的調整，以符合方法之要求。

中油桃園煉油廠意見：無須校正

中油大林煉油廠意見：無須校正，惟製作檢量線前會測試流量是否有跑掉。

中油基隆化驗中心意見：無意見。惟會以同一支樣品連續測試，確認其 RT 穩定度

中油台中化驗中心意見：無須校正

中油高雄化驗中心意見：

本中心與新竹分局見解相同，現況為遵照表 1 參數設定並進行品管及測試。

中油煉製研究所意見：

同說明意見，可不需校正爐溫及流量。

決議：只要 Peak 分離能符合需求，無須校正。

議題三：新竹分局提案

案由：

由於 CNS 1218 蒸餾作業之作法細部差異將導致各實驗室間結果不同，如樣品檢測數值落於規格邊緣時將造成符合/不符合判定差別，作業一致性提請討論。

說明：

- 1、樣品於蒸餾前及蒸餾後之溫度差異將導致體積的不同，樣品在加入蒸餾瓶前的前置作業，各實驗室的做法為何？比如柴油部分，本分局設定收集室溫度 23°C，會先將 100mL 樣品放置於此恆溫並確認體積後再倒入蒸餾瓶。而汽油於表 2 要求儲存溫度小於 10°C，但於表 3 中蒸餾瓶及收集室溫度皆要求 13°C~18°C，基於汽油容易揮發導致成分變化，實際上該如何滿足條件要求，提請討論。
- 2、各實驗室校準儀器液位感液做法為何？由於每支量筒口徑可能有些微不同，本分局係針對每台蒸餾設備有其專用量筒，並以已知液體體積校正 5%、95% 及 100% 體積位置，各實驗室作法及是否還有其他蒸餾試驗之監控重點，提請討論。

工研院意見：與台塑相似。

台塑麥寮煉油廠意見：

1. 本實驗室柴油 100mL 取樣量手法為將樣品倒入收集量筒後，置於儀器收集室(溫度 23°C)恆溫 10 分鐘，再以儀器收集室紅外線偵測器定量 100±0.1mL。
2. 方法規定 GROUP 2 樣品需保持 <10°C，分析時收集室溫度又須為 13°C~18°C，無法避免揮發，所以取樣時間不宜過長，汽油樣品先置於冰水槽(約 1°C)，收集量筒置於室溫(18~20°C)，取樣方式為將冰過汽油樣品倒入收集量筒，再置於儀器收集室(PAC 機台 standby 溫度固定 23 度、tanaka 機台 standby 溫度可自設)，以儀器收集室紅外線偵測器直接定量 100±0.1mL。由取樣至 100 mL 定量完成，樣品會回溫，確認過 100mL 定量當時(樣品倒入量筒時間已經過 3~4 分鐘)收集量筒內樣品溫度約 14°C，可符合方法要求之 13°C~18°C，蒸餾前及蒸餾後之溫度差異可符合要求。另外收集室溫度 15°C，在蒸餾回收過程亦會有揮發，整個過程本就會因儀器 15°C 溫度控制造成揮發 LOSS，所以方法於 GROUP 2 數據結果報告時有增加將揮發程度納入每一百分比蒸發體積做溫度修正計算。
3. 確實每支量筒口徑有些微不同，原廠所提供金屬棒不適合體積校正。儀器液位校正是改以經量測 23°C 密度之柴油，換算定量體積(5% 或 50% 或 95%)所需取重量，再置入儀器收集室恆溫後，確認是否須修正紅外線偵測器步進馬達讀數。之後再以其他體積查核。
4. 另外溫度計位置與儀器冷凝液溫度控制亦會因流速不同影響溫度讀值。
5. 分析都有不確定性，建議符合性判定仍應考量不確定度。

中油桃園煉油廠意見：柴油直接量取 100mL 倒入，輸入環境溫度於收集室，汽油冰箱拿出後盡速倒入檢測。

中油大林煉油廠意見：同基隆化驗中心及桃煉方式，以校正量筒方式配合設備之金屬棒校正液位 sensor。

中油基隆化驗中心意見：

1. 結果本來就會不同，方法後面才有重複性及再現性數據參考。不同實驗室做出結果應為常態分布，檢測數值落於邊緣僅能表示樣品不合格的機率很大，無法證明樣品一定不合格。
2. 汽油設定 15°C，柴油設定為室溫。溫度設定符合方法範圍即可，汽油樣品由儲存地點拿出就盡快測試避免輕質成分揮發。

3. 說明 2 無意見。

中油台中化驗中心意見：

柴油→密封之原採樣瓶置於室溫 20~30°C。開啟密封後分樣，設定收集室溫度為當日實驗室之溫度，立即上機。

汽油→密封之原採樣瓶置於冷藏 5~10°C。開啟密封後分樣，立即上機。

9.2.1 液位追蹤器…典型的校正步驟：依儀器操作手冊查證回收量筒。

以校正過的固定體積注入量筒，紀錄「液位追蹤器」顯示的回收量筒之數據，本實驗室紀錄點位為 5 mL 與 100 mL，誤差需 ≤ 0.3 mL。

中油高雄化驗中心意見：

1. 柴油蒸餾時，本中心設定收集室溫度為當時室溫，故直接以專用經外校合格的量筒量體積即可測試。汽油蒸餾時，收集室溫度設定為一個特定溫度，此溫度由多次樣品由冷藏櫃取出並倒入量筒測準體積時測定的油品溫度平均而得的經驗值（約 16°C），如此可免去逐次量測溫度導致樣品溫度過高及體積不準的問題。

2. 本中心以原廠標準件定期進行液位感測器校正，每部儀器均使用經外校合格之專用量筒進行品管及測試。

中油煉製研究所意見：

1. 樣品在加入蒸餾瓶前的前置作業：汽油先將油樣放入 10°C 以下之冷藏櫃，冷藏時間至少須達六十分鐘以上，柴油置於室溫即可。收集室溫度設定：汽油收集室溫度設定 13-18°C，柴油設定為當天室溫之溫度(非固定)。

2. 以校正過之 100ml 球形吸管(移液管)先查驗 100ml 之收集量筒(容許誤差： ± 0.5 ml)。再以查驗合格之收集量筒進行液位追蹤器查驗；將甲苯加至收集量筒 100ml 刻劃，再放入收集槽進行液位追蹤器查驗(容許誤差： ± 0.3 ml)。當液位追蹤器連續至少兩次查驗結果皆大於 ± 0.3 ml 或有疑慮時，則請廠商進行維護與確認。

決議：

1. 柴油倒入蒸餾瓶時之溫度與收集室溫度設定相同，原則上各實驗室依標準要求進行測試。

2. 汽油開封後盡快進行測試，惟應符合標準要求試樣 13°C~18°C。基於相差 5°C 可造成 0.7mL 體積差異，溫度差的影響顯著，雖不影響目前國內油品品質符合性判定結果，然各實驗室應使倒入蒸餾瓶之樣品溫度與收集室溫度盡量接近。

3. 目前液位感知器的校正方式有兩種，一種是以金屬棒校正，一種是以已知液體體積校正，未來可持續探討最佳做法，列入下次討論，並請各實驗室提供技術意見。

議題四：新竹分局提案

案由：

汽油外觀試驗 CNS 2914 要求俟試樣溫度與指定的試驗溫度達平衡後執行試驗，恆溫槽及溫度感測器皆要求準確至 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，由於標準未明確要求試驗溫度之數值，針對各實驗室對溫度的要求做法一致性提請討論。

說明：

溫度之控制可能會導致不易觀察外觀，如：低溫下會造成水氣凝結、水浴槽會使樣品瓶外附著水膜，建議樣品於室溫中觀察雜質及水分，記錄當時室溫即可，相關溫度感測器無須校正。

工研院意見：與台塑同。

台塑麥寮煉油廠意見：

實驗室目前所有油品外觀判定都於室溫條件下，樣品外觀判定都會先靜置 1 小時以上，以確保試樣溫度與環境溫度相同。若對於汽油樣品以保存溫度下做外觀判斷確實會造成水氣凝結影響外觀判斷。建議樣品於室溫中觀察雜質及水分，記錄當時室溫即可。

中油桃園煉油廠意見：於室溫判定。

中油大林煉油廠意見：於室溫判定。

中油基隆化驗中心意見：指定 30°C ，升溫並不影響清澈潔淨及懸浮物之判斷。

方法有寫 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，即溫度計需要校正。附著水珠擦掉即可，應不致影響外觀結果。

中油台中化驗中心意見：

以校正過的溫度計紀錄「油溫」並控制於 $15\sim 25^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

p.s.避免玻璃容器因低溫起霧影響人眼觀察

中油高雄化驗中心意見：

本中心與新竹分局見解相同。

中油煉製研究所意見：

本所無此項檢測，不便提供意見。

決議：可於環境溫度下觀察，或指定溫度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 判定。

議題五：新竹分局提案

案由：

依 CNS 14505 檢測柴油硫含量，柴油硫含量之檢量線配置，由於市售柴油溶劑皆有微量含硫量，影響檢量線正確性，針對各實驗室做法提請討論，是否有良好建議？

說明：

本分局以柴油為溶劑稀釋柴油標準品，惟市面上廠牌(VHG、ACCU)雖標示為 Blank，但經檢測，皆含微量的硫，各實驗室是否於拉檢量線時忽略不計，或是於計算過程將其 count

數扣除，亦或是以異辛烷為溶劑或直接以汽油之檢量線檢測柴油等等，針對最適切之作法提出討論。

工研院意見：汽柴油都買市售標準品，無須稀釋。

台塑麥寮煉油廠意見：

依方法要求，檢量線於計算過程需將每一點之 count 數扣除 blank 之 count 後再製作檢量線，柴油檢量線使用之標準品是配置在柴油中，汽油檢量線使用之標準品是配置在異辛烷中。

中油桃園煉油廠意見：用汽油檢量線測汽柴油，ASTM 比對皆符合。

中油大林煉油廠意見：用汽油檢量線測汽柴油，每年拿舊檢量線測新標準品。

中油基隆化驗中心意見：用汽油檢量線測汽柴油。

Accu Standard 標準品已有認證其追溯性，Blank 樣品應即為空白。以標準品濃度梯度建立檢量線即可。

中油台中化驗中心意見：

檢量線為市售標準品，不需使用溶劑稀釋，直接以汽油之檢量線檢測柴油。

中油高雄化驗中心意見：

本中心使用異辛烷做為空白溶劑，拉檢量線時忽略溶劑內的微量硫含量。

中油煉製研究所意見：

1. 本所以市售標準品(ASD)6 個濃度點不含零點建立檢量線。檢量線會有截距，依檢量線公式檢測空白有其濃度值，不論是否強迫通過零點，測試空白溶劑都會有檢測濃度值。
2. 批次檢測空白目的在檢查系統是否有污染?本所以異辛烷為空白進行系統污染檢測，進行空白檢測管制。
3. 由於各廠牌儀器設計不同，燃燒效率不同，是否汽、柴油檢量線可共用，必須評估汽、柴油燃燒完整性，才能確定汽、柴油檢量線可否共用。

決議：依各實驗室實際測試情形，柴油可使用汽油之檢量線，並以柴油基質之 QC 查核，柴油亦可以柴油溶劑配製標準品製作柴油之檢量線。

臨時動議：

散會：中午 12 時