



中华人民共和国国家标准

GB/T 11060.7—2011

GB/T 11060.7—2011

天然气 含硫化化合物的测定 第 7 部分：用林格奈燃烧法测定总硫含量

Natural gas—Determination of sulfur compounds—
Part 7: Determination of total sulfur content by Lingener combustion method

(ISO 6326-5:1989, Natural gas—Determination of sulfur compounds—
Part 5: Lingener combustion method, MOD)

中华人民共和国
国家标准
天然气 含硫化化合物的测定
第 7 部分：用林格奈燃烧法测定总硫含量
GB/T 11060.7—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2012 年 4 月第一版 2012 年 4 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-44794 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 11060.7—2011

2011-12-30 发布

2012-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

$$\rho_s = \frac{V_2 c_2}{V_n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_s ——气样中总硫含量，单位为毫克每立方米(mg/m^3)；

V_2 ——按 8.2.3 样品滴定时，等当点的氯化钡标准溶液耗量，单位为毫升(mL)；

c_2 ——与每毫升氯化钡标准溶液相当的硫的质量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_n ——气样校正体积，单位为立方米(m^3)。

计算结果修约到 $0.1 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

9 精密度

方法的精密度由实验室间的测试结果统计而得。

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不超过表 1 给出的重复性限。超过重复性限的情况不超过 5%。

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的差值不超过表 1 给出的再现性限，超过再现性限的情况不超过 5%。

表 1 精密度

浓度范围 mg/m^3	重复性 mg/m^3	再现性 mg/m^3
10~1 000	6	12

10 试验报告

试验报告应包括以下信息：

——依据 GB/T 11060.7；

——样品识别信息(如样品类别、标识、取样日期)；

——取样方法；

——计算结果和所使用的计算方法；

——与 GB/T 11060.7 规定程序偏离的情况或可能干扰测定结果的环境因素。

前 言

GB/T 11060《天然气 含硫化合物的测定》分为以下 12 个部分：

——第 1 部分：用碘量法测定硫化氢含量；

——第 2 部分：用亚甲蓝法测定硫化氢含量；

——第 3 部分：用乙酸铅反应速率双光路检测法测定硫化氢含量；

——第 4 部分：用氧化微库仑法测定总硫含量；

——第 5 部分：用氢解-速率计比色法测定总硫含量；

——第 6 部分：用电位法测定硫化氢、硫醇型硫和硫氧化碳含量；

——第 7 部分：用林格奈燃烧法测定总硫含量；

——第 8 部分：用紫外荧光光度法测定总硫含量；

——第 9 部分：用碘量法测定硫醇型硫含量；

——第 10 部分：气相色谱法；

——第 11 部分：用着色长度检测管法测定硫化氢含量；

——第 12 部分：用激光吸收光谱法测定硫化氢含量。

本部分为 GB/T 11060 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分修改采用 ISO 6326-5:1989《天然气 含硫化合物的测定 第 5 部分：林格奈燃烧法》(英文版)。

本部分做了下列技术性修改，与 ISO 6326-5:1989 的主要技术差异是：

——本部分的名称由“天然气 含硫化合物的测定 第 5 部分：林格奈燃烧法”改为“天然气 含硫化合物的测定 第 7 部分：用林格奈燃烧法测定总硫含量”；

——删除第 1 章范围中“注：在 ISO 6326 的所有部分， 1 m^3 气体的表示都是在通常条件下($0 \text{ }^\circ\text{C}$ 和 101.325 kPa)”；

——第 2 章规范性引用文件中，将一些适用于国际标准的表述修改为适用于我国标准的表述，ISO 标准均替换为我国对应内容的国家标准，其余章节对应内容也作相应修改，增加了“GB/T 13609 天然气取样导则”规范性引用文件；

——增加了第 6 章取样，后续章节编号顺延；

——将原标准中钼试剂的全称改为：1-(邻肿酸偶氮苯)-2-苯酚-3,6-二磺酸；

——为了与我国现行的《天然气标准参比条件》等相关标准一致，将 ISO 6326-5:2003 中第 6.3 节公式(1)中气样体积计量的标准参比条件“ $0 \text{ }^\circ\text{C}$ 和 101.325 kPa ”改为“ $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 和 101.325 kPa ”；

——将第 8 章精密度进行了修改；

——删除资料性附录 A 和参考文献。

本部分由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)提出并归口。

本部分起草单位：中国石油西南油气田分公司天然气研究院。

本部分主要起草人：鲁春、涂振权、罗勤、王宏莉、许文晓、常宏岗。

式中：

V_n ——气样校正体积,单位为立方米(m^3)；

V ——取样体积,单位为立方米(m^3)；

p ——取样时的大气压力,单位为千帕(kPa)；

p_e ——取样时压力计的压力,单位为千帕(kPa)；

t ——气样温度,单位为摄氏度($^{\circ}C$)。

8 分析

吸收液中总硫含量超过 0.1 mg,选择用指示剂的目视滴定法；而较低含量选择浊度滴定法。

8.1 目视滴定法测定硫含量

8.1.1 试剂:分析过程中,只能用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

8.1.1.1 异丙醇

8.1.1.2 高氯酸钡标准溶液:在 1 000 mL 容量瓶中溶解 1.7 g 高氯酸钡 $[Ba(ClO_4)_2]$ 于 200 mL 水中,加异丙醇至刻度和用高氯酸调节 pH 值至 3.5。此标准溶液用 0.005 mol/L 硫酸标准溶液标定。

1 mL 此标准溶液相当于 0.16 mg 的 S。

8.1.1.3 钼¹⁾指示剂,0.2%(质量分数)水溶液:储存于硅化玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

8.1.1.4 亚甲蓝指示剂,0.01%(质量分数)水溶液:储存于硅化玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

8.1.2 仪器

8.1.2.1 容量瓶:1 000 mL,符合 GB/T 12806。

8.1.2.2 移液管:20 mL,符合 GB/T 12808。

8.1.2.3 锥形瓶:250 mL。

8.1.2.4 滴定管:25 mL,分度值为 0.05 mL,符合 GB/T 12805。或用自动滴定仪。

8.1.2.5 烧杯:250 mL。

8.1.3 步骤

浓缩吸收液:将装含有至少 0.1 mg 的硫的吸收液的烧杯放置在电炉上蒸发至约 20 mL。

警告:不要在火焰上方蒸发。

用电炉浓缩吸收液应在密闭的通风橱中进行。操作烧杯时应小心,过氧化物有引起爆炸的危险。

操作过程中应戴好安全眼镜。

将浓缩后的吸收液,用 4 倍体积的异丙醇混合,摇动混匀。再加入 6~8 滴钼指示剂(8.1.1.3)和 10 滴亚甲蓝指示剂(8.1.1.4)。

需要时可由操作者调节钼指示剂和亚甲蓝指示剂的比例。

用高氯酸钡(8.1.1.2)标准溶液滴定,直到溶液颜色由黄色变为粉红色,或在亚甲蓝指示剂存在的情况下从绿色变为紫/灰色。

钼指示剂的终点在某些光线下很难看出,特别是荧光灯和直射的太阳光下。在日光灯前滴定能获得较好的结果。

光度计在波长 520 nm 处易检测到颜色变化。

8.1.4 计算

气样中总硫的质量浓度 ρ_s (mg/ m^3)按式(2)计算:

$$\rho_s = \frac{V_1 c_1}{V_n} \dots\dots\dots (2)$$

1) 钼试剂是注册商标名称,全称是 1-(邻肿酸偶氮苯)-2-苯酚-3,6-二磺酸。

天然气 含硫化合物的测定 第 7 部分:用林格奈燃烧法测定总硫含量

1 范围

本部分规定了用林格奈燃烧法测定天然气中总硫含量的试验方法。

本部分适用于天然气中总硫含量的测定,测定范围 0.5 mg/ m^3 ~1 000 mg/ m^3 。吸收液中总硫含量高于 0.1 mg,选择用指示剂的目视滴定;吸收液中总硫含量低于 0.1 mg,选择用浊度滴定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—1991,eqv ISO 385:1984)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12808—1991,eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12806—1991,eqv ISO 648:1977)

GB/T 13609 天然气取样导则(GB/T 13609—1999,eqv ISO 10715:1997)

HG/T 3115—1998 硼硅酸盐玻璃 3.3 的性能(HG/T 3115—1998,idt ISO 3585:1991)

3 方法原理

一定体积的气样与空气在大气压于一个玻璃燃烧器中燃烧。生成的氧化物被过氧化氢溶液吸收并转变成硫酸。根据待测气样中硫含量的高低,选择用指示剂的目视滴定法或浊度滴定法测定。

4 试剂和材料

在分析过程中只能使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 过氧化氢,10%(质量分数)水溶液:无硫,作为硫氧化物的吸收液。

4.2 活性炭:用于吸附燃烧空气中的硫杂质。

4.3 吸收液氢氧化钾,30%(质量分数)水溶液:用于净化燃烧的空气。

5 装置

装置示意图见图 1。