

ICS 75.080
E 30



中华人民共和国国家标准

GB/T 11140—2008
代替 GB/T 11140—1989

GB/T 11140—2008

石油产品硫含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法

Standard test method for sulfur in petroleum products by wavelength
dispersive X-ray fluorescence spectrometry

中华人民共和国
国家标准
石油产品硫含量的测定
波长色散 X 射线荧光光谱法
GB/T 11140—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 1.25 字数 31 千字
2008 年 12 月第一版 2008 年 12 月第一次印刷

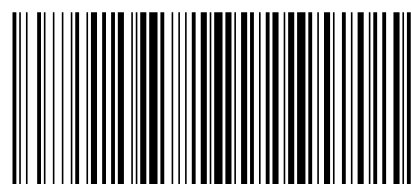
*

书号: 155066 · 1-34940 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)68533533



GB/T 11140-2008

2008-08-25 发布

2009-02-01 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

表 A.3 所有样品在高功率仪器下的精密度值

S/(mg/kg)	式(A.5)的重复性值 r/(mg/kg)	式(A.6)的再现性值 R/(mg/kg)
1.0	0.09	0.31
5.0	0.33	1.19
10.0	0.60	2.13
25.0	1.28	4.58
50.0	2.31	8.20
100.0	4.12	14.66
500	15.9	56.5
0.100%	28.4	101.0
0.500%	109.5	389.3
1.00%	196	696
4.60%	704	2 501

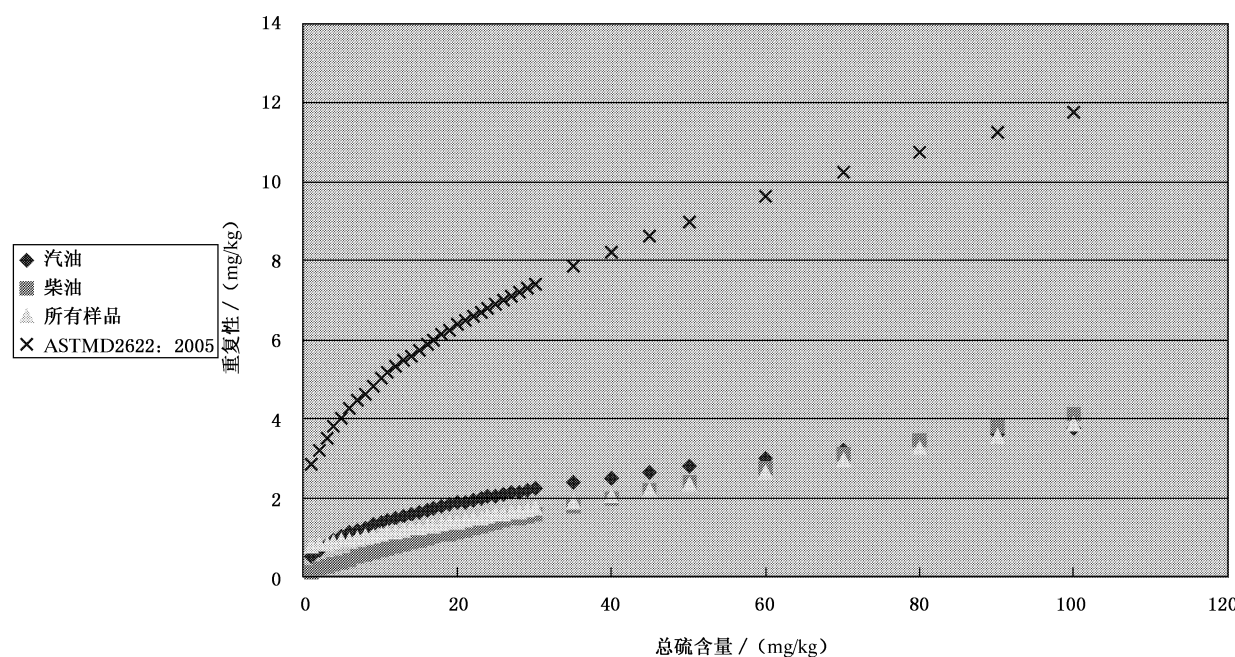


图 A.1 汽油、柴油和所有样品的重复性

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D2622:2007《波长色散 X 射线荧光光谱法测定石油产品硫含量的方法》。

本标准根据 ASTM D2622:2007 重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 ASTM D2622:2007 时进行了修改。本标准与 ASTM D2622:2007 的技术差异如下:

——本标准将 ASTM D2622:2007 中部分引用标准修改为引用我国相应国家标准和行业标准。

——为了使用方便,本标准还做了如下编辑性修改。

——重复性和再现性的文字表达按我国的习惯进行了修改。

本标准代替 GB/T 11140—1989《石油产品硫含量测定法(X 射线光谱法)》,GB/T 11140—1989 是参照采用 ASTM D2622:1982 制定的。

本标准与 GB/T 11140—1989 相比主要技术差异如下:

——本标准的名称进行了修改,由《石油产品硫含量测定法(X 射线光谱法)》修改为《石油产品硫含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》;

——本标准扩充了适用范围;

——本标准的测定限值有所改变,由 10 mg/kg~5.0%(质量分数)改为 3 mg/kg~4.6%(质量分数);

——本标准引用标准有所增加;

——本标准干扰元素有增减;

——本标准的试验步骤章中不同晶体的 2θ 角度有增减;

——本标准增加了意义与用途、干扰因素、质量控制三个章;

——本标准将 GB/T 11140—1989 方法中的取样、准备工作章修改为取样和试样制备、校准章;

——本标准的精密度进行了修改;

——本标准增加了附录 A《精密度的说明》。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司上海高桥分公司。

本标准主要起草人:曹毅春、桑国翠。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 11140—1989。

附录 A
(资料性附录)
精密度的说明

石油产品硫含量的测定
波长色散 X 射线荧光光谱法

A.1 汽油的精密密度

实验室间的研究中,用了 5 个汽油样品,其总硫含量大约在 5(mg/kg)~70(mg/kg),其精密度的控制为:

- 样品 1 NIST SRM 2298,高辛烷值汽油
- 样品 2 NIST SRM 2296,含 13%的乙基叔丁基醚汽油
- 样品 3 NIST SRM 2299,新配方汽油
- 样品 4 含 5%乙醇的汽油
- 样品 11 普通无铅汽油

A.1.1 重复性(r)

同一操作者在同一实验室,使用相同仪器,按方法规定的步骤,对同一样品进行重复测定所得两个结果之差不应超过式(A.1)的计算值,计算结果见表 A.1,其数据图见图 A.1。

$$r = 0.5006X^{0.4377} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:
X——总硫含量,mg/kg。

A.1.2 再现性(R)

不同操作人员在不同实验室,使用不同仪器,按方法规定的步骤,对同一样品进行测定所得的两个独立结果之差,不应超出式(A.2)的计算值,计算结果见表 A.1,其数据图见图 A.1。

$$R = 1.4533X^{0.4377} \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:
X——总硫的含量,mg/kg。

表 A.1 汽油的精密密度值

S/(mg/kg)	式(A.1)的重复性值 r/(mg/kg)	式(A.2)的再现性值 R/(mg/kg)
5.0	1.01	2.94
10.0	1.37	3.98
25.0	2.05	5.95
70.0	3.21	9.33

A.2 柴油的精密密度

实验室间的研究中,用了 5 个柴油样品,其总硫含量大约在 11(mg/kg)~5 500(mg/kg),其精密度的控制为:

- 样品 5 NIST SRM 2723a
- 样品 7 NIST SRM 2770
- 样品 8 NIST SRM 2724b
- 样品 15 柴油

1 范围

- 1.1 本标准规定了单相及室温条件下液态的、适当加热呈液态的或者可溶于烃类溶剂的石油和石油产品总硫含量的测定方法。本标准适用于测定柴油、喷气燃料、煤油、其他馏分油、石脑油、渣油、润滑油基础油、液压油、原油、车用汽油、含醇汽油和生物柴油。
- 1.2 用 ASTM D6259 统计过程计算出本标准的合并测定极限值为 3 mg/kg。
- 1.2.1 对于一台特定的实验室仪器,其测定极限值和精密密度取决于仪器的 X 射线管的功率(低或高功率)、样品的类型以及实验室对此方法的具体操作。
- 1.3 对于硫含量超过 4.6%(质量分数)的样品可以通过对样品的稀释,使其硫含量达到本标准的适用范围。稀释后样品测定结果会比第 14 章提到的未稀释样品测定结果的误差高。
- 1.4 挥发性样品(如高蒸气压汽油或轻质烃类)因为分析期间轻质组分的选择性损失,可能不符合本标准的精密密度。
- 1.5 本标准的一个基本假定,是标准样品与待测样品的基体物质非常匹配或如 12.2 中所说明的基体物质的不同。标准样品与待测样品之间碳氢质量比的差异或存在其他干扰元素或物质(见表 1),会造成基体物质的不匹配。
- 1.6 本标准采用 SI 国际单位制单位。
- 1.7 本标准只对某些与试验过程有关的特殊危险予以说明,而没有提及所有的安全问题。因此,用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施,并制定相应的管理制度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)
- GB/T 8170 数值修约规则
- GB/T 17040 石油和石油产品硫含量的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法
- SH/T 0631 润滑油和添加剂中钼、钙、磷、硫和锌测定法(X 射线荧光光谱法)
- ASTM D6259 测量下限值的确定标准实用方法
- ASTM D6299 应用统计学质量认证技术评价分析测定体系性能的方法
- ASTM D7343 用 X 射线荧光光谱法对石油产品和润滑油进行样品处理校准和验证以及元素分析最优化

3 方法概要

将样品置于 X 射线光束中,测定 0.537 3 nm 波长下硫 K α 谱线强度。将最高强度减去在 0.519 0 nm(对于铑靶 X 射线管为 0.543 7 nm)的推荐波长下测得的背景强度,作为净计数率与预先制定的校准曲线进行比较(见第 12 章),从而获得质量分数或毫克每千克(mg/kg)表示的硫含量。