

中华人民共和国国家标准

石油产品和烃类化合物 硫含量的测定 Wickbold 燃烧法

GB/T 12700—90

Petroleum products and hydrocarbons
—Determination of sulfur content—Wickbold
combustion method

本标准参照采用国际标准 ISO 4260—87《石油产品和烃类化合物——硫含量的测定——Wickbold 燃烧法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了石油产品、天然气和烯烃中硫含量测定的 Wickbold 燃烧法。

本标准适用于试样中硫含量范围为 1~10 000 mg/kg 的产品,并且特别适用于总硫量低于 300 mg/kg 的试样。对于粘性的重芳烃或硫含量高的试样,可先用无硫溶剂稀释。本法也可用于天然气和炼厂气的总硫含量测定。对于轻质烯烃中硫的测定见 8.6.4 条。

本标准不适用于重质发动机油中硫含量的测定。

注:① 如果需要测定石油产品中的总氯含量,可用一般的容量法、重量法或电位滴定法对本法燃烧后的吸收液中所存在的氯离子进行测定。无机氯必须在燃烧前用水萃取除去。否则将产生干扰。

② 当粘性的或固体试样,如沥青或重质燃料油被放置在燃烧舟中燃烧时,可能有部分硫残留在舟中的灰里,此时必须对灰中的硫含量也进行测定。

注意:本标准内容涉及玻璃仪器或不锈钢燃烧器中的氢气燃烧,因此必须严格遵守有关安全规则。

2 引用标准

- GB 7715 工业用乙烯
- GB 7716 工业用丙烯
- GB 6601 工业用裂解碳四 液态采样法
- GB 4756 石油和液体石油产品取样法(手工法)。

3 方法原理

气体或液体试样被抽送至吸入式燃烧器的氢氧焰中,并在氧气相当过量的条件下燃烧。粘性或固体试样最好先溶解在轻质石油-甲苯混合物中处理为液相试样后再进行燃烧,或直接置于燃烧舟内在氧气流中燃烧。

燃烧生成的二氧化硫用过氧化氢溶液吸收并被转化为硫酸。根据试样中的硫含量,按表 1 选用第 9 章中所述的适宜方法测定吸收液中的硫酸根离子。

表 1 试样中硫含量和取样量之间的关系及所推荐的分析方法

试样中硫含量 mg/kg	取样量 g	吸收液中含有的硫, μg	吸收液 取用比例	所取用吸收液中 含有的硫, μg	推荐的分析方法	
—	100	100	1/2	50	电导滴定法 (9.3)	浊度比色法 (9.2)
—	50	50	1/1	50		
1	20	20	1/1	20		
5	20	100	1/2	50		
—	50	250	1/5	50		
—	50	250	1/1	250		
10	5	50	1/1	50	目视滴定法 (9.1)	
—	10	100	1/2	50		
—	20	200	1/2	100		
—	50	500	1/2	250		
30	5	150	1/2	75		
—	10	300	1/2	150		
—	20	600	1/2	300		
—	50	1 500	1/5	300		
50	5	250	1/2	125		
—	10	500	1/2	250		
—	30	1 500	1/5	300		
100	2	200	1/2	100		
—	5	500	1/2	250		
—	10	1 000	1/5	200		
1 000	1	1 000	1/5	200		
—	2	2 000	1/5	400		
10 000	1	10 000	1/10	1 000		

4 试剂和材料

本方法所用试剂除特殊规定外,均为分析纯试剂、蒸馏水或同等纯度的水。

各个分析方法所用试剂和材料见第 9 章以及:

- 4.1 3% (m/m) 过氧化氢溶液。
- 4.2 95% (V/V) 无硫乙醇。
- 4.3 无硫稀释剂: 4 体积无硫轻质石油(沸点范围 60~80℃)和 1 体积无硫甲苯混合而成。
- 4.4 氧: 压缩气体, 工业级, 无硫。
- 4.5 氢: 压缩气体, 工业级, 无硫。
- 4.6 浓盐酸: ρ_{20} 1.19 g/cm³。
- 4.7 十二烷二硫化物或硫苄标准溶液: 将已知量(称准至 0.1 mg)的十二烷二硫化物或硫苄溶解于无硫稀释剂(4.3)中。该标准溶液的浓度应根据所选用的分析方法, 按表 1 中第一列试样中硫含量的范围进行选择。

4.8 汞。

5 仪器和设备

各个分析方法所用的仪器见第9章。

5.1 氢氧焰燃烧装置：

气体或液体试样燃烧装置见图1，粘稠性或固体试样燃烧装置见图2。

这些燃烧装置务必按厂商说明书中的说明进行操作，并通过燃烧标样进行检验。见第10章。

由于氢氧焰燃烧时能激发出对人眼有害的射线，所以操作者应佩戴防护玻璃滤色护目镜（如氧-乙炔焊接护目镜）。

轻质烯烃应使用不锈钢燃烧器。见图3，8.6.4条。

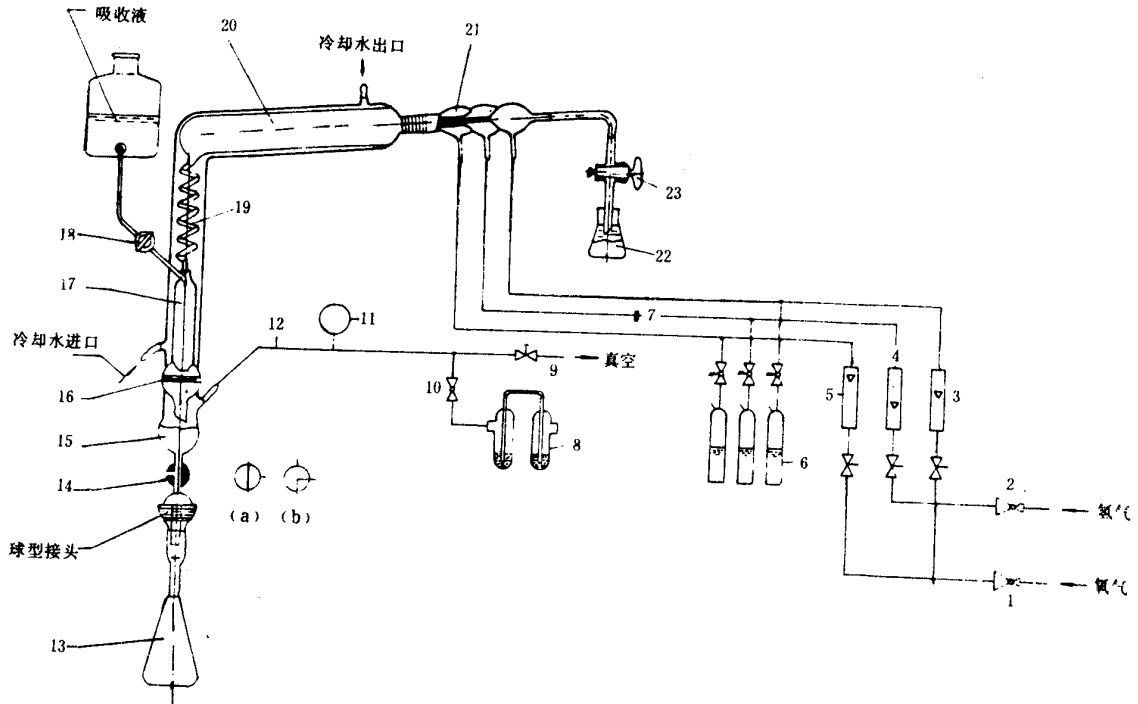


图1 气体或液体试样燃烧装置

- 1—氧气减压阀；2—氢气减压阀；3—第二氧气管线的流量计；4—氢气管线的流量计；5—第一氧气管线的流量计；6—超压容器；7—阻火器；8—压力平衡指示器；9—真空阀；10—考克；11—真空表；12—真空管线；13—细颈容量瓶；14—a、b二位三通考克；15—滴液收集室；16—玻璃砂芯；17—吸收塔；18—考克；19—冷却器；20—燃烧室(透明熔融石英)；21—吸入式燃烧室(不锈钢或透明熔融石英)；22—试样容器；23—考克