

6 报告

报告应包括以下内容：

- a) 有关试样的全部资料,例如名称、批号、采样地点、采样时间等；
- b) 本标准代号；
- c) 测定结果；
- d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明；
- e) 分析人员的姓名及分析日期等；
- f) 未包括在本标准中的任何操作及自由选择的操作条件的说明。

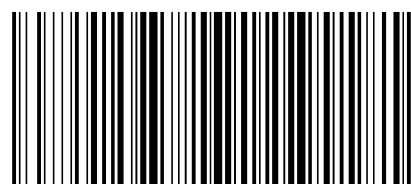


中华人民共和国国家标准

GB/T 11141—2014
代替 GB/T 11141—1989

工业用轻质烯烃中微量硫的测定

Light olefins for industrial use—Determination of trace sulfur



GB/T 11141—2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-50253

定价: 16.00 元

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

4.6.5 样品的测定

选取 5 mL 医用注射器从样品容器中抽取气态试样。取样时,先用样品气置换 3 次~5 次后再取样,并以 2 mL/min~3 mL/min 匀速进样,每个样品测定两次,滴定并记下库仑计读数(ng)。

注:为避免对针筒的污染,对硫含量差别较大的试样或标准液,微量注射器和针筒要区别专用。

4.7 分析结果的表述

4.7.1 计算

试样的硫含量 w_2 由式(4)进行计算,以毫克每千克(mg/kg)计。

$$w_2 = \frac{m_4 \times (273 + t_2) \times 101\,325 \times 22\,410}{V_4 \times 273 \times p_2 \times M_3 \times 10^3 \times F} = \frac{m_4 \times (273 + t_2) \times 8\,317.6}{V_4 \times p_2 \times M_3 \times F} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- m_4 ——微库仑计显示的硫的质量,单位为纳克(ng);
- t_2 ——试样温度,单位为摄氏度(°C);
- 101 325——标准状态下气压,单位为帕斯卡(Pa);
- 22 410 ——标准状态下理想气体摩尔体积,单位为毫升每摩尔(mL/mol);
- V_4 ——注入的气体试样体积,单位为毫升(mL);
- 273 ——标准状态下温度,单位为开尔文(K);
- p_2 ——试验时的大气压值,单位为帕斯卡(Pa);
- M_3 ——试样的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- F ——硫的回收率(质量分数),%;
- 8 317.6 ——标准状态下理想气体换算系数,单位为帕斯卡毫升每摩尔开尔文[Pa·mL/(mol·K)]。

4.7.2 结果的表示

以两次重复测定结果的算术平均值报告其分析结果,按 GB/T 8170 的规定修约至 0.1 mg/kg。

5 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 3 中重复性限(r),以超过重复性限(r)的情况不超过 5%为前提。

表 3 不同硫含量样品的重复性限(r)

硫含量 X mg/kg	重复性限(r) mg/kg	
	紫外荧光法	氧化微库仑法
$X \leq 1$	0.2	0.4
$1 < X \leq 10$	1	1
$10 < X \leq 100$	4	4

中华人民共和国
国家标准
工业用轻质烯烃中微量硫的测定
GB/T 11141—2014

*

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(100029)
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 0.75 字数 15 千字
2014 年 10 月第一版 2014 年 10 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50253 定价 16.00 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

4.6 测定步骤

4.6.1 仪器操作

4.6.1.1 将洗净、烘干的石英燃烧管装入燃烧炉内,连接载气和反应气管线。

4.6.1.2 用电解液冲洗滴定池 2 次~3 次,然后将电解液注入滴定池中,液面应高于电极 5 mm~10 mm。放入搅拌子,并将滴定池置于电磁搅拌器上,再将滴定池进口与燃烧管出口相连接。最后将指示电极对和电解电极对的引线分别接至微库仑计的相应接线端子。

4.6.1.3 接通电源与气源,并将炉温、气体流量等参数调节至仪器说明书推荐的操作条件。

4.6.1.4 开启电磁搅拌器的电源,调节搅拌速度至形成轻微旋涡。待指示电极对间电位差恒定于工作电位后,即可进行如下测定。

4.6.2 校正

每次分析试样前需用与待测试样硫含量相近的硫标准溶液进行校正,以测定硫的回收率。

先用 10 μL 微量注射器吸取约 8 μL 的硫标准溶液,擦干针头,然后将针芯慢慢拉出,直至液体与空气交界的弯月面对准在 1 μL 刻度处,记下针芯端位置的读数。进样时针头一定要插至预热区,并匀速 4 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~5 $\mu\text{L}/\text{min}$ 进样,至针芯接近 1 μL 刻度时停止进样,拉出针芯,使液体和空气的弯月面再次对准在 1 μL 处,记下针芯端位置的读数,两个读数之差就是液体标样的体积。进样后,指示电极对间的电位差发生变化,滴定至原来的工作电位,记下库仑计读数。

硫的回收率 $F(\%)$ 按式(3)计算:

$$F = \frac{m_3}{c_1 \times V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_3 ——微库仑计滴定出的硫的质量,单位为纳克(ng);

c_1 ——标准溶液中硫含量,单位为纳克每微升(ng/ μL);

V_3 ——注入标准溶液的体积,单位为微升(μL)。

每个标准溶液重复测定三次,三次测定结果的相对标准偏差不超过 5%,取其回收率的算术平均值作为校正因子。回收率应在 75%~95%之间,如果回收率超出要求,则应检查仪器系统。

4.6.3 液态样品的汽化

液态样品需经汽化后方可进行硫含量的测定。汽化方式可采用水浴汽化和闪蒸汽化。

4.6.4 试样量

根据待测试样硫含量范围,应按表 2 所示采取适量试样。

表 2 不同硫含量范围的待测试样的取样量

硫含量 mg/kg	取样量 mL
<1	5
1~10	3~5
10~100	1~3

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 11141—1989《轻质烯烃中微量硫的测定 氧化微库仑法》。

本标准与 GB/T 11141—1989 相比的主要变化如下:

——修改了标准名称;

——增加了紫外荧光法(见第 3 章);

——氧化微库仑法中电解液的配制方法改为按照仪器说明书的要求配制(见 4.2.6,1989 年版的 4.6);

——氧化微库仑法中水浴温度改为 60 $^{\circ}\text{C}$ ~70 $^{\circ}\text{C}$,删除了水浴装置图(见 3.3.5.1,1989 版 6.3.2);

——氧化微库仑法中增加了闪蒸汽化装置(见 4.3.4)。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会(SAC/TC 63/SC 4)归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院。

本标准主要起草人:李诚炜、许竞早、张育红。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 11141—1989。