

ICS 75.080
E 30



中华人民共和国国家标准

GB/T 17040—2008
代替 GB/T 17040—1997

GB/T 17040—2008

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

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

中华人民共和国
国家标准
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
GB/T 17040—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 0.75 字数 11 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

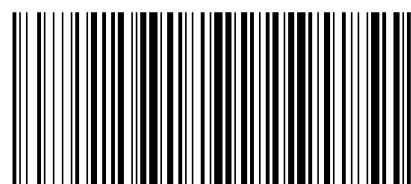
*

书号: 155066·1-34901 定价 14.00 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 17040-2008

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 4 (续)

NIST 标准物质	S/(质量分数)	偏差	显著性
SRM 1623c	0.381	-0.011 9	是
SRM 1621e	0.948	-0.019 8	否
SRM 2717	3.02	0.007 2	否

注：NIST——美国国家标准技术研究院。

16 关键词

分析；能量色散；石油；光谱测定法；硫；X 射线。

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D4294:2003《石油和石油产品硫含量的标准测定方法(能量色散 X 射线荧光光谱法)》。

本标准根据 ASTM D4294:2003 重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 ASTM D4294:2003 时进行了修改。本标准与 ASTM D4294:2003 的主要技术差异如下:

——规范性引用文件中引用了我国相应的国家标准和行业标准;

——重复性和再现性的文字表述按我国的习惯进行了修改。

本标准代替 GB/T 17040—1997《石油产品硫含量测定法(能量色散 X 射线光谱法)》,GB/T 17040—1997 是等效采用 ASTM D4294:1990(1995)¹ 制定的。

本标准与 GB/T 17040—1997 相比主要变化如下:

——标准名称进行了修改,在 GB/T 17040—1997 中标准名称为《石油产品硫含量测定法(能量色散 X 射线光谱法)》,而本标准的名称为《石油和石油产品硫含量的测定 能量色散 X 射线光谱法》;

——本标准扩大了适用范围,除了 GB/T 17040—1997 中所规定的适用范围,本标准还适用于原油及氧含量较高的石油产品中硫含量的测定;

——本标准扩大了硫含量的测定范围,在 GB/T 17040—1997 中,测定硫含量的下限是 0.05%(质量分数),而本标准将硫含量的测定范围降低到 0.015 0%(质量分数);

——本标准增加了一项引用标准 SH/T 0253,用来测定配制标样所用稀释剂中的硫含量;

——本标准提出如果使用与试样基质类似的物质作为稀释剂配制标准样品,测定硫含量的准确度会提高;

——本标准规定所用稀释剂的硫含量小于 2 mg/kg,在 GB/T 17040—1997 中规定所用稀释剂的硫含量小于 20 mg/kg;

——本标准中装样的最小深度为 4 mm,在 GB/T 17040—1997 中,装样的最小深度为 3 mm;

——本标准没对 X 射线光路提出明确的要求,在 GB/T 17040—1997 中,对 X 射线光路规定为空气;

——本标准提供了几种可用的窗口薄膜及使用指南;

——本标准使用两组标准样品,在 GB/T 17040—1997 中,使用三组标准样品;

——本标准提出使用标准检查样品来检查校准曲线的变化,用质量控制样品来验证仪器系统,取消了 GB/T 17040—1997 中用标准化试样校正仪器漂移;

——本标准中的精密度计算公式与 GB/T 17040—1997 中有所不同。

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石油化工科学研究院。

本标准主要起草人:高萍、何沛。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 17040—1997。

表 2 标准样品的组成

标样	1	2
硫含量(质量分数)/%	0.002 0~0.1	0.1~5.0
标准样品 1	0.000	0.000
标准样品 2	0.002 0	0.100
标准样品 3	0.005 0	0.500
标准样品 4	0.010 0	1.00
标准样品 5	0.030 0	2.50
标准样品 6	0.060 0	5.00
标准样品 7	0.100	

9.2 经过检定的校准标准样品:被某些可靠的标准组织检定过的一些标准物质,当它们的基质与试样相同时,可用来部分或全部代替本标准中的标准样品。所使用的标准物质的含量范围应能覆盖表 2 规定的浓度范围。

9.3 标准检查样品:一些在建立校准曲线时没有使用的标准物质(标准检查样品)可以被用来检查校准曲线的变化。标准检查样品可以是按照 9.1 单独制备的标准样品,也可以是 9.2 中的标准物质。标准检查样品的浓度应该接近试样的预期浓度。

9.4 质量控制样品:能代表被测样品特性的稳定石油产品可用来作为质量控制(QC)样品。定期测定此样品,来验证系统是否在满意的状态下(第 14 章)。

9.5 标准样品和质量控制样品的存放:所有的标准样品在不用的时候都要存放在带有玻璃或其他惰性材料塞子的棕色或用不透明材料包裹的玻璃瓶中,放在黑暗和温度低的地方。发现标样有沉淀或浓度有变化,这个标准样品就要报废。

10 仪器的准备

按照仪器厂家提供的说明书安装仪器,只要有可能,仪器应该连续运转以保持最佳的稳定性。

11 试验步骤

11.1 尽管 X 射线穿透样品的距离很短,但来自样品盒和样品的散射却可能不同。因此,分析人员应确保装入的试样在规定的最低深度以上,装入的试样超过这个深度,计数率的变化就不明显了。通常,试样装入样品盒的四分之三就足够了。样品池上部要有足够的受热空间,样品盒上方应有一小孔,当测定挥发性的试样时防止 X 射线照射面的窗口膜变成弓形。

警告:避免将可燃性液体溢漏在分析仪内。

11.2 仪器校准:按照仪器说明书,在适当的范围内校正仪器。通常,校准过程包括调整仪器,使其能够记录硫的 X 射线净强度,然后是已知含量的标准样品测定。用表 3 中仪器推荐的计数时间,每个标准样品读取两个强度计数。在最短的时间间隔内,用新的样品盒和新取的标准样品重复这个步骤。每个标准样品测定两次,所有的标准样品都测完后,从获得的数据中计算出每个标准样品中硫的平均计数,然后绘制校准曲线。校准完成后,立即测定一个或多个标准检查样品的硫含量(9.3),测量值与推荐值的相对误差(质量分数)不能超过 3%。如果超过了 3%,那么校准过程与校准曲线都是可疑的。调整测量条件,重新进行校准。计算校准曲线时,应考虑试样与标准样品的基质差别的程度。

11.3 试样的测定:按 11.1 条将试样装入样品盒中。如果是黏稠的试样,在将它倒入样品盒之前,应事先加热使其能很容易地倒入样品盒。保证在窗口和液体之间没有空气泡。测定每一个试样(见表 3,不同的含量范围使用相应的计数时间)。在最短的时间间隔内,用新的样品盒和新取的试样重复这个步骤。得到的两个连续测定结果的平均值即为试样的硫含量。如果此平均值不在校准曲线的含量范围

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

1 范围

1.1 本标准规定了用能量色散 X 射线荧光光谱法测定石油和石油产品中的硫含量的试验方法。本标准适用于测定包括柴油、石脑油、煤油、渣油、润滑油基础油、液压油、喷气燃料、原油、车用汽油、和其他馏分油在内的碳氢化合物中的硫含量。另外,对于其他产品的硫含量,如 M85 和 M100,用本标准也可以进行分析。测定的硫含量范围(质量分数)从 0.015 0%到 5.00%。

1.2 本标准采用国际单位制(SI)单位。硫含量的质量分数以%表示。

1.3 本标准涉及某些有害的材料、操作和设备。但并未对与此有关的所有安全问题提出建议。因此,用户在使用本标准之前有必要建立适当的安全防范措施,并确定适当的管理制度。对于一些特殊的预防说明见第 7 章。

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 4076 密封放射源一般规定(GB/T 4076—1983,eqv ISO 1677:1977)

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)

SH/T 0253 轻质石油产品中总硫含量测定法(电量法)

3 方法概要

把样品置于从 X 射线源发射出来的射线束中,测量激发出来能量为 2.3 keV 的硫 K_α 特征 X 射线强度,并将累积计数与预先制备好的标准样品的计数进行对比,从而获得用质量分数表示的硫含量。

4 意义和用途

4.1 本标准可以快速、准确地测定石油产品中的硫含量,样品基本不需处理,一般一个样品的分析时间是 2 min~4 min。

4.2 许多石油产品的质量与其硫含量有关。了解硫含量对石油加工过程是很必要的。有关标准通过限制燃料中的硫含量,来防止或限制环境污染。

4.3 本标准为石油产品硫含量限值规定提供了检测手段。

4.4 如果用本标准测定的样品组成与本标准中规定使用的标准物质白油有显著差别的石油产品,就应注意第 5 章中的提示,分析结果会受干扰。

5 干扰

5.1 当检测器不能分辨样品中的一些共存元素发射的 X 射线与硫元素发射的 X 射线时,测定结果会受到干扰,光谱峰互相重叠。当样品中含有水、烷基铅、硅、磷、钙、钾和卤化物时,如果含量超过硫含量的十分之一或含量超过几百毫克每千克,就会引起光谱干扰。

5.2 样品中共存元素的含量变化会产生基体效应,直接影响硫元素特征 X 射线的吸收,使其测量强度