

中华人民共和国国家标准

石油产品硫含量测定法
(氧弹法)

GB/T 388—64

(1990年确认)

Petroleum products—Determination of
sulphur—Bomb method

本方法适用于测定润滑油、重质燃料油等重质石油产品中的硫含量。

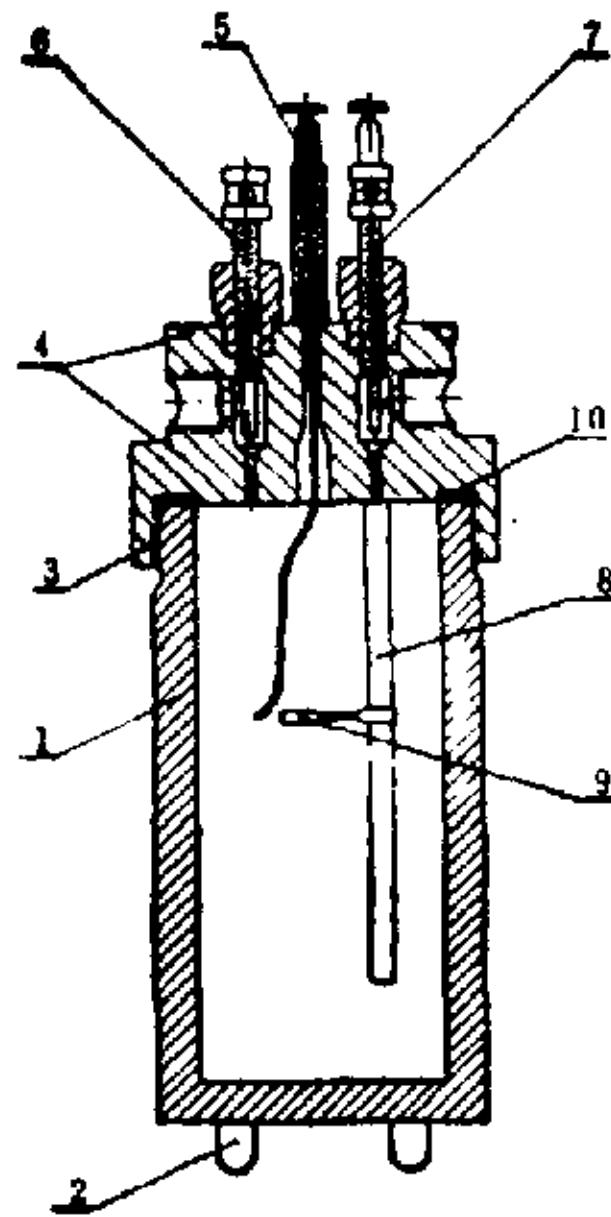
1 方法概要

试样在氧弹中进行燃烧,用蒸馏水洗出,然后用氯化钡进行沉淀,以测定试样中的硫含量。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 热量计用氧弹及其附件(见图):氧弹的容量为250~500毫升。



1—筒体;2—突出物;3—阳螺纹;4—弹盖;5—导电销;
6,7—针形阀;8—进气管;9—小环;10—槽沟

2.1.2 瓷坩埚:矮型,4号。

2.1.3 加热用水浴。

2.1.4 电炉。

2.1.5 烧杯:300~500毫升。

2.1.6 玻璃漏斗:60°角,直径50~65毫米。

2.1.7 洗瓶:500毫升或1000毫升。

2.2 材料

国家科委标准局1964-10-24发布

1965-07-01实施

2.2.1 引火线:铁线、镍合金线或铜线,直径不大于0.2毫米,切成长60~120毫米的等分线段(视氧弹内部配件的构造及点火方式而定)。

2.2.2 瓶装压缩氧气。

2.2.3 定量滤纸:慢速,直径70~90毫米。

2.2.4 轻质汽油。

2.3 仪器与材料的特殊要求

2.3.1 凡新氧弹或氧弹检修后,均须用精制轻质汽油、95%乙醇或乙醚仔细洗涤弹的内部及弹盖中的各槽沟,干燥后再用蒸馏水洗涤。

2.3.2 以12~15伏特的电压通过引火线,进行试样的点火。为了观察点火,最好将控制灯联到电路中。

2.3.3 氧气压力表,操作压力为30~40公斤力/厘米²,指示范围为60~75公斤力/厘米²。当弹装满氧气时,用它指示氧弹中压力。在用氧气瓶操作使用氧气减压阀时,此压力计应装在氧气减压阀上。如无减压阀时,在压力计支架上应安装安全阀,规定压力为40公斤力/厘米²。

氧弹、压力表及氧气连接管需经静水压检查,一年不少于一次。此时氧弹应以100公斤力/厘米²压力试验。

2.3.4 装压缩氧气的仪器的连接部分不许用润滑脂。如氧弹、弹盖的槽沟、衬垫、连接氧气用的装置设备等,在试验或发送时,被润滑油或其他油品所沾染,则应仔细地先用汽油再用95%乙醇或乙醚洗涤。

2.3.5 使用压缩氧气的操作,应严格遵守安全操作规程。

3 试剂

3.1 盐酸:化学纯。

3.2 氯化钡:分析纯,配成10%水溶液。

3.3 硝酸银:分析纯,配成3%水溶液。

3.4 甲基橙:配成0.02%水溶液。

3.5 95%乙醇:化学纯。

3.6 乙醚:化学纯。

4 试验步骤

4.1 检查连接部分是否紧密,如果为了紧密连接及加强密闭性而需要增加物理应力时,则应重换衬垫。

4.2 试验前,须用精制轻质汽油、95%乙醇或乙醚仔细洗涤氧弹的内部及弹盖中的各槽沟,干燥后再用热蒸馏水洗涤。

4.3 将氧弹放在底座内,在氧弹的底部注入蒸馏水20毫升。

4.4 取试样0.6~0.8克装入预先称量过的小杯中,称准至0.0002克。将此盛试样的杯放入弹内环中,并将引火线的中部插入杯中,线的两端要分别固定在导电销和管上。用手将弹盖拧上,再用双臂扳子拧紧。然后通过压力表的三通管与氧气瓶连接,自进气阀的管将氧气通入弹中,应注意勿用强烈气流,以免吹动试样。此时不将弹中空气挤出,使达30~35公斤力/厘米²压力;如用容量较小的弹,则采用较高的压力。

4.5 弹充满氧气后,将弹和氧气瓶拆开,浸入水中,检查是否密闭。然后置入水浴中,将电源的导线接于导电销和一个阀上,通以电流。以氧弹的筒体发热作为燃烧的象征,将弹放置水浴10分钟,使其冷却。然后自水浴中取出,擦干,放在固定在桌上的底座内,并小心地打开放气阀,使弹中气压降至常压的时间不少于5分钟。利用扳子将弹盖拧开,仔细检查小杯、弹壳及弹盖的内面和水面上是否存