

中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 0842—2010

汽油和柴油中硫含量的测定 单波长色散 X 射线荧光光谱法

Standard test method for sulfur in gasoline and diesel fuel by monochromatic
wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry

2011-01-09 发布

2011-05-01 实施

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D7039—07《汽油和柴油硫含量的标准测定方法(单波长色散 X 射线荧光光谱法)》。

本标准根据 ASTM D7039—07 起草。

为了适合我国国情，本标准在采用 ASTM D7039—07 时进行了修改。本标准与 ASTM D7039—07 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。

——重复性和再现性的文字表述按我国的习惯进行了修改。

——未采用 ASTM D7039—07 第 15 章精密度和偏差中注 6、注 7、注 8 和注 9 的内容。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

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(SAC/TC280/SC1)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。

汽油和柴油中硫含量的测定

单波长色散 X 射线荧光光谱法

1 范围

1.1 本标准规定了用单波长色散 X 射线荧光光谱法 (MWDXRF) 测定汽油、柴油中硫含量的试验方法。本标准适用于测定单相的汽油、柴油以及炼油厂用于调合汽油、柴油的不同馏分油中的总硫含量。本标准的精密度是通过用 1.1 条和 1.2 条中所描述的具有代表性的液体样品在多个实验室进行研究来确定的。测定硫含量的范围为 2mg/kg ~ 500mg/kg。本标准的合并测定极限值 (PLOQ) 估计为 4mg/kg。

注：由于分析过程中轻组分的挥发，具有高挥发性的样品如高蒸汽压汽油或者较轻的碳氢化合物也许达不到上述的精密度。

1.2 如果所用标准样品的基体与样品的基体相符，或者将附录 A 的基体校正应用在分析结果上，添加了含氧化合物的汽油样品也可以用本标准分析。基体相符和基体校正的条件列在讨论干扰的部分 (见第 5 章)。

1.3 用合适的溶剂稀释后，硫含量超过 500mg/kg 的汽油和柴油也可以用本标准分析 (见 5.2)。本标准中没有考察稀释后样品中硫含量测定的精密度和偏差，也许和所列未稀释样品的结果不一样 (见第 15 章)。

1.4 当样品的元素组成与用来建立校准曲线的标准样品的元素组成有显著差别时，应遵守第 5 章中的注意事项和建议，否则分析结果会受干扰。

1.5 本标准采用国际单位制 (SI) 单位。

1.6 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，并确定相关规章限制的适用性。对于一些特殊的预防说明见第 3 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。凡是注明日期的引用文件，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各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件，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)

3 方法概要

具有合适波长可以激发硫 K 层电子的单色 X 射线照射在装入样品盒的被测样品上，见图 1。由硫元素发出的波长为 0.5373nm 的 $K\alpha$ X 射线荧光被一个固定单色器收集，收集的硫元素的 X 射线荧光强度被检测器测量，并用校准方程将其转换成被测样品中硫的含量 (mg/kg)。与传统的波长色散 X 射线荧光分析技术中所用的多色激发相比，单色 X 射线激发减少了背景，简化了基体校正，提高了信噪比。

警告：接触过量的 X 射线有害健康，操作者应当采取适当的措施以防身体的任何部位受到一次以及二次或散射的 X 射线的照射，X 射线光谱仪的操作必须符合仪器生产厂家的安全准则和国家及地方的安全规定。

4 意义和用途

4.1 本标准可以快速、准确地测定汽油和柴油中的总硫含量，样品准备和分析操作步骤简单，一