



中华人民共和国国家标准

GB/T 17606—2009
代替 GB/T 17606—1998

原油中硫含量的测定 能量色散 X-射线荧光光谱法

Determination of sulfur in crude-oil
by energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry

2009-04-08 发布

2009-11-01 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

前 言

本标准修改采用 ASTM D 4294:2003《石油及石油产品硫含量测定标准试验方法 能量色散 X-射线荧光光谱法》(英文版)。

本标准根据 ASTM D 4294:2003 重新起草。本标准与 ASTM D 4294:2003 的主要差异如下:

——ASTM D 4294:2003 的名称为《石油及石油产品中硫含量测定标准试验方法 能量色散 X-射线荧光光谱法》,本标准名称为《原油中硫含量的测定 能量色散 X-射线荧光光谱法》;

——ASTM D 4294:2003 适用于石油及石油产品,本标准适用于原油;

——本标准适用于含水质量分数不超过 0.5% 的原油样品;

——本标准没有采纳 ASTM D 4294:2003 中专门关于石油产品的叙述。

本标准代替 GB/T 17606—1998《原油中硫含量的测定 能量色散 X-射线荧光光谱法》。

本标准与 GB/T 17606—1998 的主要技术差异如下:

——本标准在“1 范围”中,将硫含量质量分数测定范围从 GB/T 17606—1998 中的“0.05%~5.00%”改为“0.015 0%~5.00%”;

——本标准增加了“4 干扰”;

——本标准将 GB/T 17606—1998 中“4 试剂”改为“6 试剂及材料”;

——GB/T 17606—1998 中规定用氮气做光路,本标准不再对光路提出要求;

——GB/T 17606—1998 中校准标样为三组 14 个,本标准为两组 10 个;

——GB/T 17606—1998 中没有对稠油和重油的装样问题进行叙述,本标准增加了这部分内容;

——GB/T 17606—1998 中没有进行质量控制的叙述,本标准增加了“13 质量控制”;

——本标准依 ASTM D 4294:2003 对 GB/T 17606—1998 中“9 精密度”中的公式进行了修改。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由全国石油天然气标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中国石油大庆油田工程有限公司分析检测中心、中国石化石油化工科学研究院、中国石油大连石化公司质量环保检测中心、中国石化西北石油地质中心实验室。

本标准主要起草人:李季成、高萍、于婴、蒋齐光、李飞雪。

本标准于 1998 年首次发布。

原油中硫含量的测定

能量色散 X-射线荧光光谱法

1 范围

- 1.1 本标准适用于测定原油的总硫含量,硫含量质量分数测定范围为 0.015 0%~5.00%。
- 1.2 本标准适用于含水质量分数不超过 0.5%的原油样品,如果原油样品含水质量分数超过 0.5%,可在不破坏样品完整性的情况下进行脱水。原油水含量依据 GB/T 8929—2006 进行检测。
- 1.3 以国际单位制中规定的浓度单位作为标准,首选的硫含量单位为质量分数。
- 1.4 此标准没有列出所有的安全问题,使用者应建立一些合适的安全措施和实用的管理制度,以确保安全,预防知识见第 5 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 4075—2003 密封放射源 一般要求和分级
 GB/T 4756—1998 石油液体手工取样法
 GB/T 8929—2006 原油水含量测定法 蒸馏法

3 方法概述

将样品放在 X-射线源发出的射线束中,测定硫的特征 X-射线谱线强度,并将累积的谱线强度与预先制备好的标准样品的谱线强度相比较,且样品的硫含量应在已知校准标样的硫含量范围内,从而得到样品用质量分数表示的硫含量。

4 干扰

- 4.1 当原油样品中其他元素发射 X-射线,产生光谱干扰时,检测器就不能正确检测硫元素发射的 X-射线,结果产生光谱叠加。样品中含水、烷基铅、硅、磷、钙、钾以及卤化物时,含量超过硫含量十分之一或几百毫克每千克时,会产生光谱干扰。按照仪器生产厂家的操作说明书去校正仪器,从而消除干扰。
- 4.2 样品中元素浓度的变化可使基质发生变化,直接影响 X-射线吸收,从而改变每种元素的测量结果。此干扰通常发生在 X-射线荧光分析中,但不是光谱干扰。
- 4.3 有的仪器装有减少干扰的软件,可自动检查并减少干扰。
- 4.4 成分与 8.1 中所述的白油有较大差别的原油样品,可由选用基质物的成分与之成分相同或相近的标样进行分析。

5 仪器

能量色散 X-射线荧光光谱分析仪,只要是设计结构完整的能量色散 X-射线荧光光谱分析仪都可使用,仪器至少应具有下列部件:

- 5.1 X-射线发射源,其能量高于 2.5 keV。

警告:除其他的预防之外,使用放射源时,应按照 GB 4075—2003 要求将其很好地屏蔽起来,以免