

ICS 71.080.10
G 16



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

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

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.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2014年10月第一版

*

书号: 155066·1-50253

版权专有 侵权必究

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 ℃~70 ℃,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。

工业用轻质烯烃中微量硫的测定

1 范围

本标准规定了轻质烯烃(C₂~C₄)中的微量硫测定的紫外荧光法和氧化微库仑法。

本标准中紫外荧光法适用于硫含量在 0.2 mg/kg~100 mg/kg 的轻质烯烃的测定,氧化微库仑法适用于硫含量在 0.5 mg/kg~100 mg/kg 的轻质烯烃的测定。

本标准并不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全与健康措施,保证符合国家有关法规的规定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165:1976)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13289 工业用乙烯液态和气态采样法(GB/T 13289—2014, ISO 7382:1986, NEQ)

GB/T 13290 工业用丙烯和丁二烯液态采样法(GB/T 13290—2014, ISO 8563:1987, NEQ)

SH/T 1142 工业用裂解碳四液态采样法

3 紫外荧光法

3.1 方法原理

将气态试样或液态试样汽化后由载气带入燃烧管与氧气混合并燃烧,其中微量硫大部分转化为二氧化硫(小部分生成三氧化硫),试样燃烧生成的气体在除去水后被紫外光照射,二氧化硫吸收紫外光的能量转变为激发态的二氧化硫(SO₂*),当激发态的二氧化硫返回到稳定态的二氧化硫时发射荧光,并由光电倍增管检测,由所得信号值计算出试样的硫含量。

警告:接触过量的紫外光有害健康,试验者必须避免直接照射的紫外光以及次级或散射的辐射对身体各部位,尤其是眼睛的危害。

3.2 试剂与材料

3.2.1 噻吩或二丁基硫醚:纯度不低于 99%(质量分数),用于配制硫标准储备溶液。

3.2.2 异辛烷或正庚烷:用于配制硫标准储备溶液的溶剂。硫含量应不高于 0.2 ng/μL,必要时应对所用溶剂的硫含量进行空白校正。

3.2.3 载气:氩气,纯度不低于 99.99%(体积分数)。

3.2.4 反应气:氧气,纯度不低于 99.99%(体积分数)。

3.2.5 硫标准储备溶液:1 000 ng/μL。称取约 0.46 g 二丁基硫醚(或 0.26 g 噻吩),精确至 0.000 1 g,放入 100 mL 容量瓶中,用异辛烷或正庚烷稀释至刻线。溶液中的硫含量按式(1)计算。