



中华人民共和国国家标准

GB/T 3208—2009
代替 GB/T 3208—1982

苯类产品总硫含量的微库仑测定方法

Standard test method for the total sulfur content in benzene-type
products by oxidative microcoulometry

2009-07-08 发布

2010-04-01 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
苯类产品总硫含量的微库仑测定方法
GB/T 3208—2009

*

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 17 千字
2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38867

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

前 言

本标准修改采用日本标准 JIS K 2541-2:2003《原油及石油产品——含硫量试样方法 第 2 部分：微电量滴定式氧化法》(日文版)。

本标准采用 JIS K 2541-2:2003 时作了一些修改,有关技术性差异已编入正文,以下给出了这些技术性差异。附录 A 中给出了结构性差异的一览表,以供参考。

- 修改了适用范围的内容,并将备注转换成本标准的警告和正文(本标准的警告和 1.1、1.2、1.3);
- 修改了硫标准试剂的品种(本标准 4.9);
- 增加了单点校正的方法(本标准 5.2.6.1);
- 修改了试样的提取与调制方法和结果的表示方法的内容。

本标准代替 GB/T 3208—1982《苯类产品总硫含量的微库仑测定方法》。

本标准与 GB/T 3208—1982 相比,主要变化如下:

- 增加了前言、警告、规范性引用文件的内容;
- 修改了适用范围;
- 增加了试样的采取和制备的内容;
- 修改了仪器设备和试验步骤;
- 增加了市售有证全硫标准物质的内容;
- 增加了多点校准线法;
- 增加了检查试验的内容;
- 增加了数值修约的内容;
- 增加了试验结果报告的内容。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:上海宝钢化工有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:施淡淡、唐政、费建华、宋美香、孙伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3208—1982。

苯类产品总硫含量的微库仑测定方法

警告:在本标准所示测试方法中,需使用到部分危险试剂和试验仪器,部分操作过程也存在一定危险性,由于不可能对所有安全使用方法作出具体规定,使用者有责任采用适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

- 1.1 本标准规定了苯类产品总硫含量测定的原理、试剂、仪器设备、试验步骤、结果计算、精密度等。
- 1.2 本标准适用于焦化苯、焦化甲苯和焦化二甲苯中硫含量的测定。测定范围:1 mg/kg ~ 1 000 mg/kg。
- 1.3 对于每单位重量含氮量超过 0.1% 或含氯量超过 1.0% 的试样,使用本方法测定可能存在一定的误差,但只需要在滴定容器的电解液中添加适量叠氮化钠即可消除该误差。本标准不适用于每单位重量溴和有机金属化合物含量超过 500 mg/kg 的试样。
- 1.4 对于每单位重量含硫量超过 200 mg/kg 的试样,可用异辛烷或甲苯进行稀释至 50 mg/kg 左右后再进行测定。

2 规范性引用文件

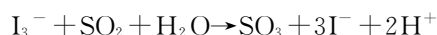
下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

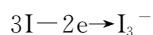
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试样在燃烧管内与氧气混合,燃烧,使样品中的硫转化为二氧化硫,并由载气带入滴定池内。二氧化硫与池内 I_3^- 发生如下反应:



当 I_3^- 被消耗后,指示-参比电极对指示出这一变化,并将讯号输送给微库仑计放大器,由后者输出一个相应的电流到电解阳极-电解阴极电极对,在电解阳极上发生如下反应:



以补充由 SO_2 所消耗的 I_3^- ,直到电解产生的 I_3^- 使滴定池中 I_3^- 恢复到滴定前的浓度。电解产生 I_3^- 所消耗的电量为微库仑计的数字显示值与所选的电流量程之积,根据法拉第电解定律,通过标样的校正即可计算出试样中的硫含量。

4 试样的采取和制备

按 GB/T 1999 规定进行。

5 试剂

- 5.1 反应气体:氧气,纯度不低于 99.99%。
- 5.2 惰性气体:氩气或氮气,纯度不低于 99.99%。
- 5.3 电解液:根据表 1 中的要求将碘化钾(KI)和叠氮化钠溶解于 500 mL 蒸馏水中,再加冰醋酸(CH_3COOH),用蒸馏水稀释溶液到 1 000 mL。