



中华人民共和国国家标准

GB 8025—87

石油蜡和石油脂微量硫测定法 (微库仑法)

Petroleum waxes and petrolatums—
Determination of trace sulfur—
Microcoulometric method

1987-07-03 发布

1988-05-01 实施

国家标准局 发布

石油蜡和石油脂微量硫测定法
(微库仑法)

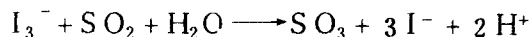
UDC 665.521.6
:543.06.546
.22
GB 8025-87

Petroleum waxes and petrolatums—
Determination of trace sulfur—
Microcoulometric method

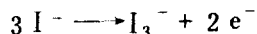
本方法适用于测定石油蜡和石油脂,包括白油、液体石蜡、凡士林、石蜡、地蜡中微量硫的含量,测定范围为0.5~500ppm。分析试样中卤素含量不得大于10倍硫含量,氮含量不得大于10%以及重金属不得超过500ppm。

1 方法概述

分析试样在裂解管汽化段汽化并与载气(氮气)混合进入燃烧段,在此与氧气混合并裂解氧化。硫转化为二氧化硫,随载气一并进入滴定池与电解液中的三碘离子按下式进行反应:



滴定池中三碘离子浓度降低,测量电极感知到偏压和“参考-测量”电极对之间电势变化,此信号输入微库仑计放大器,经放大后输出电压加到电解电极,电解阳极处按下式进行反应:



被消耗的三碘离子得到补充,消耗的电量就是电解电流对时间的积分,根据法拉第电解定律得到相当于二氧化硫的总硫量,按回收率计算试样的硫含量。

2 仪器及材料

2.1 微库仑计:能测量“测量-参考”电极对之间的电势。具有抵消这个电势的偏置电压,有可以调节的放大控制,经放大后的电压信号加到电解电极对,电压信号正比于电解电流,具有可变的量程衰减。

2.2 记录仪:灵敏度1~10毫伏/25厘米,或配备库仑积分仪。

2.3 裂解炉:具有两个或三个炉温控制段。

2.4 裂解管:由石英玻璃制作,形状及尺寸见图1。

注:可用其他型式裂解管代替。但裂解管燃烧段要保证试样完全燃烧,以达到所需的最低检出下限。

2.5 滴定池:形状及尺寸见图2,或性能相当的滴定池。

2.6 电磁搅拌器:速度可调,保证滴定池中搅拌棒平滑搅拌。

2.7 气体流量计:0~200毫升/分的浮子式流量计。

2.8 氧气和氮气应该稳压和稳流,以保证气量平稳。

2.9 铂金舟:用铂金制作,尺寸为长10毫米,宽3毫米,高2毫米。

2.10 微量注射器:10微升。