

中华人民共和国国家标准

GB/T 6324.10—2020

有机化工产品试验方法 第 10 部分:有机液体化工产品 微量硫的测定 紫外荧光法

Test method of organic chemical products—
Part 10: Determination of trace sulfur in organic liquid products—
Ultraviolet fluorescence method

2020-03-31 发布 2021-02-01 实施

前 言

GB/T 6324《有机化工产品试验方法》分为以下部分:

- ——第1部分:液体有机化工产品水混溶性试验;
- ——第2部分:挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定;
- ——第3部分:还原高锰酸钾物质的测定;
- ——第4部分:有机液体化工产品微量硫的测定 微库仑法;
- ——第5部分:有机化工产品中羰基化合物含量的测定;
- ——第6部分:液体色度的测定 三刺激值比色法;
- ——第7部分:熔融色度的测定;
- ——第8部分:液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法;
- ——第9部分:氯的测定;
- ——第10部分:有机液体化工产品微量硫的测定 紫外荧光法。

本部分为 GB/T 6324 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本部分起草单位:中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、鲁西集团有限公司、中国石油天然 气股份有限公司锦州石化分公司、中国石油天然气股份有限公司吉林石化分公司、中国石油化工股份有 限公司上海石油化工研究院、衢州氟硅技术研究院。

本部分主要起草人:李思睿、庞玉娜、黄煜、赵建、任旭帆、许竞早、姜健准、钟军、孙彩虹、王川、李现忠、宫斌、田亮。

有机化工产品试验方法 第 10 部分:有机液体化工产品 微量硫的测定 紫外荧光法

警示——接触过量的紫外光有害健康,试验者应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。

1 范围

GB/T 6324 的本部分规定了使用紫外荧光法测定有机液体化工产品中总硫的方法。

本部分适用于硫含量在 0.2 mg/kg~100 mg/kg 的有机液体化工产品的测定。

本部分不适用于含氮、卤素、磷、硅的有机液体化工产品中硫的测定。

注: 若产品中硫含量较低,而氮或卤素含量较高时,氮或卤素含量会对硫测定结果有影响。

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 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法原理

液体试样注入燃烧管,与氧气混合并燃烧,试样中硫化物主要转化为二氧化硫,并由载气带入检测器,经紫外灯照射,二氧化硫吸收紫外光能量转变为激发态的二氧化硫(SO₂*)。激发态的二氧化硫返回到稳定态的二氧化硫时所发射的荧光,由光电倍增管放大信号,光子计数器检测,采用硫标准曲线,由所得信号值计算出试样的硫含量。

4 试剂与材料

- 4.1 载气: 氩气或氦气,纯度不低于99.99%(体积分数)。
- 4.2 氧气:纯度不低于 99.99%(体积分数)。
- **4.3** 噻吩(C_4H_4S)或二苯并噻吩($C_6H_4C_6H_4S$):分析纯,纯度不低于 98%(质量分数),用于配制硫标准溶液。
- 4.4 溶剂:分析纯。异辛烷、甲苯等,或与待测试样相似的其他溶剂,用于配制标准溶液和稀释试样。溶剂中硫含量应不高于 0.2 mg/kg,必要时应对所选溶剂的硫含量进行空白校正。
- 4.5 标准储备液(硫含量约为 $1\ 000\ mg/L$):在 $100\ mL$ 容量瓶中加入少量溶剂,准确称取硫标准物质 (噻吩约 $0.26\ g$ 或二苯并噻吩约 $0.58\ g$),精确至 $0.000\ 1\ g$,转移至容量瓶中,用溶剂稀释至刻度。硫标准储备液的有效期为三个月。硫标准储备液应密封保存。