



中华人民共和国国家标准

GB/T 6324.4—2008
代替 GB/T 6324.4—1986

有机化工产品试验方法 第 4 部分：有机液体化工产品微量硫的 测定 微库仑法

Test method of organic chemical products—Part 4:
Determination of trace sulfur in organic liquid products—
Microcoulometric method

2008-05-14 发布

2008-10-01 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

GB/T 6324 分为 6 个部分：

- 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：有机化工产品还原高锰酸钾物质的测定方法；
- 第 4 部分：有机液体产品微量硫的测定 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 容量法；
- 第 6 部分：有机化工产品中微量羰基化合物含量的测定 光度法。

本部分为 GB/T 6324 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 6324.4—1986《有机液体产品微量硫的测定 微库仑法》。

本部分与 GB/T 6324.4—1986 相比主要变化如下：

- 扩大了标准的适用范围(见第 1 章)；
- 取消了仪器的示意图(1986 年版的 3.1, 本版的第 5 章)；
- 增加了二苯并噻吩和二丁基二硫醚两种标准物质及异辛烷和十六烷两种溶剂(见 4.5 和 4.6)；
- 增加了电解液的种类(见 4.4)；
- 重新确定了反应条件范围(1986 年版的 5.1.4, 本版的 6.2)；
- 重新确定了样品的重复性,增加了再现性(1986 年版的第 6 章,本版的第 8 章)。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本部分起草单位：中国石油辽阳石化分公司。

本部分主要起草人：刘殿丽、杨丹、李菊、洪丽静、李长军。

本部分于 1986 年首次发布。

有机化工产品试验方法

第4部分：有机液体化工产品微量硫的测定 微库仑法

1 范围

GB/T 6324 的本部分规定了用微库仑法测定有机液体产品中微量硫的试验方法。

GB/T 6324 的本部分适用于有机液体产品中硫含量在 0.5 mg/kg~1 000 mg/kg 范围内的样品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6324 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法原理

样品在裂解管气化段气化并与载气混合进入燃烧段与氧气混合并燃烧，硫转化成二氧化硫，随载气一起进入滴定池，与电解液中的碘三离子(I_3^-)发生如下反应：



滴定池中碘三离子(I_3^-)浓度降低，指示-参比电极对指示出这一变化并和给定的偏压相比较，将此信号输入到微库仑放大器，经放大后输出电压加到电解电极，电解阳极处发生如下反应：



被消耗的碘三离子(I_3^-)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计算试样中的硫含量。

4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—1992 规定的二级水。

4.1 载气：氮气、氩气或氦气，体积分数不低于 99.5%。

4.2 氧气：体积分数不低于 99.5%。

4.3 电解液 1：取 0.5 g 碘化钾，加入少许水溶解，加入 4 mL 乙酸溶液(1+9)，用水稀释到 1 000 mL，装入棕色瓶中，贮于阴暗凉爽处，使用期不得超过一个月。适用于卤素含量小于 60 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、总氮含量小于 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，重金属(镍、钒、铅等)含量小于 500 mg/kg 的样品。

4.4 电解液 2：取 0.5 g 碘化钾，0.6 g 叠氮化钠，溶于 500 mL 水中，加 5 mL 冰乙酸，用水稀释到 1 000 mL，装入棕色瓶中，贮于阴暗凉爽处，使用期不得超过一个月。适用于卤素含量小于硫含量的 10 倍，总氮含量小于硫含量的 1 000 倍，重金属(镍、钒、铅等)含量小于 500 mg/kg 的样品。

4.5 标准物质：二苯并噻吩($C_6H_4C_6H_4S$)、噻吩(C_4H_4S)或二丁基二硫醚($C_4H_9C_4H_9S_2$)等，质量分数不小于 98%。

4.6 溶剂：异辛烷、正庚烷或十六烷等。溶剂在检测条件下无硫的积分值显示。