

中华人民共和国国家标准

石油产品硫含量测定法 (燃灯法)

Petroleum products—Determination
of sulphur—Lamp method

GB 880—77
(1988年确认)

代替 GB 380—64

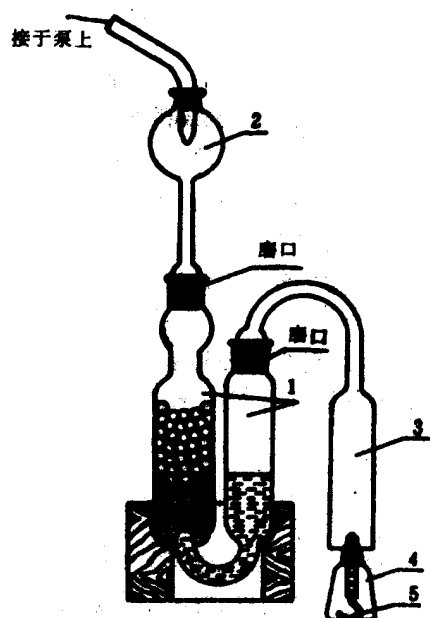
本方法适用于测定雷德蒸气压力不高于600毫米汞柱的轻质石油产品(汽油、煤油、柴油等)的硫含量。

1 方法概要

将石油产品在灯中燃烧,用碳酸钠水溶液吸收生成的二氧化硫,并用容量分析法测定之。

仪器与材料

- 2.1 石油产品硫含量测定器(见图)。其尺寸见附录A 中图A 1和图A 2。
- 2.2 吸滤瓶:500~1000毫升。
- 2.3 滴定管:25毫升。
- 2.4 吸量管:2, 5和10毫升。
- 2.5 洗瓶。
- 2.6 水流泵或真空泵。
- 2.7 玻璃珠:直径5~6毫米(或短玻璃棒,长8~10毫米,直径5~6毫米)。
- 2.8 棉纱灯芯:带有灯芯管。



1—吸收器; 2—液滴收集器; 3—烟道;
4—带有灯芯的燃烧灯; 5—灯芯

3 试剂

- 3.1 碳酸钠：分析纯，配成0.3%水溶液。
- 3.2 盐酸：分析纯，配成0.05N标准溶液。
- 3.3 指示剂：预先配制0.2%溴甲酚绿乙醇溶液和0.2%甲基红乙醇溶液。使用时，用5份体积的溴甲酚绿溶液和1份体积的甲基红溶液混合而成（酸性显红色，碱性显绿色）。
- 3.4 95%乙醇：分析纯。
- 3.5 标准正庚烷。
- 3.6 汽油：沸点范围80~120℃，硫含量不超过0.005%。
- 3.7 石油醚：60~90℃，化学纯。

4 准备工作

- 4.1 硫含量的测定必须在空气流动的室内进行，但要避免剧烈的通风。
- 4.2 仪器安装之前，将吸收器、液滴收集器及烟道仔细用蒸馏水洗净。灯及灯芯用石油醚洗涤并干燥。
- 4.3 按下述手续，将试样装入灯中：
 - 4.3.1 在灯上燃烧无烟的石油产品，按下列数量注入清洁、干燥的灯（无须预先称量）中：含微量硫（硫含量在0.05%以下）的低沸点的产品（如航空汽油），其注入量为4~5毫升；硫含量在0.05%以上及高沸点的产品（如汽油、煤油等）其注入量为1.5~3毫升（具体数量视硫含量而定）。
 将灯用穿着灯芯的灯芯管塞上。灯芯的下端沿着灯的底部周围放置。当石油产品把灯芯浸润后，即将灯芯管外的灯芯剪断，使与灯芯管的上边缘齐平。然后将灯点燃，调整火焰，使其高度为5~6毫米。随后把灯火熄灭，用灯罩将灯盖上，在分析天平上称量，称准至0.0004克。依照同样方法将试样装入第二个灯中；将标准正庚烷或95%乙醇或汽油（不必称量）装入作空白试验的第三个灯中。
 - 4.3.2 单独在灯中燃烧而发生浓烟的石油产品（含多量芳香烃或不饱和烃的高温裂解产品、催化裂化产品等）以及高沸点的石油产品（如柴油），则取1~2毫升注入于预先连同灯芯及灯罩一起称量（称准至0.0004克）过的洁净、干燥的灯中。

然后，往灯内注入标准正庚烷或95%乙醇或汽油，使成1:1或2:1的比例，在必要时可使成3:1（体积比）的比例，使所组成的混合液在灯中燃烧的火焰不带烟。试样和注入标准正庚烷或95%乙醇或汽油所组成的混合液的总体积为4~5毫升。依照同样方法将试样装入第二个灯中，将标准正庚烷或95%乙醇或汽油（不必称量）装入作空白试验的第三个灯中。

- 4.4 用橡皮管将吸滤瓶与水流泵或真空泵连接起来，并将玻璃三通栓的一端穿过胶塞插入瓶颈中，另两端用橡皮管和吸收器相连接。第三套吸收器也用橡皮管及玻璃弯管连接到吸滤瓶的胶塞上，以便三套仪器同时进行试验。

往吸收器1的大容器里装入用蒸馏水小心洗涤过的玻璃珠或玻璃棒约达2/3高度。并用吸量管准确地注入0.3%碳酸钠溶液10毫升，用量筒注入蒸馏水10毫升。在吸滤瓶与抽气泵及液滴收集器2与三通栓之间的橡皮管套上螺旋夹子。

5 试验步骤

- 5.1 仪器装妥后，开动水流泵，使空气自全部吸收器均匀而和缓的通过。然后自灯4上取下灯罩，将所有灯点燃，放在各烟道3的下面，使灯芯管的边缘不高过烟道下边8毫米处。点灯时须用不含硫的火苗，例如酒精灯火苗（不许用火柴点灯）。每个灯火焰高度，须调整为6~8毫米。调整火焰高度时，用针挑拨里面的灯芯。在所有的吸收器中，吸空气的速度要保持均匀，并用螺旋夹调整，使火焰不带黑烟。
- 5.2 使每个灯里的试样完全燃烧尽。如果是用标准正庚烷或95%乙醇或汽油稀释过的试样，当燃尽

后,就再向灯中注入1~2毫升标准正庚烷或95%乙醇或汽油,使其全部燃烧尽。

5.3 试样燃尽后将灯熄灭,盖上灯罩,经过3~5分钟后,关闭水流泵。

5.4 拆开仪器并以洗瓶中的蒸馏水喷射洗涤液滴收集器、烟道及吸收器上部。将洗涤的蒸馏水收集于曾在其中用0.3%碳酸钠溶液吸收二氧化硫的吸收器中。在吸收器中加入1~2滴指示剂,如此时吸收器中的溶液呈红色,则认为此次试验无效,应重做试验。此时应减少燃烧的试样量。

5.5 加入指示剂后,以0.05N盐酸溶液滴定。为了在滴定时搅拌溶液,在吸收器的玻璃管处接上橡皮管,并用橡皮球或泵对溶液进行打气或抽气搅拌。

先将空白试液(标准正庚烷或95%乙醇或汽油燃烧后所生成物质的吸收液)滴定至呈现红色为止,作为空白试验。

然后滴定含有试样燃烧生成物的各溶液。当溶液呈现出与已滴定的空白试验所呈现同样的红色时,即为滴定已到终点。

注:另用0.3%碳酸钠溶液进行滴定,与空白试验比较。这两次所消耗0.05N盐酸溶液体积之差,如超过0.05毫升即证明空气中已染有硫分。在此种情况下,该试验作废,待实验室通风后另行测定。

5.6 试样的燃烧量依下法测定:

5.6.1 燃烧未稀释的试样时,当燃烧完毕后,将灯放在分析天平上称量(称准至0.0004克)。并计算盛有试样的灯在试验前的重量与该灯在燃烧后的重量间的差数,作为试样的燃烧量。

5.6.2 燃烧稀释过的试样时,计算盛有试样灯的重量与未装试样的清洁、干燥灯的重量间的差数,作为试样的燃烧量。

6 计算

试样的硫含量 X (%)按下式计算:

$$X = \frac{(V - V_1)K \times 0.0008}{G} \times 100$$

式中: V ——滴定空白试液所消耗盐酸溶液的体积,毫升;

V_1 ——滴定吸收试样燃烧生成物的溶液所消耗盐酸溶液的体积,毫升;

K ——换算为0.05N盐酸溶液的修正系数(是盐酸的实际当量浓度与0.05N之比值);

0.0008——单位体积0.05N盐酸溶液所相当的硫含量,克/毫升;

G ——试样的燃烧量,克。

7 精密度

重复测定两个结果间的差数,不应超过下列数值:

硫含量, %	允许差数
≤ 0.1	0.006%
> 0.1	最小测定值的6%

8 报告

取重复测定两个结果的算术平均值,作为试样的硫含量。

GB 380—77

附录 A
石油产品硫含量测定器尺寸图
(补充件)

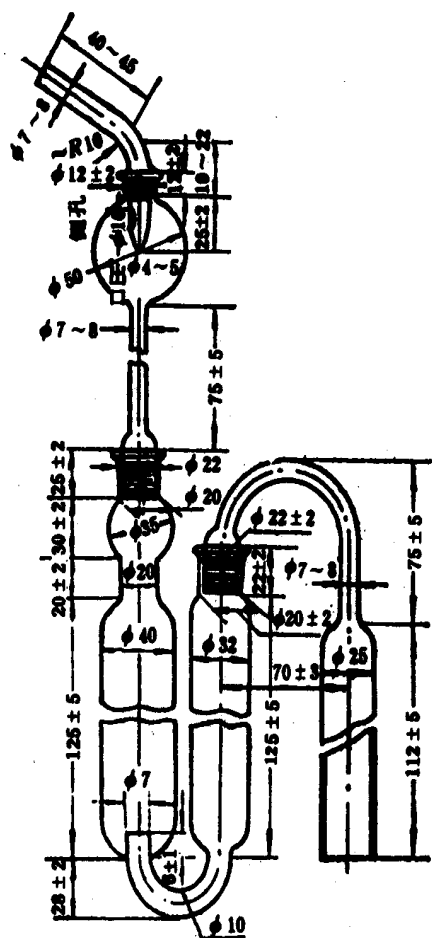


图 A 1

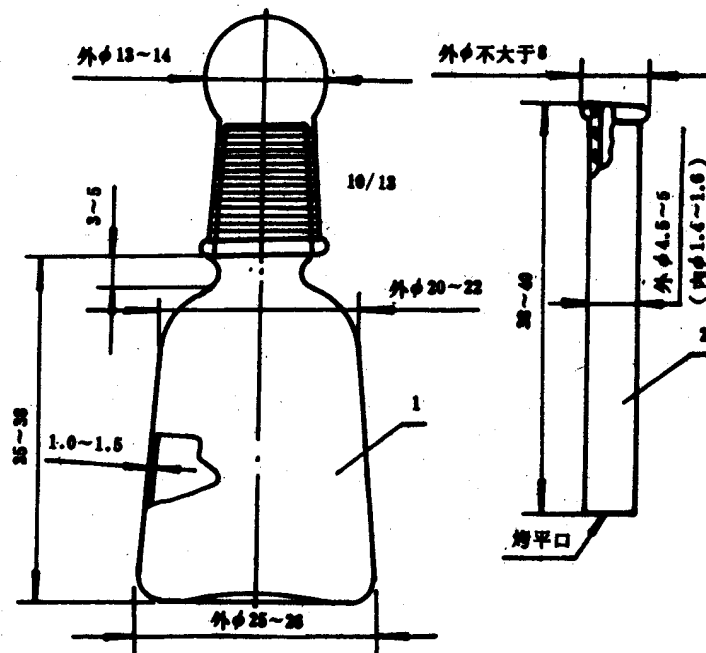


图 A 2

1—灯座；2—灯芯套管

附加说明：

本标准由中华人民共和国石油化学工业部提出。

本标准由石油二厂起草。