



中华人民共和国国家标准

GB/T 38056—2019

液体硫磺中硫化氢和多硫化氢的测定 傅里叶变换红外光谱法

Determination of hydrogen sulfide and hydrogen polysulfide in liquid sulphur—
Fourier transform infrared spectroscopy

2019-10-18 发布

2020-09-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:中石化南京化工研究院有限公司、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司川东北对外合作销售部、铜陵铜冠神虹化工有限责任公司、北京绿能环境工程有限公司、山东省产品质量检验研究院、中国石化股份有限公司中原油田普光分公司、中国石油化工股份有限公司镇海炼化分公司。

本标准主要起草人:冯俊婷、李文龙、邱爱玲、朱世银、福乐、夏攀登、唐雁、徐旭、邹惠玲、戴正亮、王振岳、赵凡、贾闯。



液体硫磺中硫化氢和多硫化氢的测定

傅里叶变换红外光谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取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

本标准规定了液体硫磺中硫化氢和多硫化氢的测定方法——傅里叶变换红外光谱法。

本标准适用于液体硫磺中硫化氢和多硫化氢的定量测定,测定的总硫化氢质量分数范围为 $5\ \mu\text{g/g}\sim 500\ \mu\text{g/g}$ 。

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 21186 傅立叶变换红外光谱仪

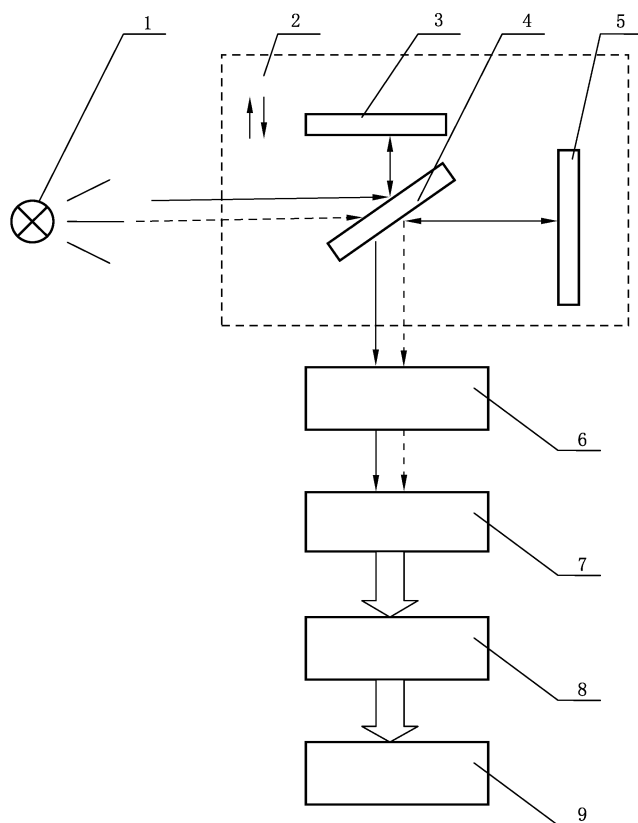
3 原理

基于迈克尔逊光干涉原理,干涉光在分束器会合后通过样品池,通过样品后含有样品信息的干涉光到达检测器,然后通过傅里叶变换对信号进行处理,得到透过率或吸光度随波数或波长的红外吸收光谱图,光强度与硫化氢和多硫化氢的浓度成正比例关系,进而通过分光仪的标定数据和图谱确定样品中的硫化氢和多硫化氢的浓度。

4 仪器

液体硫磺硫化氢分析仪:具有硫化氢及多硫化氢浓度内在标定程序、液硫样品池及加热器的傅里叶变换红外光谱仪。各软件和硬件的技术参数应满足以下要求:

- 硫化氢及多硫化氢浓度内在标定程序:总硫化氢浓度范围为 $5\ \mu\text{g/g}\sim 500\ \mu\text{g/g}$ 。
- 样品池:便携式分析室,由抗腐蚀易清洗的金属材质制成,配备 KCl 检测透镜,通过加热盘加热并保持 $135\ ^\circ\text{C}\sim 145\ ^\circ\text{C}$,保证检测的硫磺样品为液态。
- 样品池电预热器:托盘式加热器,能控制温度 $135\ ^\circ\text{C}\sim 150\ ^\circ\text{C}$,控温精度 $\pm 1\ ^\circ\text{C}$ 。
- 傅里叶变换红外光谱仪:主要由光源室、干涉仪、样品池、检测器、接口及数据处理系统组成,仪器的分辨率和稳定性按 GB/T 21186 的规定。仪器结构示意图如图 1 所示。



说明：

- 1——红外光源；
2——迈克尔逊干涉仪；
3——定镜；
4——分束器；
5——动镜；

- 6——样品池；
7——红外检测器；
8——信号模拟转换器；
9——计算机处理系统。



图 1 傅里叶变换红外光谱仪结构示意图

5 分析步骤

5.1 采样

5.1.1 采样方法

按下列方式采样：

- 在槽车(船)灌注或排出过程中采样,用自动或机械截流的方法,周期性采取点样；
- 在贮罐中采样,以实装液体硫磺为基准,分别从上、中、下部位装有阀门的采样口采样,等体积混合成平均样品；
- 如槽车(船)或贮罐无采样口而只有一个排料口,则从排料口采样。

5.1.2 样品保存

取样量约 250 mL,置于液体硫磺保温取样瓶中,样品应保持液态。

5.2 测定

- 5.2.1 接通分析仪电源并连接分析仪专用计算机,按照仪器操作规程,使仪器处于最佳工作状态。
- 5.2.2 接通加热器电源,将加热器温度预热到 135 °C~150 °C,使其处于分析待命状态。
- 5.2.3 将约 30 mL 液体硫磺样品通过样品池顶部的进样口注入样品池。将样品池中的液体硫磺样品温度调整至 145 °C±1 °C,将样品池放置于分析仪的定位槽内,选定约 2 571 cm⁻¹和 2 479 cm⁻¹的吸收峰分别作为 H₂S 和 H₂S_x 的分析峰,用分析软件进行样品扫描分析。
- 5.2.4 硫化氢(H₂S)和多硫化氢(H₂S_x)的傅里叶变换红外光谱图见图 2。

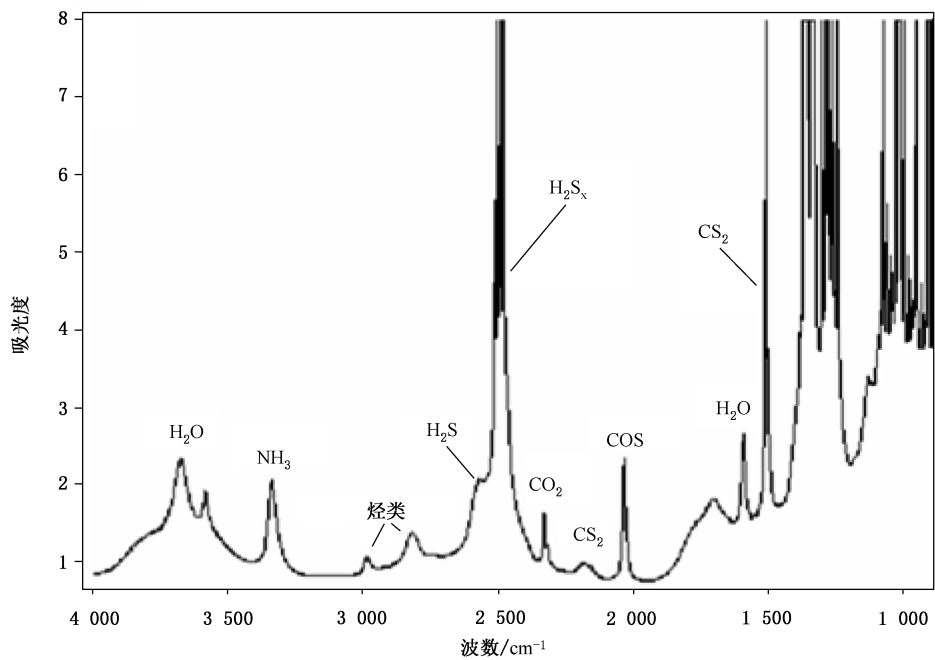


图 2 硫化氢(H₂S)和多硫化氢(H₂S_x)的傅里叶变换红外光谱图

6 结果计算

- 6.1 由计算机分别计算并自动输出样品中的多硫化氢和硫化氢浓度。
- 6.2 计算结果表示到整数位。
- 6.3 取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 10%。