



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 5307—2021

石油产品 氟、氯和硫的测定 直接燃烧—离子色谱法

Petroleum products—Determination of fluorine, chlorine and sulfur content—
Direct combustion—ion chromatography

2021-06-18 发布

2022-01-01 实施

中华人民共和国海关总署 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本文件起草单位：中华人民共和国天津海关化矿金属材料检测中心、中华人民共和国乌鲁木齐海关、中华人民共和国广州海关。

本文件主要起草人：马德起、胡德新、刘俊、石岩、郝晨新、萧达辉。

正式出版文本为准
行业标准信息平台

石油产品 氟、氯和硫的测定

直接燃烧 – 离子色谱法

1 范围

本文件规定了直接燃烧 – 离子色谱法测定石油产品中氟、氯和硫的含量。

本文件适用于成品油、润滑油等液体石油产品中氟、氯和硫的测定。氟的测定低限为 0.11 $\mu\text{g/mL}$ ，氯的测定低限为 0.20 $\mu\text{g/mL}$ ，硫的测定低限为 0.37 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 4756 石油液体手工取样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试样经准确量取，放入样品舟，推入温湿度可控燃烧炉中。试样经过在厌氧环境裂解，在富氧环境高温燃烧后，氟和氯被转化为氯化氢和氟化氢气体，硫被氧化成二氧化硫和三氧化硫，最终被含有双氧水的吸收液氧化成硫酸根。移取定量的吸收液，注入离子色谱系统，以保留时间定性，标准曲线法定量，测定石油产品中氟、氯和硫的含量。

5 试剂和材料

除另有规定外，实验用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 氟化钠（基准试剂）。

5.2 氯化钠（基准试剂）。

5.3 氢氧化钾（优级纯）。

5.4 碳酸氢钠（优级纯）。

5.5 碳酸钠（优级纯）。

5.6 硫酸钾（基准试剂）。

5.7 过氧化氢溶液，30%（优级纯）。

5.8 氟标准储备溶液（1.00 mg/mL）：称取 2.210 0 g 氟化钠（5.1），以水溶解，移入 1 000 mL 的塑料

容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。也可直接使用国家有证的标准物质。

5.9 氯标准储备溶液（1.00 mg/mL）：称取 1.648 0 g 预先于 500 ℃~600 ℃下灼烧至恒重的氯化钠（5.2），以水溶解，移入 1 000 mL 的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。也可直接使用国家有证的标准物质。

5.10 硫酸根标准储备溶液（1.00 mg/mL）：称取 1.810 0 g 硫酸钾（5.6），溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。也可直接使用国家有证的标准物质。

5.11 氟、氯和硫酸根混合标准溶液（100 μg/mL）：准确移取氟标准储备溶液（5.8）、氯标准储备溶液（5.9）和硫酸根标准储备溶液（5.10）各 10.00 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.12 过氧化氢吸收液（10 μg/mL）：于 1 L 容量瓶中，加入 0.30 mL 过氧化氢溶液（5.7），用水稀释至刻度，摇匀，现用现配。

5.13 流动相 A（0.03 mol/L 氢氧化钾）：称取 1.2 g 氢氧化钾（5.3）溶于 1 000 mL 水中，也可使用自动淋洗液发生器 OH⁻ 型制备。

5.14 流动相 B（3.2 mmol/L 碳酸氢钠和 1.0 mmol/L 碳酸钠）：称取 0.269 g 碳酸氢钠（5.4）和 0.106 g 碳酸钠（5.5）溶于水中，定容至 1 000 mL。

5.15 石英棉。

5.16 样品舟，陶瓷或是石英，使用前应在 1 050 ℃马弗炉中燃烧 1 h 后冷却备用。

5.17 氩气：纯度 99.5% 以上。

5.18 氧气：纯度 99.5% 以上。

6 仪器与设备

6.1 燃烧炉，配有进样装置、燃烧炉模块、气体吸收模块。燃烧炉的结构和最佳燃烧条件见附录 A。

6.2 离子色谱仪，配有抑制器、阴离子分离柱、电导检测器。离子色谱测量条件见附录 B。

6.3 注射器，50 μL。

7 实验室样品

按照 GB/T 4756 取样和制样。

8 分析步骤

8.1 试料

用注射器吸取 50 μL 试样于底部垫有石英棉的样品舟中。

8.2 测定次数

对同一试样，至少独立测定两次，取其平均值。

8.3 工作曲线的测定

分别准确移取 0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 氟、氯和硫酸根混合标准溶液（5.11）置于一组 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，用离子色谱仪测定，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。典型离子色谱图见附录 C。

8.4 样品测定

通过进样装置将盛有试料（8.1）的样品舟推入炉腔内，在厌氧环境下燃烧裂解 1 min，在富氧环境下高温燃烧 4 min，所得气体进入吸收模块，被过氧化氢吸收液吸收，吸收完成后，定容至 10 mL。移取与标准溶液进样体积相同的吸收液，注入离子色谱测定。根据保留时间定性，记录峰面积，从工作曲线上得到溶液的浓度。

8.5 空白试验

除不加入试样外，其他步骤均按 8.4 操作，做空白试验。

9 结果计算

样品中待测离子含量按式（1）计算：

$$c_x = \frac{(c_1 - c_0) \cdot V \times 10^{-6}}{V_0} \times 100 \times k \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_x ——试样中氟、氯和硫的含量，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_1 ——试液中氟、氯和硫酸根离子的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——空白溶液中氟、氯和硫酸根离子的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——吸收模块液体定容体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——待测试样的初始体积，单位为毫升（mL）；

k ——离子含量转换为元素含量的系数，氟、氯离子的 k 值为 1，硫酸根离子转换为硫的 k 值为 0.333；

分析结果保留至小数点后第二位。

10 精密度

10.1 重复性

两次独立测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

10.2 再现性

两次独立测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 20%。

附 录 A

(资料性)

燃烧炉结构和最佳燃烧裂解条件

A.1 燃烧炉结构 (见图 A.1)

- A.1.1 载气和燃烧气;
- A.1.2 自动进样器;
- A.1.3 高温燃烧裂解炉;
- A.1.4 吸收池;
- A.1.5 检测器 - 离子色谱单元。

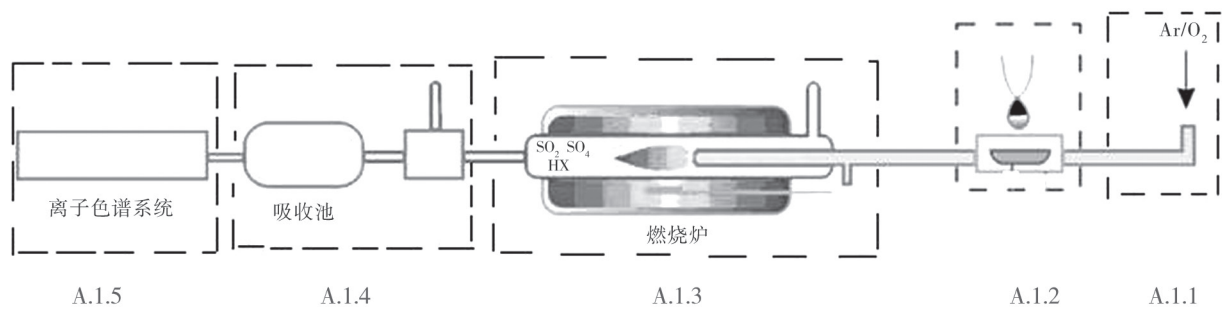


图 A.1 直接燃烧 - 离子色谱结构示意图

A.2 最佳燃烧裂解条件

- A.2.1 氩气流速: 100 mL/min ;
- A.2.2 氧气流速: 300 mL/min ;
- A.2.3 裂解温度: 1 050 ℃ ;
- A.2.4 裂解时间: 5 min ;
- A.2.5 后燃烧时间: 120 s ;
- A.2.6 水蒸气流速: 0.1 mL/min。

附录 B

(资料性)

参考色谱条件

B.1 色谱柱：选用高容量的 IonPac[®]AS19-HC 型阴离子分离柱 (4 mm × 250 mm) 和 IonPac[®]AG19-HC 型保护柱 (4 mm × 50 mm)¹⁾，或选用性能相当的高容量阴离子交换柱。

B.2 柱温箱温度：35 ℃。

B.3 淋洗液：20 mmol/L 的氢氧化钾溶液，采用梯度淋洗法。

B.4 抑制器：ASRS[®]300 4 mm 阴离子抑制器¹⁾，抑制电流 50 mA，或选用其他性能相当的抑制器。

B.5 淋洗液流速：1.0 mL/min。

B.6 过氧化氢吸收液 (5.12)。

B.7 进样体积：100 μL。

1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者，并不表示对该产品的认可，如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效的产品。

附 录 C
(资 料 性)
卤素和硫含量的标准溶液离子色谱图

卤素和硫含量的标准溶液离子色谱图见图 C.1。

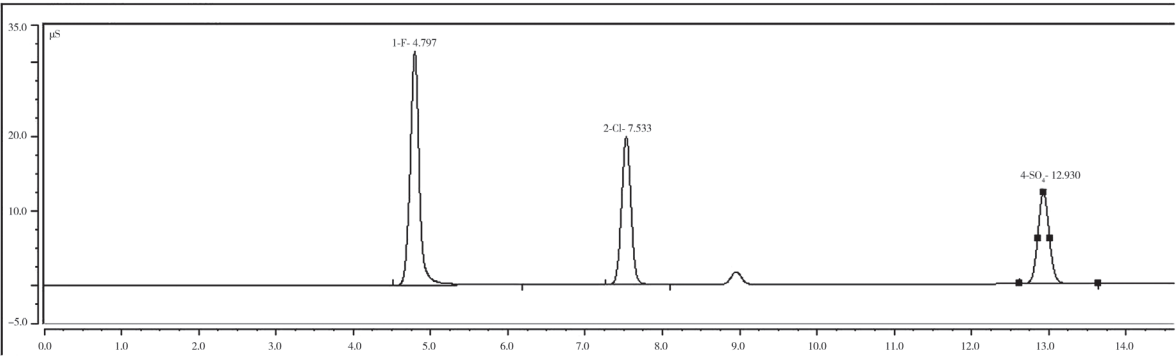


图 C.1 氟、氯和硫酸根离子标准典型色谱图

行业标准信息服务平台
正式出版文本为准

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

石油产品 氟、氯和硫的测定
直接燃烧—离子色谱法

SN/T 5307—2021

*

中国海关出版社有限公司出版发行
北京市朝阳区东四环南路甲1号(100023)

编辑部: (010) 65194242-7531

网址 www.customskb.com/book

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字

2021年7月第一版 2021年7月第一次印刷

印数 1—500

*

书号: 155175·371 定价 12.00 元



SN/T 5307—2021