



中华人民共和国国家标准

GB/T 11060.4—2017
代替 GB/T 11060.4—2010

天然气 含硫化合物的测定 第 4 部分：用氧化微库仑法测定总硫含量

Natural gas—Determination of sulfur compound—
Part 4: Determination of total sulfur content by oxidative microcoulometry method

(ISO 16960:2014, Natural gas—Determination of sulfur compounds—
Determination of total sulfur by oxidative microcoulometry method, MOD)

2017-12-29 发布

2018-07-01 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

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 试验原理	1
4 试剂	1
5 仪器	1
6 试验准备	2
7 试验步骤	3
8 计算	4
9 精密度	4

前 言

GB/T 11060《天然气 含硫化合物的测定》分为以下 12 个部分：

- 第 1 部分：用碘量法测定硫化氢含量；
- 第 2 部分：用亚甲蓝法测定硫化氢含量；
- 第 3 部分：用乙酸铅反应速率双光路检测法测定硫化氢含量；
- 第 4 部分：用氧化微库仑法测定总硫含量；
- 第 5 部分：用氢解-速率计比色法测定总硫含量；
- 第 6 部分：用电位法测定硫化氢、硫醇硫和硫氧化碳含量；
- 第 7 部分：用林格奈燃烧法测定总硫含量；
- 第 8 部分：用紫外荧光光度法测定总硫含量；
- 第 9 部分：用碘量法测定硫醇型硫含量；
- 第 10 部分：用气相色谱法测定硫化物含量；
- 第 11 部分：用着色长度检测管法测定硫化氢含量；
- 第 12 部分：用激光吸收光谱法测定硫化氢含量。

本部分为 GB/T 11060 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 11060.4—2010《天然气 含硫化合物的测定 第 4 部分：用氧化微库仑法测定总硫含量》的修订。本部分与 GB/T 11060.4—2010 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了测定范围，由 $1 \text{ mg/m}^3 \sim 1\,000 \text{ mg/m}^3$ 修改为 $1 \text{ mg/m}^3 \sim 200 \text{ mg/m}^3$ （见第 1 章，2010 年版的第 1 章）；
- 删除了“试剂”中的正丙硫醇或甲硫醚、二甲基二硫化物或噻吩和无水乙醇（见 2010 年版的 4.4、4.5 和 4.6）；
- 删除了“仪器”中的配气瓶（见 2010 年版的 5.6）；
- 删除了配气瓶的准备（见 2010 年版的 6.2）；
- 删除了配制标准样（见 2010 年版的 6.3）；
- 删除了手动测量（见 2010 年版的 6.9.2）；
- 增加了从气袋取样（见 7.1.3）；
- 修改了重复性（见 9.1，2010 年版的第 9 章）；
- 增加了再现性（见 9.2）。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 16960:2014《天然气 含硫化合物的测定 用氧化微库仑法测定总硫含量》。本部分与 ISO 16960:2014 技术差异及其原因如下：

- 在规范性引用文件中，删除了校准气体混合物制备的 3 项标准 ISO 6142、ISO 6144 和 ISO 6146（见 ISO 16960 的规范性引用文件）；
- 在规范性引用文件中，增加了 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定的标准；
- 修改了重复性（见 2010 年版的第 9 章），通过重复性试验研究，从而得到新的重复性结果；
- 增加了再现性（见 9.2），使标准更加完善。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)归口。

本部分起草单位：中国石油西南油气田分公司天然气研究院、中国石油西南油气田分公司、石油工

GB/T 11060.4—2017

业天然气质量监督检验中心、国家石油天然气产品质量监督检验中心、中国石油大庆油田工程有限公司、中国石油天然气质量控制和能量计量重点实验室、中国石油化工股份有限公司中原油田普光分公司、西南化工设计研究院有限公司。

本部分主要起草人：周理、李晓红、沈琳、刘业孝、罗勤、常宏岗、李飞雪、陈正华、刘荣、谭卫军、夏青、何敏、孙晓艳、王宏莉、李克、秦吉、刘超、涂振权、张娅娜、周朋云。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 11061—1989、GB/T 11061—1997、GB/T 11060.4—2010。

天然气 含硫化合物的测定

第 4 部分:用氧化微库仑法测定总硫含量

警告——本部分不涉及与其应用有关的所有安全问题。在使用本部分前,使用者有责任制定相应的安全和保护措施,并明确其限定的适用范围。

1 范围

GB/T 11060 的本部分规定了用氧化微库仑法测定天然气中总硫的试验方法。

本部分适用于天然气中总硫含量的测定。测定范围 $1 \text{ mg/m}^3 \sim 200 \text{ mg/m}^3$,并且可通过稀释将测定范围扩展到较高浓度。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13609 天然气取样导则(GB/T 13609—2017,ISO 10715:1997,MOD)

3 试验原理

含硫天然气在石英转化管中与氧气混合燃烧,硫转化成二氧化硫,随氮气进入滴定池与碘发生反应,消耗的碘由电解碘化钾得到补充。根据法拉第电解定律,由电解所消耗的电量计算出样品中硫的含量,并用气体标准物质进行校正。

4 试剂

4.1 去离子水:符合 GB/T 6682 中二级水的规格。

4.2 碘化钾:分析纯。

4.3 冰乙酸:分析纯。

4.4 氧气:体积分数不低于 99.99%。

4.5 氮气:体积分数不低于 99.99%。

4.6 气体标准物质:推荐采用甲烷或氮气中硫化氢气体标准物质,也可以采用甲烷或氮气中硫氧化碳气体标准物质,具备证书或分析报告。气体标准物质中的硫含量尽量与待测样品中的硫含量浓度接近。

5 仪器

5.1 转化炉:带有三个独立加热段(燃烧段、预热段和出口段)或一个加热段(燃烧段)。

5.2 滴定池:池中插入一对电解电极和一对指示参比电极。