

# 岛津 EDX-7000/8000 对原油和石油产品中硫含量的荧光分析

EDX-002

**摘要:** 本方法利用岛津公司 EDX-7000/8000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪, 按照《石油和石油产品中硫含量的测定—能量色散 X 射线荧光光谱法》(GB/T17040-2008) 国家标准, 在氦气氛围条件下对石油和石油产品中低硫含量进行测定, 该方法操作简便, 分析快速, 检出下限低, 重复性好, 结果可靠, 是一种行之有效的测试方法。

本方法可对包括柴油、石脑油、煤油、渣油、润滑油基础油、液压油、喷气燃料、原油、车用汽油和其他馏分油在内的碳氢化合物中的硫含量进行分析, 对于其他产品如 M85 和 M100 等的硫含量也可以进行分析。由于岛津 EDX 的高分辨率优点, 大大提高了测试的灵敏度, 改善了检出下限, 能够得到满意的分析结果。

**关键词:** 岛津 EDX-7000/8000 荧光光谱仪 油品中硫含量的分析 国五汽油标准 (硫含量不大于 10 ppm) 过渡期至 2017 年底。

随着汽车尾气排放, 温室效应不断加剧, 为加快油品质量升级, 国务院确定了实施“国四”柴油、“国五”汽、柴油标准的时间表。会议决定在已发布国四汽油标准 (硫含量不大于 50 ppm) 的基础上, 由国家质检总局、国家标准委尽快发布国四柴油标准 (硫含量不大于 50 ppm), 过渡期至 2014 年底; 2013 年 6 月底前发布国五柴油标准 (硫含量不大于 10 ppm), 2013 年底前发布国

五汽油标准 (硫含量不大于 10 ppm), 过渡期均至 2017 年底。

本方法按照 GB/T17040-2008 进行了实验, EDX-7000/8000 在氦气氛围下检测下限可以达到 3.6 ppm, 完全能够满足国五汽油标准 (硫含量不大于 10 ppm), 快速无损分析, 大大提高了分析效率。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 EDX-7000/8000



图1 EDX仪器

### 1.2 分析条件

谱线: Ka

特征能量: 2.31 keV

X-射线管: 靶 Rh

滤光片: 2# 滤光片

电压: 15 kV

电流: 自动

测试氛围: 氦气

准直器: 10 mm

测试时间: 300 s、100 s

停滞时间: 30%

### 1.3 硫(S) 标准样品

按照 GB/T 17040-2008 规定购买相关标样如下表:


标样编号	标样浓度 (ppm)	标样图
1	0	
2	10	
3	50	
4	100	
5	250	
6	500	

图2 标样浓度及标样图

## ■ 工作曲线及相关谱图

### 2.1 硫(S) 谱图

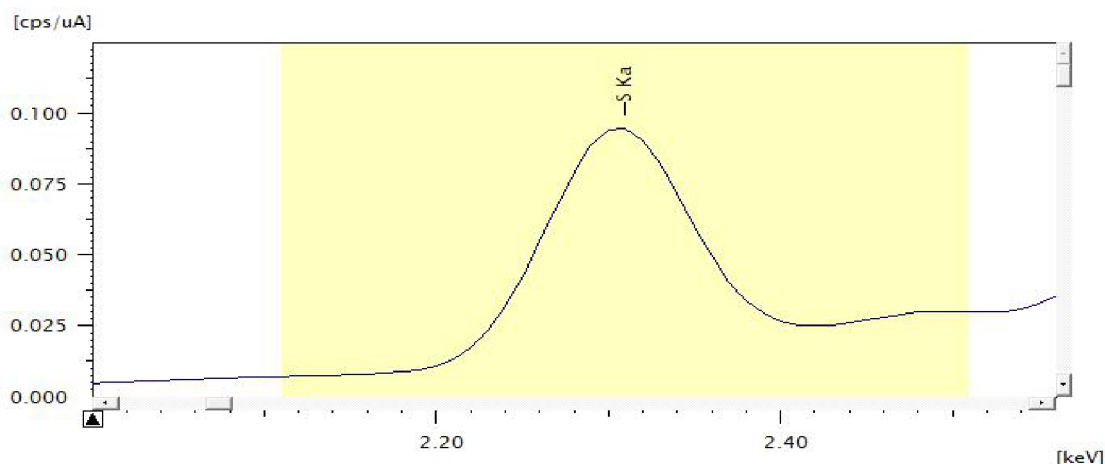


图3 S谱图

### 2.2 硫(S) 标准曲线

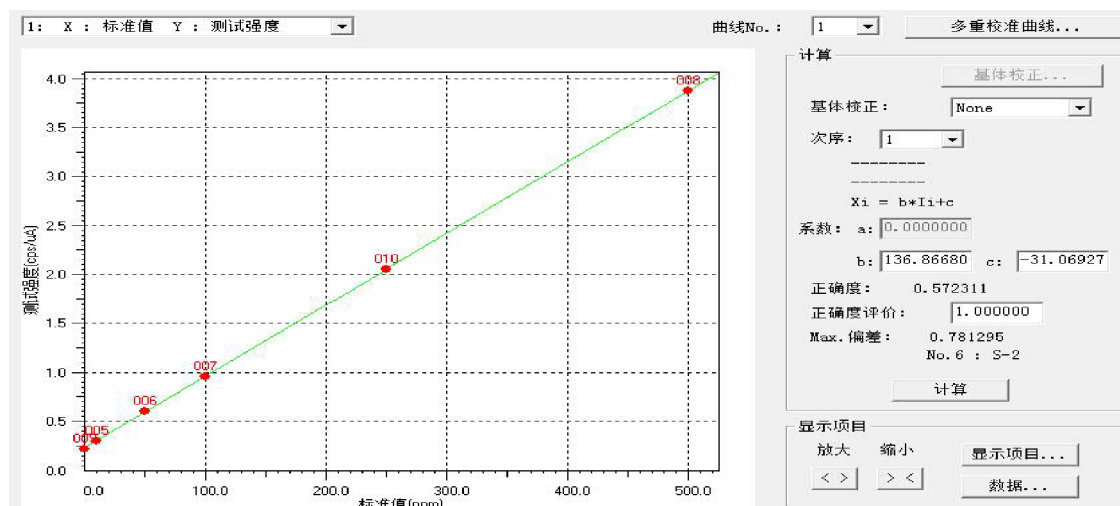


图4 S工作曲线及相关系数

### 2.3 检出下限

在氦气氛围下硫 (S) 的检出下限如下表:

硫 (S) 检出限(ppm)	积分时间 (s)
3.6	300
6.3	100

注: 按照 IEC62321/ GBT26125-2011 标准进行分析, 硫 (S) 的检出限为连续 10 次测试空白样品的标准偏差的 3 倍。

### 2.4 连续测试 10 次的精确度及重复性测试 单位: ppm

样品	硫 (S) 含量 (ppm)
第 1 次	103.8
第 2 次	98.1
第 3 次	100.4
第 4 次	100.2
第 5 次	101.9
第 6 次	99.6
第 7 次	101.5
第 8 次	102.6
第 9 次	100.1
第 10 次	101.9
平均值	101
标准偏差	1.7
C.V.(%)	1.6
参考标准值	100

### 2.5 按照 GB/T 17040-2008 进行重复性验证分析 单位: %

样品	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6
X	0.0032	0.0055	0.0097	0.0292	0.0492	0.0988
r	0.00499	0.00505	0.00517	0.00574	0.00632	0.00775
R	0.0008	0.0004	0.0012	0.0006	0.0002	0.0003
说明	1. X—连续两次测试结果的算术平均值; 2. r—连续两次测试结果的重复性, $r=0.02894(X+0.1691)$ ----- (1); 3. R—连续两次测试结果之差; 4. 在同一条件下测试两次结果之差均不能超过 (1) 式所得数值重复性为合格。					

## ■ 结论

本方法利用岛津公司 EDX-7000/8000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪, 按照《石油和石油产品中硫含量的测定—能量色散 X 射线荧光光谱法》(GB/T17040-2008) 国家标准, 在氦气氛围条件下对石油和石油产品中低硫含量进行测定, 该方法操作简便, 分析快速, 检出下限低, 重复性好, 结果可靠, 是一种行之有效的应对如国五汽油标准 (硫含量不大于 10 ppm) 的较低硫含量的测试方法。

## ■ 引用标准文献

- 4.1 《石油和石油产品中硫含量的测定 - 能量色散 X 射线荧光光谱法》(GB/T17040-2008);
- 4.2 《电子电气产品 - 测定六种限制物质的测定 ( 铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯、多溴联苯醚的浓度 )》(IEC62321-2008);
- 4.3 《电子电气产品 六种限用物质的测定》(GBT26125-2011)。