

## 异辛烷中硫元素含量标准物质研制

任丹华<sup>1</sup>, 张艾蕊<sup>1</sup>, 王梅玲<sup>1</sup>, 王向楠<sup>2</sup>, 王海<sup>1\*</sup>

1. 中国计量科学研究院, 北京 100029

2. 北京化工大学, 北京 100029

**【摘要】** 研制了一种可用于紫外荧光测硫仪和 X 射线荧光测硫仪校准的轻质油品中硫元素含量标准物质——GBW(E)110117, 解决了标准物质在制备和定值中的问题。该标准物质以异辛烷和多硫化物为原料, 采用国际公认的权威方法——同位素稀释电感耦合等离子体质谱(ID ICP-MS)方法进行定值, 并用紫外荧光法对标准物质样品进行均匀性、稳定性评估, 结果表明, 所研制的轻质油品中硫元素标准物质的认定值为 10.58 mg/kg, 相对扩展不确定度为 4.3% ( $k=2$ )。

**【关键词】** 轻质油品; 硫; 异辛烷; 标准物质; 同位素稀释电感耦合等离子体质谱; 不确定度

**DOI:** 10.12338/j.issn.2096-9015.2022.0200

**【引用本文】** 任丹华, 张艾蕊, 王梅玲, 等. 异辛烷中硫元素含量标准物质研制 [J]. 计量科学与技术, 2022, 66(12): 16-20.



## Development of Reference Materials for Sulfur Element Content in Isooctane

REN Danhua<sup>1</sup>, ZHANG Airui<sup>1</sup>, WANG Meiling<sup>1</sup>, WANG Xiangnan<sup>2</sup>, WANG Hai<sup>1</sup>

1. National Institute of Metrology, Beijing 100029, China

2. Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China

Corresponding author: WANG Hai, Email: wanghai@nim.ac.cn

**【Abstract】** Certified reference materials (CRM) for sulfur content in light oil-GBW(E)110117, which can be used for the calibration of the UV fluorescence sulfur meter and X-ray fluorescence sulfur meter, was developed to solve the problems in the preparation and characterization of the CRM. The CRM is based on isooctane and polysulfide compounds, and was certified by the internationally recognized primary method of isotope dilution inductively coupled plasma mass spectrometry (ID ICP-MS), and the homogeneity and stability of the CRM candidates were evaluated by UV fluorescence. The results showed that the certified value and its expanded uncertainty were 10.58 mg/kg and 4.3% ( $k=2$ ), respectively.

**【Key words】** light oil, sulfur, isooctane, certified reference materials, ID ICP-MS, uncertainty

### 0 引言

全球交通运输依赖于化石燃料, 硫是化石燃料分析中比较关注的元素, 化石燃料燃烧过程中形成的  $\text{SO}_x$  被排放到大气环境中, 不仅会导致酸雨的形成, 还可能导致臭氧层的破坏<sup>[1]</sup>。除了环境问题外, 石油衍生燃料中的含硫化合物也会在其储存、加工和运输中造成一些问题<sup>[2]</sup>, 汽车燃料中硫元素的存在可能会腐蚀汽车排气系统并抑制排气系统中的催化剂活性<sup>[3]</sup>。因此, 世界各国开始出台各种标准限制燃料中的硫含量, 欧盟汽、柴油标准规定, 硫含量

不超过  $10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ <sup>[4]</sup>, GB 17930-2016 和 GB 19147-2016 也明确规定了国 V 和国 VI 强制标准中汽油和柴油中硫含量的最大限值为  $10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ <sup>[5-7]</sup>。目前, 石油产品中硫含量测定方法主要有氧弹燃烧-离子色谱法<sup>[8]</sup>、电感耦合等离子体质谱法<sup>[9]</sup>、氧弹燃烧-电感耦合等离子体光谱法<sup>[10-11]</sup>、燃灯法<sup>[12]</sup>等, 国家标准或行业标准中规定的检测方法有紫外荧光光谱法<sup>[13-15]</sup>、微库仑法<sup>[16-17]</sup>、X 射线荧光光谱法<sup>[18-20]</sup>。目前已发布紫外荧光测硫仪校准规范(JJF 1685-2018)<sup>[21]</sup>和 X 射线荧光测硫仪校准规范(JJF 1952-

基金项目: 入境重要战略物质质量保障体系研究及应用示范(2021YFF0602604)。

作者简介: 任丹华(1994-), 中国计量科学研究院助理工程师, 研究方向: 石油产品元素分析等, 邮箱: rendh@nim.ac.cn; 通讯作者: 王海(1973-), 中国计量科学研究院研究员, 研究方向: 表面分析和元素分析计量, 邮箱: wanghai@nim.ac.cn。

2021)<sup>[22]</sup>等相关校准规范,这些标准以及校准规范的贯彻实施都需要相应的标准物质来提供支撑。一些发达国家或地区如美国、英国、德国、欧盟、日本的计量院十分重视油品中硫元素标准物质的研制,并且已经发布了一些汽、柴油中硫元素标准物质,这些标准物质中硫含量范围为 0.1 mg·kg<sup>-1</sup> ~ 1%。国内方面,中国计量科学研究院推出柴油中硫成分分析标准物质(GBW 11 203 ~ GBW 11 206),以直馏柴油为基体,添加一定量的正丁基硫醚配制而成。石油化工科学研究院于 1995 年和 2019 年先后研制了 11 种硫含量测定用标准物质或轻质油品中硫含量标准物质(GBW(E)060108 ~ GBW(E)060110、GBW(E)062518 ~ GBW(E) 062525),以异辛烷为基体,使用的硫化物为二苄基硫醚。国内一家仪器公司研制了 3 种石油中硫含量测定用标准物质(GBW(E) 110105 ~ GBW(E)110107),标准物质配制使用原料为正丁基硫醚和白油。尽管我国已经发布了不少油品中硫含量标准物质,但市场仍需多样化(如不同的含硫化合物)的油品中硫含量标准物质。因此,研制轻质油品中硫元素标准物质仍然是我国计量研究人员的重要任务之一,并且具有非常重要的社会效益和经济效益。

在国内外石油化工行业,异辛烷常被用来作为轻质石油产品中有害元素标准物质或标准样品的基体原料,或者用作稀释剂来稀释标准物质或标准样品,配制工作标准物质或样品<sup>[23-25]</sup>。异辛烷的均匀性和稳定性都比市售汽、柴油好,便于标准物质的后续复制。研制的标准物质采用异辛烷作为基体原料,通过添加目标硫元素烃油的方法来制备相应的标准物质。汽柴油中的硫元素的主要组成成分往往是多种含硫化合物,并不是单一的含硫化合物为了使制备的异辛烷中硫元素标准物质满足均匀性和稳定性的要求,所添加的硫元素化合物须在异辛烷中具有良好的溶解性,且稳定不易分解或损失。

本文针对国家标准规定的国 V 和国 VI 汽、柴油中硫元素的限量要求,研制了异辛烷中硫元素标准物质,以同位素稀释电感耦合等离子体质谱(ID ICP-MS)方法对标准物质进行定值,并采用紫外荧光法对异辛烷中硫元素标准物质进行均匀性和稳定性检验。

## 1 实验内容

### 1.1 主要仪器和试剂

主要仪器: MARS 6 型微波消解仪(美国 CEM 公

司); Intergral 3 Milli-Q 型超纯水系统(德国 Merck 公司); ICAP-7400 型电感耦合等离子体发射质谱仪(美国 Thermo Fisher 公司); XP205 型电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); Trace SN Cube 硫氮分析仪(德国 Elementar 公司)。

主要试剂: SRM 3154 硫单元素标准溶液(美国标准与技术研究院(NIST)); SRM 3148 钒单元素标准溶液(NIST); IRMM-646 34S 浓缩同位素(欧洲标准局(IRMM)); 硝酸(HNO<sub>3</sub>, 电子级); 过氧化氢(30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 电子级); 异辛烷(美国 VHG 公司); 1000 mg·kg<sup>-1</sup> 硫元素烃油(VHG); ERM-EF211(IRMM, 用于方法验证); ERM-EF213(德国联邦材料所(BAM), 用于方法验证)。

## 2 标准物质的制备与处理

### 2.1 标准物质的候选物定性分析

采用硫化学发光检测器气相色谱法(GC-SCD)对所选候选物异辛烷和硫元素烃油进行了定性分析。图 1 为 GC-SCD 定性分析异辛烷试剂的谱图,谱图中存在小杂峰,表明异辛烷中存在少量的硫元素,采用痕量硫氮分析仪分析该异辛烷,通过标准加入法外推出空白异辛烷中硫含量低于 0.1 mg·kg<sup>-1</sup>。此外,为了使所选择目标硫元素更接近汽、柴油中硫的真实情况,选择硫烃类油品作为标准物质中硫的来源。图 2 为硫元素烃油 GC-SCD 分析结果,GC-SCD 谱图显示有多个谱峰,表明所选目标硫元素烃油符合要求。

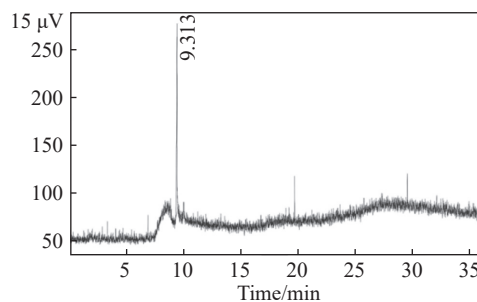


图 1 GC-SCD 谱图——异辛烷  
Fig.1 GC-SCD profile - isooctane

### 2.2 标准物质的制备

标准物质基体原料选择异辛烷和硫元素烃油,根据国家标准中规定的限值要求,通过称量稀释配制所研制的标准物质。标准物质制备完成后,充分混匀。由于异辛烷易于挥发,采用棕色安瓿瓶自动封装机在低温条件下进行自动封装,每种标准物质制备单元数约为 400 瓶,每瓶 2mL。

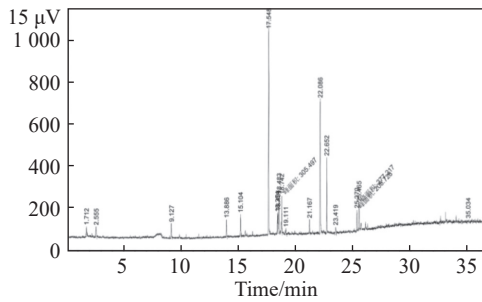


图2 GC-SCD谱图——硫元素烃油  
Fig.2 GC-SCD profile - sulfur hydrocarbon oil

### 2.3 标准物质的方法研究

本文采用硫氮分析仪(紫外荧光法)和ID ICP-MS对异辛烷中硫含量进行测定。紫外荧光是汽、柴油标准中规定的硫含量分析测量首选方法(或称作仲裁方法),它对应的行业标准为SH/T 0689-2000《轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法(紫外荧光法)》<sup>[15]</sup>。硫氮分析仪的工作参数调试如下:燃烧炉温度 1150℃;空气压力 110~115 kPa; Ar/O<sub>2</sub> 压力 110~115 kPa; 合成空气流量 325 mL/min; 氧气流量 50~70 mL/min; Ar/O<sub>2</sub> 流量 325 mL/min; 自动微量进样器进样 40 μL。采用ID ICP-MS法对异辛烷中硫含量测定时,需要对标准物质样品进行前处理,将含有多种含硫化合物的异辛烷标准物质样品完全处理成水溶液。微波消解是样品前处理最常用的方法之一<sup>[26-28]</sup>,选择微波消解技术对所研制的标准物质样品进行前处理,以得到适合ID ICP-MS分析的水溶液。准确称取标准物质样品约0.2 g(精确至0.01 mg)于PTFE消解罐中,加入2.5 mL硝酸和0.5 mL双氧水,置于110℃的电热板中预消解,待冷却至室温后补加2.5 mL浓硝酸和1 mL双氧水,继续预消解30 min(110℃),待冷却至室温后再加入5 mL浓硝酸和1 mL双氧水,放入微波消解仪进行微波消解。消解程序为:10 min升至120℃,保持5 min;5 min升至160℃,保持5 min;5 min升至200℃,保持60 min。微波消解完毕后于140℃赶酸至近干,用2%硝酸定质量后用于后续ID ICP-MS分析测量。

## 3 硫含量的测定

紫外荧光法是石化领域常用的硫含量分析方法,该方法具有分析速度快、污染少、准确性高的特点,故选择紫外荧光法对所研制的标准物质进行均匀性和稳定性检验。ID ICP-MS是国外计量机构常用的标准物质定值方法,也是权威方法,该方法准确、灵敏度高,故采用ID ICP-MS对异辛烷中硫含

量进行定值。

### 3.1 紫外荧光法测定硫含量

本文采用紫外荧光法对所研制标准物质进行均匀性和稳定性检验,该方法油品直接进样,大大提高了实验效率,并采用欧盟生产的ERM-EF213汽油中硫元素标准物质对紫外荧光法进行了方法验证。工作曲线图如图3所示,测定ERM-EF213标准物质的回收率如表1所示,紫外荧光法的回收率为99.5%,表明该方法具有良好的准确性,为均匀性检验和稳定性检验提供了重要的技术支撑。

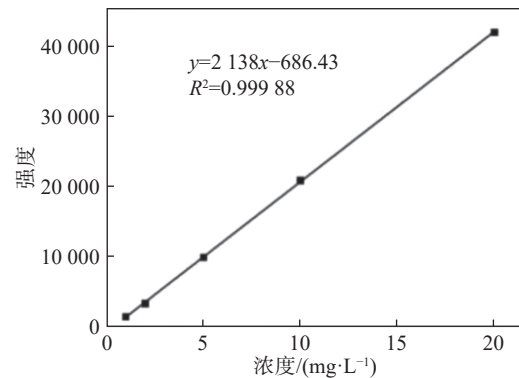


图3 紫外荧光法工作曲线  
Fig.3 UV-fluorescence working curve

表1 ERM-EF213测定结果

| Tab.1 Measurement results of ERM-EF213/(mg·kg <sup>-1</sup> ) |       |       |       |        |        |       |
|---|-------|-------|-------|--------|--------|-------|
| 方法  | S1    | S2    | S3    | S4     | S5     | 回收率   |
| 紫外荧光法   | 9.020 | 9.065 | 9.122 | 8.9439 | 9.1180 | 99.5% |
| 标准值: (9.1 ± 0.9)mg·kg <sup>-1</sup>                           |       |       |       |        |        |       |

注: S1~S5代表所测ERM-EF211标准物质样品编号。

### 3.2 ID HR ICP-MS测定硫含量

采用ID HR ICP-MS对含硫标准物质样品进行同位素稀释测量。由于测量同位素时会存在相近的杂峰干扰,<sup>16</sup>O<sup>16</sup>O和<sup>32</sup>S的分子量较为接近,会对<sup>32</sup>S造成干扰,因此需要在测量前对设备进行参数调节,使仪器的分辨率处于中分辨模式(分辨率>4000)或高分辨模式(分辨率大于10000)下。硫元素干扰质谱图如图4所示,调试完成后,在中分辨模式(大于4000)下,可将<sup>32</sup>S与<sup>16</sup>O<sup>16</sup>O完全分开。

根据JJF1257-2010《同位素稀释质谱基准方法》的要求对硫含量进行测定,详细计算公式见文献<sup>[29]</sup>,对具有相似基体的欧盟含硫汽油标准物质ERM EF211进行消解(见2.3小节样品处理方法)及ID ICP-MS分析测试,以考察方法的重复性和准确度。对消解后的样品进行ID ICP-MS同位素分析测量,测量顺序依次为空白、ERM EF-211标准物质、富集



稀释剂标准物质、ERM EF-211 标准物质样品和稀释剂混合物。将测量得到的同位素比值、标准物质样品和同位素稀释剂质量代入式(1),表 2 为公式中参数含义,计算得到 5 个样品硫元素含量的结果如表 3 所示。可以看出,5 次测量结果均在标准值的不确定度范围内,且平均值的回收率为 98.4%,这说明所建立的样品前处理方法和 ID ICP-MS 测试方法具有良好的准确性和重复性,为标准物质的定值测量提供了技术支撑。

$$C_X = \frac{R_Y - R_{XY}}{R_{XY} - R_X} \cdot \frac{\sum R_{iX} M_i}{\sum R_{iY} M_i} \cdot \frac{m_{Y(XY)}}{m_{X(XY)}} \cdot C_Y - \frac{C_B}{m_{X(XY)}} \quad (1)$$

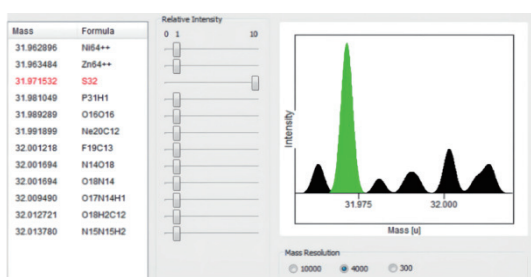


图 4 硫元素干扰质谱图

Fig.4 Mass spectrum of sulfur element interference

表 2 数学模型参数

Tab.2 Mathematical model parameters

| 参数          | 参数意义               |
|-------------|--------------------|
| $C_X$       | 待测样品中元素的浓度         |
| $C_Y$       | 同位素稀释剂浓度           |
| $m_X$       | 混合试样中待测样品的质量       |
| $m_Y$       | 混合试样中同位素稀释剂的质量     |
| $R_X$       | 待测样品中目标同位素丰度比      |
| $m_{XY}$    | 稀释剂和样品的混合试样的质量     |
| $m_{X(XY)}$ | 稀释剂和样品的混合试样中样品的质量  |
| $m_{Y(XY)}$ | 稀释剂和样品的混合试样中稀释剂的质量 |
| $M_i$       | 同位素 <i>i</i> 的核质量  |
| $R_Y$       | 同位素稀释剂中目标同位素丰度比    |
| $R_{XY}$    | 混合试样中目标同位素丰度比      |
| $R_{iX}$    | 待测样品中非目标同位素丰度比     |
| $R_{iY}$    | 同位素稀释剂中非目标同位素丰度比   |
| $C_B$       | 流程空白               |

表 3 ERM-EF 211 测定结果

Tab.3 Measurement results of ERM-EF211/(mg·kg<sup>-1</sup>)

| 方法                                   | S1    | S2    | S3    | S4    | S5    | 回收率   |
|--------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| ID-ICP-MS                            | 48.03 | 47.53 | 48.67 | 48.35 | 47.75 | 98.4% |
| 标准值: (48.8 ± 1.7)mg·kg <sup>-1</sup> |       |       |       |       |       |       |

注: S1 ~ S5代表所测ERM-EF211标准物质样品编号。

### 3.3 标准物质定值

标准物质样品通过 2.3 章节的消解条件处理样品后,采用 ID HR ICP-MS 方法测量标准物质样品中硫元素的含量,标准物质样品由实验员 A 与实验员 B 分别独立实验,按照空白、标准物质样品、同位素标准物质、标准物质样品与同位素稀释剂混合样品的顺序测试。通过两人不同时间多次测量,标准物质共获得 14 个测量结果。按照式(1)计算得出样品中硫元素浓度,并对测得数据进行可疑值判定与取舍,以及正态分布性检验<sup>[30]</sup>,最终测得异辛烷中硫元素标准物质的硫含量为 10.58 mg·kg<sup>-1</sup>。

### 3.4 均匀性与稳定性检验

根据 JJF 1342-2012<sup>[30]</sup> 或 ISO Guide 35<sup>[31]</sup> 的技术要求,当总体单元数大于 200 小于等于 500 时,抽取的单元数不小于 15。随机抽取了 15 瓶异辛烷中硫元素标准物质样品,采用紫外荧光法对标准物质进行均匀性检验,每个样品平行测试 3 次。均匀性数据可以通过 *F* 检验分析来处理,测得均匀性数据的  $F < F_{0.05}(15,30)$ ,表明异辛烷中硫元素含量较为均匀,且均匀性引入的不确定度为 0.044 mg·kg<sup>-1</sup>。

根据 JJF1343-2012 的技术要求<sup>[30]</sup>,稳定性检验一般是检验特性量值的变化曲线是否随时间发生单方向趋势变化。短期稳定性考察主要是考察温度对标准物质特性值的影响,将标准物质样品分别置于低温(-27℃)和高温(50℃)两个极端温度下考察标准物质的短期稳定性,稳定性采用紫外荧光法进行检验,结果表明,在极端温度下标准物质的量值未发生趋势性变化。长期稳定性考察也表明标准物质在 36 个月的量值结果稳定,且由稳定性引入的不确定度为 0.077 mg·kg<sup>-1</sup>。

### 3.5 不确定度评定

根据 JJF 1267-2010 的要求,数学模型如式(1),评定参数表 2 里相关参数的不确定度以及灵敏系数,灵敏系数详细计算公式见参考文献 [29],将所有参数引入的不确定度进行合成得到定值过程引入的不确定度  $u_{char}$  为 0.22 mg·kg<sup>-1</sup>。

标准物质不确定度由均匀性引入的不确定度  $u_h$ 、稳定性引入的不确定度  $u_s$  与定值过程引入的不确定度  $u_{char}$  组成<sup>[32]</sup>,将得到的不确定度分量进行合成,取  $k=2$ ,最终得到该标准物质的扩展不确定度  $U$  按式(3)计算,为 0.46 mg·kg<sup>-1</sup>。

$$U = k \times \sqrt{u_{char}^2 + u_h^2 + u_s^2} \quad (2)$$

## 4 结论

国内外已经发布一些汽、柴油或模拟汽、柴油中硫元素含量标准物质。国内的系列标准物质采用紫外荧光法、重量法或微库仑法定值,这与国际同行做法完全不同,这些方法定值标准物质的扩展不确定度介于 2.0%~5.2%。国外采用 IDMS 定值且量值相当的标准物质的扩展不确定度介于 1%~11%。本文研制的异辛烷中硫元素标准物质采用 IDMS 方法定值,标称值为  $10.58 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ,相对扩展不确定度为 4.3%。可以看出,所研制的异辛烷中硫元素含量标准物质在同类方法定值中达到了国内外的先进水平。该标准物质可用于紫外荧光测硫仪和 X 射线荧光测硫仪的校准及量值溯源。为了更好的应用于相关仪器的校准工作中,需推进研制更多浓度的轻质油品和重质油品中硫元素标准物质,以便更好地服务于石化领域,为石油产品的质量控制在提供重要的计量技术支撑。

## 参考文献

- [1] DEDOV A G, YU M D, ZRELOVA L V, *et al.* New method for determination of total of organic sulfur compounds in hydrocarbon media[J]. *Petroleum Chemistry*, 2018, 58(8): 714-720.
- [2] AHMADPOUR, JAVAD, AHMADI, *et al.* Hydrodesulfurization unit for natural gas condensate: Simulation based on Aspen Plus software[J]. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 2019, 135(3): 1943-1949.
- [3] AFANAS'EV I P, GORSHKOVA T A, ARYSTANBEKOVA S A, *et al.* Determination of individual sulfur-containing compounds in gas condensate and petrol by gas chromatography[J]. *J. Anal Chem*, 2017, 72(10): 1095-1101.
- [4] 张艾蕊, 王海, 王梅玲, 等. 车用汽柴油中硫成分分析标准物质的研究进展[J]. *化学试剂*, 2016, 38(8): 741-745.
- [5] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 车用汽油: GB 17930—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [6] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 车用柴油: GB 19147—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [7] 张艾蕊, 王海, 王梅玲, 等. 车用汽柴油标准物质的研究进展[J]. *化学试剂*, 2016, 38(10): 959-964.
- [8] 史乃捷. 氧弹燃烧-离子色谱法测定原油标准物质中硫含量[J]. *化学分析计量*, 2006, 15(1): 4-7.
- [9] 黄志丁, 王军, 逯海, 等. 电感耦合等离子体质谱测定硫的方法研究及应用进展[J]. *质谱学报*, 2013, 34(1): 57-64.
- [10] BAJIA S C, SINGH R J, BAJIA B, *et al.* Determination of sulfur content in petroleum products – an overview[J]. *J. Sulfur Chem*, 2017, 38: 450-464.
- [11] CRUZ S M, TIRK P, NORA F D, *et al.* Feasibility of sulfur determination in diesel oil by inductively coupled plasma optical emission spectrometry after microwave-induced combustion using flame retardant[J]. *Fuel*, 2015, 160(15): 108-113.
- [12] 国家标准计量局. 石油产品硫含量测定法(燃灯法): GB/T 380-1977[S]. 北京: 中国标准出版社, 1977.
- [13] 杨红. 紫外荧光光谱法测定甲醇燃料中的总硫含量[J]. *大众标准化*, 2018(8): 35-37.
- [14] 陈媛, 蔡云飞. 紫外荧光法测定国 V 汽柴油硫含量方法探究[J]. *中国石油和化工标准与质量*, 2018, 38(2): 54-55.
- [15] 国家石油和化学工业局. 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法(紫外荧光法): SH/T 0689-2000[S]. 北京: 中国标准出版社, 2000.
- [16] 李秋梅, 刘群. 微库仑法测定石油硫含量[J]. *化学分析计量*, 2017, 26(2): 92-94.
- [17] 中国石油化工总公司. 轻质石油产品中总硫含量测定法(电量法): SH/T 0253-1992[S]. 北京: 中国石化出版社, 1992.
- [18] 张森, 崔震, 郑鹏, 等. 石油产品硫含量检测方法及仪器校准研究进展[J]. *化学分析计量*, 2022, 31(6): 96-100.
- [19] 张明明. X 射线荧光光谱法在石油化工产品分析中的应用[J]. *化工管理*, 2021(4): 74-75.
- [20] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 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 17040—2019 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2019.
- [21] 国家质量监督检验检疫总局. 紫外荧光测硫仪校准规范: JJF 1685-2018[S]. 北京: 中国质检出版社, 2018.
- [22] 国家市场监督管理总局, 全国物理化学计量技术委员会. X 射线荧光测硫仪校准规范: JJF 1952-2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.
- [23] 杨亦民. GC-SCD 关于加氢汽油总硫的测定[J]. *化工管理*, 2019(15): 28-29.
- [24] 吴梅, 史军歌, 田松柏. 汽油中元素硫的 GC-SCD 分析方法[J]. *石油学报(石油加工)*, 2017, 33(2): 320-325.
- [25] 王小龙, 李李佳, 李曼, 等. 标准加入法在激光剥蚀电感耦合等离子体质谱测定粉末样品中的应用[J]. *分析实验室*, 2021, 40(8): 954-958.
- [26] 张嘉席, 侯明波, 吴限, 等. 微波消解-ICP-AES 法测定车用汽油中的重金属元素[J]. *辽宁石油化工大学学报*, 2021, 41(5): 28-31.
- [27] 任丹华, 张艾蕊, 范冰冰, 等. 模拟汽油中痕量磷元素的 ICP-OES 和 ICP-MS 方法测定[J]. *化学试剂*, 2020, 42(5): 527-532.
- [28] 任丹华, 张艾蕊, 王海, 等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法准确测定原油中 S、Ni 和 V[J]. *化学试剂*, 2020, 42(3): 291-294.
- [29] 全国物理化学计量技术委员会. 同位素稀释质谱基准方法: JJF 1267-2010[S]. 北京: 中国质检出版社, 2011.
- [30] 全国物理化学计量技术委员会. 标准物质定值的通用原则及统计学原理: JJF 1343-2012[S]. 北京: 中国质检出版社, 2012.
- [31] ISO Reference Materials Committee. Reference materials: general and statistical principles for certification: ISO Guide 35—2006 [S]. Switzerland: IHS Incorporated, 2006.
- [32] 国家质量监督检验检疫总局. 测量不确定度评定与表示: JJF 1059.1—2012[S]. 北京: 中国质检出版社, 2012.