

中华人民共和国石油化工行业标准



SH/T 1147-1992

工业用乙苯中微量硫的测定 微库仑法

SH/T 1147-92

Ethyl benzene for industrial use—

Determination of trace sulphur—

Micro-coulometric method

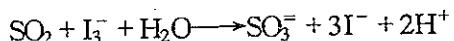
20002090

1 适用范围

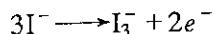
本标准适用于测定工业用乙苯中的微量硫，测定浓度大于 0.5 mg/kg。

2 方法原理

试样由载气带入燃烧管与氧气混合并燃烧，其中的硫大部分生成二氧化硫，小部分生成三氧化硫。燃烧产物导入滴定池，二氧化硫与电解液中的碘三离子(I_3^-)发生如下反应：



致使 I_3^- 浓度降低，指示电极对指示出 I_3^- 浓度的变化。此时电解电极对有相应电流通过，在阳极表面发生氧化反应：

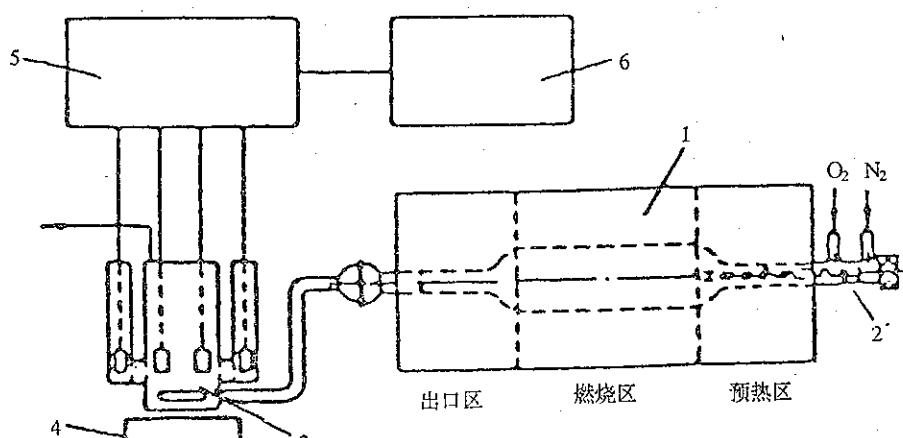


使 I_3^- 恢复到滴定前的浓度。计算补充 I_3^- 所需的电量，根据法拉第电解定律即可求出样品中硫含量。

3 仪器和设备

3.1 微库仑仪

能满足最小测定浓度 $\leq 0.5\text{mg/kg}$ 的微库仑仪均可使用。其仪器结构示意图如下：



1—燃烧炉；2—石英燃烧管；3—滴定池；4—电磁搅拌器；
5—微库仑计；6—记录装置

3.1.1 燃烧炉:燃烧炉由温度能调节控制的三个不同的电加热区组成。预热区温度应保证试样完全汽化。燃烧区温度保证试样燃烧完全,并使得二氧化硫和三氧化硫之间的平衡尽可能有利于二氧化硫一边。出口区温度保证试样燃烧生成的产物无变化地进入滴定池。

3.1.2 石英燃烧管:燃烧管装在燃烧炉内,试样注入口用硅橡胶密封,其出口与滴定池进气口相连接。

3.1.3 滴定池:由玻璃烧制而成,池中装有电解液(4.8),插入一对电解电极和一对指示电极。

3.1.4 电磁搅拌器。

3.1.5 微库仑计。

3.2 微量注射器

容量 10 μL。注射器针头的长度以测定时针头足以伸入高温的汽化区为准。

4 试剂

4.1 噻吩(C₄H₄S):AR 级,纯度≥98%。

4.2 碘化钾(GB 1272—77):分析纯。

4.3 冰乙酸(GB 676—78):分析纯。

4.4 正庚烷:分析纯,预先进行脱硫处理。

4.5 蒸馏水:使用前煮沸脱氧(或二次蒸馏水)。

4.6 载气:氮气(或氩气),纯度>99.99%。

4.7 反应气:氧气,纯度>99.99%。

4.8 电解液:0.05% 碘化钾(4.2)和 0.04% 冰乙酸(4.3)的水溶液。其配制方法如下:

用移液管吸取冰乙酸 25 mL 置于 250 mL 的容量瓶中,用蒸馏水(4.5)稀释至刻度,得 10% 乙酸溶液。

称取 0.50 g 碘化钾置于 1000 mL 棕色容量瓶中,加入少许蒸馏水,再用移液管注入 2 mL 10% 乙酸溶液,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,放在阴凉处(或冰箱中),使用期不得超过一个月。

4.9 有机硫标准溶液的配制。

4.9.1 浓标准液的配制(硫含量约 1000 mg/kg):

4.9.1.1 配制方法

称取一定量(约 0.185 g)的噻吩(4.1)准至 0.0001 g,用正庚烷(4.4)稀释至一定体积,摇匀备用。

4.9.1.2 计算

$$a. \text{ 硫含量}(\text{mg/kg}) = \frac{W \cdot a \times \frac{32}{M} \times 10^6}{W' + W} \quad (1)$$

$$b. \text{ 硫含量}(\text{ng}/\mu\text{L}) = \frac{W \cdot a \times \frac{32}{M} \times 10^6}{V} \quad (2)$$

式中: W —— 称取噻吩的质量, g;

W' —— 正庚烷的质量, g;

M —— 噻吩分子量;

a —— 噻吩纯度;

V —— 配制溶液体积, mL。

4.9.2 稀释液的配制:

将浓标准液(4.9.1),按所需浓度用正庚烷进行稀释。所得的硫标准溶液应放在冰箱中或密封的小安瓿瓶中待用。小安瓿瓶开封后使用期不得超过一个月。