

# 中华人民共和国国家标准

## 焦化苯类产品全硫含量的 还原分光光度测定方法

UDC 668.735.1  
:543.12  
:546.22  
GB 8039—87

Benzol products of coal carbonization  
—Determination of total sulphur content  
—Reduction and spectrophotometric method

本标准适用于焦化苯类产品全硫含量的测定。

本方法直接适用于硫含量为0.1~30 mg/kg的样品。硫含量较高者可以通过稀释的办法测定。

本标准是等效采用国际标准 ISO 5282《芳烃硫含量的测定——皮特·勒伯切特还原分光光度法》制定的。

### 1 试验原理

用活性镍将硫化物还原成硫化镍。在酸性溶液中解析出硫化氢，并被碱性醋酸锌吸收。吸收液与N,N-二甲基-对次苯基二胺硫酸盐和硫酸铁(Ⅲ)铵生成亚甲基蓝。

在667 nm 波长下测定蓝色溶液的消光度。

### 2 试样的采取

有关试样的采取按 GB 1990—80《焦化产品轻油类取样方法》进行。

### 3 试剂

- 3.1 乙二醇, 分析纯;
- 3.2 氢氧化钾, 分析纯;
- 3.3 氢氧化钠, 分析纯;
- 3.4 盐酸, 分析纯;
- 3.5 醋酸锌, 分析纯;
- 3.6 异丙醇, 分析纯, 空白试验时, 使用不同数量(例如25 mL 或50 mL), 不应产生不同消光值;
- 3.7 嘴吩, 纯度>99.0%;
- 3.8 硫酸铁(Ⅲ)铵, 分析纯;
- 3.9 N,N-二甲基-对次苯基二胺硫酸盐, 分析纯;
- 3.10 重铬酸钾, 分析纯;
- 3.11 硝酸, 分析纯;
- 3.12 丙酮, 分析纯;
- 3.13 乙二醇-氢氧化钾溶液, 将4 g 氢氧化钾溶解于100 mL 乙二醇中;
- 3.14 氢氧化钠溶液2.5 mol;
- 3.15 盐酸溶液5 mol;
- 3.16 醋酸锌溶液10 g/L;

### 3.17 硫标准溶液

称取约320 mg(称准至1 mg)噻吩定量地转移到盛有250 mL 异丙醇的500 mL 容量瓶中,用异丙醇稀释到刻线并混匀。吸取25 mL 该溶液到第二个干燥的500 mL 容量瓶中,用异丙醇稀释到刻线并混匀。此时1 mL 该标准溶液含有 $m \times 3.81 \times 10^{-5}$  mg 的硫。 $m$  是所取噻吩的实际质量。以毫克表示。

### 3.18 硫酸铁(Ⅲ)铵溶液

将120.6 g 硫酸铁(Ⅲ)铵十二水合物[Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O]溶于750 mL 水中,在冷却并搅拌的同时加入27 mL 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)用水稀释到1 000 mL 并混匀。

### 3.19 N,N-二甲基-对次苯基二胺硫酸盐溶液

将930 mg N,N-二甲基-对次苯基二胺硫酸盐溶于75 mL 水中,在冷却和搅拌的同时加入187 mL 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)用水稀释到1 000 mL 并混匀。

### 3.20 重铬酸钾-硝酸溶液

将50 g 重铬酸钾溶于500 mL 水中,在搅拌的同时加入500 mL 硝酸( $\rho=1.40$  g/mL)并混匀。

### 3.21 镍铝合金:50±5%的镍和50±5%铝的混合物组成。

### 3.22 氮气:纯氮含量99.99%。

## 4 仪器

### 4.1 天平,感量0.001 g。

### 4.2 焦化苯类产品全硫含量测定仪(见图1和图2)。

用重铬酸钾-硝酸溶液清洗新仪器,然后用水充分地冲洗,并在烘箱中干燥,在测定期间用丙酮和水清洗仪器。

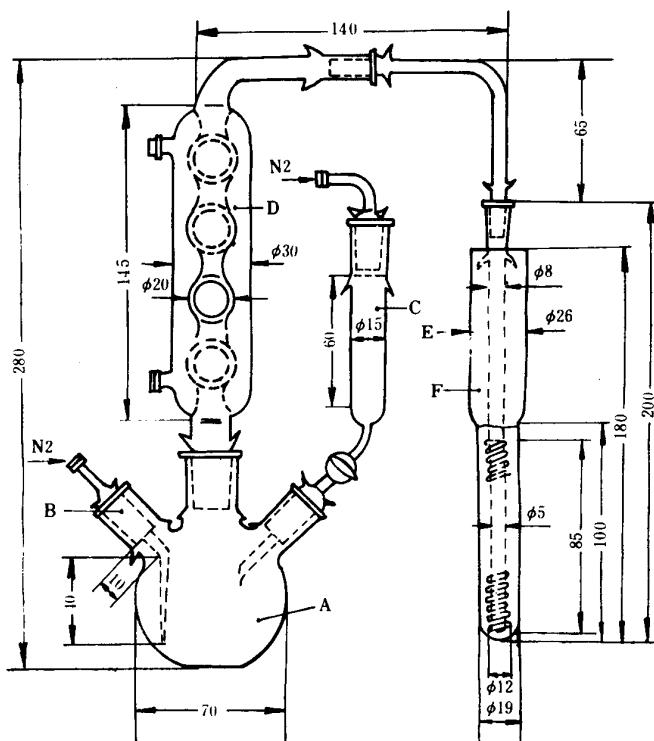


图 1 还原烧瓶及有关的仪器

A—还原烧瓶;B—氮气入口;C—滴液漏斗;D—逆流冷凝器;E—导管;F—吸收容器