

中华人民共和国国家标准

轻质烯烃中微量硫的测定 氧化微库仑法

GB 11141—89

Light olefins for industrial use—
Determination of traces of sulfur—
Oxidative microcoulometric method

代替 GB 3397—82
GB 6019—85

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以氧化微库仑法测定轻质烯烃中微量硫的含量。

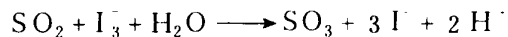
本标准适用于轻质烯烃(C₂~C₄)中微量硫的测定。检测浓度范围为0.5~100mg/kg。

2 引用标准

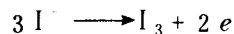
- GB 676 化学试剂 冰乙酸
- GB 1272 化学试剂 碘化钾
- GB 6601 工业用裂解碳四 液态采样法
- GB 7715 工业用乙烯
- GB 7716 工业用丙烯

3 方法原理

试样由载气带入燃烧管与氧气混合并燃烧,碳氢化合物燃烧生成二氧化碳和水,其中微量硫大部分转化为二氧化硫(小部分生成三氧化硫),燃烧产物随后进入滴定池,与电解液中碘三离子(I₃⁻)发生如下反应:



由于电解液中碘三离子(I₃⁻)被消耗,指示电极对间的电位差发生变化,随即电解电极对有相应电流通过,在阳极表面发生如下反应:



当电解产生的碘三离子(I₃⁻),使电解液中碘三离子(I₃⁻)恢复到测定前的浓度时,电解电极停止工作。此时所消耗的总电量是试样中硫含量的一个测定值。根据法拉第电解定律及通过标样的标定即可算出试样中的硫含量。

4 试剂和溶液

本方法所用试剂除特殊规定外,均为分析纯试剂。

- 4.1 碘(≈20目)。
- 4.2 异辛烷或正庚烷:无硫。
- 4.3 蒸馏水:临用前煮沸脱氧或二次蒸馏水。
- 4.4 载气:氮气,纯度99.99%以上。

4.5 反应气：氧气，纯度99.99%以上。

4.6 电解液：称取0.5g碘化钾（GB 1272），10.6g叠氮化钠（NaN₃）置于1 000mL 棕色容量瓶中，加蒸馏水（4.3）少许，再用移液管注入5 mL 冰乙酸（GB 676），用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，放在阴凉处或冰箱中备用。使用期不得超过三个月。

4.7 有机硫标准溶液：称取一定量的噻吩或丁基硫，准确至0.000 1g用异辛烷或正庚烷（4.2）稀释至一定体积，摇匀备用。标准溶液中硫含量按式（1）计算：

$$X = \frac{m \times 32.07 \times 10^6 a}{V \cdot M} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X——标准溶液中硫含量，ng/μL；
 m——噻吩或丁基硫的质量，g；
 a——噻吩或丁基硫的纯度，%；
 V——正辛烷或正庚烷所稀释至的体积，mL；
 M——噻吩或丁基硫分子量；
 32.07——硫的原子量。

5 仪器和设备

5.1 微库仑仪

任何能满足硫的最小检测浓度≤0.5mg/kg的微库仑仪均可使用，其结构如图1所示。

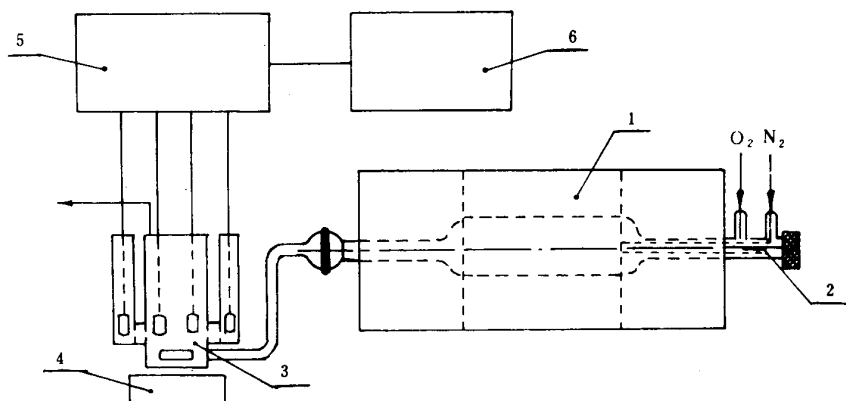


图 1

1—燃烧炉；2—燃烧管；3—滴定池；4—电磁搅拌器；
 5—微库仑计；6—数据处理装置

5.1.1 燃烧炉：燃烧炉由温度能调节控制的三个不同电加热区组成。预热区温度要保证试样完全汽化；燃烧区温度保证试样燃烧完全并尽可能有利于二氧化硫的生成；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。

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

5.1.3 滴定池：由玻璃烧制而成，池中盛有电解液（4.6），并插入一对电解电极和一对指示电极。

5.1.4 微库仑计和数据处理装置。

5.2 注射器

气体进样用1 mL和5 mL医用注射器，或气体进样装置。