

中华人民共和国国家标准

UDC 668.735

:543.063

苯类产品总硫含量的 微库仑测定方法

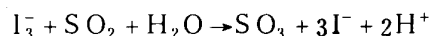
GB 3208-82

Micro-coulomb method for determining
the total sulfur content of benzene-type products

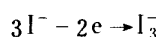
本标准适用于焦化苯、焦化甲苯和焦化二甲苯中10~1000 ppm 硫含量的测定。

1 试验原理

试样在燃烧管内与氧气混合、燃烧，使样品中的硫转化为二氧化硫，并由载气带入滴定池内。氧化硫与池内 I_3^- 发生如下反应：



当 I_3^- 被消耗后，指示-参比电极对指示出这一变化，并将讯号输送给微库仑计放大器，由后者输出一个相应的电流到电解阳极-电解阴极电极对，在电解阳极上发生如下反应：



以补充由 SO_2 所消耗的 I_3^- ，直到电解产生的 I_3^- 使滴定池中 I_3^- 恢复到滴定前的浓度。电解产生 I_3^- 所消耗的电量为微库仑计的数值显示值与所选的电流量程之积，根据法拉第电解定律，通过标样的校正即可计算出试样中的硫含量。

2 试剂

2.1 碘化钾：分析纯。

2.2 冰乙酸：分析纯。

2.3 碘：分析纯。

2.4 甲苯：分析纯。

2.5 蒸馏水：可用二次蒸馏水或去离子水，水质阻值应大于1 MΩ。

2.6 氮气：作为载气。

2.7 氧气：作为反应气。

2.8 噻吩：纯度不低于98%。

2.9 电解液：将0.5g碘化钾溶解于1L二次蒸馏水中，再加入0.5ml冰乙酸，装入棕色瓶中，贮存于阴暗凉爽处，可使用2至3个月。

2.10 有机硫标准溶液：

2.10.1 配噻吩标准溶液的计算公式：

$$\text{噻吩标准溶液硫含量} = \frac{W \times C \times \frac{32}{84.14}}{\left(V - \frac{W}{D}\right) \times 0.866 + W} \times 10^6 \text{ (ppm)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：W——所称噻吩的重量，g；

- C ——噻吩的纯度，%；
 32 ——硫的原子量；
 84.14 ——噻吩的分子量；
 V ——所用容量瓶的容积，ml；
 D ——噻吩的密度，g/ml；
 0.866 ——甲苯的密度，g/ml。

2.10.2 配硫含量为1000ppm的噻吩标准溶液：用针筒吸取噻吩（纯度为98%，密度为1.062），在分析天平上准确称取约2.33g噻吩，将其溶于预先装有约500ml甲苯的1000ml容量瓶中，并用甲苯稀释至刻度线。

$$\text{噻吩标准溶液硫含量} = \frac{2.33 \times 0.98 \times \frac{32}{84.14}}{\left(1000 - \frac{2.33}{1.062}\right) \times 0.866 + 2.33} \times 10^6 = 1002 \text{ (ppm)}$$

根据所需标准溶液中硫含量的多少，可用移液管和容量瓶，将1000ppm的噻吩标准溶液稀释成500ppm、100ppm和50ppm等。

注：因噻吩的沸点较低，一般噻吩标准溶液使用一个月后即要重新配制。

3 仪器和设备

3.1 微库仑计

可测量指示-参比电极对的电位，然后将这~电位与所给偏压相比较，再将这~差值讯号放大为相应电流再加入到电解阳极-电解阴极电极对上，使之电解产生 I_3^- 。检测范围应包括10~1000ppm。

注：凡符合上述检测范围的微库仑计均可使用。

3.2 石英燃烧管。

3.3 燃烧炉：炉温能保持恒定在 $900 \pm 20^\circ\text{C}$ 。

3.4 滴定池：如图1所示。

池内有一个指示-参比电极对，其作用是为了检定池中 I_3^- 的浓度；另一个电解阳极-电解阴极电极对，其作用是保持恒定的 I_3^- 的浓度。指示电极是铂片半电池，参比电极是在 I_3^- 饱和的电解液中的铂丝半电池。电解阳极由铂片制成，电解阴极由铂丝制成。参比电极和电解阴极均通过玻璃毛细管束与滴定池的中心室相通。

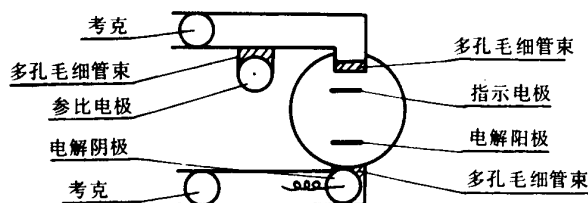


图1 滴定池示意图

3.5 电磁搅拌器。

3.6 记录器：满量程为1mV、5mV或10mV均可。

3.7 自动进样器：进样速度约为 $0.1 \sim 0.5 \mu\text{l/s}$ 。

3.8 微量注射器： $10 \mu\text{l}$ 。