

中华人民共和国国家标准

工业用苯乙烯中微量硫的测定 氧化微库仑法 GB/T 12688.6—90

Styrene for industrial use—
Determination of trace sulfur—
Oxidative micro-coulometric method

1 主题内容和适用范围

本标准规定了工业用苯乙烯中微量硫的测定方法。

本标准适用于工业用苯乙烯中微量硫的测定。测定范围为 0.5~100 mg/kg。稀释后，本方法也可用于较高硫含量的测定。

当试样中总卤化物含量低于硫含量的 10 倍及总氮含量低于硫含量的 1 000 倍时，仍可用本方法测定苯乙烯中的微量硫。

但试样中总重金属含量（例如：镍、钒、铅等）超过 500 mg/kg 时，就会干扰硫的测定。

注意：苯乙烯为易燃物，在与过氧化物、无机酸、三氯化铝等接触时会发生放热聚合反应。高浓度的液态苯乙烯及其蒸气对眼睛和呼吸系统都有刺激作用。

2 引用标准

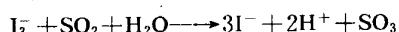
GB 6678 化工产品采样总则

GB 6680 液体化工产品采样通则

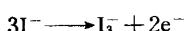
3 方法原理

3.1 试样注入燃烧管的预热区汽化后，由载气带入燃烧区与氧气混合，并燃烧。燃烧管的温度维持在 850°C 左右。并注入一股约含 80% (V/V) 的氧气和 20% (V/V) 的惰性气体（如氮、氩等）的混合气。试样被裂解、燃烧，而微量硫的大部分被氧化成二氧化硫，小部分生成三氧化硫。产物随载气流导入滴定池，其中二氧化硫和滴定池中的三碘离子反应。反应中消耗的三碘离子由微库仑计电解再生，再生三碘离子所需要的总电量就是注入试样中硫的量度。

3.2 进入滴定池中的二氧化硫所发生的反应是：



上述反应中所消耗的三碘离子由库仑计电解再生：



3.3 控制指示电极的电极电位，使再生的三碘离子的量（μmol）等于被二氧化硫消耗的三碘离子的量（μmol）。对未知试样和标准样进行对照测定，并进行适当的计算后，可求得未知试样中硫的含量。

4 试剂与材料

4.1 碘化钾；

4.2 冰乙酸；

4.3 叠氮化钠；

国家技术监督局 1990-12-30 批准

1991-12-01 实施

- 4.4 异辛烷(或正庚烷):无硫,如有需要应对所用的溶剂进行有效的脱硫处理;

4.5 硫的标准物:二丁二硫($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{S}$)₂、正二丁硫($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$)₂ S 或元素硫(S);

4.6 水:用于配制电解液的水应是脱离子水、蒸馏水,或是经脱离子、又经蒸馏的水。使用高纯度的水是至关重要的;

4.7 氮气:纯度≥99.99%;

4.8 氧气:纯度≥99.99%;

4.9 电解质溶液:将0.5 g 碘化钾和0.6 g 叠氮化钠溶解于约500 mL水中,再加入5 mL冰乙酸,然后用水稀释到1 000 mL;

4.10 硫标准贮备溶液(含硫约300 mg/kg):用已知质量的100 mL容量瓶,准确称入适量的异辛烷,然后称入0.060 0 g 二丁二硫。用异辛烷稀释至刻度,再次称量。该溶液中硫含量S(mg/kg或ng/ μL)分别以式(1)或式(2)计算:

$$S(\text{ng}/\mu\text{L}) = \frac{m_1 \times 0.3595 \times 10^6}{V} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式(1)、(2)中： m_1 ——称入二丁二硫的质量，g；

m_2 ——称入异辛烷的质量,g;

V —— 配制硫标准贮备溶液的体积, mL;

0.3595—三丁二硫中的含硫率。

如硫的标准物的纯度较低，可在上述公式中乘入纯度因子。

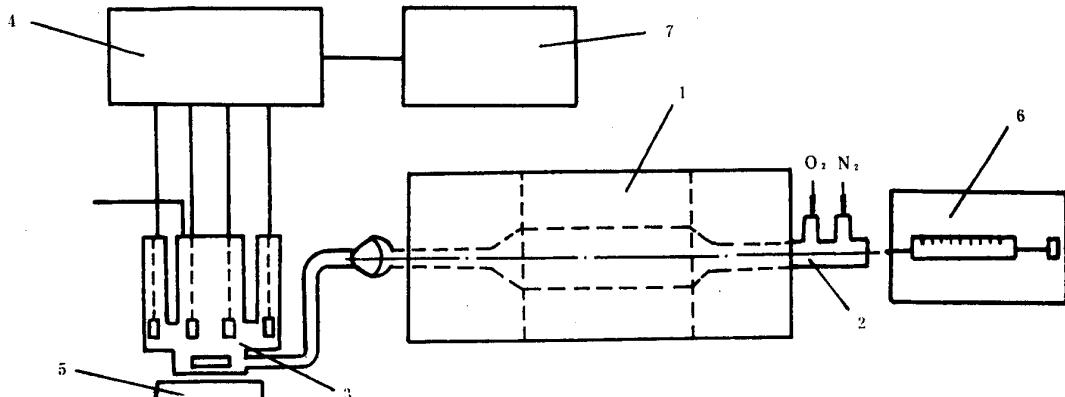
4.11 硫标准溶液:用硫标准贮备溶液(4.10),以无硫异辛烷(或正庚烷)作稀释剂,制备一系列硫标准溶液。其含量范围应在试样硫含量的二倍之内。

注：有必要时，可选用元素硫配制的硫标准溶液，以改善测定误差。

5 仪器和设备

- 5.1 微库仑仪:能满足测定硫含量 $\leq 0.5 \text{ mg/kg}$ 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—微库仑计;5—电磁搅拌器;
6—自动进样器;7—记录装置

- 5.1.1 燃烧炉:配有三个能独立控制的温度区(预热区,燃烧区和出口区);