



中华人民共和国国家标准

GB/T 8037—2009
代替 GB/T 8037—1987

焦化苯类产品中硫醇的检验方法

Benzol products of coal carbonization—
Test for presence of mercap tans

(ISO 5275:2003, Petroleum products and hydrocarbon solvents—
Detection of thiol and other sulfur species—Doctor test, MOD)

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

数码防伪

前 言

本标准修改采用 ISO 5275:2003《石油产品和芳烃溶剂 硫醇与硫化物的检验方法 博士试验》(英文版)。

本标准根据 ISO 5275:2003 重新起草。为了方便比较,在资料性附录 A 中列出了本国家标准条款和国际标准条款的对照一览表。

本标准在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为了便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的“,”;
- 删除国际标准的前言。

本标准代替 GB/T 8037—1987《焦化苯类产品中硫醇的检验方法》。

本标准与 GB/T 8037—1987 相比主要差异如下:

- 增加“安全警告”、“范围”、“规范性引用文件”、“结果表述”和“检验报告”的内容;
- 规范了部分单位和格式。

本标准的附录 A、附录 B 都是资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:武汉科技大学、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:何选明、赵敏伦、李耀拉、方红明、孙伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8037—1987。

焦化苯类产品中硫醇的检验方法

安全警告:本标准在使用中将涉及危险的原料、操作和仪器。本标准不能保证解决所有的与其相关的安全问题。本标准的使用者在使用前有责任建立健全适当的安全和健康保障制度。

氯化镉有毒,应当作环境有毒废物处理。

1 范围

本标准规定了焦化苯类产品中硫醇检验方法的原理、试剂和材料、仪器、取样和制样、试验步骤和检验报告。

本标准适用于焦化甲苯和焦化二甲苯中硫醇和硫化氢的检验。不适用于含有超过痕量过氧化物或二硫化碳含量超过 0.4%(质量分数)的试样。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

试样与亚铅酸钠溶液混合振荡,从混合溶液的外观的变化来判断有无硫醇、硫化氢、单质硫或过氧化物的存在,并在加入升华硫振荡后最终验证有无硫醇。

4 试剂和材料

除非特别说明,4.2~4.11 的试剂应达到分析纯,水纯度符合 GB/T 6682 中三级水要求。

4.1 三水合乙酸铅 $[(CH_3COO)_2Pb \cdot 3H_2O]$,晶体。

4.2 氢氧化钠(NaOH),固体。

4.3 亚铅酸钠溶液(博士试剂)

将 25 g 三水合乙酸铅结晶(4.1)溶解到 200 mL 蒸馏水中,过滤后再加到 100 mL 含有 60 g 氢氧化钠(4.2)的水的溶液中。混合物在沸水浴中加热 $30\text{ min} \pm 5\text{ min}$,冷却后用水稀释至 1 000 mL。

用带有密封塞子瓶存贮溶液,如溶液不透明则在用前过滤。

4.4 氯化镉($CdCl_2$)。

4.5 浓盐酸(HCl),质量分数约为 36%(11 mol/L)。

4.6 氯化镉溶液

用水溶解 100 g 氯化镉(4.4),加入 10 mL 盐酸,并稀释到 1 000 mL。

对于常规分析,50 g/L 的 $NaHCO_3$ 溶液可以用作分析,但是因为硫化钠是无色的,要求用醋酸铅试纸来确定硫化氢是否脱除(见 7.2)。

4.7 升华硫,干燥(密封容器保存)。

4.8 碘化钾溶液(KI)

碘化钾 100 g/L 溶液,使用前当天配制。

4.9 乙酸溶液(CH_3COOH)

乙酸 100 g/L 溶液,使用前当天配制。

4.10 淀粉溶液

淀粉 5 g/L 溶液,使用前当天配制。

5 仪器

5.1 混合用带塞磨口量筒:容积 50 mL。

5.2 量筒:容积 5 mL 和 10 mL。

5.3 分液漏斗:容积 50 mL。

6 取样和制样

6.1 按 GB/T 1999 的规定,从大量的物料中取出不少于 1 000 mL 的代表性试样。

6.2 从代表性试样中采取检测样品前,充分振荡以混合试验样品。

7 试验步骤

7.1 初步试验

取试样 10 mL,亚铅酸钠 5 mL(4.3),置于磨口量筒,激烈振荡 15 s。按表 1 所示观察混合物外观变化并继续试验。

表 1 初步试验观察

观 察	结 论	继续试验
黑色沉淀立即形成	有硫化氢	7.3
棕色沉淀缓慢生成	有可能存在有氧化物	7.2
振荡的溶液呈乳白色而后颜色变深	有硫醇或元素硫	7.4
没有变化或生成黄色	可能有硫醇	7.4

7.2 硫化氢

取出新鲜试样 20 mL 到分液漏斗中(5.3),加入 1 mL 氯化镉溶液(4.6)后剧烈振荡 15 s。静置分层至澄清,然后取其上层试样 10 mL,重复 7.1 操作。第一次洗涤之后如没有黑色沉淀,则将洗过的试样与亚铅酸钠的混合溶液中继续 7.4 所述的操作。若仍有沉淀生成,则将分液漏斗内的水层倒出,滴加 0.5 mL 新制的氯化镉溶液,重复洗涤和试验。如果用碳酸氢钠,则见 4.6。

经过两次洗涤之后,黑色沉淀可能不会继续生成,但如果确实有,通过连续洗涤后和再测试一定体积溶液,应该可以得到脱除硫化氢的洗涤样品,从而保证 10 mL 的试样经 7.1 和 7.4 试验后得到最终试验结果。

7.3 过氧化物

取试样 10 mL 于磨口量筒中(5.1),加入 2 mL 碘化钾溶液(4.8),滴几滴乙酸溶液(4.9)和几滴淀粉溶液(4.10)。剧烈振荡 15 s,沉淀后观察水层颜色。如果呈蓝色,证明有一定浓度过氧化物存在会使检测失效。

7.4 最终试验

按 7.1 或 7.2 所得试样与亚铅酸钠的混合溶液中加少量的升华硫(不过量,约 0.05 g)(4.7),在量筒内能够盖住层与层的界面。振荡量筒 15 s,静置 60 ± 5 s。观察量筒内容物,如果在升华硫上形成棕色或黑色沉淀,则证明有硫醇存在。

8 结果表述

8.1 如果过氧化物存在,与 7.2 判断结果一样,结果报告为“测试无效——过氧化物存在”。

8.2 如按照 7.1 所述,振荡亚铅酸钠过程中,立即形成黑色沉淀,则结论报告为“博士阳性(高硫)——硫化氢存在”。如果除去硫化氢之后,再按 7.4 所述加入硫磺试验,有黑色或者棕色沉淀形成,则结果报告为“博士阳性(高硫)——硫化氢和硫醇存在”。

8.3 如按照 7.1 所述,在摇动的过程中,溶液在颜色上由白色变为黑色,则结论报告为“博士阳性(高硫)——硫醇及(或)硫元素存在”。

8.4 如试样和亚硝酸钠混合振荡,生成乳白色,再加入 7.4 所述的升华硫以后生成棕色或黑色沉淀,试验报告结果为“博士阳性(高硫)——硫醇存在”。

8.5 如按照 7.1 所述,摇动之后,没有变化出现或仅有浅黄色生成,加入 7.4 所述的升华硫以后没有沉淀物生成,试验报告结果为“博士阴性(低硫)”。

9 检验报告

检测报告应至少包括如下内容:

- a) 标准编号;
- b) 识别被检测试样的必要资料;
- c) 检测结果;
- d) 对偏离标准的详细说明;
- e) 测试的日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 5275:2003 章条编号对照

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 5275:2003 章条编号对照一览表

本标准编号	对应的国际标准章条编号
1	—
—	1
2	2 的第 1 段
3	—
—	3
4	4
5	5
6	6
7	7
7.1	7.1.2
7.2	7.3
7.3	7.2
7.4	7.4
8	8 的第 2~6 段
—	9
—	10

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 5275:2003 技术性差异及其原因的一览表

表 B.1 本标准与 ISO 5275:2003 技术性差异及其原因

本标准编号	技术性差异	原 因
	将“安全警告”的内容全部集中	适合我国标准规范
1	第一句将“石油产品和烃类溶剂”替换为“焦化苯类产品”； 第二句将“石油产品和烃类溶剂”替换为“焦化甲苯和焦化二甲苯”	本标准仅涉及“焦化苯类产品”，包括“焦化甲苯和焦化二甲苯”。“焦化苯类产品”属于“石油产品和烃类溶剂”的范畴
2	引用了我国标准(包括采用国际标准的我国标准)，而非国际标准； 删除芳烃和汽油的取样	以适合本标准的范围和便于使用
6	按 GB/T 1999 的规定取样	本标准仅涉及“焦化苯类产品”，且便于标准使用
6.2	删除“如果室温下样品在的蒸气压超过 30 kPa，应避免容器形成内压。如安全需要，需定时释放内压。”	因为焦化苯类产品在室温下的蒸气压不可能超过 30 kPa
7	删除“7.1.1 酚类物质”，保留 7.1.2 条款，并将其改为 7.1 条款	焦化苯类产品一般不使用“作抗氧化剂的酚类物质”
7	7.2 条款与 7.3 条款交换位置	与表 1 内容顺序一致
8	删除因为存在酚类等干扰物质，使测定不能完成的试验结果：“测试无效—物质存在”	焦化苯类产品一般不使用“作抗氧化剂的酚类物质”
	删除“精密度”条款	没有实质内容，不需要

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
焦化苯类产品中硫醇的检验方法
GB/T 8037—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

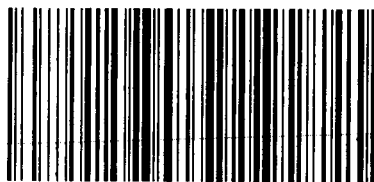
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009 年 12 月第一版 2009 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-39375 定价 16.00 元



GB/T 8037-2009

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533