



中华人民共和国国家标准

GB/T 8039—2009
代替 GB/T 8039—1987

焦化苯类产品全硫含量的还原分光 光度测定方法

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

(ISO 5282:1982 Aromatic hydrocarbons—Determination of sulphur content—
Pitt-Ruprecht reduction and spectrophotometric method, MOD)

2009-07-08 发布

2010-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准修改采用 ISO 5282:1982《芳烃硫含量的测定——皮特·勒伯切特还原分光光度法》(英文版)。

本标准根据 ISO 5282:1982 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”一词改为“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 8039—1987《焦化苯类产品全硫含量的还原分光光度测定方法》。

本标准与 GB/T 8039—1987 相比主要差异如下:

- 增加“范围”、“规范性引用文件”、“试验报告”的内容;
- 单位与格式规范化。

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、黄鹍、徐鸿、孙伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8039—1987。

焦化苯类产品全硫含量的还原分光 光度测定方法

1 范围

本标准规定了焦化苯类产品全硫含量的还原分光光度测定的原理、采样、试剂、仪器、试验步骤和结果计算。

本标准适用于焦化苯类产品全硫含量的测定。测量范围：硫含量为 0.1 mg/kg~30 mg/kg。

注：当硫含量较高时可以通过稀释的办法采用本方法测定。

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

3 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。

4 采样

按 GB/T 1999 的规定，从大量的物料中随机取出不少于 1 000 mL 的代表性的试样。

5 试剂

- 5.1 乙二醇，分析纯。
- 5.2 氢氧化钾，分析纯。
- 5.3 氢氧化钠，分析纯。
- 5.4 盐酸，分析纯。
- 5.5 醋酸锌，分析纯。
- 5.6 异丙醇，分析纯。空白试验时，使用不同数量的（例如 25 mL 或 50 mL），不应产生不同的消光值。
- 5.7 噻吩，纯度>99.0%。
- 5.8 硫酸铁(Ⅲ)铵，分析纯。
- 5.9 N,N-二甲基-对次苯基二胺硫酸盐，分析纯。
- 5.10 重铬酸钾，分析纯。
- 5.11 硝酸，分析纯。
- 5.12 丙酮，分析纯。
- 5.13 乙二醇-氢氧化钾溶液，将 4 g 氢氧化钾溶解于在 100 mL 乙二醇中。
- 5.14 氢氧化钠溶液 2.5 mol。
- 5.15 盐酸溶液 5 mol。
- 5.16 醋酸锌溶液 10 g/L。
- 5.17 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。

5.18 硫酸铁(Ⅲ)铵溶液

将 120.6 g 硫酸铁(Ⅲ)铵十二水合物 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 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。

5.19 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,在冷却并搅拌的同时加入 187 mL 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)用水稀释到 1 000 mL 并混匀。

5.20 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。

5.21 镍铝合金:由 50%±5% 的镍和 50%±5% 的铝的混合物组成。

5.22 氮气:氮含量 99.99%。

6 仪器

6.1 天平,感量 0.001 g。

6.2 焦化苯类产品全硫含量测定仪(见图 1 和图 2)。

单位为毫米

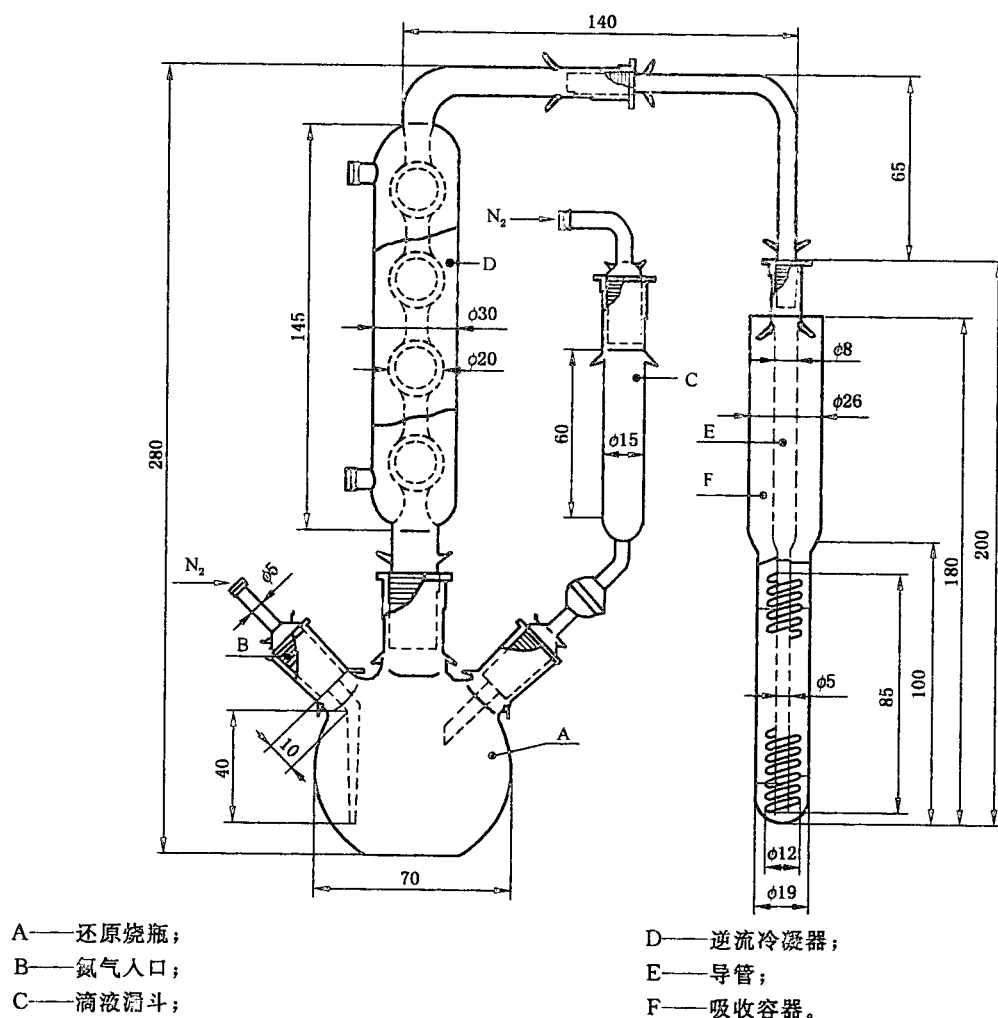
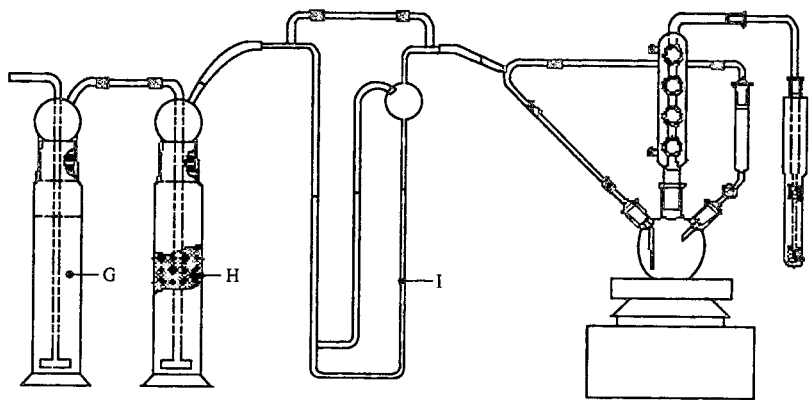


图 1 还原烧瓶及有关仪器



G——带有乙二醇-氢氧化钾溶液的洗涤瓶；
H——带有玻璃毛的洗涤瓶；
I——流量计。

图 2 还原法仪器

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

- 6.3 氮气输送管:聚氯乙烯或其他无硫塑料管。
- 6.4 分光光度计:适用于在 667 nm 波长下测量,并带有光径长 20 mm 的比色皿。
- 6.5 容量瓶:容积 50 mL、250 mL、500 mL 和 1 000 mL。
- 6.6 加热器:具有磁力搅拌装置。

7 试验步骤

7.1 空白试验

用 50 mL 或 25 mL 的异丙醇代替试样,按 7.3 规定的步骤操作。

7.2 绘制标准曲线

按表 1 所示的硫标准溶液的体积取样,分别置于 6 个干燥的 500 mL 容量瓶中,并用异丙醇稀释到刻线。按 7.3.2~7.3.4 所示步骤操作,用不同的标准比色溶液的消光度减去空白溶液的消光度,即 $E-E_0$ 为纵坐标,对应的硫含量 c_0 为横坐标作图,即得标准曲线。

表 1 标准比色溶液

硫标准溶液/mL	对应的硫含量/(mg/L)
0 ^a	0
5.0	$m \times 0.381 \times 10^{-3}$
10.0	$2m \times 0.381 \times 10^{-3}$
15.0	$3m \times 0.381 \times 10^{-3}$
20.0	$4m \times 0.381 \times 10^{-3}$
25.0	$5m \times 0.381 \times 10^{-3}$
^a 校正空白。	

7.3 测定

7.3.1 活性镍的制备

将 0.5 g ± 0.05 g 镍铝合金转入还原烧瓶 A(见图 1 和图 2),加入 10 mL 氢氧化钠溶液,用表面皿盖住烧瓶,直到氢气激烈析出结束为止。

把烧瓶置于沸水浴上,并旋转瓶内液体,加速铝的溶解,并使粘在瓶壁的镍回到瓶底。约 10 min 后,铝全部溶解时把烧瓶从水浴中取出,氮气经由入口管 B 通入烧瓶中,用一个小的吸管吸掉上层清液,用 10 mL~15 mL 水清洗烧瓶颈部。用力旋转烧瓶,搅动镍残余物,使其沉淀,并再次吸掉上层清液,用水重复这样的操作三次。然后加入 10 mL 异丙醇操作一次。最后加入 10 mL 异丙醇。

7.3.2 还原

按表 2 所规定的全硫含量吸取试样并置于烧瓶里,然后把烧瓶连接到仪器上,冷凝器通入冷却水。

表 2 试样的体积

预计的硫含量/(mg/kg)	试样的体积/mL
0.1~1	50
1~2	25
2~5	10
5~10	5
10~30	1

取 10 mL 盐酸溶液置于滴液漏斗 C 中,将 5 mL 醋酸锌溶液和 0.5 mL 氢氧化钠溶液置于吸收器 F 中。安装吸收器 F 时,要使得导管 E 几乎达到吸收器 F 的底部。再用氮气清扫仪器。氮气用通过含有乙二醇-氢氧化钾溶液的第一个洗气瓶和通过装有玻璃毛过滤层的第二个洗气瓶净化,流速约为 1.5 L/h~1.7 L/h,在整个还原期间应保持这种流速。

用磁力搅拌器搅拌,搅拌速度为使活性镍尽可能均匀分散在液体内。加热烧瓶,使瓶内液体约在 10 min 左右达到沸腾。继续加热 30 min,使有和缓的回流发生,然后把盐酸溶液缓慢地滴入烧瓶内(在 5 min~10 min 内滴入 10 mL)。放出的硫化氢被氮气带到吸收器 F。一般加酸后继续回流 20 min,完成硫化氢的输送和吸收。

从仪器上卸下吸收器 F 和导管 E,关闭搅拌器、加热器和氮气。

7.3.3 显色

加 10 mL 水到吸收器 F 里。螺旋导管应低于液面 10 mm~20 mm。用导管搅拌使溶液均匀。

从导管里加入 5 mL N,N-二甲基-对次苯基二胺硫酸盐溶液(5.19)到吸收器 F 中(该液体因密度较大沉在吸收器的底部),使白色浮层(厚 5 mm~10 mm)保持在吸收器里液体的上层,可避免硫化氢的损失。立即从导管加入 1 mL 硫酸铁(Ⅲ)铵溶液(5.18),并用尽可能少的水冲洗下去。

用导管混匀液体,先底部后上部(在整个操作期间,螺旋导管应保持在液面以下)。剧烈搅拌 1 min。最后把蓝色溶液转移到 50 mL 容量瓶(6.5)中,用水稀释到刻线并混匀。

7.3.4 分光光度测定

7.3.4.1 5 min 后用光径长 20 mm 的比色皿在 667 nm 波长下测其溶液的消光度 E 。

7.3.4.2 同样地,测定空白溶液的消光度 E_0 。

7.3.4.3 从标准曲线上求出对应于 $E-E_0$ 的硫浓度 c_0 (mg/L)。

8 结果计算

全硫含量按式(1)计算:

$$c_s = \frac{c_0 \times 50}{V \times \rho} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_s ——试样的全硫含量,单位为毫克每千克 (mg/kg);

c_0 ——试样溶液中对应于 $E-E_0$ 的硫的校正浓度,单位为毫克每升 (mg/L);

V ——试样的体积,单位为毫升 (mL);

50——比色用容量瓶的体积；

ρ ——试样的视密度，单位为克每毫升(g/mL)。

9 精密度

重复性 r 和再现性 R 见表 3。

表 3 精密度

硫含量/(mg/kg)	重复性 r	再现性 R
0.5	0.05	0.15
1.5	0.15	0.30
5	0.62	0.97

10 试验报告

试验报告将至少包含下列内容：

- 被检测试样的类型和识别信息；
- 采用标准；
- 任何偏离规定实验步骤的操作；
- 测试结果；
- 测试日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 5282:1982 章条编号对照

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 5282:1982 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 的前二段
2	2
3	3
4	6
5	4
6	5
7	7
8	8
9	9
—	附录
—	参考文献

附 录 B

(资料性附录)

本标准与 ISO 5282:1982 技术性差异及其原因

表 B.1 本标准与 ISO 5282:1982 技术性差异及其原因

本标准编号	技术性差异	原 因
1	删除“沸点 200 ℃ 以下芳烃”。 删除“烷基硫酸、芳香硫酸和芳香硫酸盐的存在都能引起不能完全回收硫磺”	本标准仅涉及“焦化苯类产品”，沸点 200 ℃ 以下，不需另加说明。“烷基硫酸、芳香硫酸和芳香硫酸盐的存在都能引起不能完全回收硫磺”属于常识，不必说明
2	引用了我国标准，而非国际标准	以适合我国国情
4	删除“蒸馏水或相等纯度的水”的规定。 增加了“氢氧化钾”等单质化学试剂，共 10 项	化学分析使用“蒸馏水或相等纯度的水”属于试验分析一般要求。 “氢氧化钾”等单质化学试剂对溶液配制和分析准确性影响显著，必须有严格的要求
5	增加了“氮气输送管：聚氯乙烯或其他无硫塑料管”	使试验更严格
8	删除“重复性”和“再现性”的定义性描述	“重复性”和“再现性”的定义属于一般常识
9	保留 1~5 段，不采用第 6 段	第 6 段是对试验方法的另外一种选择，可以不用。而且需要增加条款 6 中没有规定的新仪器
	删除“附录：无硫甲苯的制备”	原标准实践表明，无须专门制备无硫甲苯
	删除“参考文献”	符合我国标准规范

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
GB/T 8039—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

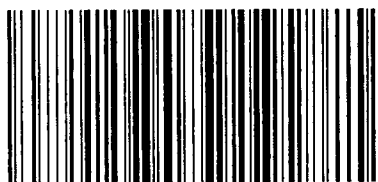
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38849 定价 16.00 元

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



GB/T 8039-2009