УДК 661.721:546.22.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения серы

Methanol poison, technical.
Method for sulphur determination

ГОСТ
25742.3—83

(СТ СЭВ 2968—81)

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения серы в техническом метаноле-яде.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2968—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в восстановлении органической серы до сульфида на никеле Ренея, разложении сульфида никеля соляной кислотой с последующим титрованием выделившегося сероводорода раствором уксуснокислой ртути в присутствии дитизона.

1.2. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Термометр лабораторный с пределами измерения от 0 до 100 °С ценой деления — 1,0 °С, с погрешностью ±1,0 °С.

Цилиндр 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка градуированная вместимостью 1 и 10 $см^3$.

Бюретка вместимостью 5 или 10 $см^3$.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82 или любая другая из термостойкого и толстостенного стекла.

Воронка ВК-25-ХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник обратный ХШ-2—250—45/40 или ХШ-1—300—29/32 по ГОСТ 25336—82.

gost.e-ecolog.ru

Абсорбер.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Спирт изопропиловый ч. д. а.

Азот по ГОСТ 9293—74, 1-й сорт или аргон по ГОСТ 10157—79.

Изооктан эталонный по ГОСТ 12433—83.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., разбавленная 1:2.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.) и c (NaOH) = 2,5 моль/дм³ (2,5 н.).

Дитизон по ГОСТ 10165—79, раствор в ацетоне с концентрацией 1 г/дм³. Раствор устойчив в течение суток.

Никель Ренея в соотношении никеля и алюминия 1 : 1.

Сера техническая по ГОСТ 127—76, природная, 9990 или 9995 сорт.

Ртути окись желтая по ГОСТ 5230—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение импортной аппаратуры и лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. *Приготовление активной формы никеля Ренея*

В стакан вместимостью 100 см³ помещают 20 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 2,5 моль/дм³ (2,5 н.), нагревают до 75—80 °С, добавляют 1,00 г никеля Ренея, охлаждают льдом до прекращения выделения водорода, дают отстояться в течение 10 мин и с осадка сливают раствор. Осадок трижды промывают дистиллированной водой порциями по 15 см³ и один раз 10 см³ изопропилового спирта. Промытый осадок хранят под слоем изопропилового спирта не более трех суток.

1.3.2. *Приготовление раствора серы*

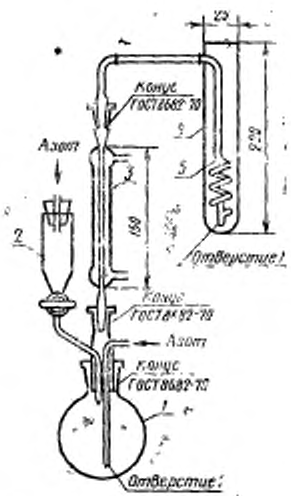
В колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,0050 г серы и добавляют 50 см³ изооктана. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на водяной бане до полного растворения серы. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем доводят изооктаном до метки и тщательно перемешивают. 1 см³ приготовленного раствора содержит 0,00005 г серы.

1.3.3. *Приготовление раствора уксуснокислой ртути и установка его точной концентрации*

В колбу вместимостью 1 дм³ помещают 25 см³ дистиллированной воды, 1 см³ ледяной уксусной кислоты и 0,2022 г желтой окиси ртути. Содержимое колбы перемешивают до полного растворения, затем доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Для установки точной концентрации полученного раствора уксуснокислой ртути собирают установку, как указано на чертеже.

В колбу помещают 2,5 см³ раствора серы в изооктане, добавляют 12,5 см³ изооктана, около 0,50 г никеля Ренея и 10 см³ изопропилового спирта и далее, как указано в п. 1.4, но без добавления метанола. Параллельно проводят контрольный опыт, применяя те же реактивы, но без раствора серы.



1 — колба; *2* — капельная воронка; *3* — обратный холодильник; *4* — абсорбер; *5* — трубка

Точную концентрацию раствора уксуснокислой ртути (C) по сере в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{2{,}5 \cdot m}{(V_1 - V_0)},$$

где m — масса серы, содержащаяся в 1 см³ раствора, г;

2,5 — объем раствора серы в изооктане, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислой ртути, израсходованный на титрование раствора серы, см³;

V_0 — объем раствора уксуснокислой ртути, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³.

Расчет точной концентрации раствора уксуснокислой ртути по сере проводят до седьмого десятичного знака и округляют до шестого.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

1.3.1—1.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.4. Проведение анализа

1.4.1. В колбу помещают около 0,50 г активного никеля Ренея, добавляют 10 см³ изопропилового спирта таким образом, чтобы весь активный никель Ренея находился на дне колбы. Затем добавляют 100 см³ анализируемого метанола, после этого подают азот, регулируя скорость подачи его до двух пузырьков в секунду. Содержимое колбы нагревают на водяной бане до кипения и выдерживают в течение 30 мин.

Затем в абсорбер помещают 20 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.) и 20 см³ ацетона, а в капельную воронку наливают около 20 см³ раствора соляной кислоты, подают в нее азот и по каплям прибавляют 10 см³ кислоты в колбу при непрерывной подаче в нее азота. Приток азота усиливают с целью полного удаления выделившегося сероводорода из установки. После окончания реакции быстро прекращают подачу азота, при этом абсорбент поднимается по трубке *5*, смывая с ее поверхности весь сероводород. Затем содержимое абсорбера титруют раствором уксуснокислой ртути в присутствии 5—10 капель дитизона до появления устойчивой красной окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 100}{100 \cdot \rho},$$

где V — объем раствора уксуснокислой ртути, израсходованный на титрование, см³;

C — точная концентрация раствора уксуснокислой ртути, определенный по п. 1.3.3, г/см³;

ρ — плотность метанола, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±8 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

И. А. Рыжак, канд. хим. наук; **А. Б. Сухомлинов**, канд. хим. наук; **Н. С. Безгубенко**; **З. И. Сухарева**; **Г. Д. Позигун**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.04.83 № 1967

3. **СТАНДАРТ СООТВЕТСТВУЕТ СТ СЭВ 2968—81**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	1.2
ГОСТ 127—76	1.2
ГОСТ 1770—74	1.2
ГОСТ 2603—79	1.2
ГОСТ 3118—77	1.2
ГОСТ 4328—77	1.2
ГОСТ 5230—74	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2
ГОСТ 9293—74	1.2
ГОСТ 10157—79	1.2
ГОСТ 10165—79	1.2
ГОСТ 12433—83	1.2
ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 25336—82	1.2

5. **Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 4—93)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 10—89)

gost.e-ecolog.ru