УДК 661.721:546.22.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения серы

ГОСТ 25742.3—83

Methanol poison, technical
Method for sulphur determination

(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 см³.

Бюретка вместимостью 5 или 10 см³.

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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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/дм^3 (1 н.) и c (NaOH) = 2,5 моль/дм^3 (2,5 н.).

Дитизон по ГОСТ 10165—79, раствор в ацетоне с концентрацией 1 г/дм^3. 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 см^3 помещают 20 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 2,5 моль/дм^3 (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 см^3 и один раз 10 см^3 изопропилового спирта. Промытый осадок хранят под слоем изопропилового спирта не более трех суток.

1.3.2. *Приготовление раствора серы*

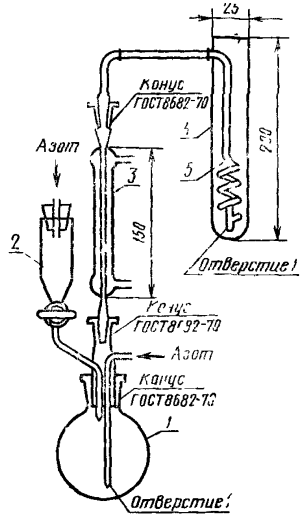
В колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,0050 г серы и добавляют 50 см^3 изооктана. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на водяной бане до полного растворения серы. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем доводят изооктаном до метки и тщательно перемешивают. 1 см^3 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

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

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