

## МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

ГОСТ

Метод определения серы

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 Рейея, разложении сульфида никеля соляной кислотой с последующим титрованием выделившегося сероводорода раствором уксуснокислой ртути в присутствии дити-зона.

## 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<sup>3</sup>.

Бюретка вместимостью 5 или 10 см<sup>3</sup>.

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

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 гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы концентрации  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) и  $c(\text{NaOH}) = 2,5$  моль/дм<sup>3</sup> (2,5 н.).

Дитизон по ГОСТ 10165—79, раствор в ацетоне с концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>. 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.

Ртуть 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<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH}) = 2,5$  моль/дм<sup>3</sup> (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<sup>3</sup> и один раз 10 см<sup>3</sup> изопропилового спирта. Промытый осадок хранят под слоем изопропилового спирта не более трех суток.

#### 1.3.2. Приготовление раствора серы

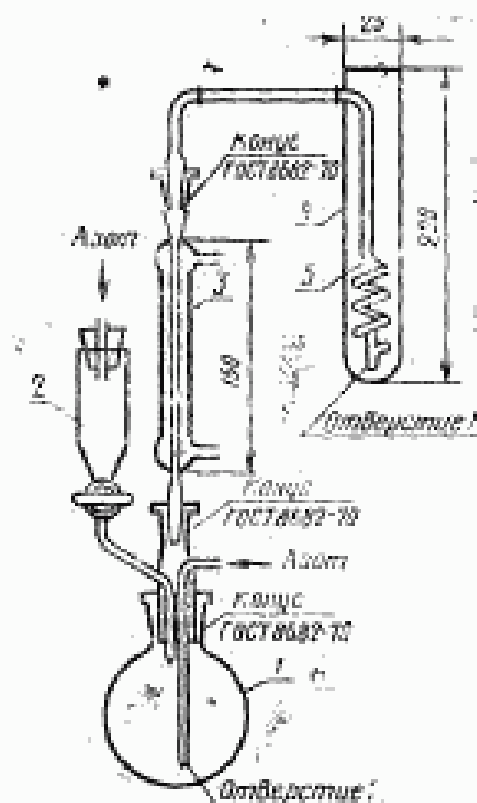
В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,0050 г серы и добавляют 50 см<sup>3</sup> изооктана. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на водяной бане до полного растворения серы. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, объем доводят изооктаном до метки и тщательно перемешивают. 1 см<sup>3</sup> приготовленного раствора содержит 0,00005 г серы.

1.3.3. Приготовление раствора уксуснокислой ртути и установка его точной концентрации

В колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора серы в изооктане, добавляют 12,5 см<sup>3</sup> изооктана, около 0,50 г никеля Ренея и 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора, г;

2,5 — объем раствора серы в изооктане, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора уксуснокислой ртути, израсходованный на титрование раствора серы, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора уксуснокислой ртути, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> изопропилового спирта таким образом, чтобы весь активный никель Ренея находился на дне колбы. Затем добавляют 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) и 20 см<sup>3</sup> ацетона, а в капельную воронку наливают около 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, подают в нее азот и по каплям прибавляют 10 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$C$  — точная концентрация раствора уксуснокислой ртути, определенный по п. 1.3.3, г/см<sup>3</sup>;

$\rho$  — плотность метанола, г/см<sup>3</sup>.

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  $\pm 8\%$  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)