

YB

中华人民共和国行业标准

YB 4021—91

**煤中全硫含量的测定方法
还原滴定法**

1991-05-04发布

1992-01-01实施

中华人民共和国冶金工业部 发布

中华人民共和国行业标准

萘中全硫含量的测定方法 还原滴定法

YB 4021—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍还原-容量滴定法测定萘中全硫含量的试验原理、试剂、仪器、试验步骤、结果计算与精密度。

本标准适用于测定精萘、工业萘和压榨萘中的全硫含量。

本方法直接适用于全硫含量为 30~10 000 mg/kg 的试样。全硫含量更高时可用稀释办法测定。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法
- GB 2000 焦化产品固体类取样方法
- GB 2289 焦化产品粘油类取样方法
- GB 6707 焦化产品测定方法通则
- GB 9977 焦化产品术语

3 试验原理

用活性镍将硫化合物还原成硫化镍，在盐酸溶液中解析硫化氢。由氢氧化钠溶液吸收，用标准乙酸汞溶液滴定。

4 试剂和材料

- 4.1 丙酮。
- 4.2 异丙醇。
- 4.3 硝酸。
- 4.4 镍铝合金：含镍 50%，含铝 50%，粉状。
- 4.5 盐酸溶液：5 mol/L。
- 4.6 氢氧化钠溶液：2.5 mol/L 和 1 mol/L。
- 4.7 氢氧化钾-乙二醇溶液：40 g/L，可用化学纯试剂配制。
- 4.8 硫氰酸铵标准溶液：0.1 mol/L，按 GB 601 中关于硫氰酸钠标准溶液的配制方法进行配制与标定。
- 4.9 乙酸汞标准溶液
- 4.9.1 标准储备液：在 500 mL 容量瓶中加入 200 mL 水和 10 mL 冰乙酸，称取刚在 100℃ 干燥过的氧化汞 3.375 g，(称准至 0.000 1 g)，溶于其中，再用水稀释到刻度，充分混匀。
- 4.9.2 标准储备液的标定：取 50 mL 储备液于 250 mL 三角烧瓶中，加 2 mL 浓硝酸和 2 mL 硫酸铁指示剂，用硫氰酸铵标准溶液滴定到稳定的微红黄色终点。由式(1)计算换算系数：

$$T = V \times \frac{0.108 3}{3.375} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$