

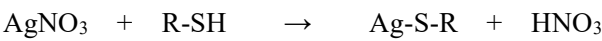
HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定数据 COM 系列	数据No.	L17	25/1/6
润滑油 石油产品	石油产品中硫醇硫的测定				

1. 测定概述

石油产品中硫醇硫的测定方法在 GB/T 1792《汽油、煤油、喷气燃料和馏分燃料 中硫醇硫的测定 电位滴定法》中有描述。石油产品中硫醇硫的测定是保持产品质量、确保安全性及符合法规要求的重要项目。

本数据表介绍了一个基于上述 GB/T 测定硫醇硫的实例。试样由向石脑油溶剂中添加硫醇硫制备而成。

在这种方法中，样品溶解在 2-丙醇醋酸钠溶剂中，然后使用银/硫化银指示电极和玻璃参比电极，用 2-丙醇硝酸银标准溶液进行电位滴定。硝酸银和硫醇硫发生定量反应，沉淀出硫醇银。硫醇硫是通过检测滴定曲线的拐点作为终点来确定的。



2. 设备组成和试剂

(1) 设备组成

本体	:	自动滴定装置	COM 系列
指示电极	:	银电极	AG-312 (硫化银薄膜)
参比电极	:	玻璃电极	GE-101B

(2) 试剂

滴定液	:	0.01 mol/L 2-丙醇硝酸银标准液
		吸取 50mL 0.1 mol/L 硝酸银醇标准液至 500mL 容量瓶中，用异丙醇稀释至刻度。
滴定溶剂	:	将 2.7g 乙酸钠水合物($\text{NaC}_3\text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 溶解于 25mL 不含溶解氧的纯水中，再加入 975mL 异丙醇中混合制备。
试剂(i)	:	0.1 mol/L 2-丙醇硝酸银标准液
		将 8.5g 硝酸银溶解于 50mL 纯水中，转移至 500mL 容量瓶中，并用异丙醇稀释至刻度。
试剂 (ii)	:	称取 3.1g 硫化钠水合物 ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)，用纯水溶解并定容至 100mL。

3. 测定步骤

(1) 制备银/硫化银电极

- (i) 用砂纸（氧化铝材质的水磨砂纸 1000 目）打磨 AG-312 的检测部分（银面）。
- (ii) 将上述 (i) 中的电极浸入 8mL 硫化钠溶液和 100 mL 滴定溶剂的混合液中。
- (iii) 放入搅拌子，在搅拌的同时，于 10 分钟内逐步加入 10 mL 0.1 mol/L 的 2-丙醇硝酸银标准液。
- (iv) 用纯净水冲洗电极，并用柔软的布轻轻擦拭干净。

(2) 硫醇硫的测定

- (i) 使用移液管取 20 mL 样品，移入 200 mL 高脚烧杯中。
- (ii) 加入 100 mL 滴定溶剂，放入搅拌子搅拌，溶解样品。
- (iii) 浸入电极后，用 0.01 mol/L 2-丙醇硝酸银标准液进行滴定，通过检测滴定曲线的拐点作为终点。
同时，进行空白试验以确定空白值。

4. 测定条件和结果示例

滴定条件例

空白测定

条件 No.	1	计算式 No.	1	模式 No.	17
方式	突跃点检测	S:样品量	0 g	平衡等待时间	0 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0 mL	滴定系数	0
测定单元 No.	1	M:滴定剂浓度	0 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数	0	等待时间	10 秒
开始时间	10 秒	K:系数 1	0	等待灵敏度	1 mV
连续滴加 mL	0 mL	L:系数 2	0	滴加速度	2
反应时间	0 秒	结果单位	mL	最小滴定体积	16
检测开始 mL	0 mL	计算公式	D		
检测灵敏度	500	小数点以下位数	3		
过量滴加 mL	0.1 mL				
最大滴定量 mL	1 mL				

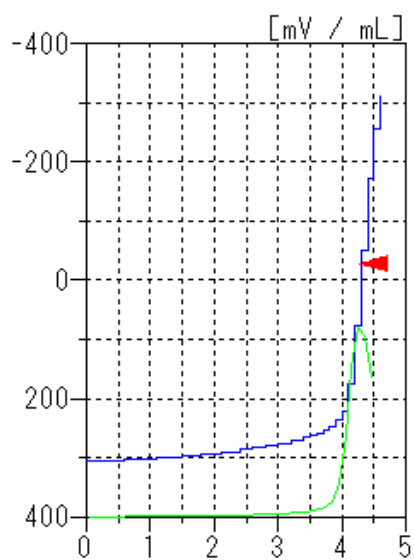
样品测定

条件 No.	2	计算式 No.	2	模式 No.	41
方式	突跃点检测	S:样品量	17.3 g	最大等待时间	300 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0 mL	滴定系数	5
测定单元 No.	1	M:滴定剂浓度	0.01 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数	1.000	等待时间	10 秒
开始时间	10 秒	K:系数 1	32.06	等待灵敏度	1 mV
连续滴加 mL	0 mL	L:系数 2	0	滴加速度	2
反应时间	0 秒	结果单位	ppm	最小滴定体积	40
检测开始 mL	0 mL	计算公式	$(D-B) \times K \times F \times M \times 1000 / S$		
检测灵敏度	500	小数点以下位数	3		
过量滴加 mL	0.2 mL				
最大滴定量 mL	20 mL				

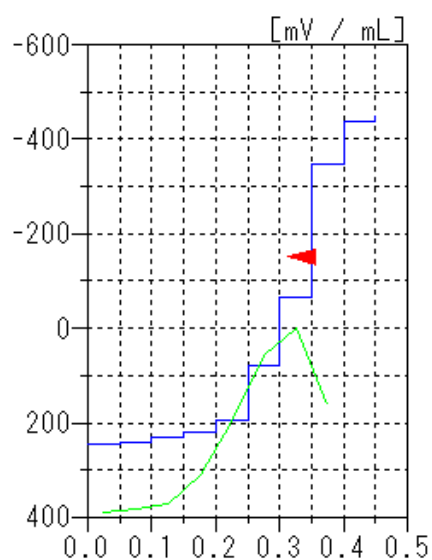
测定结果

样品	测定次数	样品量 (mL)	样品量※ (g)	滴定值 (mL)	硫醇硫 (ppm)	统计计算结果	
空白	1	(由于滴定开始时超过了样品的终点电位, 因此将空白值设置为 0 mL)					
样品 1	1	20	17.3	4.283	79.372	平均值	79.298 ppm
	2			4.275	79.223	标准偏差	0.075 ppm
	3			4.279	79.298	相对标准偏差	0.094 %
样品 2	1	20	17.3	0.323	5.992	平均值	5.868 ppm
	2			0.313	5.806	标准偏差	0.107 ppm
	3			0.313	5.806	相对标准偏差	1.83 %

※ 样品量(g)由样品量(mL)和样品密度计算得出。



样品 1 测定



样品 2 测定

滴定曲线例

5. 摘要

（1）关于电极

本次测定所用的电极为涂覆硫化银的银电极，作为指示电极使用，符合 GB/T 的规定。需要注意的是，由于采用 2-丙醇作为溶剂，因此选择了耐非水性溶剂的 AG-312 电极。

另一方面，玻璃电极被用作参比电极。玻璃电极通常用于中和滴定的指示电极，而在本次测定中则作为参比电极使用。当将玻璃电极用作参比电极时，要求被滴定液的 pH 值从滴定开始至结束始终保持恒定。在本次测定中，由于溶剂中含有醋酸钠，其具有 pH 缓冲能力，因此能够确保 pH 值保持稳定。

电极与测定单元的连接如以下表格所示：

设备	玻璃参比电极	银/硫化银电极
COM-A19	IE-1	RE-1
COM-28	AMP1	AMP2 (连接到转换电缆的 RE 端口)

（2）关于滴定控制

根据 GB/T 的规定，关于每次滴定后电位稳定性的判断：“如果电位变化小于 6mV/min，则认为电位稳定”。为了实现这一控制，可以将控制模式中的“等待时间”设置为 60 秒，“等待灵敏度”设置为 6mV。然而，在这种条件下，每次滴定后必须等待至少 60 秒，导致滴定时间非常长。另一方面，GB/T 还指出，“虽然等待电位平衡是重要的，但为了避免大气中的氧气氧化硫化物，尽量缩短滴定所需时间也同样重要”。因此，在本次测定中，等待时间设置为 10 秒，等待灵敏度设置为 1mV，这样可以在保持每分钟 6mV 的控制条件下有效缩短测定时间。此外，设置“最大等待时间”为 300 秒，可以为等待时间设置上限（“最大等待时间”可以通过选择控制模式 No.41～50 来进行设置）。如果已知滴定值，还可以通过使用“连续滴定量”功能，一次性加入比终点滴定量少 0.5～1 mL 的滴定液，从而进一步缩短测定时间。

（3）关于 2-丙醇硝酸银标准液

此次测定中使用的硝酸银标准溶液为 2-丙醇溶液，因此其体积随温度变化的幅度比普通水性标准溶液大（每变化 1℃，体积大约变化 0.1%）。因此，为了获得更准确的测定结果，建议在恒温环境下进行整个测定过程，从标准溶液的标定到样品测定。

关键词：GB/T 1792 石油产品 硫醇硫 硝酸银 电位滴定