



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

## **РЕАКТИВЫ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ ОБЩЕЙ СЕРЫ  
В ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ**

**ГОСТ 28738—90  
(СТ СЭВ 6764—89)**

**Издание официальное**

**БЗ 8—90/642**

**30 коп.**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ  
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ**

**Москва**

**РЕАКТИВЫ****ГОСТ****Методы определения примеси общей серы  
в органических растворителях****28738—90****Reagents. Methods for the determination of sulphur  
compounds in organic solvents****(СТ СЭВ  
6764—89)**

ОКСТУ 2609

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает следующие методы определения содержания примеси общей серы в органических растворителях:  
спектрофотометрический;  
титриметрический с применением никеля Ренея.

**1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ**

1.1. При проведении испытаний должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

1.2. Массу навески анализируемого реактива, методы предварительной ее обработки, применяемый метод, условия анализа, а также массу серы, которая должна содержаться в растворе срав-

---

**Издание официальное**

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

нения, указывают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1.3. Масса серы в навеске анализируемого реактива должна составлять 0,001—0,010 мг при определении спектрофотометрическим методом, 0,01—0,10 мг при определении титриметрическим методом с применением никеля Ренея.

1.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и навесок реактивов для приготовления вспомогательных растворов, используемых при анализе, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака.

Допускается объем анализируемого раствора отмеривать пипеткой или цилиндром с погрешностью не более 1%.

1.5. В присутствии ненасыщенных углеводородов определение следует проводить титриметрическим методом с применением никеля Ренея, если бромное число не превышает 0,5—1,0 г/100 г.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ПРИМЕСИ ОБЩЕЙ СЕРЫ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод основан на предварительном окислении серы, находящейся в анализируемом растворителе, в сульфат с последующим восстановлением до сероводорода под действием восстановительной смеси, улавливании сероводорода раствором ацетата цинка и колориметрическом определении полученного сульфида по реакции с *N,N*-диметил-*n*-фенилендиамином в присутствии ионов трехвалентного железа в сернокислой среде.

### 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр любого типа, позволяющий проводить измерения в интервале длин волн от 400 до 800 нм.

Холодильник ХПТ-1—400—14/23 ХС или ХШ-1—200—19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—300—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—100—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Склянка СПЖ-250 по ГОСТ 25336.

Колба КГУ-2—1—100—14/23 (19/26) ТС по ГОСТ 25336.

Колба КГУ-2—1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба П-1—50—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

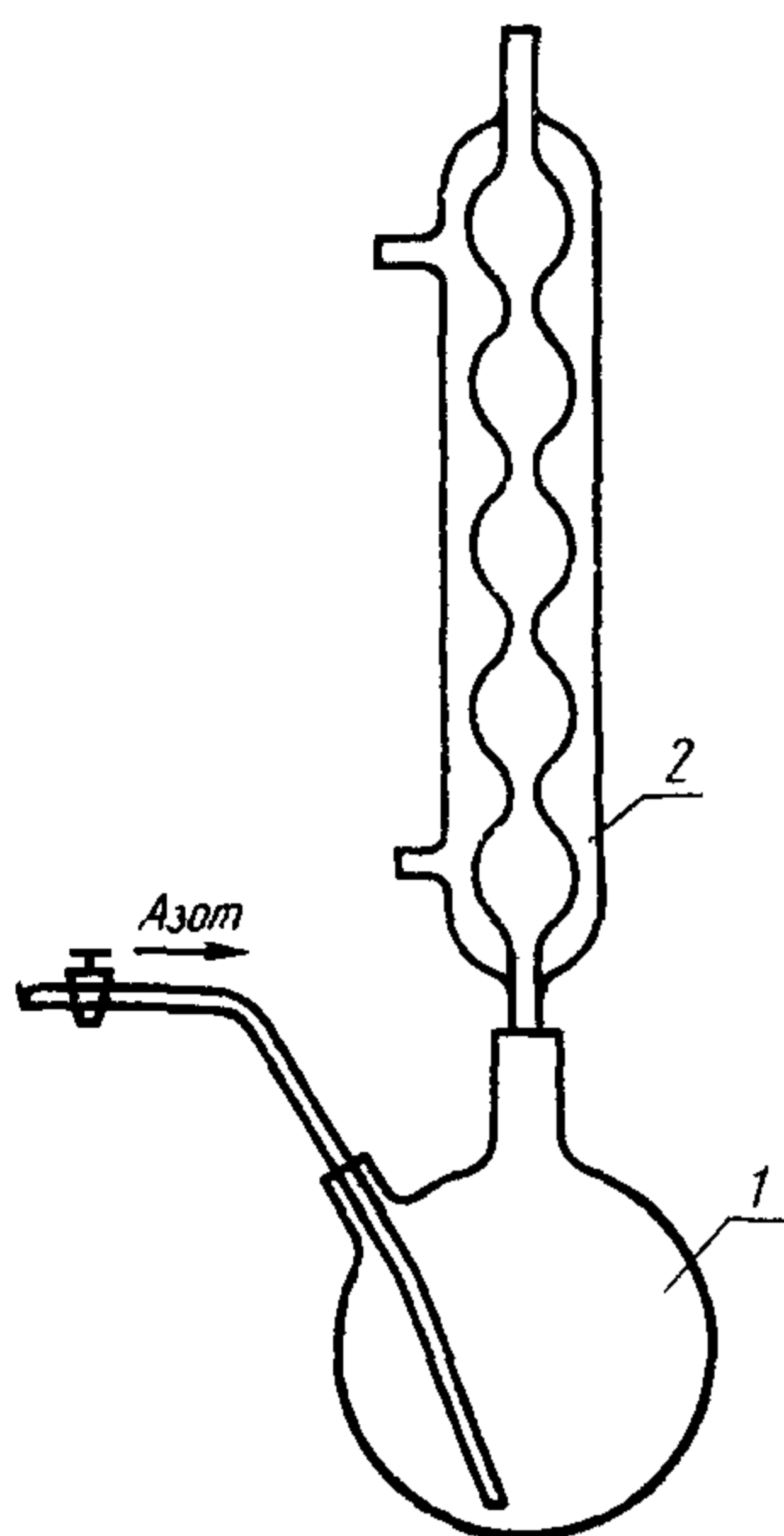
Цилиндр 2(4)—25 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—250 по ГОСТ 1770.

Пипетка 7—1—5 по ГОСТ 20292.

Пипетка 7—1—25 по ГОСТ 20292.

Вода дистиллированная, не содержащая кислорода; готовят по ГОСТ 4517.



1—реакционная колба; 2—об-  
ратный холодильник  
Черт. 1

Восстановительная смесь; готовят следующим образом: собирают установку, как показано на черт. 1. 400 г ( $266 \text{ см}^3$ ) йодистоводородной кислоты помещают в реакционную колбу 1 со шлифом вместимостью  $500 \text{ см}^3$ , прибавляют  $85 \text{ см}^3$  уксусной кислоты, перемешивают, прибавляют 8,6 г гипофосфита натрия, перемешивают и кипятят с обратным холодильником 2 не менее 1 ч, пропускавая через кипящую смесь азот. Затем смесь охлаждают в токе азота и хранят в той же колбе, закрытой стеклянной пробкой.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359—88; готовят следующим образом: растворяют 12,5 г железоаммонийных квасцов в  $20\text{—}30 \text{ см}^3$  воды в мерной колбе вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , прибавляют  $1,5 \text{ см}^3$  серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Кислота йодистоводородная по ГОСТ 4200, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор с массовой долей 10%; готовят по ГОСТ 4517.

N, N-диметил-*n*-фенилендиамин по ТУ 6—09—07—1531—86, раствор с массовой долей 0,09%; готовят следующим образом: 0,93 г N, N-диметил-*n*-фенилендиамина помещают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , растворяют в  $750 \text{ см}^3$  воды, перемешивают, прибавляют  $200 \text{ см}^3$  серной кислоты, охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в течение 6 мес.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10%, готовят по ГОСТ 4517.

Вода бромная: готовят по ГОСТ 4517.

Калия гидроксид (калия гидроксид) по ГОСТ 24363, раствор концентрации  $c(\text{КОН}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$  в этаноле; готовят по ГОСТ 25794.3.

Азот газообразный по ГОСТ 9293, очищенный от кислорода и сероводорода пропусканием через систему трех последовательно соединенных склянок для промывания газа: первую склянку заполняют на  $\frac{1}{3}$  щелочным раствором пиросаллола, вторую склянку заполняют на  $\frac{1}{3}$  раствором сульфата меди (II), третью заполняют на  $\frac{1}{3}$  водой.



Натрий фосфорноватистокислый 1-водный (натрия гипофосфит) по ГОСТ 200.

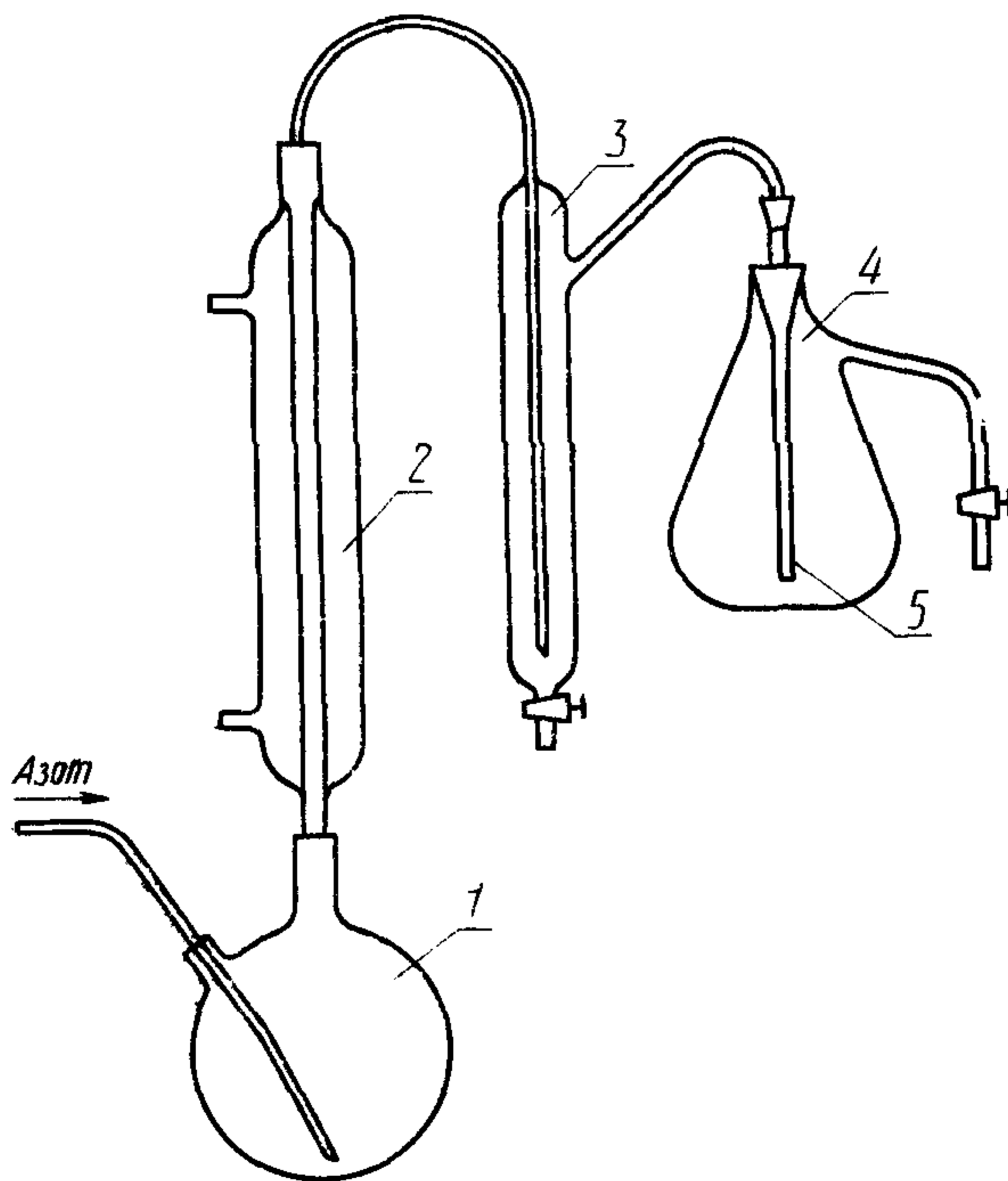
Пиригаллол, щелочной раствор, готовят по ГОСТ 4517.

Цинк уксуснокислый 2-водный (цинка ацетат дигидрат) по ГОСТ 5823, раствор с массовой долей 10%.

Раствор, содержащий сульфаты, готовят по ГОСТ 4212, разбавленные растворы сульфатов массовой концентрации 0,01 мг в 1 см<sup>3</sup> готовят соответствующим разбавлением водой.

## 2.2. Подготовка к анализу

Для построения градуировочного графика собирают аппаратуру в соответствии с черт. 2.



1—реакционная колба; 2—обратный холодильник; 3—промывная колонка; 4—колба-приемник; 5—трубка

Черт. 2

В пять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают указанные в таблице объемы раствора, содержащего сульфат. Объем раствора доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Номер раствора сравнения	Объем раствора сульфата, см <sup>3</sup>	Масса сульфата, мг	Масса общей серы, мг
1	0,3	0,003	0,001
2	0,5	0,005	0,0016
3	1	0,01	0,0033
4	2	0,02	0,0066
5	3	0,03	0,01

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий сульфата. В реакционную колбу 1 помещают по 1,0 см<sup>3</sup> раствора поочередно из каждой мерной колбы и по 15 см<sup>3</sup> восстановительной смеси. В промывную колонку 3 помещают 15 см<sup>3</sup> воды. В колбу-приемник 4 помещают 2 см<sup>3</sup> раствора ацетата цинка и 15 см<sup>3</sup> воды. Через прибор пропускают со скоростью 2 пузырька в секунду очищенный азот в течение 10 мин. Смесь в реакционной колбе 1 нагревают на электроплитке до кипения и кипятят в течение 5 мин при пропускании азота. Затем прекращают нагревание и пропускают азот еще в течение 10 мин. Колбу-приемник 4 вместе с трубкой 5, погруженной в раствор, отсоединяют от прибора. Прибавляют к раствору 2,5 см<sup>3</sup> раствора N, N-диметил-*n*-фенилендиамина, перемешивают, прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора железоаммонийных квасцов и энергично перемешивают в течение 2 мин. Раствор количественно переносят в цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и оставляют на 20 мин в темном месте.

Измеряют оптическую плотность каждого раствора по отношению к воде на спектрофотометре при длине волны 665 нм в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значения оптической плотности, а по оси абсцисс — введенные массы серы в миллиграммах.

### 2.3. Проведение анализа

Навеску препарата или отмеренный объем анализируемого органического растворителя, указанные в нормативно-технической документации на анализируемый реактив, помещают в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида калия и нагревают в течение 15 мин на водяной бане с обратным холодильником. Затем колбу отсоединяют от холодильника, смывают стенки колбы небольшим объемом воды и выпаривают до объема 1—2 см<sup>3</sup>. К раствору прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> бромной воды и нагревают на водяной бане еще в течение 5 мин. Затем прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 15 см<sup>3</sup> воды, нагревают до кипения и упаривают досуха. Сухой остаток переносят в реакционную колбу прибора с помощью 15 см<sup>3</sup> восстановительной смеси.

В колбу-приемник помещают 2 см<sup>3</sup> раствора ацетата цинка и 15 см<sup>3</sup> воды. Через прибор пропускают в течение 10 мин со скоростью 2 пузырька в секунду очищенный азот. Смесь в реакционной колбе нагревают на электроплитке до кипения и кипятят в течение 5 мин в токе азота. Затем прекращают нагрев и пропускают азот еще 10 мин.

Колбу-приемник с трубкой отсоединяют от прибора. Прибавляют к раствору 2,5 см<sup>3</sup> раствора N, N-диметил-*n*-фенилендиамина, перемешивают в течение 2 мин, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора железозаммонийных квасцов и энергично перемешивают в течение 2 мин. Раствор переносят в цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки, перемешивают и оставляют на 20 мин в темном месте. Затем измеряют оптическую плотность анализируемой пробы так же, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика определяют содержание серы в анализируемой пробе.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю примеси общей серы ( $X$ ) в процентах в пересчете на серу вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{V_1 \cdot \rho_4^{20} \cdot 1000}, \quad (1)$$

где  $m$  — найденная по градуировочному графику масса примеси серы, мг;

$V_1$  — объем анализируемого реактива, см<sup>3</sup>;

$\rho_4^{20}$  — плотность анализируемого реактива, г/см<sup>3</sup>.

2.4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 30%.

Относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 25\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕЙ СЕРЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ НИКЕЛЯ РЕНЕЯ

Метод основан на восстановлении серы на никеле Ренея до сульфида никеля, разложении сульфида никеля соляной кислотой и титровании выделившегося сероводорода раствором ацетата ртути в присутствии дитизона.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Мешалка магнитная с электрическим обогревом.

Колба П-1—100—19/26 ТС по ГОСТ 25336.

Колба 2—2000—1 по ГОСТ 1770.



Колба КГУ-2—1—100—19/26 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—200—19/26 ХС по ГОСТ 25336.

Капельная воронка ВК-25 ХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292.

Пипетка 6(7)—1—10 по ГОСТ 20292.

Универсальная индикаторная бумага по ГОСТ 4919.1.

Азот газообразный, не содержащий кислорода и сероводорода, готовят по п. 2.1 настоящего стандарта.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Дитизон по ТУ 6—09—07—1684—89.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Ртуты окись желтая (ртуть II оксид) по ГОСТ 5230.

Спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 18300.

Спирт изопропиловый (изопропанол) по ГОСТ 9805.

Натрия гидроокись (натрия гидроксид) по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей 4 и 10%.

Алюминиево-никелевый сплав с массовой долей никеля 45—53%.

Никель Ренея активированный, готовят следующим способом: 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 10% вносят в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, помещенную в ледяную баню. В холодный раствор добавляют постепенно, порциями, в течение 5—10 мин 0,6 г алюминиево-никелевого сплава и перемешивают непрерывно палочкой. Смесь не должна нагреваться свыше 50°C. Не извлекая колбу из ледяной бани, смесь перемешивают 15 мин. Извлекают колбу из ледяной бани и оставляют закрытой в течение 24 ч при комнатной температуре. Затем сливают раствор, а никель Ренея промывают водой до нейтральной реакции промывных вод (проба с универсальной индикаторной бумагой), затем дважды этанолом порциями по 100 см<sup>3</sup> и один раз 10 см<sup>3</sup> изопропанола. К промытому остатку добавляют 10 см<sup>3</sup> изопропанола. Активность никеля Ренея проверяют по его способности самовоспламеняться. Если после высыхания капли суспендированного никеля Ренея, помещенной на фильтровальную бумагу, происходит самовоспламенение, он является активным.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 25%, готовят по ГОСТ 4517.

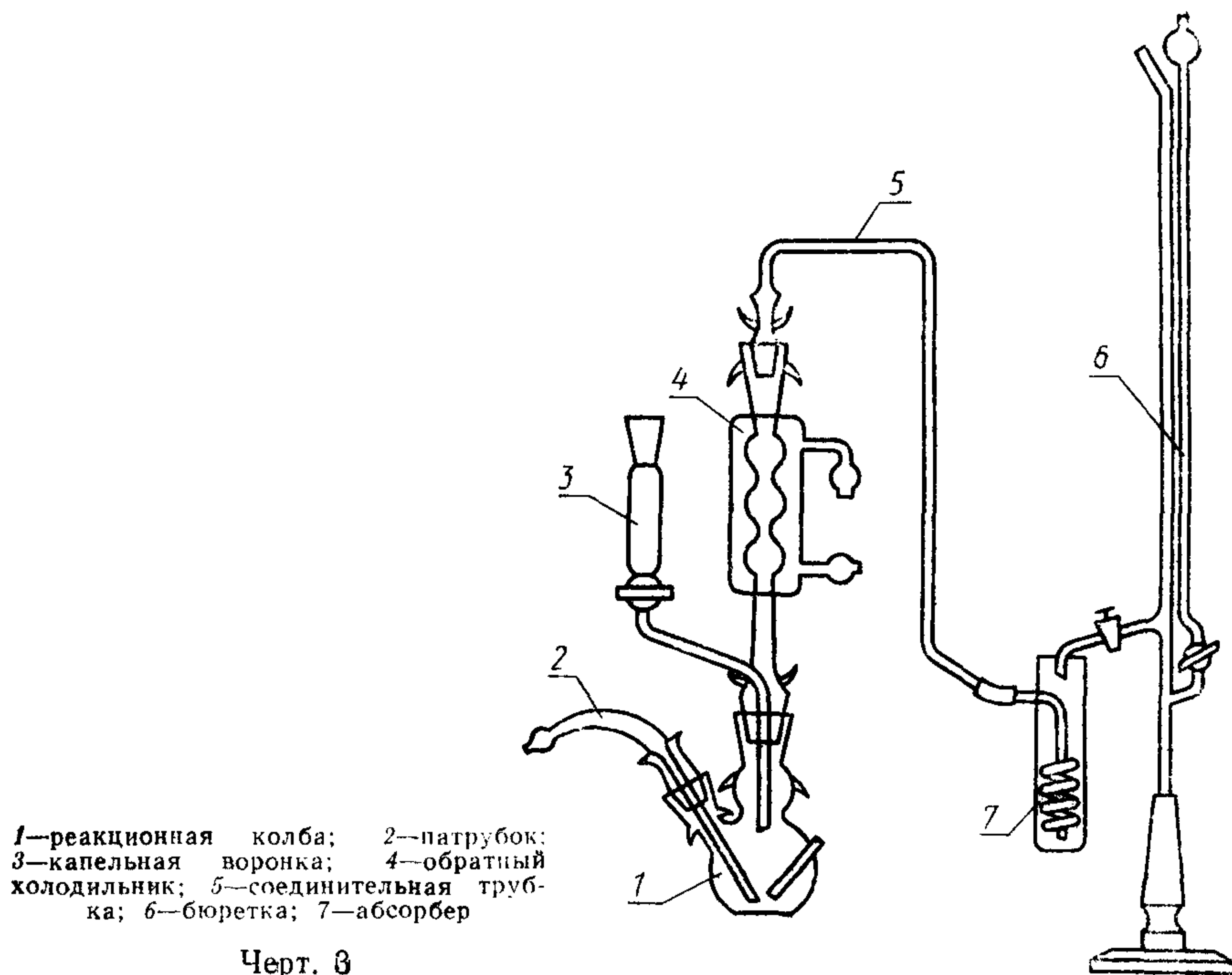
Фенолфталеин, раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4919.1.

Ртуть (II) ацетат, титрованный раствор молярной концентрации  $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2]=0,001$  моль/дм<sup>3</sup>, готовят следующим способом: в мерной колбе вместимостью 2 дм<sup>3</sup> растворяют 0,4045 г оксида ртути в 50 см<sup>3</sup> воды, содержащей 2 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.



### 3.2. Проведение анализа

Для проведения анализа собирают аппаратуру в соответствии с черт. 3.



Черт. 3

В реакционную колбу 1 вносят пипеткой  $0,2 \text{ см}^3$  (около  $0,5 \text{ г}$ ) раствора никеля Ренея. Смывают пипетку  $10 \text{ см}^3$  изопропанола в реакционную колбу и добавляют  $50 \text{ см}^3$  анализируемого препарата. Реакционную колбу помещают на нагревательную баню, а в капельную воронку 3 вносят  $10 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты. Наполняют бюретку 6 раствором ацетата ртути (II). В абсорбер 7 вносят  $10 \text{ см}^3$  ацетона,  $10 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия с массовой долей  $4\%$ , 3—5 капель раствора дитизона и 1—2 капли раствора ацетата ртути (II) (до появления розовой окраски).

Патрубок 2 присоединяют к баллону с азотом с помощью полиэтиленовой трубки. Скорость азота регулируют до 2 пузырьков в секунду. Включают нагревательный прибор и начинают процесс обессеривания при перемешивании магнитной мешалкой.

Если анализируемый препарат имеет температуру кипения ниже  $90^\circ\text{C}$ , то реакционную смесь доводят до кипения, кипятят

30 мин, следя за тем, чтобы реактив полностью конденсировался в обратном холодильнике 4. Исключение составляет бензол, процесс обессеривания которого начинается при 50—55°C. Если температура кипения анализируемого препарата выше 90°C, нагревают смесь до 85—90°C и выдерживают при этой температуре в течение 30 мин.

По окончании процесса обессеривания температуру в реакционной колбе снижают на 5—10°C, а из капельной воронки в течение 5 мин вводят по каплям 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Во время добавления раствора соляной кислоты реакционную колбу нагревают во избежание снижения температуры реакционной смеси. Удаление сероводорода контролируют по пожелтению раствора в абсорбере. Сероводород титруют в абсорбере по мере его выделения раствором ацетата ртути (II) из бюретки до перехода желтой окраски раствора в розовую.

По окончании выделения сероводорода прерывают ток азота и отключают нагрев. После охлаждения реакционной колбы раствор из абсорбера втягивается в соединительную трубку 5 и выливается из нее путем пуска и прекращения тока азота для смывания сероводорода со стенок трубки.

Операцию промывания соединительной трубки раствором из абсорбера повторяют до тех пор, пока цвет раствора в абсорбере не останется неизменным.

Отмечают объем раствора ацетата ртути (II), израсходованный на титрование.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же объемами реактивов в тех же условиях без добавления анализируемого препарата.

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю общей серы ( $X$ ) в процентах в пересчете на серу вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot 0,00003 \cdot 100}{V_2 \cdot \rho_4^{20}}, \quad (2)$$

где  $V_1$  — объем раствора ацетата ртути (II) концентрации  $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,001$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого растворителя, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора ацетата ртути (II) концентрации  $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,001$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем пробы анализируемого растворителя, см<sup>3</sup>;

$\rho_4^{20}$  — плотность анализируемого препарата, г/см<sup>3</sup>;

0,00003 — масса серы, соответствующая 1 см<sup>3</sup> титрованного раствора ацетата ртути (II) молярной концентрации  $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,001$  моль/дм<sup>3</sup>, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений и допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ВНЕСЕН** Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР
2. Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.11.90 № 2842 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 6764—89 «Реактивы. Методы определения примеси общей серы в органических растворителях» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта СССР с 01.01.92
3. Срок первой проверки — 1998 г.
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	2.1, 3.1
ГОСТ 1770—74	2.1, 3.1
ГОСТ 2603—79	3.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4165—78	2.1
ГОСТ 4200—77	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4212—76	2.1
ГОСТ 4328—77	3.1
ГОСТ 4517—87	2.1, 3.1
ГОСТ 4919.1—77	3.1
ГОСТ 5230—74	3.1
ГОСТ 5823—78	2.1
ГОСТ 9293—74	2.1
ГОСТ 9805—84	3.1
ГОСТ 118300—87	3.1
ГОСТ 20292—74	2.1, 3.1
ГОСТ 24363—80	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1, 3.1
ГОСТ 25794.3—83	2.1
ГОСТ 27025—86	1.1
ТУ 6—09—5359—88	2.1
ТУ 6—09—07—1531—86	2.1
ТУ 6—09—07—1684—89	3.1

Редактор *Н. П. Щукина*

Сдано в наб. 17.12.90 Подп. в печ. 04.02.91 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт 0,72 уч.-изд. л.  
Тир. 5000 Цена 30 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2455