

芳烃和轻质石油产品硫醇定性试验法
(博士试验法)

(2000年确认)

代替 ZB E31 002—87

本标准等效采用国际标准 ISO 5275—1979《芳烃中硫醇定性试验法(博士试验法)》。

注意：芳烃有毒，切勿吸入呼吸道、消化道或被皮肤吸收。挥发性的芳烃和轻质石油产品也是易燃物。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用博士试剂定性检测试样中硫醇的方法，也可定性检测硫化氢。

本标准适用于芳烃和轻质石油产品。

本标准不适用于过氧化物的含量超过痕量的试样。

2 方法概要

摇动加有亚铅酸钠溶液的试样，观察混合溶液外观的变化，判断混合溶液中是否存在硫醇、硫化氢、过氧化物或元素硫。再通过添加硫磺粉，摇动并观察溶液的最后外观变化，进一步确认硫醇的存在。

3 仪器

量筒：容量 50mL，带刻度和磨口塞。

4 试剂

- 4.1 硫磺粉：升华、干燥的硫磺粉，贮存在密闭的容器中。
- 4.2 乙酸铅：分析纯，无色结晶或白色粉末。分子式 $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ 。
- 4.3 氢氧化钠：分析纯，白色颗粒或片状。
- 4.4 氯化镉：分析纯，无色结晶或白色粉末。分子式 $CdCl_2 \cdot 2.5H_2O$ 。
- 4.5 盐酸：分析纯，无色透明液体。氯化氢含量 36% ~ 38% (m/m)。
- 4.6 碘化钾：分析纯，无色结晶或白色粉末。
- 4.7 乙酸：无水、分析纯，无色透明液体。
- 4.8 淀粉：分析纯，可溶性白色无定形粉末。
- 4.9 蒸馏水或去离子水。

5 准备工作

5.1 试剂的配制

5.1.1 亚铅酸钠溶液(博士试剂)：将 25g 乙酸铅溶解在 200mL 的蒸馏水中，过滤，并将滤液加入到溶有 60g 氢氧化钠的 100mL 的蒸馏水的溶液中，再在沸水浴中加热此混合液 30min，冷却后用蒸馏水稀释到 1L。

将此溶液贮存在密闭的容器中。使用前，如不清澈，应进行过滤。

- 5.1.2 氯化镉溶液：每升溶液含有 100g 氯化镉和 10mL 盐酸。
 5.1.3 碘化钾溶液：新配制，每升溶液含有 100g 碘化钾。
 5.1.4 乙酸溶液：每升溶液含有 100g 或 100mL 乙酸。
 5.1.5 淀粉溶液：新配制，每升溶液含有 5g 淀粉。

6 试验步骤

6.1 初步试验

将 10mL 试样和 5mL 亚铅酸钠溶液，倒入带塞量筒中，用力摇动 15s，观察混合溶液外观的变化。并按下表所示继续进行试验。

“博士试验”的变化表

观察外观变化	判断	按下条继续试验
立即生成黑色沉淀	有硫化氢存在	6.2
缓慢生成褐色沉淀	可能有过氧化物存在	6.3
在摇动期间溶液变成乳白色，然后颜色变深	有硫醇和元素硫存在	—
无变化或黄色	—	6.4

6.2 有硫化氢存在

取一份新鲜试样，并加入占试样体积 5% 的氯化镉溶液，一起摇动以除去硫化氢。分离处理后的试样，并进一步按照 6.1 条进行试验。如果没有黑色沉淀的生成，就继续按照 6.4 条规定进行试验。如果生成了黑色沉淀，就再用 1 份氯化镉溶液重新处理，直到无黑色沉淀为止，然后按 6.4 条规定进行试验。

6.3 可能有过氧化物存在

为了证明是由于足够浓度的过氧化物存在而干扰试验，则另取一份试样，并加入占试样体积 20% 的碘化钾溶液、几滴乙酸溶液和几滴淀粉溶液，用力摇动。如果在水层中出现蓝色，则证明有过氧化物存在。

6.4 最后试验

向 6.1 条或 6.2 条规定得到的混合溶液中，加入少量的硫磺粉（加入量不可太多，只要能覆盖试样和亚铅酸钠溶液之间的界面即可），摇动此混合物 15s，静置 1min。

立即观察量筒中的混合物，如果在加入硫磺粉摇动后，在硫磺粉表面上生成褐色（桔红、棕色）或黑色沉淀，则表示“有硫醇存在”。

7 报告

如果试样同亚铅酸钠溶液摇动期间不变色或产生乳白色。在加入硫磺粉后，在硫磺粉表面上生成褐色（桔红、棕色）或黑色沉淀，表示试样“有硫醇存在”，否则，表示试样“无硫醇存在”。

如果除去硫化氢后，加入硫磺粉摇动，在硫磺粉表面上没有生成褐色（桔红、棕色）或黑色沉淀，表示试样“无硫醇存在”，否则，表示试样“有硫醇存在”。

凡试样“有硫醇存在”，则报告：不通过；“无硫醇存在”，则报告：通过。

如果有过氧化物存在，则此试验无效。

注：二硫化碳，其硫的浓度超过 0.4% (m/m) 时，静置时会使水层的颜色变黑。因此，对于二硫化碳含量较高的试样，其试验是不可靠的，要经常注意，避免由于硫化氢立即生成黑色的现象混淆硫醇变色的判断。同样，某些酚醛物质（可能用作抗氧剂加入的）也会引起水层变色，如果怀疑它们的存在，应首先用氢氧化钠溶液

代替亚铅酸钠溶液进行对比试验。 -

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由大连石油化工公司负责起草。

本标准主要起草人曾栋成。

本标准首次发布于 1980 年。