

# Bestimmung des Mercaptan-Schwefels nach ASTM D 3227

## Beschreibung

Diese Applikation beschreibt die Bestimmung von Mercaptan-Schwefel in Benzin, Kerosin, Flugturbinen- und Destillatkraftstoffen nach ASTM D 3227. Dieses Verfahren ist anwendbar für einen Mercaptangehalt von 3 – 100 ppm.

Organische Sulfide, Disulfide, Thiophen und elementarer Schwefel (weniger als 5 ppm) stören nicht. Schwefelwasserstoff (H<sub>2</sub>S) muss mit CdSO<sub>4</sub> entfernt werden.

Normalerweise wird wegen der höheren Titrationsgeschwindigkeit ein saures Lösemittel verwendet. Für niedermolekulare Mercaptane, wie sie in Benzin vorkommen können, ist es besser, ein alkalisches Lösemittel zu verwenden, da die flüchtigen niedermolekularen Mercaptane in saurem Lösemittel verloren gehen.

## Geräte

Titратор	TL 7000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 10
Elektrode	Ag 1100 (sulfidiert)
Kabel	L 1 N
Bezugselektrode	A 1180
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Bechergläser 150mL
	Scheidetrichter
	Magnetrührstab 30 mm

## Reagenzien

1	Silbernitrat oder Titrisol – AgNO <sub>3</sub> Konzentrat für 0,1 mol/L
2	Salpetersäure konz. (65%)
3	Schwefelsäure konz. (96%)
4	Cadmiumsulfat (CdSO <sub>4</sub> x 8H <sub>2</sub> O)
5	Kaliumiodid
6	Natriumsulfid or Natriumsulfid nonahydrate
7	Isopropanol
8	Natriumacetat trihydrat oder Natriumacetat wasserfrei
9	Eisessig
10	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

## Durchführung der Titration

### Reagenzien

#### **KI – Lösung 0,1 mol/L**

Ca. 17 g KI werden in dest. Wasser gelöst und auf 1L aufgefüllt. Die genaue Konzentration wird anhand der Einwaage berechnet. Wird nur benötigt, wenn die Titerbestimmung nach ASTM D 3227 durchgeführt werden soll.

#### **AgNO<sub>3</sub> – Lösung 0,1 mol/L (alkoholisch)**

17,0 g AgNO<sub>3</sub> werden in 100 ml dest. Wasser gelöst. Nach dem Auflösen wird die Mischung mit Isopropylalkohol auf 1L aufgefüllt.

Bei Verwendung von Titrisol-AgNO<sub>3</sub>-Konzentrat wird der Inhalt einer Ampulle mit Isopropylalkohol auf 1 l aufgefüllt.

Nach ASTM D 3227 wird der Titer mit KI-Lösung bestimmt: Sechs Tropfen konzentrierte HNO<sub>3</sub> werden zu 100 mL dest. Wasser gegeben. Eventuell vorhandene Stickoxide werden durch 5-minütiges kochen entfernt. Nach dem Abkühlen werden 5 ml der 0,1 mol/L KI-Lösung zugegeben und die Lösung mit AgNO<sub>3</sub> 0,1 mol/L auf einen Äquivalenzpunkt (EQ) titriert.

Der Titer dieser Lösung kann auch wie in unserer Applikationsschrift "Titerbestimmung von AgNO<sub>3</sub>" beschrieben bestimmt werden. Wir bevorzugen dies, da in dieser Applikation NaCl als Referenzmaterial verwendet wird, das als zertifiziertes Referenzmaterial (CRM) für argentometrische Titrationsen erhältlich ist.

#### **AgNO<sub>3</sub> – Lösung 0,01 mol/L (alkoholisch)**

100ml der 0,1 mol/L alkoholischen AgNO<sub>3</sub>-Lösung werden mit Isopropanol auf 1L aufgefüllt. Diese 0,01 mol/L AgNO<sub>3</sub> – Lösung sollte täglich frisch hergestellt werden. Die genaue Konzentration wird berechnet.

#### **Alkalisches Lösemittel**

2,7g Natriumacetat-trihydrat (oder 1,6g Natriumacetat wasserfrei) werden in 25 ml dest. Wasser gelöst. Nach dem Auflösen wird die Mischung mit Isopropanol auf 1L aufgefüllt. Gelöster Sauerstoff kann durch 10-minütiges Spülen der Lösung mit einem schnellen Stickstoffstrom entfernt werden.

#### **Saures Lösemittel**

2,7g Natriumacetat-trihydrat (oder 1,6g Natriumacetat wasserfrei) werden in 25 ml dest. Wasser gelöst. 4,6 mL Eisessig werden zugesetzt. Nach dem Auflösen wird die Mischung mit Isopropanol auf 1L aufgefüllt. Gelöster Sauerstoff kann durch 10-minütiges Spülen der Lösung mit einem schnellen Stickstoffstrom entfernt werden.

#### **Verdünnte H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

100ml konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> werden portionsweise in 500ml dest. Wasser gegeben.

#### **CdSO<sub>4</sub> – Lösung**

150g CdSO<sub>4</sub> x 8H<sub>2</sub>O werden in dest. Wasser gelöst. 10ml verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> werden zugegeben und die Mischung auf 1L aufgefüllt.

#### **Na<sub>2</sub>S – Lösung**

10g of Na<sub>2</sub>S oder 30.6g of Na<sub>2</sub>S x 9 H<sub>2</sub>O warden in dest. Wasser gelöst und auf 1L aufgefüllt.

### **Reinigung der Elektrode**

Die Elektroden werden mit Isopropanol und anschließend mit destilliertem Wasser gereinigt. Die sulfidierte Ag 1100-Elektrode kann wie geliefert verwendet werden. Die Ag 1100 Elektrode kann wie in ASTM D 3227 beschrieben mit der Na<sub>2</sub>S - Lösung sulfidiert werden.

Die Bezugselektrode A 1180 wird in Wasser aufbewahrt.

### **Probenvorbereitung**

#### **Test auf freies H<sub>2</sub>S**

5 mL der Probe werden mit 5 mL der sauren CdSO<sub>4</sub>-Lösung gemischt.

Die Probe kann direkt titriert werden, wenn kein Niederschlag erscheint.

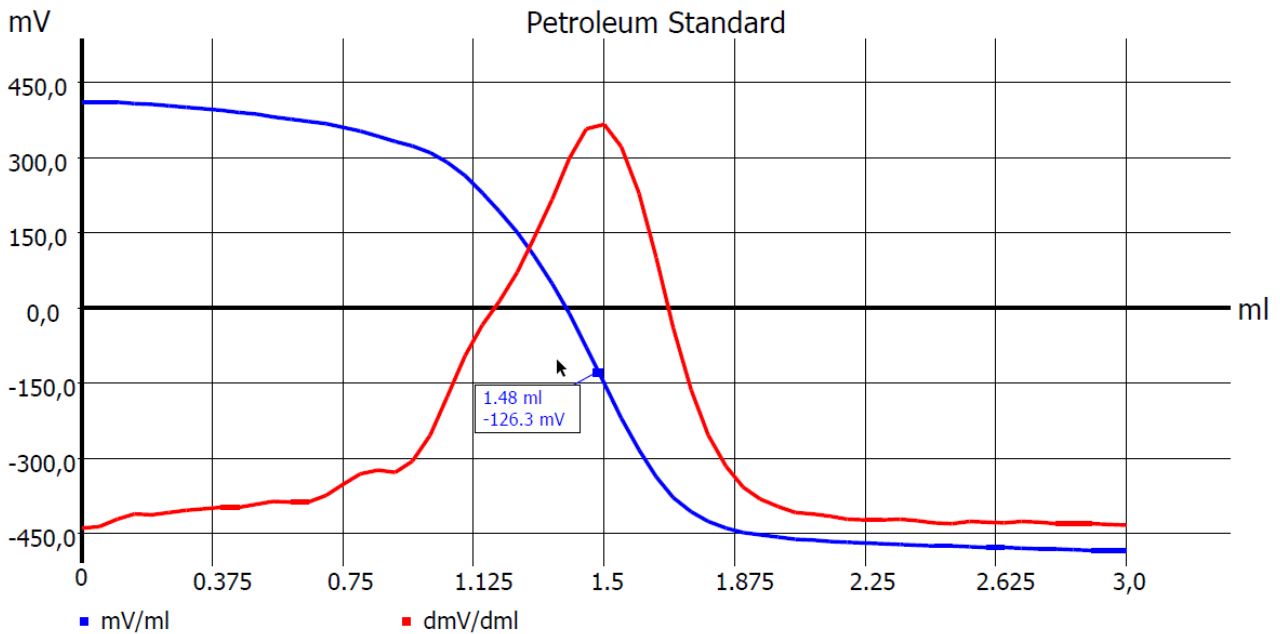
Tritt ein gelber Niederschlag auf, so ist das H<sub>2</sub>S wie folgt zu entfernen: Man gibt einen Teil der Probe (etwa das 3 – 4-fache der für die Titration benötigten Menge) in einen Scheidetrichter, in dem die sauren CdSO<sub>4</sub>-Lösung vorgelegt wird. Die vorgelegte Menge sollte ca. dem halben Probenvolumen entsprechen. Die Mischung wird kräftig geschüttelt. Die wässrige Phase wird abgezogen und verworfen. Die Probe wird dreimal mit 25-30 mL Wasser gewaschen, die wässrige Phase wird verworfen. Die Extraktion mit CdSO<sub>4</sub> ist zu wiederholen, bis das gesamte H<sub>2</sub>S entfernt ist.

#### **Titration der Probe**

70 mL der Lösemittelmischung (sauer oder alkalisch, je nach Probe) werden in ein Becherglas gegeben. 20 - 30 mL der Probe werden dazu pipettiert. Die Probe wird sofort mit 0,01 mol/L AgNO<sub>3</sub>-Lösung bis zu einem EQ titriert.

**Wichtig: Die Indikatorelektrode Ag 1100 muss mit dem Kabel L 1 N an den Referenzanschluss des Titrators angeschlossen werden. Die Referenzelektrode A 1180 muss mit dem Kabel L 1 A an den DIN-Anschluss des Titrators angeschlossen werden.**

## Titrationparameter



Standardmethode	Mercaptane sulfur		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	5 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	4 s
		Drift	5 mV/min
Startwartezeit	10 s		
Lineare Schrittweite	0,05 mL		
Dämpfung	stark	Titrationrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	250
Max. Titrationsvolumen	10 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

### Berechnung:

$$R - SH [ppm] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{V * F2}$$

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titriermittels
M	32,06	Molekulargewicht
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	1000	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG,  
SI Analytics  
Erich-Dombrowski-Straße 4 • D-55127 Mainz

Tel+ 49 6131 894-5111  
TechInfo.xags@xylem.com  
[xylemanalytics.com](http://xylemanalytics.com)

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen.  
Technische Änderungen vorbehalten.

© 2025 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.

2025/12/03

**xylem**  
Let's Solve Water