

Хлористые соли. ГОСТ 21534

ГОСТ 21534. Нефть. Методы определения содержания хлористых солей.

Методика определения содержания хлористых солей в нефтепродуктах на автоматическом титраторе АТ-500N производства компании Киото Электроникс, Япония.

1. Подготовка титратора к работе.

Подготовьте титратор к работе согласно «Краткой инструкции по работе на титраторе АТ-500N» (далее – КИТ АТ-500N).

2. Процедура анализа.

Проводят анализ в соответствии с пп. 2.1 – 2.4 по методу определения окончания титрования по точке перегиба (см. табл. 2).

2.1. Рекомендации по проведению титрования.

Оборачивайте стакан для титрования черной бумагой во избежание искажения результатов вследствие воздействия света.

3.2. Определение титра титранта.

Введите в память титратора значения параметров, указанных в табл. 1 (метод № 4), в том числе массу стандартного вещества для определения истинной молярности или титра титранта (п. 7 КИТ АТ-500N).

Рис. 1. Кривая титрования при определении титра титранта (ГОСТ 21534, метод Б).

3.3. Проведение холостого опыта (определение фона).

Введите в память титратора значения параметров, указанных в табл. 1 (метод № 5), в том числе полученное значение титра титранта (п. 5 КИТ АТ-500N).

Рис. 2. Кривая титрования при определении значения фона (ГОСТ 21534, метод Б).

3.4. Анализ образца.

Введите в память титратора значения параметров, указанных в табл. 1 (метод № 6), в том числе полученное значение титра титранта (п. 5 КИТ АТ-500N) и фона (п. 6 КИТ АТ-500N), а также массу пробы (п. 7 КИТ АТ-500N).

Рис. 3. Интегральная и дифференциальная кривые титрования при анализе образца (ГОСТ 21534, метод Б).

4. Прочая информация о методике.

Описание	Определение содержания хлористых солей в нефтепродуктах.
Принцип	Титрование спиртовым раствором нитрата серебра (или аммиаком серебра) образца, растворенного в спирто-толуольно-водной смеси.
Особенности	<p>1 - При работе по ГОСТ 21534 и использовании электрода R-173 не требуется применение агара.</p> <p>2 - Холостой опыт в ГОСТ 21534 проводится до определения титра.</p> <p>3 - Метод Б применяется, если некоторые факторы (например, наличие большого количества меркаптановых соединений в образце) препятствуют точному определению точки эквивалентности. В остальных случаях применяется метод А. Возможная проблема в методе А - при разделении фаз в делительной воронке (см. ГОСТ 21534) может не наблюдаться четкой границы раздела фаз, и, как следствие, иметь место затруднение с выбором количества сливаемой из воронки фазы.</p>
Основное оборудование	<p>- Титратор АТ-500N со стандартным предусилителем STD-510, бюреткой EBU-610 на 10 мл <u>из темного стекла</u>.</p> <p>- Электроды М-371+ Н-171 (в случае ГОСТ 21534, метод А) либо М-371 + R-173 (в случае метода Б).</p> <p>- Активатор электродов УА-03.1 и серебряный электрод Ag-СА-404 со встроенным кабелем с разъемом pin (оба – производства компании «Вольта», г. Санкт-Петербург).</p>
Метод	Осадительное титрование
Расчет	<p><i>1. Расчет титра титранта.</i></p> $T = m / (V - V_0)$ <p>V – объем титранта, израсходованный на титрование хлористых солей, мл;</p> <p>V₀ – объем титранта, израсходованный на титрование при холостом опыте, мл;</p> <p>m – масса стандартного вещества для определения титра, г.</p> <p><i>2. Расчет содержания хлористых солей.</i></p>

	$S = (V - V_0) \cdot 100 / k_1$ <p>S – массовая доля хлористых солей, %;</p> <p>V – объем титранта, израсходованный на титрование хлористых солей, мл;</p> <p>V₀ – объем титранта, израсходованный на титрование при холостом опыте, мл;</p> <p>k₁ – объем образца, мл.</p>
Ссылки	<ol style="list-style-type: none"> 1. Руководство к титратору AT-500N. 2. ГОСТ 21534. Нефть. Методы определения содержания хлористых солей. 3. UOP 588. Определение общих, неорганических и органических хлоридов в нефти.

Таблица 1. Методики для титрования.

№ метода (Method №)	4	5	6
<i>Название (Method name)</i>	Cloli -BLANK	Cloli -TITR	Cloli -OBRASETS
<i>Тип титрования</i>	Blank Titration	Auto Titration	Auto Titration
<i>Тип метода (Method Type)</i>	Titration	Titration	Titration
<i>Form</i>	EP Stop	EP Stop	EP Stop
<i>APB №</i>	1	1	1
<i>Unit №</i>	3	3	3
<i>Detector №</i>	1	1	1
<i>Unit №</i>	mV	mV	mV
<i>Max. Volume</i>	2 mL	10 mL	10 mL
<i>Wait Time</i>	180 s	180 s	180 s

<i>Direction</i>	Auto	Auto	Auto
<i>Titr. Form</i>	EP Stop	EP Stop	EP Stop
<i>End Point Nº</i>	1	1	2
<i>End Sense</i>	Fix	Auto	Auto
<i>dE Sense</i>	50	-	-
<i>dE/dmL Sense</i>	100	-	-
<i>1st Level</i>	-	-	-
<i>End Point Area</i>	-	Off	Off
<i>Separation</i>	-	Off	Off
<i>Over Titr. Vol.</i>	0.0 mL	0.0 mL	0.0 mL
<i>Gain</i>	1	1	1
<i>Data Samp. Pot.</i>	4.0 mV	4.0 mV	4.0 mV
<i>Data Samp. Vol.</i>	0.1 mL	0.5 mL	0.5 mL
<i>Stability</i>	0.5 mV/s	-	-
<i>Delay Time</i>	1 s	-	-
<i>Limit Time</i>	30 s	-	-
<i>Control Speed</i>	-	Medium	Medium
<i>Calc. Type</i>	Blank	Factor	Sample
<i>Conc. 1</i>	-	-	Set
<i>Formula</i>	EP1	SIZE /(EP1-BL3)	$C01=(EP2-BL3)*K1/K2$
<i>Unit</i>	ml	-	mg/l
<i>EP Nº</i>	1	1	2

<i>Blank Replace</i>	3	-	-
<i>Temp. Comp.</i>	Off	Off	Off
<i>K1</i>	-	-	100
<i>K2</i>	-	-	Значение объема пробы в мл
<i>Report form</i>	Short	Short	Short
<i>Titr. Curve</i>	Yes	Yes	Yes
<i>Data List</i>	Off	Off	Off
<i>Graphic Type</i>	T. Curve	T. Curve	T. Curve
<i>Graphic Range</i>	Auto	Auto	Auto
<i>Name</i>	-	-	-

5. Методы для установки в память титратора. См. п. 3 КИТ.

Для определения меркаптановой серы по ГОСТ 21534 (см. примеры в табл. 1):

№ 4 - "CIsoli-BLANK " - определение титра титранта;

№ 5 - "CIsoli-TITR" - определение фона (холостой опыт);

№ 6 - "CIsoli-OBRASETS" - анализ образца.