

Определение органических азотистых оснований в тяжелом мазуте. UOP 269-10

Метод измерения: потенциометрическое кислотно-основное титрование.

Прибор: Автоматический потенциометрический титратор АТ-710В/S/M -10 со стандартным предусилителем.

Электроды: - индикаторный рН-электрод Н-171;

- референсный электрод сравнения - хлорсеребряный электрод с двойным солевым мостиком R-173 (внутренний электролит – насыщенный раствор NaClO_4 в ледяной уксусной кислоте);

- электрод температурной компенсации.

Титрант: 0,02 М раствор хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте.

Растворитель для титрования: толуол, ледяная уксусная кислота.

1. Область применения и терминология

Содержание основного органического азота в нефтяных дистиллятах измеряется в соответствии с методом «UOP 269-10 Определение органических азотистых оснований в тяжелом мазуте». Образец растворяют в толуоле, затем к раствору добавляют ледяную уксусную кислоту и титруют 0,02 М раствором хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте. Точка перегиба кривой титрования рассматривается как конечная точка титрования (КТТ). Содержание основного азота рассчитывается из объема раствора хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте, затраченного на титрование до КТТ.

2. Примечания

1) При проведении повторных измерений щелочного числа для повышения чувствительности электродов требуется их регенерация. После измерения промойте электроды с помощью растворителя для титрования и затем погрузите их в дистиллированную воду до тех пор, пока потенциал не станет стабильным. Перед следующим измерением снова промойте электроды растворителем для титрования.

2) Не оставляйте электроды, погруженными в растворитель для титрования.

3) Титр 0,02 М раствора хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте проверяют не менее одного раза в неделю.

4) Из-за относительно высокого коэффициента расширения органических жидкостей титрант 0,02 М раствор хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте рекомендуется применять при температуре, отличающейся от температуры стандартизации титранта не более, чем на $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

5) Подготовку образцов и титранта следует проводить в хорошо проветриваемом помещении или вытяжном шкафу.

3. Процедуры после титрования

В связи с тем, что чувствительность электродов после серии измерений ухудшается, восстанавливайте их чувствительность по методу, описанному в п.1 Примечаний

4. Процедура определения содержания основного азота

Холостой опыт (Бланк)

1) В стакан емкостью 200 см³ добавьте 50 см³ толуола и медленно 75 см³ ледяной уксусной кислоты, перемешайте.

2) Титруйте 0,02 М раствором уксусной кислоты в хлорной кислоте.

Измерение

1) Добавьте в высокий химический стакан емкостью 200 см³ 10 г образца.

2) Добавьте в стакан 50 см³ толуола для растворения образца.

3) Добавьте медленно в стакан 75 см³ ледяной уксусной кислоты.

4) Титруйте 0,02 М раствором уксусной кислоты в хлорной кислоте до КТТ.

5. Расчет

Содержание основного азота, масс.% = $(EP1 - BL1) \times TF \times C1 / S$

EP1 : Расход титранта (см³)

BL1 : Расход титранта (бланк, см³)

TF : Коэффициент титра

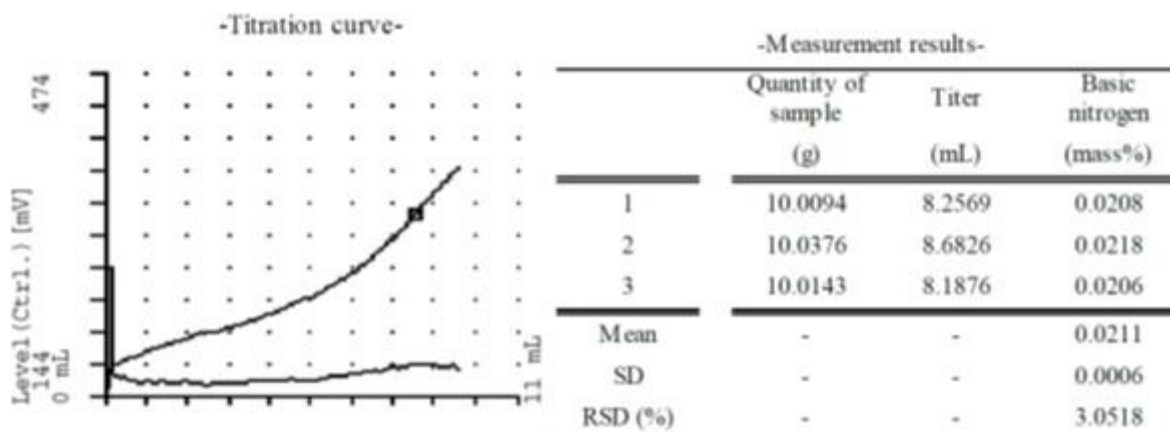
C1 : Коэффициент для пересчета концентрации 0.028 мг/дм³

S : Масса образца, г

Параметры титрования

<u>< Titr. Mode ></u>	: Auto Intermit	<u>< Ctrl. Para. ></u>	
<u>< Titr. Form ></u>	: EP Stop	Number of EP	: 1
		End Sense	: Auto (Blank test)
<u>< Titr. Para. ></u>			: Set (Sample)
Max Volume	: 0.2 (mL) (Blank test)	dE	: 50.0 (dE)
	: 20 (mL) (Sample)	dE/dmL	: 30.0 (dE/dmL)
Channel/Unit(Ctrl.)	: Ch1, mV	Gain	: 1
Channel/Unit(Ref.)	: Off	Data Sampling	: Auto
pH Polarity	: Standard	Ctrl. Speed	: Standard
Titr. Type Check	: No Check	Other Ctrl.	: Standard
Direction	: Auto	Auto Int. Mode	: Blank (Blank test)
Wait Time	: 0 (s)		: Standard (Sample)

Пример кривой титрования



6. Резюме

Результаты титрования показали хорошую повторяемость с 3,05 % RSD (относительное стандартное отклонение).