

Содержание в нефти органических хлоридов по ГОСТ Р 52247 (А), ASTM D 4929 (А) и хлористых солей ГОСТ 21534 (А,Б)

Метод измерения: потенциометрическое осадительное титрование

Прибор: автоматический потенциометрический титратор АТ-710В/С/М -10 со стандартным предусилителем.

Электроды: **ГОСТ 21534, метод А**

- комбинированный серебряный электрод С-373

ГОСТ 21534, метод Б

- индикаторный - серебряный электрод М-371
- референсный - хлорсеребряный электрод с двойным соляным мостиком (внутренний раствор – насыщенный раствор нитрата калия)

ГОСТ Р 52247 (метод А), ASTM D 4929 (метод А)

- индикаторный - серебряный электрод М-371
- референсный - рН-электрод Н-171

Титрант: 0,01М водный раствор нитрата серебра для ГОСТ 21534 (метод А) и ГОСТ Р 52247 (метод А)

0,01М раствор нитрата серебра в изопропиловом спирте для ГОСТ 21534 (метод Б)

Растворитель для титрования: вода для ГОСТ 21534 (метод А) и ГОСТ Р 52247 (метод А) органический растворитель (изопропиловый спирт и толуол в соотношении 1 : 3 с добавлением 6 см³ конц. азотной кислоты для ГОСТ 21534 (метод Б).

1. Область применения и терминология

Определение содержания неорганических хлоридов в сырой нефти выполняется в соответствии с ГОСТ 21534 «Нефть. Методы определения содержания хлористых солей».

Определение содержания хлорорганических соединений в сырой нефти выполняется в соответствии с ГОСТ Р 52247 «Нефть. Метод определения хлорорганических соединений и ASTM D 4929 «Стандартные методы определения содержания

органических хлоридов в сырой нефти». В каждом из вышеперечисленных методов выполняется различная пробоподготовка, но финальная стадия определения хлоридов - потенциометрическое титрование 0,01М водным раствором нитрата серебра. Для каждого метода применяется разный комплект электродов. Конечная точка титрования (КТТ) определяется по точке перегиба кривой титрования и содержание хлоридов рассчитывается по объему, затраченному на титрование до КТТ.

2. Примечания

1) Подготовку проб следует проводить в соответствии с ГОСТ 21534. п. 1.4.2. для метода А и п. 2.4.1 для метода Б; для ГОСТ Р 52247, метод А – п. 15.1-15.4

2) Стекланный электрод необходимо чистить не реже одного раза в неделю, помешивая им в холодном растворе хромовой кислоты не более 10 с. Между титрованиями стекланный электрод хранят наполовину погруженным в воду.

3) В соответствии с ГОСТ Р 52247, метод А, п. 14.1 перед титрованием необходимо обновить слой хлорида серебра на серебряном электроде с использованием устройства для активации электродов УА-03.1.

3. Процедуры после титрования

1) После титрования по методу ГОСТ 21534, метод Б электроды промывают чистым бензином или смесью бензина и толуола;

2) Очистите стекланный электрод спиртом и храните наполовину погруженным в воду;

3) Серебряный электрод после титрования следует протирать полировальной бумагой или ветошью для удаления осадка хлорида серебра.

4. Процедура определения содержания хлоридов

ГОСТ 21534, метод А

Холостой опыт (Бланк)

1) В стакан емкостью 200 см³ помещают 30 см³ дистиллированной воды, упаренной из объема 150 см³, 100 см³ ацетона, добавляют 10 капель 5 М азотной кислоты и титруют 0,01 М водным раствором азотнокислого серебра до скачка потенциала.

Измерение

- 1) водную вытяжку хлористых солей, упаренную до 30 см³, количественно переносят в стаканчик для титрования объемом 200-250 см³.
- 2) Водную вытяжку охладите до комнатной температуры, добавьте 100 см³ ацетона, подкислите 10 каплями 5 М раствора азотной кислоты.
- 3) Титруйте 0,01М водным раствором азотнокислого серебра до КТТ.

ГОСТ 21534, метод Б

Холостой опыт (Бланк)

- 1) В стакан емкостью 200 см³ помещают 50 см³ органического растворителя (без нефти) и титруют 0,01 М раствором азотнокислого серебра в изопропиловом спирте до скачка потенциала. Холостой опыт проводят после приготовления каждой новой партии органического растворителя.

Измерение

- 1) Пробу нефти необходимого объема (см. Таблицу 5 ГОСТ 21534) поместите с помощью пипетки в стаканчик для титрования объемом 200 см³.
- 2) Добавьте 50 см³ органического растворителя, промывая растворителем пипетку.
- 3) Титруйте 0,01М раствором нитрата серебра в изопропиловом спирте до КТТ.

ГОСТ Р 52247, метод А

Холостой опыт (Бланк)

- 1) Проведите холостой опыт, используя все реактивы, включая бифенил натрия, и выполните все операции анализа по п 15.2-15.5, за исключением ввода образца.
- 2) Титруйте 0,01 М водным раствором азотнокислого серебра до скачка потенциала.

Измерение

1) Полученный после пробоподготовки упаренный экстракт объемом 25 см³-30 см³ перенесите в стакан для титрования объемом 200 см³

2) После охлаждения экстракта добавьте 100 см³ ацетона

3) Титруйте 0,01 М водным раствором азотнокислого серебра до КТТ.

5. Расчет

5.1 ГОСТ 21534, метод А

Масс. концентрация хлористых солей в мг NaCl / 1 дм³ нефти = $(EP1 - BL1) \times TF \times A \times 1000 / V1$

EP1 : Расход титранта (см³)

BL1 : Расход титранта (бланк, см³)

TF : Коэффициент титра

1000 - коэффициент для пересчета массовой концентрации хлористых солей в 1 дм³ нефти;

A - коэффициент, выражающий отношение объема, до которого была разбавлена водная вытяжка анализируемой нефти, к объему раствора, взятому из мерной колбы для титрования (при титровании всей водной вытяжки коэффициент A =1).

5.2 ГОСТ 21534, метод Б

Масс. концентрация хлористых солей в мг NaCl / 1 дм³ нефти = $(EP1 - BL1) \times TF \times 1000 / V1$

EP1 : Расход титранта (см³)

BL1 : Расход титранта (бланк, см³)

TF : Коэффициент титра

1000 - коэффициент для пересчета массовой концентрации хлористых солей в 1 дм³ нефти;

5.3 ГОСТ Р 52247, метод А

Массовая доля хлорорганических соединений, мкг/г во фракции нефти = $(EP1 - BL1) \times 0.01 \times TF \times C1 \times K1 / S$

EP1 : Расход титранта (см³) = 1.7699

BL1 : Расход титранта (бланк, см³) = 0.09300 см³

TF : Коэффициент титра = 0.95164

C1 : Коэффициент пересчета концентрации = (35460 мкг/см³)

K1 : Коэффициент пересчета титратора (0,01)

S : Масса образца нефти, г = 29.98

Параметры титрования

Sample No.	: 01-10	Titration Date	: 22/10/2018 21:11:16
Model/Serial No.	: AT-710(MCU-710) / 19381620	Titration Time	: 00:07:45
Operator	:		
Method Name	: ISP XOC		
Titration Mode	: Intermitt	Titration Form	: EP Stop
Titration Burette	: 1	Channel,Unit	: Ch1,mV
Titration Reagent	:		
Titrant Temp.	: --- [Deg.C]	Comp.Temp.	: --- [Deg.C]
Sample Name	:		
Sample ID	: GSO	Sample Size	: 30.0000 [g]
Initial Temp.	: --- [Deg.C]	Final Volume	: 2.0400 [mL]
Initial Pot.	: 222.8 [mV]	Final Pot.	: 27.4 [mV]

Пример кривой титрования

