Издание официальное

СССР

Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2401—62

Взамен ГОСТ 2401—47

Группа А29

Нефть

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ

Petroleum. Method for the determination of chloride solts content

Метод, устанавливаемый настоящим стандартом, заключается в извлечении хлористых солей из нефти водой и титровании полученного раствора азотнокислой ртутью.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефть.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При определении содержания хлористых солей в нефти применяется следующая аппаратура, реактивы и материалы.

Воронка металлическая (черт. 1) или стеклянная (черт. 2) с винтовой мешалкой (черт. 3) номинальной вместимостью 500—1000 *мл*.

Для приведения в движение винтовой мешалки используется электромотор для швейных машин с ЛАТРом № 2 или воздушная турбинка.

Для извлечения хлористых солей из нефти допускается применять экстракционный аппарат, состоящий из колбы с обратным холодильником.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64:

цилиндры измерительные с носиком номинальной вместимостью 10; 25; 50; 100 и 250 *мл*;

колбы мерные плоскодонные с одной меткой с пришлифованной пробкой номинальной вместимостью 250, 500 и 1000 *мл*;

пипетки с одной меткой вместимостью 25, 50, 100 *мл*;

бюретка номинальной вместимостью 10 *мл*;

микробюретка номинальной вместимостью 5 *мл*.

Внесен Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти и газа и получению искусственного жидкого топлива и Башкирским совнархозом

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 20/I 1962 г.

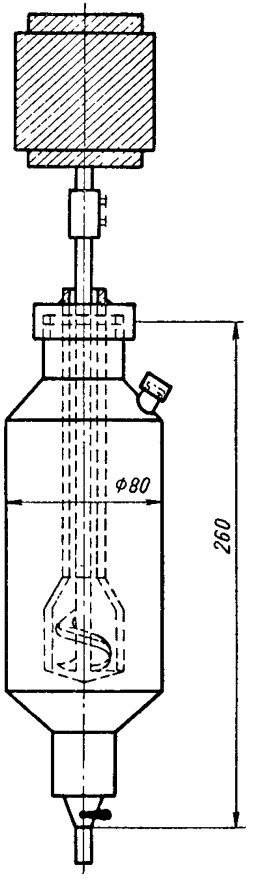
Срок введения 1/VII 1962 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

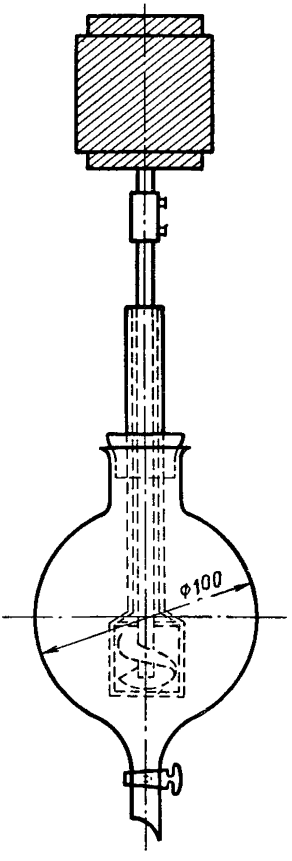
Колбы конические по ГОСТ 10394—63 номинальной вместимостью 250 *мл*.

Воронки стеклянные простые конусообразные по ГОСТ 8613—64 № 2 или 3.

Секундомер или песочные часы на 5 *мин*.



Черт. 1. Воронка металлическая



Черт. 2. Воронка стеклянная

Лампа дневного света.

Аппарат для встряхивания нефти с водой в делительной воронке (качалка) с приводом от электромотора.

Бензол по ГОСТ 5955—51, или бензол чистый каменноугольный по ГОСТ 8448—61, или бензол чистый нефтяной по ГОСТ 9572—60.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—48, «х. ч.» или «ч. д. а.», концентрированная и 0,2 н раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—51, 1%-ный спиртовой раствор, для приготовления которого 1 *г* препарата взвешивают с точностью до 0,01 *г*, помещают в колбу вместимостью 250 *мл* и растворяют в 100 *мл* этилового спирта при нагревании на водяной бане до полного растворения.

Раствор дифенилкарбазида не должен храниться более двух месяцев.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, «х. ч.» или «ч. д. а.».

Ртуть азотнокислая по ГОСТ 4520—48, «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,01 н и 0,05 н титрованные растворы.

Для приготовления 0,01 н раствора азотнокислой ртути навеску 1,67 *г* тонко растертого препарата диспергируют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют постепенно концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока не исчезнет муть, после чего объем раствора доводят до 1 *л* в мерной колбе вместимостью 1000 *мл* приливанием дистиллированной воды до метки.

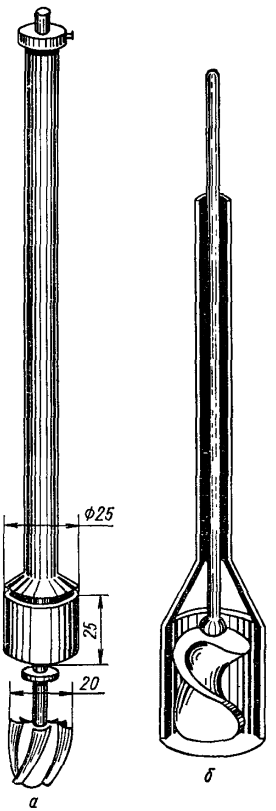
Для приготовления 0,05 н раствора азотнокислой ртути берут навеску препарата 8,35 *г* на 1 *л* раствора.

Титр полученных растворов азотнокислой ртути устанавливают по 0,01 н и 0,05 н растворам хлористого натрия с индикатором дефенилкарбазидом.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Бумажка, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, приготовленная по ГОСТ 4517—65.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—66 проверенная на отсутствие хлорионов.



Черт. 3. Мешалка винтовая

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Пробу испытуемой нефти хорошо перемешивают 10-минутным встряхиванием (механически или вручную) в склянке, заполненной не более чем на $^2/_3$ ее вместимости.

3. Из перемешанной пробы берут в измерительный цилиндр соответствующей вместимости количества нефти в зависимости от предполагаемого содержания в ней солей, руководствуясь табл. 1.

Таблица 1

Содержание хлористых солей в *мг/л*	Количество нефти для испытания в *мл*
До 100	50
Св. 100 до 200	25
» 200	10

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Образец нефти, отобранной для испытания в измерительный цилиндр, переносят количественно в воронку с винтовой мешалкой или в стеклянную делительную воронку.

Остаток нефти тщательно смывают со стенок цилиндра бензолом, расходуя на 10—25 *мл* нефти 20 *мл* бензола, а на 50 *мл* нефти 40 *мл* бензола.

Растворитель с остатком нефти сливают в воронку с образцом нефти.

Содержимое воронки перемешивают в течение 1—2 *мин*, затем в воронку наливают 100 *мл* горячей дистиллированной воды и экстрагируют хлористые соли, перемешивая содержимое воронки в течение 10 *мин*.

Перемешивание производят при помощи винтовой мешалки или в аппарате для встряхивания (качалке); в последнем случае горло воронки закрывают резиновой пробкой с газоотводной трубкой.

При отсутствии аппарата для встряхивания допускается производить перемешивание вручную.

При применении экстракционного аппарата испытуемую нефть, бензол и горячую воду наливают в колбу аппарата и интенсивно кипятят смесь с обратным холодильником в течение 30 *мин*, после чего содержимое колбы количественно переливают в делительную воронку для отделения водного слоя от раствора нефти, как указано в п. 5.

5. По окончании перемешивания делительную воронку ставят в штатив и сливают водный слой через стеклянную конусообразную воронку с бумажным фильтром в коническую колбу вместимостью 250 *мл*.

После отделения выделившегося водного слоя содержимое делительной воронки промывают небольшим количеством (35—40 *мл*) горячей дистиллированной воды, которую сливают через стеклянную конусообразную воронку с фильтром в ту же коническую колбу. Фильтр промывают также небольшим количеством (10—15 *мл*) горячей дистиллированной воды. Всего на промывку расходуют 50 *мл* воды.

При наличии сероводорода водную вытяжку кипятят в течение 5—10 *мин* до удаления его (до тех пор, пока свинцовая бумажка, помещенная в пары, не будет оставаться бесцветной).

По охлаждении водной вытяжки проводят подготовку к титрованию, руководствуясь указаниями табл. 2.

Таблица 2

Содержание хлористых *солей в мг/л*	Операции по подготовке водной *вытяжки к титрованию*
До 500	На титрование берут всю вытяжку
Св. 500 до 2000	Вытяжку переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 *мл* и приливанием дистиллированной воды объем раствора в колбе доводят до метки, после чего хорошо перемешивают содержимое колбы. Из мерной колбы отбирают пипеткой 100 *мл* раствора и переносят для титрования в коническую колбу вместимостью 250 *мл*
Св. 2000 до 5000	Вытяжку переносят в мерную колбу и доводят объем раствора до 500 *мл*, как указано выше. Из мерной колбы отбирают пипеткой 50 *мл* раствора, переносят его в коническую колбу и добавляют 50 *мл* дистиллированной воды
Св. 5000	Вытяжку переносят в мерную колбу и доводят объем раствора до 500 *мл*, как указано выше. Из мерной колбы отбирают пипеткой 25 *мл* раствора, переносят его в коническую колбу и добавляют 75 *мл* дистиллированной воды

6. Для проверки полноты извлечения хлористых солей в воронку с оставшимся раствором испытуемой нефти наливают 100 *мл* горячей дистиллированной воды и повторяют операции, указанные в пп. 4—5 настоящего стандарта, причем экстрагирование производят в течение 5 *мин*. Полученную вторую водную вытяжку титруют, как указано ниже, и полученный результат вычисления суммируют с результатом вычисления после титрования первой вытяжки.

При применении экстракционного аппарата повторное экстрагирование производят в течение 15 *мин*.

7. В коническую колбу с испытуемым раствором, подготовленным к титрованию, приливают 2 *мл* 0,2 н раствора азотной кислоты и 10 капель раствора дифенилкарбазида. К водной вытяжке, дающей щелочную реакцию по фенолфталеину, следует добавлять 3 *мл* 0,2 н раствора азотной кислоты.

Раствор в конической колбе титруют при содержании в испытуемой нефти хлористых солей до 10 000 *мл/л* 0,01 н раствором азотнокислой ртути, а при содержании солей более 10 000 *мг/л* — 0,05 н

раствором азотнокислой ртути до появления слабого розового окрашивания.

Окраску испытуемого раствора сравнивают с окраской дистиллированной воды без индикатора.

8. Для установления содержания хлористых солей в испытуемой нефти проводят контрольный опыт.

При проведении контрольного опыта в коническую колбу наливают 100 *мл* дистиллированной воды, 2 *мл* 0,2 н раствора азотной кислоты, 10 капель раствора дифенилкарбазида и титруют 0,01 н раствором азотнокислой ртути из микробюретки до появления слабого розового окрашивания, как указано выше.

Г. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

9. Содержание хлористых солей в испытуемой нефти, выраженное в *мг* хлористого натрия на 1 *л* нефти (X_1), вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}5846 \cdot 1000 \cdot A}{V},$$

где:

V_1 — объем точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование испытуемого раствора, в *мл*;

V_2 — объем точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование контрольного раствора в *мл*;

0,5846 — количество хлористого натрия, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути, в *мг*; 1 *мл* точно 0,05 н раствора азотнокислой ртути соответствует 2,923 *мг* хлористого натрия;

1000 — коэффициент для перевода литров нефти в *мг*;

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

V — объем испытуемой нефти, взятой в измерительный цилиндр для анализа, в *мл*.

Вычисление производят с точностью до третьей значащей цифры.

10. Содержание хлористых солей в испытуемой нефти, выраженное в весовых процентах хлористого натрия (X_2), вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{1000000 \cdot \varrho},$$

где:

X_1 — содержание хлористых солей в испытуемой нефти, выраженное в *мг* хлористого натрия на 1 *л* нефти;

1 000 000 — коэффициент для перевода килограммов в миллиграммы;

ϱ — плотность испытуемой нефти в *г/см*^{3}.

11. Содержание хлористых солей в испытуемой нефти определяют в двух параллельных образцах. Из результатов двух параллельных определений берут среднее арифметическое.

Д. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

12. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Содержание хлористых солей в *мг/л*	Допускаемые расхождения
До 50	5 *мг/л*
Св. 50 до 200	10 »
» 200 » 1000	25 »
» 1000	2% от величины меньшего результата

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 6236—58 в части стаканов и колб и ГОСТ 8534—57.
ГОСТ 4233—66 введен взамен ГОСТ 4233—48.
ГОСТ 4517—65 введен взамен ГОСТ 4517—48.
ГОСТ 12026—66 введен взамен ГОСТ 7246—54 кроме п. 14, подпункта 4.
ГОСТ 8613—64 введен взамен ГОСТ 8613—57.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.