

75 ДОБЫЧА И ПЕРЕРАБОТКА НЕФТИ, ГАЗА И СМЕЖНЫЕ ПРОИЗВОДСТВА

МКС 75.040

Изменение № 3 ГОСТ 21534—76 Нефть. Методы определения содержания хлористых солей

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 54-П от 3.12.2012)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 7364

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: BY, KG, MD, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Пункт 1.2. Четвертый — седьмой абзацы изложить в новой редакции:
«цилиндры исполнения 1 или 3, вместимостью 10, 25, 50, 100 и 250 см³, 1-го или 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

колбы исполнения 1, 2 или 2а, вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см³ 1-го или 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

пипетки градуированные, любого типа, 1-го или 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 см³ по ГОСТ 29227 или пипетки с одной меткой, любого исполнения, 1-го или 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25, 50 и 100 см³ по ГОСТ 29169;

бюретки типа I или типа II, исполнений 1, 2, 4 или 5, 1-го или 2-го класса точности, вместимостью 5 см³ с наименьшей ценой деления 0,02 см³ и вместимостью 10 см³ с наименьшей ценой деления 0,02 или 0,05 см³ по ГОСТ 29251»;

девятый абзац изложить в новой редакции:

«воронки лабораторные из химически стойкого стекла, диаметром 75 или 100 мм, высотой 110, 140 или 150 мм»;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции:

«рН-метр, милливольтметр лабораторный или иной потенциометр с ценой деления шкалы не более 5 мВ или титратор автоматический в комплекте с лопастной мешалкой и бюреткой вместимостью 10 см³ или менее, с наименьшим дозируемым объемом титранга, равным 0,005 см³ с комбинированным серебряным электродом для аргентометрического титрования;

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2014—07—01.

(Продолжение см. с. 124)

тринадцатый абзац дополнить словами: «или другие подходящие электроды»;

семнадцатый абзац изложить в новой редакции:

«кислоту азотную по ГОСТ 4461, х.ч. или ч.д.а. плотностью при 20 °С не менее 1,40 г/см³ и растворы с (HNO₃) = 5 моль/дм³ и с (HNO₃) = 0,2 моль/дм³»;

двадцатый абзац дополнить словами: «для приготовления раствора необходимой концентрации возможно использовать стандарт-титр хлорида натрия»;

двадцать восьмой абзац изложить в новой редакции:

«деэмульгаторы, способные разрушить эмульсию нефти с водой, 2%-ные растворы в воде или в толуоле»;

тридцатый абзац дополнить словами: «или такую же товарную фильтровальную бумагу»;

тридцать первый и тридцать второй абзацы изложить в новой редакции:

«бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026, проверенную на отсутствие ионов хлора по ГОСТ 12524 или фильтры обеззоленные «красная лента»; бумагу лакмусовую или бумагу универсальную индикаторную»;

тридцать шестой абзац изложить в новой редакции:

«фарфоровую ступку и пестик любого типа по ГОСТ 9147»;

тридцать восьмой абзац изложить в новой редакции:

«Допускается применять посуду и аппаратуру импортного производства класса точности и реактивы, в том числе стандарт-титры используемых растворов, квалификации не ниже предусмотренных стандартом, допущенные к применению в странах СНГ»;

дополнить абзацами:

«водорода пероксид по ГОСТ 10929, х.ч. или ч.д.а. или водный раствор перекиси водорода медицинской или технической марки А по ГОСТ 177, с массовой долей основного вещества 30 % — 40 % или перекись водорода марок, соответствующих квалификации ос.ч.»;

стаканы типа В, исполнения 1, вместимостью 150, 250 см³ по ГОСТ 25336;

плитки нагревательные лабораторные или нагревательные платформы любого типа;

нефрас С2-80/120».

Пункт 1.3.1 дополнить абзацем:

«0,01 моль/дм³ раствор хлористого натрия возможно приготовить из раствора стандарт-титра концентрации 0,1 моль/дм³, для чего 100 см³ приготовленного 0,1 моль/дм³ раствора хлористого натрия количественно

но помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки».

Пункт 1.3.3. Первый абзац. Заменить значение: «1,67 г» на «(1,67 ± ± 0,01) г»;

заменить слова: «и титруют 0,005 моль/дм³ раствора азотнокислой ртути» на «и титруют приготовленным раствором азотнокислой ртути»;

дополнить словами: «Раствор годен к употреблению через 2 суток. Приготовленный раствор азотнокислой ртути хранят в склянке из темного стекла»;

второй абзац изложить в новой редакции:

«Для установки титра определяют объемы раствора азотнокислой ртути, израсходованные на титрование раствора с хлористым натрием и контрольного (холостого) раствора без добавления хлористого натрия».

Пункт 1.3.4 изложить в новой редакции:

«1.3.4 Приготовление 2%-ного раствора деэмульгатора в воде или в толуоле (2,00 ± 0,01) г деэмульгатора растворяют в 100 см³ дистиллированной воды (для водорастворимых деэмульгаторов), при необходимости нагревают раствор на водяной бане или растворяют в 100 см³ толуола (для маслорастворимых деэмульгаторов). Раствор деэмульгатора готовят за сутки до использования и хранят не более 3 месяцев».

Подпункт 1.3.5.1. Первый абзац изложить в новой редакции, дополнить абзацем (после первого):

«(1,70 ± 0,01) г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой».

Для приготовления 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра допускается использовать стандарт-титр, из которого готовят 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствор азотнокислого серебра. Затем 100 см³ раствора отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Растворы азотнокислого серебра хранят в склянках из темного стекла в защищенном от света месте»;

второй абзац изложить в новой редакции, дополнить абзацами (после второго):

«Титр 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра устанавливают по 0,01 моль/дм³ раствору хлористого натрия, приготовленного по 1.3.1. рН-метр включают в электросеть за 30 мин до начала титрования».

При определении титра 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра потенциометрическим титрованием с применением автоматического титратора необходимо следовать инструкциям к прибору и электроду, а также учитывать следующие положения:

(Продолжение см. с. 126)

- устанавливать медленную или среднюю скорость титрования;
- для титрования контрольной (холостой) пробы минимальный объем дозирования раствора азотнокислого серебра должен составлять не более $0,005 \text{ см}^3$, при определении титра и анализе водных вытяжек — не более $0,01 \text{ см}^3$;
- рекомендуется режим динамического титрования;
- для стабилизации показаний электрода требуется предварительное перемешивание пробы не менее 1 мин;
- в бюретке, линиях подачи титранта не должно быть пузырьков воздуха, мембрана комбинированного электрода должна находиться под слоем анализируемого раствора, а уровень электролита в электроде быть выше уровня анализируемого раствора.

Для установки титра определяют объемы раствора азотнокислого серебра, расходующиеся при титровании контрольной (холостой) пробы и пробы с добавкой раствора хлористого натрия»;

третий абзац дополнить словами: «или 5 моль/дм^3 азотной кислоты».

Подпункт 1.3.5.2 дополнить абзацами:

«При использовании автоматического титратора для полного погружения электродов при титровании используют большие объемы растворов для основного и контрольного опытов.

Раствор для титрования с добавкой хлористого натрия состоит из 25 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 $0,01 \text{ моль/дм}^3$ раствора хлористого натрия, 100 см^3 ацетона. Пробу подкисляют 10 каплями ($0,2$ — $0,3 \text{ см}^3$) 5 моль/дм^3 азотной кислоты и титруют.

В контрольном опыте в стаканчик для титрования помещают 30 см^3 дистиллированной воды, 100 см^3 ацетона и добавляют 10 капель 5 моль/дм^3 азотной кислоты и титруют. Контрольный опыт проводят дважды, объем титранта, израсходованный на контрольный опыт (V_1), рассчитывают с точностью до второго десятичного знака как среднеарифметическое двух определений».

Пункт 1.4.1. Первый абзац. Заменить слова: «пипеткой берут пробу» на «цилиндром или пипеткой достаточной вместимости отбирают образец».

Пункт 1.4.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Пробу анализируемой нефти количественно переносят в делительную воронку с предварительно заполненным дистиллированной водой коленом. Остаток нефти с внутренних стенок пипетки или цилиндра смывают растворителем (толуолом, ксилолом или нефрасом) в объеме, указанном в таблице 2. Если после промывки толуолом на пипетке или цилиндре заметны капли эмульсии, кристаллики солей, непрозрачные участки, их дополнительно промывают небольшим количеством горячей дистиллированной воды. При этом объем воды, взятый на промыв-

(Продолжение см. с. 127)

ку, должен быть учтен (суммарный объем дистиллированной воды для приготовления одной водной вытяжки должен составлять 150 см^3)»;

третий абзац изложить в новой редакции:

«Если при экстрагировании хлористых солей образуется эмульсия нефти с водой, то перед экстракцией к образцу анализируемой нефти добавляют 5—7 капель 2%-ного раствора деэмульгатора и содержимое воронки перемешивают, покачивая воронку или включив мешалку на низких оборотах на непродолжительное время»;

шестой абзац изложить в новой редакции:

«Для подтверждения полноты извлечения хлористых солей из образца испытуемой нефти готовят последовательно несколько водных вытяжек, при этом экстракцию каждой из них проводят в течение не менее 5 мин. Каждую водную вытяжку анализируют отдельно, как указано в 1.4.3—1.4.6»;

седьмой абзац исключить.

Пункт 1.4.3. Четвертый абзац. Исключить слова: «Затем вытяжку нейтрализуют 5%-ным раствором гидроокиси натрия по лакмусовой бумажке»;

дополнить абзацами:

«Для удаления сероводорода и других растворенных в водной вытяжке сернистых соединений взамен серной кислоты возможно использовать концентрированную перекись водорода. Для этого до кипячения к вытяжке приливают 1 см^3 концентрированной перекиси водорода и кипятят в течение 2 мин. Если указанного объема перекиси водорода для полного окисления сернистых соединений недостаточно, что проявляется в помутнении и появлении посторонней окраски раствора, мешающих проведению титрования по 1.4.5, повторяют анализ по 1.4.1 с другой порцией нефти, добавив к водной вытяжке перед кипячением 2 см^3 концентрированной перекиси водорода.

Водную вытяжку доводят до нейтральной реакции среды 5%-ным раствором гидроокиси натрия или 5 моль/дм^3 раствором азотной кислоты по универсальной индикаторной бумаге».

Пункт 1.4.5. Первый абзац изложить в новой редакции:

«При индикаторном титровании в колбу с подготовленной к титрованию водной вытяжкой приливают 2 см^3 $0,2 \text{ моль/дм}^3$ раствора азотной кислоты и 10 капель дифенилкарбазида и титруют $0,005 \text{ моль/дм}^3$ раствором азотнокислой ртути до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин»;

третий абзац дополнить словами: «В случае использования перекиси водорода при подготовке водной вытяжки при проведении контрольного

(Продолжение см. с. 128)

опыта, кроме указанных растворов, в коническую колбу помещают 1 см³ перекиси водорода»;

дополнить абзацем:

«Экстрагирование хлористых солей считается законченным, если на титрование водной вытяжки расходуется раствора азотнокислой ртути столько же, сколько на контрольный опыт, который проводят одновременно».

Пункт 1.4.6 дополнить абзацем:

«Для проведения потенциметрического титрования с применением автоматического титратора, каждую водную вытяжку, подготовленную по 1.4.1—1.4.3, упаривают до объема 30 см³ в стакане для титрования вместимостью 250 см³. Водную вытяжку охлаждают до комнатной температуры, добавляют 100 см³ ацетона, подкисляют 10 каплями 5 моль/дм³ раствора азотной кислоты и титруют 0,01 моль/дм³ азотнокислого серебра в соответствии с инструкцией к титратору. В контрольном опыте взамен водной вытяжки используют дистиллированную воду, упаривая ее со 150 см³ до 30 см³».

Пункт 1.5.2. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Результаты вычислений, полученные для каждой вытяжки, суммируют».

Информационные данные. Пункт 5. Таблицу дополнить обозначениями НТД с соответствующими номерами пунктов:

«ГОСТ 177—88, 1.2

ГОСТ 10929—76, 1.2

ГОСТ 29169—91, 1.2».

Стандарт дополнить библиографическими данными:

«УДК 665.61:546.131.06:006.354 МКС 75.040

Ключевые слова: нефть, хлористые соли, титрование индикаторное, дифенилкарбазид, титрование потенциметрическое»

(ИУС № 12 2013 г.)