

Определение содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах ГОСТ 52030, ГОСТ 32462, ASTM D 3227

Метод измерения потенциометрическое осадительное титрование.

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

Электроды: - индикаторный - аргентитный электрод IONH-Ag₂S - электрод сравнения - стеклянный рН электрод Н171

Титрант: 0,01М раствор нитрата серебра в 2-пропаноле

Растворитель для титрования: щелочной растворитель (для низкомолекулярных меркаптанов) для титрования - 2,7 г тригидрата уксуснокислого натрия в 25 см³ воды + 975 см³ 2-пропанола; кислотный растворитель (для высокомолекулярных меркаптанов) для титрования - 2,7 г тригидрата уксуснокислого натрия в 20 см³ воды + 975 см³ 2-пропанола + 4,6 см³ ледяной уксусной кислоты.

1. Область применения и терминология

Присутствие меркаптановой серы в нефтепродуктах придает продукту неприятный запах, оказывает вредное влияние на эластомеры топливной системы и вызывает коррозию деталей топливной системы.

Содержание меркаптановой серы измеряется по методу ASTM D 3227«Стандартный метод определения меркаптановой (тиоловой) серы в бензине, керосине, авиационных турбинных и дистиллятных топливах (потенциометрический метод)». Образец, не содержащий сероводород, растворяют в спиртовом растворе уксуснокислого натрия и титруют потенциометрически 0,01 М спиртовым раствором азотнокислого серебра, используя в качестве индикатора потенциал между стеклянным электродом сравнения и индикаторным сульфид-серебряным (аргентитным) электродом. Точка перегиба на кривой титрования принимается за конечную точку титрования (КТТ). Количество меркаптановой серы рассчитывают из объема раствора нитрата серебра в 2-пропаноле, затраченного для титрования образца до КТТ.

2. Примечания

1) Стеклянный электрод необходимо чистить не реже одного раза в неделю, помешивая им в холодном растворе хромовой

кислоты не более 10 с. Между титрованиями стеклянный электрод хранят наполовину погруженным в воду.

2) 0,1 моль /л раствор нитрата серебра в 2-пропаноле следует стандартизировать, как только изменение концентрации превышает 0,0005 моль /л.

3) 0,01 моль /л раствора нитрата серебра в 2-пропаноле готовят ежедневно, разбавляя 0,1 моль /л раствора нитрата серебра 2-пропанолом в 10 раз.

4) Если образец содержит сероводород, удалите его по методу, описанному в ASTM.

3. Процедуры после титрования

1) Аргентитный электрод после использования промыть спиртом или водой и протереть мягкой чистой, хорошо впитывающей тряпочкой. Затем держите его в сухом состоянии.

2) Очистите стеклянный электрод спиртом и храните наполовину погруженным в воду.

4. Процедура определения содержания меркаптановой серы

Холостой опыт (Бланк)

1) Добавьте 100 мл растворителя для титрования в стакан емкостью 200 мл.

2) Титруйте 0,01 моль /л раствором нитрата серебра в 2-пропаноле для измерения уровня холостого опыта (бланка).

Измерение:

1) Отмерьте 20-50 мл образца пипеткой и налейте в стакан емкостью 200 мл.

2) Добавьте 100 мл растворителя для титрования.

3) Титруйте 0,01 моль /л раствора нитрата серебра в 2-пропаноле до КТТ.

5. Расчет

Масс. доля меркаптановой серы, % = $(EP1 - BL1) \times TF \times C1 / S$

EP1 : Расход титранта (мл)

BL1 : Расход титранта (бланк, мл)

TF : Фактор титранта (титр)

C1 : Коэффициент пересчета концентрации ($3, 206 = 100 \times$ г/экв серы в меркаптани)

S : Масса образца, г (масса образца рассчитывается из объема и плотности)

Параметры титрования:

< Titr. Mode > : Auto Int.

< Titr. Form > : EP Stop

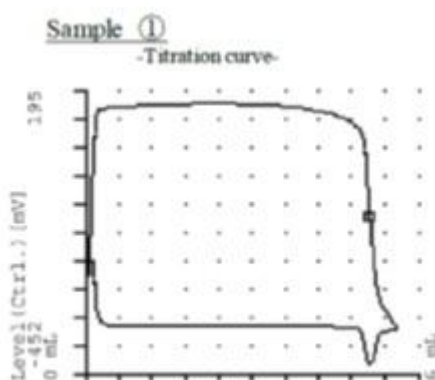
< Titr. Para. >

Max. Volume : 20 (mL)
 Channel/Unit(Ctrl.) : Ch1, mV
 Channel/Unit(Ref.) : Off
 pH Polarity : Standard
 Titr. Type Check : No Check
 Direction : Negative
 Wait Time : 30 (s)
 Dose Mode : None

< Ctrl. Para. >

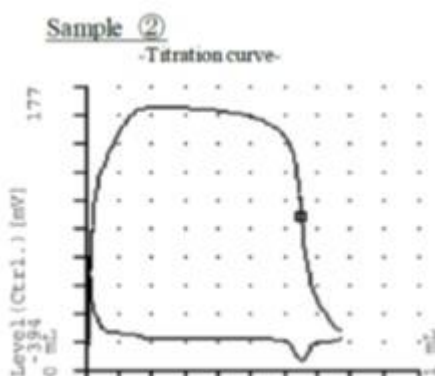
Number of EP : 1
 End Sense : Auto
 Gain : 1
 Data Sampling : Auto
 Ctrl. Speed : Standard (Blank test, Sample ①)
 : Slow (Sample ②)
 Other Ctrl. : Standard
 Auto Int. Mode : Blank (Blank test)
 : Micro (Sample ①, ②)
 Micro Titr. Max. Vol. : 1 (mL)
 Micro Titr. dE : 50.0 (dE)
 Micro Titr. dE/dmL : 100.0 (dE/dmL)
 Stirrer Speed : 3

Пример кривой титрования и полученных результатов



-Measurement results-

	Sample*		Titer (mL)	Mercaptan sulfur (wt%)
	(mL)	(g)		
1	20	17.338	5.0813	0.00858
2	20	17.338	5.0865	0.00859
3	20	17.338	5.1184	0.00864
Mean	-	-	-	0.00860
SD	-	-	-	0.00003
RSD (%)	-	-	-	0.37364



-Measurement results-

	Sample*		Titer (mL)	Mercaptan sulfur (wt%)
	(mL)	(g)		
1	50	43.345	0.6242	0.00042
2	50	43.345	0.6317	0.00043
3	50	43.345	0.6430	0.00043
Mean	-	-	-	0.00043
SD	-	-	-	0.00001
RSD (%)	-	-	-	1.35316

6. Резюме

Каждый образец был измерен три раза, получена хорошая повторяемость.