

石油中有机氯含量测定

1 前言

石油中有机氯的主要来源是在石油开采时的添加剂造成的，它导致后续的加工和使用中对机器的腐蚀以及催化剂中毒等方面的问题，为严格控制有机氯含量，减少有机氯带来的危害，原油的有机氯成为原油要检测的重要项目和要求。

本方法采用电位滴定的方式检测石油中的有机氯，检测结果准确，操作简便，能够满足原油常规检测之需求。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪 银复合电极、

10mL 滴定管。

2.2 试剂

硝酸银溶液（0.01mol/L），甲苯，异辛烷，联苯钠，异丙醇，丙酮，纯化水。

3 实验方法

3.1 实验步骤

在分液漏斗里加入 50mL 甲苯，加入整支联苯钠，搅拌均匀。

准确称取 30.0g 样品（精确至 0.1g），加入到分液漏斗里，震荡均匀，此时溶液或悬浮液应该呈蓝绿色，否则再加入一支联苯钠，直至溶液或悬浮液呈蓝绿色为止。将混合均匀的溶液密封放置 10min，充分反应。

充分反应后，逐次加入 2mL 异丙醇，敞口轻轻振摇，直至溶液由蓝绿色变为无色为止，，然后加入 20mL 水和 10mL 硝酸溶液，轻轻摇荡，并不时旋塞泄压，用刚果红试纸检测水相，如果试纸没有变蓝，再加入 5mL 硝酸溶液，直至试纸变蓝为止。

将水相转移至另外一个装有 50mL 异辛烷的分液漏斗中，充分振摇后将水相转移至 250mL 的烧杯中。用已加入几滴硝酸溶液的 25mL 水对含有试样的异辛烷进行二次萃取，将水相转移至烧杯中，将烧杯放在电热板上加热蒸发至 25~30mL，电热板保持温度低于溶液沸点，防止暴沸。

溶液冷却后加入适量丙酮，用硝酸银标准溶液进行滴定，滴定至突跃终点。

3.2 仪器参数

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	10s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
结束体积：	20mL	预滴定添加体积	0mL
电位突跃量：	150	滴定前平衡电位：	10mv

4 结果与讨论

4.1 实验数据

4.1.2 氯离子含量测定：

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	空白 (mL)	滴定体积 (mL)	含量 (ug/g)	平均含量 (ug/g)

石油	0.01033	30.0	1.058	3.553	30.169	28.99
		30.0		3.363	27.830	
		30.0		3.468	28.980	

4.2 计算公式

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times 35460}{m}$$

X ---样品中氯离子含量，单位为微克每克 (ug/g) ；

V_1 ---测定用试样消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL) ；

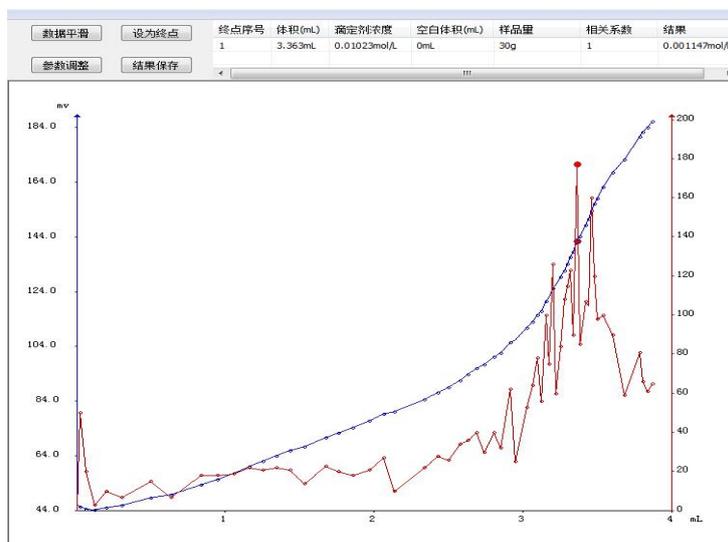
V_0 ---试剂空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL) ；

m ---称取试样的质量，单位为 g ；

C ---硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L) ；

35460---换算系数。

4.3 滴定图谱



4.4 结论

用电位滴定法测定原油有机氯含量，数据重复性良好，结果准确，避免指示剂在样品在颜色深的溶液中不容易观察，影响终点判断的弊端，能够准确判断滴定终点，同时也使操作更安全，避免了手工接触有机试剂，减少了对操作人员身体的危害。

参考文献

[1] GB/T 18612-2011 原油有机氯含量测定.[S]