

中华人民共和国石油化工有限公司

SH/T 0413—92

液体石蜡中微量碱性氮含量测定法

代替 SY 2859—82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了液体石蜡中微量碱性氮含量的测定方法。
本标准适用于液体石蜡。

2 术语

碱性氮：试样中能与高氯酸作用的氮化物的氮。

3 方法提要

根据有机碱和无机酸在非水溶液中呈现的游离强度不同，以高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液滴定，计算出碱性氮含量。

4 试剂与材料

4.1 冰乙酸：分析纯。

4.2 乙酸酐：分析纯。

4.3 苯：分析纯。

4.4 高氯酸：分析纯，70%—72% (m/m) 的溶液。

4.5 甲基紫指示剂：配成 1g/L 的甲基紫冰乙酸指示液。称取 0.1g 甲基紫溶于 100mL 冰乙酸中。

4.6 苯—冰乙酸混合液：按苯与冰乙酸体积比 1:1 混合。

5 仪器、设备

5.1 微量滴定管：2mL，分度 0.01mL。

5.2 锥形烧瓶：250mL。

6 分析步骤

6.1 准备工作

6.1.1 高氯酸 [$c(\text{HClO}_4) = 0.02\text{mol/L}$]—冰乙酸溶液的配制与标定：量取 2mL 高氯酸加 250mL 冰乙酸，再加 20mL 乙酸酐后，用冰乙酸稀释至 1000mL。

标定方法：称取经 105—110℃ 干燥，冷却后的基准苯二甲酸氢钾 0.015g，加入 50mL 冰乙酸，加热至沸，冷却后加 50mL 苯和 5 滴甲基紫指示剂，用高氯酸—冰乙酸标准溶液进行滴定，滴定终点为紫色全部消失而呈蓝色。高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的浓度 $c(\text{mol/L})$ 按式(1)计算：

$$c = \frac{m_0}{204(V - V_1)} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——滴定时所用苯二甲酸氢钾的质量，g；

204——苯二甲酸氢钾的摩尔质量，g/mol；

V ——滴定苯二甲酸氢钾时所用高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——空白试验时所用的高氯酸—冰乙酸溶液的体积, mL。

6.2 分析步骤

6.2.1 在清洁、干燥的 250mL 锥形烧瓶中称取经过滤脱水的试样 $50g \pm 0.2g$, 加入苯—冰乙酸混合液 50mL, 加 5 滴甲基紫—冰乙酸指示剂, 用高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液滴定, 由紫色消失而呈蓝色即为终点。

6.2.2 在同样条件下, 用同样试剂进行空白滴定。

7 分析结果的表述

试样中碱性氮含量 X [ppm(m/m)] 按式(2)计算:

$$X = \frac{(V_2 - V_3) \times c \times 0.014}{m} \times 10^6 \dots\dots\dots (2)$$

式中: 0.014——与 1.00mL 浓度为 $[c(\text{HClO}_4) = 1.000\text{mol/L}]$ 的高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液相当的以克表示的氮的质量;

c ——高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——滴定试样时所消耗的高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_3 ——滴定空白试剂时所消耗的高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g。

用 ppm(m/m) 报告试样的碱性氮含量, 取至小数点后一位数字。

8 精密度

重复性: 重复测定的两个结果间的差数, 不应大于下列数值。

碱性氮含量, ppm(m/m)	重复性, ppm(m/m)
10 以下	0.5
10 ~ 30	1

附加说明:

本标准由抚顺石油化工研究院技术归口。

本标准由金陵石油化工有限公司炼油厂负责起草。

本标准首次发布于 1975 年。