

石油产品中碱性氮测定法

(2000年确认)

代替 ZB E30 003—86

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定石油产品中碱性氮的方法。

本标准适用于汽油、煤油、柴油、润滑油等浅色石油产品。

2 方法概要

将试样溶于苯-冰乙酸混合溶剂中，以甲基紫或结晶紫为指示剂，用高氯酸-冰乙酸标准滴定溶液滴定试样中的碱性氮，至溶液由紫变蓝。根据消耗的高氯酸-冰乙酸标准滴定溶液的浓度和体积，计算试样中碱性氮含量。

3 仪器

3.1 自动滴定管：5mL，分度为0.02mL。

3.2 锥形烧瓶：250mL。

3.3 容量瓶：1000mL。

3.4 量筒：50mL。

3.5 移液管：1，25，50mL。

4 试剂

4.1 冰乙酸：分析纯。

4.2 高氯酸：分析纯。

4.3 乙酸酐：分析纯。

4.4 苯：分析纯。

4.5 邻苯二甲酸氢钾：基准试剂。

4.6 甲基紫或结晶紫指示剂：将0.1g甲基紫溶于100mL冰乙酸或0.1g结晶紫溶于100mL冰乙酸中，配成1g/L甲基紫指示液或1g/L结晶紫指示液。

5 准备工作

5.1 $c[\text{HClO}_4] = 0.01\text{mol/L}$ 高氯酸-冰乙酸标准滴定溶液的配制与标定

5.1.1 配制

将1mL高氯酸与250mL冰乙酸在1L容量瓶内混合，加入20mL乙酸酐，并用冰乙酸稀释至刻度，放置过夜，进行标定。

5.1.2 标定

5.1.2.1 称取经 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥、冷却后的基准邻苯二甲酸氢钾 0.01g(精确至 0.0001g)，置于 250mL 锥形烧瓶中。加入 50mL 冰乙酸，加热溶解，冷却后，加入 50mL 苯及 5 滴甲基紫指示液，用高氯酸-冰乙酸溶液滴定至紫色消失呈现蓝色。记录消耗的高氯酸-冰乙酸溶液的体积。

5.1.2.2 量取 50mL 苯及 50mL 冰乙酸，加入 5 滴甲基紫指示液，用高氯酸—冰乙酸溶液滴定至紫色消失呈现蓝色，作为试剂的空白值。

5.1.3 计算

高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{HClO}_4)$ ，mol/L，按式(1)计算：

$$c(\text{HClO}_4) = \frac{m}{0.2042 \times (V_1 - V_0)} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m ——邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

V_1 ——滴定邻苯二甲酸氢钾消耗的高氯酸—冰乙酸溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试验消耗的高氯酸—冰乙酸溶液的体积，mL；

0.2042——与 1.00mL 高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液 [$c(\text{HClO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量。

注：本溶液应于使用前标定。标定时的温度应与使用该标准滴定溶液时的温度相同。

5.2 苯—冰乙酸混合溶液的配制

按苯—冰乙酸体积比 1:1 混合好，备用。

6 试验步骤

6.1 参照下表称取或用移液管量取适当的试样于 250mL 清洁、干燥的锥形烧瓶中，加入 50mL 1:1 苯—冰乙酸溶液，待试样溶解透明后加 5 滴甲基紫指示液，用高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液(5.1)滴定至紫色消失，出现蓝色时，记录所消耗高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的体积。

6.2 对含蜡油或重油可在加热熔化后，加入 25mL 苯溶解，再加入 25mL 冰乙酸。

试样中碱性氮含量与取样量关系表

碱性氮含量范围, ppm	试样量, g	碱性氮含量范围, ppm	试样量, g
≤ 10	50	> 100 ~ 500	5 ~ 1
> 10 ~ 50	40 ~ 20	> 500	< 1
> 50 ~ 100	20 ~ 5		

7 计算

试样中碱性氮含量 $N_B(\text{ppm})$ 按式(2)或式(3)计算：

$$N_B = \frac{(V_2 - V_3)c \times 0.014 \times 10^6}{\rho \cdot V_4} \dots\dots\dots (2)$$

或

$$N_B = \frac{(V_2 - V_3)c \times 0.014 \times 10^6}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中： V_2 ——滴定试样消耗的高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_3 ——空白试验消耗的高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——高氯酸—冰乙酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

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

m ——试样的质量，g；

ρ ——取样温度时试样的密度，g/mL；

V_4 ——试样的体积，mL。

8 精密度

按下述规定判断结果的可靠性(95%置信水平)。

8.1 重复性：同一操作者重复测定的两次结果之差不应大于下列数值。

碱性氮含量, ppm	重复性, ppm
≤1.0	0.2
1.1 ~ 10	0.3
11 ~ 50	2
51 ~ 100	3
> 100	其算术平均值的 3%

8.2 再现性：两个实验室对同一试样测定结果的差数不应大于下列数值。

碱性氮含量, ppm	再现性, ppm
≤1.0	0.5
1.1 ~ 10	0.6
11 ~ 50	4.0
51 ~ 100	5.0
> 100	其算术平均值的 6%

9 报告

取重复测定两个结果的算术平均值，作为试样碱性氮的测定结果。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准主要起草人伍意玉、张可卿。