

Министерство образования и науки Российской Федерации



Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет

Кафедра физической химии

Отчет по лабораторной работе №1

По дисциплине: Органическая химия
(наименование учебной дисциплины, согласно учебному плану)

Тема работы: Определение содержания солей хлоридов в нефти
индикаторным титрованием

Выполнил: студент гр. TXH-21-1 _____ Вейгель Т.П.
(шифр группы) _____ Тарашнина Е.О.
(подпись) _____ (Ф.И.О.)

Проверил: доцент _____ Григорьева Л. В.
(должность) _____ (Ф.И.О.)

Оценка: _____

Дата: _____

Санкт-Петербург
2022

Цель работы: Определить концентрацию Cl^- в пробе нефти.

Сущность работы:

Определение содержания солей хлоридов основано на их извлечении в водную вытяжку с последующим титрованием пробы водной фазы нитратом ртути (Pb^{2+}) с использованием в качестве индикатора дифенилкарбозида в присутствии азотной кислоты.

Классификация нефти по содержанию солей хлоридов:

100 мг/л и менее	1 класс
100-300 мг/л	2 класс
300 мг/л и более	3 класс

Если содержание солей хлоридов в сырье превышает 200 граммов на литр, то это приводит к повышенному коррозионному износу оборудования.

Электрохимическую коррозию вызывает процесс гидролиза солей.

Минеральные соли, растворенные в пластовых водах, могут быть различными, однако больше всего они представлены хлоридами кальция, натрия и магния.

Хлористый кальций способен гидролизоваться до 10 % от собственной массы, образуя соляную кислоту.

Хлористый магний может гидролизоваться на 90 %, причем способности к гидролизу он не теряет даже при низких значениях температур.

Содержание солей в пластовой воде измеряется как количество сухого вещества, которое остается после выпаривания одного литра воды. Соленость нефти измеряется миллиграммами хлоридов, в пересчете на NaCl (поскольку хлорид натрия почти не способен гидролизоваться), которые содержаться в одном литре нефтяного сырья.

Оборудование и реактивы:

Экстрактор с делительной воронкой, мерный цилиндр объемом 25 или 50 мл, мерный цилиндр для воды объемом 100 мл, колба для титрования объемом 200 мл, стакан для нитрата ртути объемом 50 мл, бюретка для титрования объемом 25 мл, пипетка объемом 10 мл, воронка, фильтр, нитрат ртути ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$), 0,05 М раствор, азотная кислота, 0,2 М раствор, индикатор (смесь дифенилкарбозида и бромфенолового синего), вода для приготовления водной вытяжки, толуол, проба нефти.

Порядок выполнения работы:

1. Проверить положение крана делительной воронки. Убедиться, что кран находится в положении «закрыто». золото

2. Мерным цилиндром вместимостью 25 или 50 мл отбирают пробу нефти объемом 25 мл и помещают её в делительную воронку.
3. При вязкой нефти цилиндр, которым отбирали пробу, ополаскивают небольшим количеством (не более 20 мл) толуола или бензина и присоединяют смыв к пробе нефти в делительной воронке.
4. Мерным цилиндром вместимостью 100 мл отбирают 100 мл воды для приготовления водной вытяжки и помещают её в делительную воронку.
5. Погрузить мешалку 2 с электромотором 3 в делительную воронку, нажать кнопку «пуск». воронку, нажать кнопку «пуск». Погрузить мешалку 2 с электромотором 3 в делительную
6. Настроить скорость вращения мешалки:
 - 6.1. нажать кнопку «установка» для входа в режим настройки блока управления
 - 6.2. кнопками «выбор» и AV установить число оборотов (от 800 до 1200): нефть с водой должна равномерно перемешиваться, но не слишком интенсивно во избежание получения устойчивой эмульсии.
 - 6.3. кнопками «выбор» и AV установить продолжительность перемешивания (10 минут)
 - 6.4. нажать кнопку «установка» для выхода из режима настройки
7. Перемешивать нефть с водой в течение 10 мин. Остановить мешалку (кнопкой «стоп» или она остановится автоматически).
8. Дать фазам расслоиться в течение 5-10 мин.
9. Водную фазу (внизу) через бумажный фильтр слить в коническую колбу. Органическую фазу вылить в емкость для органических отходов, указанную преподавателем
10. Провести анализ содержания солей хлоридов.
 - 10.1. Бюretку заполняют раствором нитрата ртути - в бюretку помещают максимально возможный объем титранта.
 - 10.2. Проверяют отсутствие воздуха в шланге и носике бюretки, при необходимости воздух удаляют. Для этого приподнимают нос бюretки под острым углом и нажимают на шарик в шланге бюretки.
 - 10.3. После того, как бюretка заполнена и воздуха в ней нет, доводят объем титранта до отметки «0».
 - 10.4. В две конические колбы отобрать по пробе водной вытяжки объемом 10 мл.
 - 10.5. К каждой пробе прилить дистиллированной воды до уровня раствора в колбе от 1 до 1,5 см. 10.6. К каждой пробе добавить 1-2 мл индикатора - раствор приобретет синий цвет.
 - 10.7. К каждой пробе по каплям! Добавить азотную кислоту до изменения цвета индикатора на желтый (можно использовать шприц на 1-2 мл). При работе с кислотой не допускать попадания на слизистые и кожу, в противном случае промыть большим количеством воды для предотвращения появления ожога.
 - 10.8. Титровать нитратом ртути до изменения цвета индикатора на фиолетовый.
 - 10.9. Записать объем нитрата ртути. Повторить п.п. 10.3, 10.8 и 10.9 с другой колбой

Экспериментальные данные:

- Объем нефти для приготовления водной вытяжки $V_{нефти}$ = МЛ
- Объем воды для приготовления водной вытяжки $V_{(H_2O)}$ = МЛ
- Объем пробы водной вытяжки, взятый на проведение анализа V_a = МЛ
- Концентрация раствора нитрата ртути (II) (титранта) C_m = моль/л (= экв/л)
- Объем нитрата ртути (II), израсходованный на титрование проб:

$$V_{T_1} = \text{МЛ}$$

$$V_{T_2} = \text{МЛ}$$

$$V_{T_3} = \text{МЛ}$$

$$V_{T_{cp}} = \text{МЛ}$$

Обработка экспериментальных данных:

Вычислено содержание хлоридов в пробе нефти по формуле:

1

2

Вывод: