

石油磺酸盐中的硫酸盐与表面活性剂含量的测定

方建安 孟兆玲 张翠苹

(南京传滴仪器设备有限公司、胜利油田中胜环保公司质检中心)

胜利油田中胜环保公司分析中心携带样品与有关分析试剂前来我公司，利用 FJA-2 型微机控制自动滴定系统对石油磺酸盐中的硫酸盐与活性组分含量的测定，对多个样品的测试结果表明，电位滴定法测定石油磺酸盐中的硫酸盐、光度自动滴定法测定表面活性剂含量具有较高的灵敏度与好的测定精度，现将测试结果报告如下，供能考。

(一) 磺酸盐中的硫酸盐测定方法与结果

用天平称取样品溶液零点几克，精确到 0.001g (视样品含量不同而不同) 于 100ml 烧杯中，加 10ml 蒸馏水，加无水乙醇 35 ml，用稀 HCl 将 pH 必须调在 pH4 (用 pH 计和 pH 复合电极来调)，以铅电极为指示电极，银氯化银电极为参比电极，用硝酸铅标准溶液 [$C(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2) = 0.01021\text{mol/L}$] 为滴定剂，在 FJA-2 微机控制自动滴定系统上进行自动滴定，叁个样品测量结果如下表。滴定曲线如图所示。

测量次数 样品号	样重 (克)	滴定剂体积 (ml)	硫酸盐含量 (%)		
090915	0.223	6.054	3.66		
090915	0.253	6.648	3.54		
090916	0.293	15.193	6.96		
090916	0.247	13.297	7.25		
090923	0.282	9.972	4.76		
090923	0.220	7.952	4.87		

计算

$$\text{硫酸盐}\% = (C \times V \times 132 \times 100) / (m \times 1000)$$

式中：

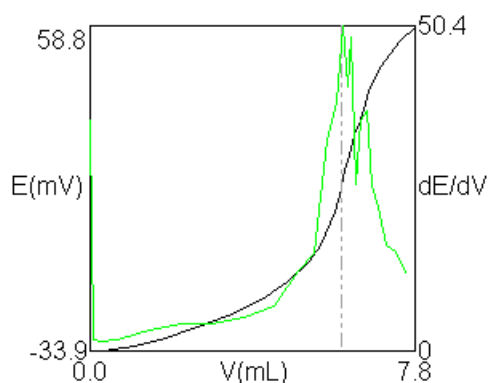
C—— $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 滴定剂的摩尔浓度；

V——滴定剂 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 的耗用量 (ml)；

m——试样重量；

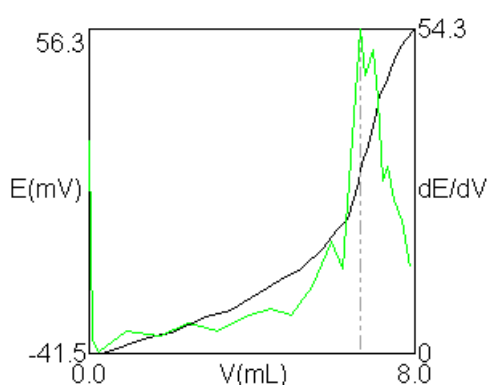
132——为硫酸盐的摩尔质量。

样品-090915--滴定及其导数曲线



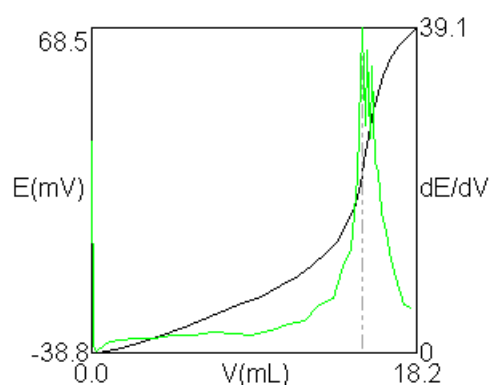
终点1 体积: 6.054mL 电位: 14.2mV
浓度: 0.4548mol/L

样品-090915--滴定及其导数曲线



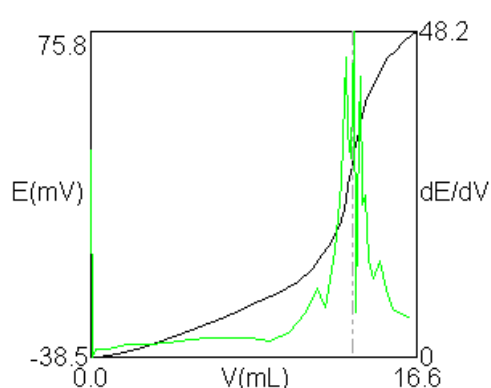
终点1 体积: 6.648mL 电位: 13.8mV
浓度: 0.4994mol/L

样品-090916--滴定及其导数曲线



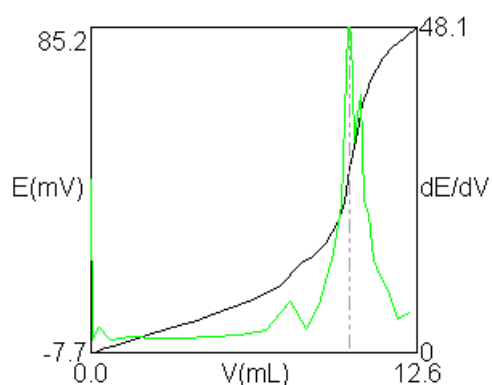
终点1 体积: 15.139mL 电位: 20.2mV
浓度: 1.137mol/L

样品-090916--滴定及其导数曲线



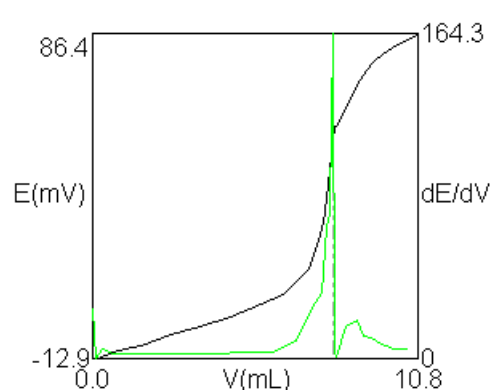
终点1 体积: 13.297mL 电位: 30.3mV
浓度: 0.999mol/L

样品-090923--滴定及其导数曲线



终点1 体积: 9.972mL 电位: 44.9mV
浓度: 0.7492mol/L

样品-090923--滴定及其导数曲线



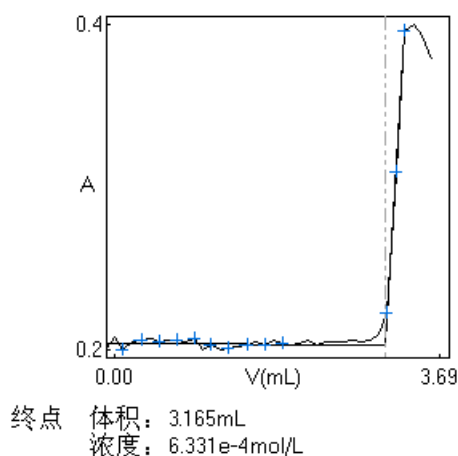
终点1 体积: 7.952mL 电位: 47.5mV
浓度: 0.5974mol/L

(二) 磺酸盐中的表面活性剂含量的测定方法与结果

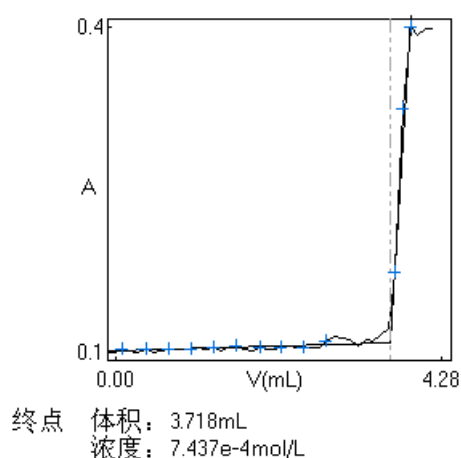
测定磺酸盐中的表面活性剂含量的测定方法很多，用滴定来测定磺酸盐中的活性组分含量主要有电位滴定法与光度滴定法两种，前者电极来源困难，而后者有光度滴定传感器可用，非常方便。用天平称取样品溶液零点几克（视样品含量不同而不同）于 100ml 烧杯中，加 60ml 蒸馏水，不加滴定任可指示剂，选用黄色 FJA-1 型光度滴定传感器（南京传滴仪器设备有限公司），用 0.004mol/L 阳离子表面活性滴定剂（十六烷基三甲基溴化铵）为滴定剂，在 FJA-2 微机控制自动滴定系统上进行光度自动滴定。样品测量结果如下表。滴定曲线如图所示。

样品号	测量次数	样品体积 (ml)	滴定剂体积 (ml)	表面活性剂含量 (%)		
0915		10	2.367			
0915		10	2.314			
0916		20	2.729			
0916		20	2.717			
0919		20	3.718			
0919		20	3.726			
0921		20	3.165			
0921		20	3.095			

样品 - 0921-1 -- 滴定曲线



样品 - 0919-1 -- 滴定曲线



(三) 讨论

1、用硝酸铅标准溶液滴定硫酸根时，为了防止生成的硫酸铅溶解，溶液的 pH 值应控制在 4pH 值范围内，并在 75% 的酒精溶液中滴定，保证一定的滴定精度。但 pH 值太小会造成滴定的锐度指数太小。

2、在做光度滴定时试液必须充满光度滴定传感器的工作窗。为了保证有好的滴定结果就注意如下几点：

(1) 进行光度滴定时用最好用黑纸将烧杯包起来，进行简单的光屏蔽；

- (2) 滴定搅拌时不要太剧烈且要平稳 (这和选择烧杯和搅拌子有关);
- (3) 光度滴定传感器不要放在搅拌的旋涡中, 应尽量靠边且使溶液容易流过比色窗。