

ТЕХНІЧНА СПЕЦИФІКАЦІЯ ДОКУМЕНТАЦІЇ КОНКУРСНИХ ТОРГІВ

Предмет закупівлі – Деемульгатор

- 1. Загальна інформація по предмету закупівлі:** Деемульгатор застосовується в нафтовидобувній і нафтопереробній промисловості при процесах зневоднення і знесолення при промисловій підготовці нафти і на електрозневоднюючих установках.
- 2. Загальні вимоги до технічних і функціональних характеристик предмету закупівлі:**

№ п/п	Технічні вимоги до предмета закупівлі	Норма
1	Зовнішній вигляд	Однорідна рідина, без осаду
2	Розчинність	Нафтоводорозчинний
3	Температура застигання, °С	Не вище мінус 30
4	Кінематична в'язкість при 20 °С, мм ² /с	Не вище 70
5	Водневий показник (рН водного розчину з масовою часткою деемульгатора 2%), в межах	6-10
6	Вміст сухої речовини, %	Визначення обов'язкове

Додаткові вимоги для аналога:

- сумісний з реагентами (інгібітори корозії, розріджувач високосмолистих нафт, депресатори, тощо), що використовуються в процесах підготовки, транспортування (проводиться на етапі проведення лабораторних досліджень ПАТ «Укрнафта»);
- не здатний до гідролізу, полімеризації, омилення, окислення, фотодеструкції;
- повинен розчинятись або диспергуватись в нафтовій та водній фазі;
- не повинен приводити до утворення емульсій;
- не повинен сприяти утворенню проміжних шарів при підготовці нафти;
- не повинен негативно впливати на процеси переробки нафти на НПЗ;
- транспортування і зберігання в металевих ємностях.

Ефективність дії деемульгатора: повинен забезпечувати підготовку нафти до показників (показники нафти після дії хімреагента), а саме:

Назва показника	Одиниця виміру	Норма
1 Вміст хлористих солей	мг/дм ³	не більше 100
2 Масова частка води	%	не більше 0,5
3 Час дії деемульгатора для отримання показників 1 та 2 за температури 50 °С та витрати не більше 75 г/т	год	не більше 6 (в лабораторних умовах)

2.1 Характеристики середовищ зазначених в технічних вимогах до предмету закупівлі:

Сира нафта з наступними показниками:

Назва показника	Одиниця виміру	Результат
Концентрація хлористих солей	мг/дм ³	від 40000 до 120000
Масова частка води	%	від 10 до 60
Масова частка парафіну	%	не менше 6
Масова частка асфальтенів і смол	%	від 10 до 16
Масова частка механічних домішок	%	від 0,05 до 0,5

2.2 Опис методики оцінки ефективності деемульгатора:

Дослідження відносної ефективності деемульгуючої здатності реагентів проводиться в лабораторії ПАТ «Укрнафта» або лабораторією акредитованою згідно ДСТУ ISO 17025 чи технічно компетентною згідно ДСТУ ISO 10012 на нафті з НГВУ «Бориславнафтогаз» та НГВУ «Надвірнанафтогаз» за методом «Bottle test». Залишковий вміст води у зневодненій нафті у досліджуваних пробах визначається згідно з ДСТУ ГОСТ 2477, вміст хлористих солей у зневодненій нафті визначається згідно з додатком А. По результатах проведених лабораторних досліджень приймається рішення щодо проведення дослідно-промислових досліджень в НГВУ «Бориславнафтогаз» та НГВУ «Надвірнанафтогаз» у відповідності до встановленого в ПАТ «Укрнафта» порядку про проведення ДПВ.

Лабораторні дослідження та дослідно промислові випробування деемульгаторів, які проводилися на об'єктах ПАТ «Укрнафта» більше п'яти років вважаються не актуальними.

3. Перелік необхідної документації на етапі технічної кваліфікації:

- 3.1 Учасник повинен надати скан-копію сертифікату аналізу або скан-копію паспорту якості, або скан-копію іншого аналогічного документу на будь-яку попередню одиницю (партію) предмету закупівлі, виданий виробником або лабораторією акредитованою на відповідність ДСТУ ISO 17025 або яка є технічно компетентною згідно вимог ДСТУ ISO 10012. В документі повинен бути вказаний виробник, продукція якого пропонується до закупівлі, наведений номер партії, фактичні показники товару, дата видачі документу чи проведення аналізу має бути не більше одного року на момент подання документації. Для підтвердження акредитації/технічної компетентності лабораторії, що видала документ про якість товару, додатково подається скан-копія сертифікату акредитації/технічної компетентності з додатком до нього.
- 3.2 Учасник повинен надати документ виданий/погоджений нафтопереробним заводом про відсутність негативного впливу предмету закупівлі на процеси переробки нафти.
- 3.3 Учасник повинен надати референс-лист, з вказанням підприємств які використовували предмет закупівлі у період 2018-2023 р.
- 3.4 Учасник повинен надати скан-копію документації підтверджуючої технічні та якісні характеристики предмету закупівлі: або чинної технічні умови, або діючий ДСТУ чи ГОСТ, або технічний паспорт (TDS), або міжнародний чи національний стандарт країни виробника предмету закупівлі.
- 3.5 Учасник повинен надати скан-копію документації в якій вказано про вплив предмету закупівлі чи його компонентів (при декларуванні товару як сумішевої продукції) на людину та навколишнє середовище: або токсиколого-гігієнічний паспорт, або чинна карта даних небезпечного фактору або паспорт безпеки хімічної продукції (MSDS, SDS, PSDS).
- 3.6 Учасник повинен надати скан-копію висновку про відповідність запропонованого товару встановленим технічним та функціональним вимогам даної технічної

- специфікації. Висновок надається спеціалізованою лабораторією ПАТ «Укрнафта» або лабораторією акредитованою згідно ДСТУ ISO 17025 чи технічно компетентною згідно ДСТУ ISO 10012, з підтвердженням права проведення відповідних вимірювань.
- 3.7 Учасник повинен надати скан-копію висновку про технологічну ефективність та економічну доцільність використання запропонованого товару у виробничих процесах ПАТ «Укрнафта». Висновок надається учасником на основі результатів проведених промислових випробувань у ПАТ «Укрнафта».
 - 3.8 Якщо потенційний постачальник передбачає поставку предмету закупівлі від різних виробників, для кожного виробника подається документація перелічена в п.3.1-3.4 даного переліку документації.
 - 3.9 Учасник повинен надати скан-копію чинного висновку державної санітарно-епідеміологічної експертизи на предмет закупівлі, та документи підтверджуючі його чинність, якщо термін дії не зазначений у висновку. У разі відсутності висновку – гарантійний лист щодо його виготовлення та надання на момент поставки першої партії товару.
 - 3.10 Учасник повинен надати підтвердження гарантійного терміну придатності предмету закупівлі. Підтвердження надається в вигляді гарантійного листа в довільній формі.
 - 3.11 Якщо учасник не є виробником продукції, надати скан-копії документів, які підтверджують зв'язок учасника із виробником – договір з виробником, або сертифікат дистриб'ютора, представника, дилера або лист виробника про представництво його продукції учасником.

4. Перелік документації, яка надається на етапі постачання:

- 4.1 Оригінал (або завірена копія) сертифікату якості або паспорту якості на предмет закупівлі, виданий виробником або лабораторією акредитованою на відповідність ДСТУ ISO 17025 або яка є технічно компетентною згідно вимог ДСТУ ISO 10012.
- 4.2 Завірену у встановленому порядку копію документації підтверджуючу технічні та якісні характеристики предмету закупівлі, що подавалась на етапі кваліфікації, при першій поставці товару до кожного вантажоотримувача.
- 4.3 Завірену у встановленому порядку копію документації в якій вказано про вплив предмету закупівлі на людину та навколишнє середовище, що подавалась на етапі кваліфікації, при першій поставці товару до кожного вантажоотримувача.
- 4.4 Завірена у встановленому порядку копія санітарно-епідеміологічного висновку на предмет закупівлі. Лист-дозвіл постачальника (виробника) на право використання ПАТ "Укрнафта" та структурними одиницями висновку державної санітарно-епідеміологічної експертизи на предмет закупівлі. Документи подаються при першій поставці товару до кожного вантажоотримувача.

ДОДАТОК А

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ ХЛОРИСТИХ СОЛЕЙ У НАФТІ

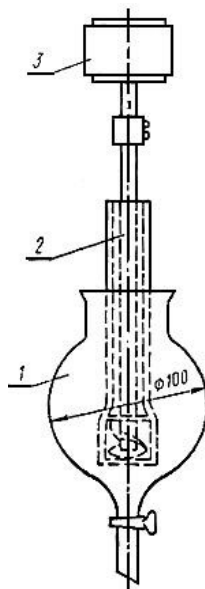
А.1 Загальні положення

Визначення вмісту хлористих солей проводять методом титрування водного екстракту. Суть методу полягає у вилученні солей з нафти водою і індикаторному титруванні їх у водній витяжці.

А.2 Апаратура, реактиви, матеріали

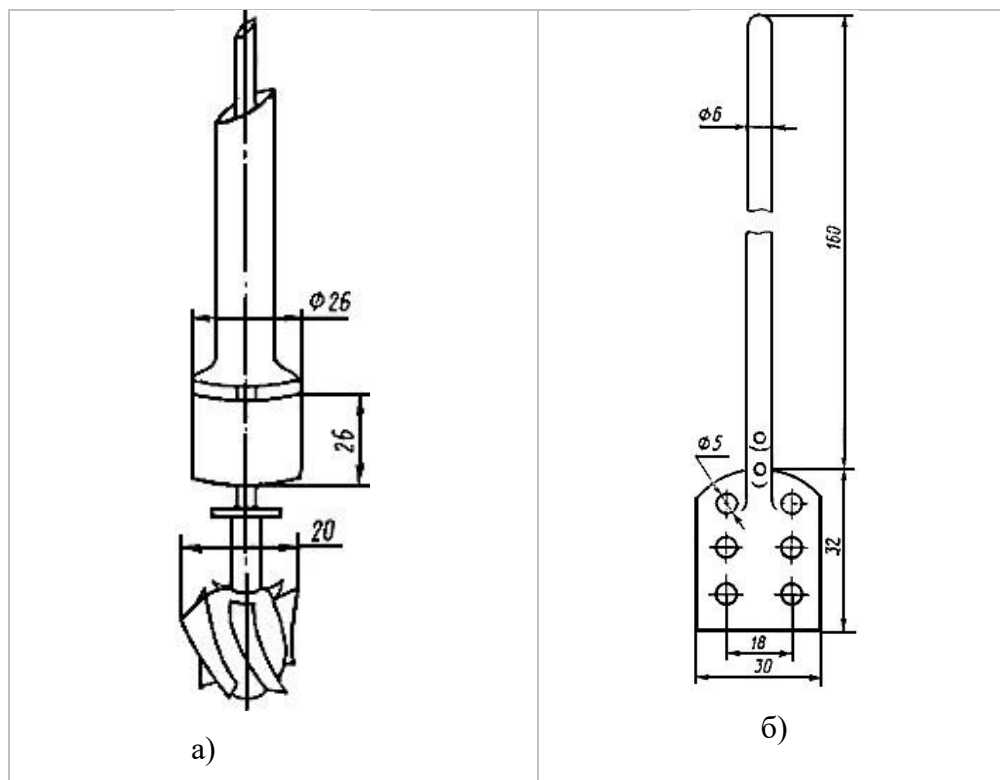
При проведенні аналізу застосовують:

- лійку ділильну скляну місткістю 500 см^3 з гвинтовою чи лопатевою металевую мішалкою (рисунки 1-2) або лійку з мішалкою іншої конструкції;
- електродвигун для забезпечення частоти мішалки не менше 10 с^{-1} ;
- циліндри виконання 1 або 3 місткістю 10, 25, 50, 100 і 250 см^3 1-го або 2-го класу точності;



1 - лійка; 2 - мішалка; 3 - електродвигун

Рисунок А.1 – Лійка ділильна скляна



а) –гвинтова; б) - лопатева

Рисунок А.2 – Мішалки

- колби виконання 1 або 2, або 2а місткістю 100, 250, 500 і 1000 $см^3$ 1-го або 2-го класу точності;
- піпетки градуйовані будь якого типу 1-го або 2-го класу точності місткістю 1, 2, 5, 10 і 25 $см^3$; або піпетки з однією міткою будь якого виконання 1-го або 2-го класу точності місткістю 1, 2, 5, 10, 25, 50 і 100 $см^3$;
- бюретки типу 1 або типу 2 виконань 1, 2, 4 або 5 місткістю 5 $см^3$ з найменшою ціною поділки 0,02 $см^3$ і місткістю 10 $см^3$ з найменшою ціною поділки 0,02 $см^3$ або 0,05 $см^3$ 1-го або 2-го класу точності;
- колби конічні виконання 1 або 2 місткістю 250 і 500 $см^3$;
- лійки лабораторні з хімічно стійкого скла діаметром 75 мм або 100 мм висотою 110, 140 або 150 мм;
- стаканчики для титрування скляні діаметром від 50 мм до 55 мм і висотою від 60 мм до 65 мм з кришкою з органічного скла або ебоніту з отвором для електродів, бюретки і мішалки;
- мішалку скляну, що приводиться в рух електродвигуном з числом обертів не менше 10 в секунду, або електромагнітну мішалку;
- рН-метр, мілівольтметр лабораторний або інший потенціометр з ціною поділки не більше 5 мВ або титратор автоматичний в комплекті з лопатевою мішалкою і бюреткою місткістю 10 $см^3$ або менше з найменшим дозованим об'ємом титранту, рівним 0,005 $см^3$, з комбінованим срібним електродом для аргентометричного титрування;

- електроди – індикаторний срібний з діаметром дроту від 0,5 мм до 1,5 мм і порівняльний скляний (або інші електроди);
- ртуть (II) азотнокислу 1-водну х.ч. або ч.д.а. розчин $c(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,005 \text{ моль/дм}^3$;
- срібло азотнокисле х.ч. або ч.д.а. розчин $c(\text{AgNO}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$;
- 1,5-дифенилкарбазид 1%-ний спиртовий розчин;
- кислоту азотну х.ч. або ч.д.а. густиною при 20 °C не менше 1,40 г/см³ і розчини $c(\text{HNO}_3) = 5 \text{ моль/дм}^3$ і $c(\text{HNO}_3) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$;
- кислоту сірчану х.ч. або ч.д.а. густиною 1,83 г/см³ або 1,84 г/см³ і розчин $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ моль/дм}^3$;
- кислоту соляну концентровану ос.ч., х.ч. або ч.д.а. густиною від 1,15 г/см³ до 1,19 г/см³;
- натрій хлористий х.ч. або ч.д.а. розчин $c(\text{NaCl}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ (для приготування розчину необхідної концентрації можна використовувати стандарт-титр хлориду натрію);
- натрію гідроокис х.ч. або ч.д.а. 5%-ний розчин;
- спирт етиловий ректифікований технічний, вищий сорт;
- толуол;
- ксилол нафтовий;
- ацетон ч.д.а.;
- свинець оцтовокислий х.ч. або ч.д.а., 1%-ний розчин;
- шліф шкурку з зернистістю абразивного порошку 8-Н або дрібніше (основна фракція порошку М 10-М 14, яка проходить через сито з номінальним розміром сторони комірки в просвіті 80 мкм);
- деемульгатори, що руйнують емульсію нафти з водою, 2%-ні розчини у воді або в толуолі (ксилолі);
- воду дистильовану з рН в межах 5,4-6,6;
- папір фільтрувальний, просочений розчином оцтовокислого свинцю, товарний фільтрувальний папір або індикаторний папір на сірководень;
- папір фільтрувальний, перевірений на відсутність іонів хлору, або фільтри обеззолені;
- папір лакмусовий або папір універсальний індикаторний;
- секундомір будь-якого типу або пісочний годинник на 5 хв;
- грушу резинову;
- ваги спеціального класу точності (I) або високого класу точності (II);
- фарфорову ступку і товчач будь якого типу ;
- водяну баню;
- перекис водню х.ч. або ч.д.а. або водний розчин перекису водню медичного або технічного марки А з масовою часткою основної речовини 30% або 40% або перекис водню марок, що відповідають кваліфікації ос.ч.;

- стакани типу В, виконання 1 місткістю 150 см^3 або 250 см^3 ;
- плитки нагрівальні лабораторні або нагрівальні платформи будь якого типу;
- нефрас С2-80/120.

Допускається застосовувати посуд і апаратуру імпортного виробництва класу точності і реактиви, в тому числі стандарт-титри використовуваних розчинів, кваліфікації, не нижче наведених і допущені до застосування в Україні.

А.3 Підготовка до аналізу

А.3.1 Приготування $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину хлористого натрію: зважують від $0,57 \text{ г}$ до $0,59 \text{ г}$ хлористого натрію, попередньо прокаленого при $600 \text{ }^\circ\text{C}$ протягом 1 години і охолодженого в ексікаторі. Потім розчиняють в дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1000 см^3 і доводять розчин дистильованою водою до мітки.

$0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчин хлористого натрію можна приготувати з розчину стандарт-титру концентрації $0,1 \text{ моль/дм}^3$, для чого 100 см^3 приготованого $0,1 \text{ моль/дм}^3$ розчину хлористого натрію кількісно переносять піпеткою в мірну колбу місткістю 1000 см^3 і доводять дистильованою водою до мітки.

А.3.2 Приготування 1%-ного спиртового розчину дифенілкарбазиду: $(1,00 \pm 0,01) \text{ г}$ дифенілкарбазиду розчиняють в 100 см^3 етилового ректифікованого спирту при нагріванні на водяній бані до повного розчинення. Розчин дифенілкарбазиду готують не менше як за добу до застосування і зберігають не більше двох місяців.

А.3.3 Приготування і установка титру $0,005 \text{ моль/дм}^3$ розчину азотнокислої ртуті: $(1,67 \pm 0,01) \text{ г}$ тонко розтертої азотнокислої ртуті диспергують в невеликій кількості (близько 5 см^3) дистильованої води, додають поступово концентровану азотну кислоту до тих пір, поки не щезне помутніння, після чого об'єм розчину доводять в мірній колбі місткістю 1000 см^3 дистильованою водою до мітки. В конічну колбу місткістю 250 см^3 наливають піпеткою 10 см^3 розчину хлористого натрію, 150 см^3 дистильованої води, додають 2 см^3 $0,2 \text{ моль/дм}^3$ розчину азотної кислоти, 10 крапель розчину дифенілкарбазиду і титрують приготованим розчином азотнокислої ртуті до появи слабкого рожевого забарвлення, що не щезає протягом 1 хв. Розчин придатний до застосування через 2 доби. Приготований розчин зберігають в склянці з темного скла.

Для установки титру визначають об'єми розчину азотнокислої ртуті, витрачені на титрування розчину з хлористим натрієм і контрольного (холостого) досліді без додавання хлористого натрію.

Титр розчину азотнокислої ртуті (T) в міліграмах хлористого натрію на 1 см^3 розчину визначають за формулою:

$$T = \frac{m}{V - V_1}, \quad (\text{А.1})$$

де m - маса хлористого натрію в об'ємі розчину, взята для титрування, мг;

V - об'єм 0,005 моль/дм³ розчину азотнокислої ртуті або об'єм 0,01 моль/дм³ азотнокислого срібла, що витрачений при потенціометричному титруванні, см³;

V_1 - об'єм 0,005 моль/дм³ розчину азотнокислої ртуті або об'єм 0,01 моль/дм³ азотнокислого срібла, що витрачений при потенціометричному титруванні контрольного дослідження, см³.

Титр розчину азотнокислої ртуті приймають як середньоарифметичне трьох визначень, розбіжності між якими не повинні перевищувати 0,008 мг/см³. Перевірку титру проводять не рідше одного разу в 2 тижні.

А.3.4 Приготування 2%-ного розчину деемульгатора у воді або в толуолі (ксилолі): (2,00±0,01) г деемульгатора розчиняють в 100 см³ дистильованої води (для водорозчинних деемульгаторів), при необхідності нагрівають розчин на водяній бані, або розчиняють в 100 см³ толуолу (ксилолу) (для малорозчинних деемульгаторів). Розчин деемульгатора готують за добу до використання і зберігають не більше 3 місяців.

А.3.5 Приготування 0,01 моль/дм³ водного розчину азотнокислого срібла і установка його титру:

А.3.5.1 (1,70±0,01) г азотнокислого срібла поміщають в мірну колбу місткістю 1000 см³ і доводять до мітки дистильованою водою.

Для приготування 0,01 моль/дм³ розчину азотнокислого срібла допускається використовувати стандарт-титр, з якого готують 0,1 моль/дм³ розчин азотнокислого срібла. Потім 100 см³ розчину відбирають піпеткою в мірну колбу місткістю 1000 см³ і доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Розчини азотнокислого срібла зберігають в склянках з темного скла в захищеному від світла місці.

Титр 0,01 моль/дм³ розчину азотнокислого срібла встановлюють 0,01 моль/дм³ розчину хлористого натрію, приготованого за А.3.1. рН-метр включають у мережу за 30 хв до початку титрування.

При визначенні титру 0,01 моль/дм³ розчину азотнокислого срібла потенціометричним титруванням із застосуванням автоматичного титратора потрібно дотримуватись інструкції з експлуатації приладу, а також виконувати наступні вимоги:

- встановлювати повільну і середню швидкість титрування;
- для титрування контрольної (холостої) проби мінімальний об'єм дозування розчину азотнокислого срібла повинен складати не більше 0,005 см³, при визначенні титру і аналізу водних витяжок (екстрактів) - не більше 0,01 см³;
- застосовувати режим динамічного титрування;

– для стабілізації показів електрода потрібно попередньо перемішувати пробу не менше 1 хв;

– в бюретці, лініях подачі титру не повинно бути пухирців повітря, мембрана комбінованого електрода має знаходитися під шаром аналізованого розчину, а рівень електроліту в електроді має бути вище рівня аналізованого розчину.

Для установки титру визначають об'єми розчину азотнокислого срібла, що витрачається при титруванні контрольної проби і проби з додаванням розчину хлористого натрію.

В склянку для титрування наливають піпеткою 10 см^3 розчину хлористого натрію, розводять від $6,5\text{ см}^3$ до $7,0\text{ см}^3$ ацетону, 20 см^3 дистильованої води і додають $0,5\text{ см}^3$ (близько 10 крапель) 6 моль/дм^3 сірчаної кислоти або 5 моль/дм^3 азотної кислоти.

А.3.5.2 Склянку для титрування встановлюють на підставку титрувального стенда, електроди опускають в розчин на глибину не менше 10 мм і вмикають мішалку. Записують початкове значення потенціалу.

Розчин титрують з бюретки, доливаючи по 1 см^3 розчину азотнокислого срібла, а після кожного доливання записують потенціал. Коли зміна потенціалу від одного доливання буде перевищувати 10 мВ , кількість азотнокислого срібла зменшують, а в області стрибка потенціалу додають по $0,04\text{ см}^3$.

При досягненні стрибка потенціалу не менше 20 мВ , що відповідає точці еквівалентності, продовжують додавати розчин азотнокислого срібла до явного зменшення стрибка.

Еквівалентну точку визначають за записом потенціометричного титрування. Ця точка лежить в межах двох або трьох послідовних доливань розчину азотнокислого срібла, при яких проходить стрибок потенціалу.

При використанні автоматичного титратора для повного занурення електродів при титруванні використовують великі об'єми розчинів для основного і контрольного дослідів.

Розчин для титрування з додаванням хлористого натрію складається з 25 см^3 дистильованої води, 5 см^3 $0,01\text{ моль/дм}^3$ розчину хлористого натрію, 100 см^3 ацетону. Пробу підкисляють 10 краплями (від $0,2\text{ см}^3$ до $0,3\text{ см}^3$) 5 моль/дм^3 азотної кислоти і титрують.

В контрольному досліді в склянку для титрування поміщають 30 см^3 дистильованої води, 100 см^3 ацетону, додають 10 крапель 5 моль/дм^3 азотної кислоти і титрують. Контрольний дослід проводять двічі, об'єм титранту, що витрачається на контрольний дослід (V_1), розраховують з точністю до другого десяткового знаку, як середньоарифметичне двох визначень.

А.3.5.3 Титр розчину азотнокислого срібла (T) в міліграмах хлористого натрію на 1 см^3 розчину обчислюють за формулою А.1 цього додатку і приймають як середньоарифметичне

трьох визначень, розбіжність між якими не повинна перевищувати $0,008 \text{ г/см}^3$. Перевірку титру проводять не рідше одного разу в два тижні.

А.3.6 Підготовка електродів: срібний електрод періодично оновлюють, знімаючи наліт із срібного дроту шліфшкуркою і занурюючи його на декілька секунд в концентровану соляну кислоту, після чого електрод ретельно промивають дистильованою водою.

Порівняльний електрод – скляний. Скляний електрод, який ще не використовувався, витримують протягом 24 год у дистильованій воді при кімнатній температурі.

В проміжках між вимірюваннями срібний і скляний електроди зберігають у дистильованій воді.

А.4 Проведення аналізу

А.4.1 Пробу аналізованої нафти, відібрану згідно з ДСТУ 4488, добре перемішують 10 хв струшуванням (механічно або вручну) у склянці, що заповнена не більше ніж на 2/3 її місткості. Зразу після струшування циліндром або піпеткою достатньої місткості відбирають пробу нафти для аналізу в кількості, вказаній в таблиці А.1.

Таблиця А.1

Масова концентрація хлористих солей, мг/дм^3	Об'єм нафти, см^3	Маса нафти, г
До 50	100	$100,0 \pm 0,1$
Понад 50 до 100	50	$50,00 \pm 0,05$
Понад 100 до 200	25	$25,00 \pm 0,02$
Понад 200	10	$10,00 \pm 0,01$

Для аналізу емульгової або високосмолистої в'язкої нафти пробу відбирають за масою.

Для перерахунку маси проби в об'єм визначають її густину в г/см^3 .

А.4.2 Пробу аналізованої нафти кількісно переносять в ділильну лійку з попередньо заповненим дистильованою водою коліном. Залишок нафти з внутрішніх стінок піпетки або циліндра змивають розчинником (толуол, ксилол або нефрас) в об'ємі, вказаному в таблиці А.2. Якщо після промивання толуолом (ксиліолом) на піпетці чи циліндрі помітні краплі емульсії, кристалики солей, непрозорі ділянки, їх додатково промивають невеликою кількістю гарячої дистильованої води. При цьому об'єм води для промивання повинен бути врахований (сумарний об'єм дистильованої води для приготування водної витяжки складає 150 см^3).

Таблиця А.2

Об'єм нафти, см^3	Об'єм розчинника, см^3
Від 10 до 25	20
Понад 25 до 50	40
Понад 50 до 100	Від 80 до 100

Вміст лійки перемішують до 2 хв мішалкою. До проби нафти додають 100 см³ гарячої дистильованої води і екстрагують хлористі солі, перемішуючи вміст лійки впродовж 10 хв.

Якщо при екстрагуванні хлористих солей утворюється емульсія нафти з водою, то перед екстракцією до взірця додають від 5 крапель до 7 крапель 2%-ного розчину деемульгатора і вміст лійки перемішують, похитуючи лійку або ввімкнувши ненадовго мішалку на низьких обертах.

Після екстракції фільтрують водний шар через скляну конусоподібну лійку з паперовим фільтром в конічну колбу місткістю 250 см³.

Вміст ділильної лійки промивають гарячою дистильованою водою в кількості від 35 см³ до 40 см³, яку зливають через скляну конусоподібну лійку з паперовим фільтром в ту ж конічну колбу. Фільтр промивають гарячою дистильованою водою кількості від 10 см³ до 15 см³. Всього на промивання витрачають 50 см³ води.

Для підтвердження повноти вилучення хлористих солей із взірця нафти готують послідовно кілька водних витяжок, при цьому екстракцію кожної з них проводять не менше 5 хв. Кожну водну витяжку аналізують окремо, відповідно до А.4.3-А.4.6. Екстрагування хлористих солей рахують закінченим, якщо на титрування водної витяжки витрачено стільки ж розчину азотнокислої ртуті, скільки на контрольний дослід, який проводять одночасно.

А.4.3 Випробування на присутність сірководню при індикаторному титруванні здійснюють так: в пари водної витяжки вносять фільтрувальний папір, змочений розчином оцтовокислого свинцю, який темніє при наявності сірководню.

При наявності сірководню водну витяжку кип'ятять від 5 хв до 10 хв, поки вологий свинцевий папір, поміщений в пари, не буде залишатися безколірним.

Якщо просте кип'ятіння не забезпечує видалення сірководню, то до водної витяжки хлористих солей додають 1 см³ 6 моль/дм³ сірчаної кислоти і кип'ятять від 5 хв до 10 хв (до тих пір, поки вологий свинцевий папір не змінить своє забарвлення).

Для видалення сірководню і інших, розчинених у водній витяжці сірчистих сполук, замість сірчаної кислоти можна використовувати концентрований перекис водню. Для цього перед кип'ятінням до витяжки додають 1 см³ перекису водню і кип'ятять впродовж 2 хв. Якщо вказаного об'єму перекису водню для повного окислення сірчистих сполук недостатньо, що проявляється помутнінням і появою стороннього забарвлення розчину, що заважає проведенню титрування за А.4.5, повторюють аналіз за А.4.1 з другою порцією нафти, додавши до водної витяжки перед кип'ятінням 2 см³ концентрованого перекису водню.

Водну витяжку доводять до нейтральної реакції середовища 5%-ним розчином гідроксиду натрію або 5 моль/дм³ розчином азотної кислоти за універсальним індикаторним папером.

А.4.4 Охолоджують водну витяжку (екстракт) до кімнатної температури і проводять підготовку до індикаторного титрування згідно з вимогами, що наведені в таблиці А.3

Таблиця А.3

Масова концентрація хлористих солей, $мг/дм^3$	Підготовка водної витяжки до титрування
До 500	На титрування беруть всю витяжку
Понад 500 до 2000	Водну витяжку переносять кількісно в мірну колбу місткістю $500 см^3$ і дистильованою водою об'єм розчину доводять до мітки, після цього перемішують вміст колби, потім з мірної колби відбирають піпеткою $100 см^3$ розчину в конічну колбу місткістю $250 см^3$
Понад 2000 до 5000	Водну витяжку переносять кількісно в мірну колбу місткістю $500 см^3$ і дистильованою водою об'єм розчину доводять до мітки, потім перемішують вміст колби. З мірної колби відбирають піпеткою $50 см^3$ розчину в конічну колбу і додають $50 см^3$ дистильованої води
Понад 5000	Водну витяжку переносять кількісно в мірну колбу місткістю $1000 см^3$ дистильованою водою об'єм розчину доводять до мітки, потім перемішують вміст колби. З мірної колби відбирають піпеткою $10 см^3$ розчину в конічну колбу і додають $90 см^3$ дистильованої води

А.4.5 При індикаторному титруванні в колбу з підготованою до титрування водною витяжкою додають $2 см^3$ $0,2 моль/дм^3$ розчину азотної кислоти, 10 крапель дифенілкарбазиду і титрують $0,005 моль/дм^3$ розчином азотнокислої ртуті до появи рожевого забарвлення, що не щезає впродовж 1 хв.

Забарвлення аналізованого розчину порівнюють з дистильованою водою. При проведенні контрольного досліду в конічну колбу наливають $150 см^3$ дистильованої води, $2 см^3$ $0,2 моль/дм^3$ розчину азотної кислоти, 10 крапель розчину дифенілкарбазиду і титрують $0,005 моль/дм^3$ розчином азотнокислої ртуті до появи рожевого забарвлення, що не щезає впродовж 1 хв. У випадку використання перекису водню при підготовці водної витяжки для проведення контрольного досліду, крім вказаних розчинів, в конічну колбу поміщають $1 см^3$ перекису водню.

Екстрагування хлористих солей рахують закінченим, якщо на титрування водної витяжки витрачено стільки ж розчину азотнокислої ртуті, скільки на контрольний дослід, який проводять одночасно.

А.4.6 При потенціометричному титруванні водну витяжку хлористих солей упарюють до об'єму $15 см^3$ в склянці $150 см^3$, а після кількісно переносять її в стаканчик для титрування. Після цього водну витяжку охолоджують до кімнатної температури, додають $7 см^3$ ацетону, підкислюють $6 моль/дм^3$ розчином сірчаної кислоти і титрують згідно з А.3.5.2.

При аналізі нафт з вмістом солей до $50 мг/дм^3$ впродовж всього аналізу доза титранту, що додається, складає від $0,03 см^3$ до $0,05 см^3$.

Контрольний дослід проводять, як вказано вище, застосовуючи дистильовану воду замість водної витяжки.

Для проведення потенціометричного титрування із застосуванням автоматичного титратора кожну водну витяжку, підготовану згідно з А.4.1-А.4.3, упарюють до об'єму 30 см^3 в стакані для титрування місткістю 250 см^3 . Водну витяжку охолоджують до кімнатної температури, додають 100 см^3 ацетону, підкислюють 10 краплями 5 моль/дм^3 азотнокислого срібла згідно з інструкцією до титратора. В контрольному досліді замість водної витяжки використовують дистильовану воду, упарюючи її від 150 см^3 до 30 см^3 .

А.5 Опрацювання результатів

А.5.1 Масову концентрацію хлористих солей (X_1) в міліграмах хлористого натрію на 1 дм^3 нафти, обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 1000 \cdot A}{V_3}, \quad (\text{A.2})$$

де V_1 - об'єм $0,005 \text{ моль/дм}^3$ розчину азотнокислої ртуті або $0,01 \text{ моль/дм}^3$ азотнокислого срібла при потенціометричному титруванні, витрачений на титрування водної витяжки, см^3 ;

V_2 - об'єм $0,005 \text{ моль/дм}^3$ розчину азотнокислої ртуті або $0,01 \text{ моль/дм}^3$ азотнокислого срібла, витрачений в контрольному досліді при потенціометричному титруванні (без проби нафти) см^3 ;

V_3 - об'єм нафти, взятої для аналізу, см^3 ;

T - титр $0,005 \text{ моль/дм}^3$ розчину азотнокислої ртуті або $0,01 \text{ моль/дм}^3$ азотнокислого срібла при потенціометричному титруванні, в міліграмах хлористого натрію на 1 см^3 розчину;

1000 - коефіцієнт для перерахунку масової концентрації хлористих солей в 1 дм^3 нафти;

A - коефіцієнт, що виражає відношення об'єму, до якого була розведена водна витяжка аналізованої нафти, до об'єму розчину, взятого з мірної колби для титрування (при титруванні всієї водної витяжки коефіцієнт $A=1$).

А.5.2 Масову частку хлористих солей в нафті в процентах хлористого натрію (X_2) визначають за формулою:

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{B \cdot C \cdot \rho}, \quad (\text{A.3})$$

де X_1 - масова концентрація хлористих солей в нафті в міліграмах хлористого натрію на 1 дм^3 нафти;

B і C - коефіцієнти перерахунку кубічних дециметрів в кубічні сантиметри (1000) і грамів в міліграми (1000);

ρ - густина аналізованої нафти, г/см^3 .

Результати обчислень отримані для кожної витяжки сумують.

А.5.3 За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох визначень.

А.6 Точність методу

А.6.1 Збіжність

Два результати визначень, отримані одним виконавцем, визнаються достовірними (з 95% довірчою ймовірністю), якщо розбіжність між ними не перевищує значень, наведених в таблиці А.4

Таблиця А.4

Масова концентрація хлористих солей, мг/дм^3	Збіжність, мг/дм^3
До 10	1,5
Понад 10 до 50	3,0
Понад 50 до 200	6,0
Понад 200 до 1000	25,0
Понад 1000	4% від середнього значення