



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
G01N 1/28 (2021.01)

(21)(22) Заявка: 2020119394, 11.06.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
11.06.2020

Дата регистрации:
16.02.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 11.06.2020

(45) Опубликовано: 16.02.2021 Бюл. № 5

Адрес для переписки:
420202, рес. Татарстан, г.Казань, АО
Артпатент, а/я 43, Сунгатуллина Надежда
Николаевна

(72) Автор(ы):

Лестев Антон Евгеньевич (RU),
Фролова Анастасия Вячеславовна (RU),
Ризванова Гузель Даниловна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной ответственностью
"ГЦСС Нефтепромхим" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2219541 C1, 20.12.2003. ГОСТ
21534-76 "Методы определения содержания
хлористых солей", 1976. ASTM D 3230-99
"Standard Test Method for Salts in Crude Oil
(Electrometric Method)", 1999. RU 2018120 C1,
15.08.1994.

(54) СПОСОБ ПОДГОТОВКИ ПРОБ НЕФТЕПРОМЫСЛОВЫХ ХИМРЕАГЕНТОВ, ОБРАЗУЮЩИХ ВОДНО-УГЛЕВОДОРОДНЫЕ ЭМУЛЬСИИ, И ВОДНО-УГЛЕВОДОРОДНЫХ ЭМУЛЬСИЙ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ И ОРГАНИЧЕСКИ СВЯЗАННОГО ХЛОРА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области аналитической химии, а именно к способу подготовки проб нефтепромысловых реагентов для определения хлорорганических соединений и органически связанного хлора. Способ подготовки проб нефтепромысловых химреагентов для определения хлорорганических соединений и органически связанного хлора включает отбор пробы исследуемого образца, введение деэмульгатора для разделения водно-углеводородной эмульсии, введение растворителя, выполнение разделения водно-углеводородной эмульсии путем центрифугирования с последующим расслоением смеси на полярную и неполярную фазы, выполнение экстрагирования хлорсодержащих соединений из экстракционной смеси, отбор аликвоты экстракта растворителя

для последующего анализа и определение отсутствия или наличия соединений хлора в аликвоте растворителя, при обнаружении соединений хлора - повторную экстракцию с определением хлора в полярной фазе до момента полного отсутствия в ней хлора, после достижения отсутствия соединений хлора в полярной фазе - отбор аликвоты неполярной фазы для последующего определения содержания хлора в аликвоте неполярной фазы. Техническим результатом является увеличение точности и достоверности определения количественного содержания хлорорганических соединений, присутствующих в реагентах, образующих водно-углеводородные эмульсии, и в водно-углеводородных эмульсиях. 6 з.п. ф-лы, 2 табл.

RU 2 743 205 C1

RU 2 743 205 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11)**2 743 205**⁽¹³⁾ **C1**(51) Int. Cl.
G01N 1/28 (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(52) CPC
G01N 1/28 (2021.01)(21)(22) Application: **2020119394, 11.06.2020**(24) Effective date for property rights:
11.06.2020Registration date:
16.02.2021

Priority:

(22) Date of filing: **11.06.2020**(45) Date of publication: **16.02.2021** Bull. № 5

Mail address:

**420202, res. Tatarstan, g.Kazan, AO Artpatent, a/
ya 43, Sungatullina Nadezhda Nikolaevna**

(72) Inventor(s):

**Lestev Anton Evgenevich (RU),
Frolova Anastasiia Viacheslavovna (RU),
Rizvanova Guzel Danilovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Obshchestvo s ogranichennoi otvetstvennostiu
"GTsSS Neftepromkhim" (RU)****(54) METHOD FOR PREPARING SAMPLES OF OILFIELD CHEMICAL REAGENTS FORMING WATER-HYDROCARBON EMULSIONS AND WATER-HYDROCARBON EMULSIONS FOR THE DETERMINATION OF ORGANOCHLORINE COMPOUNDS AND ORGANICALLY BOUND CHLORINE**

(57) Abstract:

FIELD: analytical chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to the field of analytical chemistry, namely, to a method for preparing samples of oilfield reagents for the determination of organochlorine compounds and organically bound chlorine. The method of sample preparation of oilfield chemical reagents for the determination of organochlorine compounds and organically bound chlorine includes a sampling of the studied sample, the introduction of demulsifier to separate water-hydrocarbon emulsions, the introduction of the solvent, the implementation of separation of water-hydrocarbon emulsion by centrifugation with subsequent segregation of mixture to the polar and nonpolar phases, the implementation of extraction of chlorinated compounds from the extraction mixture, selection of the aliquot of

the solvent extract for subsequent analysis and determination of the absence or presence of chlorine compounds in the aliquot of the solvent. If chlorine compounds are detected, repeated extraction is carried out with the determination of chlorine in the polar phase until the chlorine is completely absent in it. After achieving the absence of chlorine compounds in the polar phase, the non-polar phase aliquot is selected for subsequent determination of the chlorine content in the non-polar phase aliquot.

EFFECT: increased accuracy and reliability of determining the quantitative content of organochlorine compounds present in reagents, that form water-hydrocarbon emulsions, and in water-hydrocarbon emulsions.

7 cl, 2 tbl

RU 2 743 205 C1

RU 2 743 205 C1

Изобретение относится к области аналитической химии, а именно к способу подготовки проб нефтепромысловых реагентов для определения хлорорганических соединений и органически связанного хлора.

5 В настоящее время нефтедобывающая промышленность использует огромное количество различных нефтепромысловых реагентов: стабилизаторы глин, ПАВ, эмульгаторы, деэмульгаторы, модификаторы вязкости, ингибиторы коррозии, ингибиторы АСПО, детергенты, бактерициды и пр. Многие реагенты содержат хлорорганические соединения либо в качестве составляющего компонента, либо в виде примеси, оставшейся в них в результате нарушения технологии их получения.

10 Хлорорганические соединения (ХОС) представляют собой органические соединения, в которых один или более атомов замещены атомами хлора. Легколетучие хлорорганические соединения (ЛХОС) представляют собой группу ХОС, температура кипения которых ниже 204°C. Из содержащихся в нефти галогенсодержащих соединений именно ХОС создают наибольшие проблемы, так как они являются дополнительным
15 к неорганическим хлоридам (в ряде случаев весьма значительным) источником хлористоводородной коррозии установок переработки нефти. При переработке нефти в условиях высоких температур они часто разрушаются с образованием коррозионного хлористого водорода, а частично - с образованием более легких соединений, распределяющихся по фракциям нефти.

20 Наибольшая активность ХОС наблюдается на установках предварительной гидроочистки сырья, дизельного топлива, газодифракционирования и риформинга. Пределы выкипания ХОС в основном совпадают с пределами выкипания бензиновых фракций, поэтому основной ущерб наблюдается на установках каталитического риформинга из-за высокой скорости коррозии, обусловленной образованием HCl, и
25 частичной дезактивацией катализаторов. Соляная кислота является сильнейшим коррозионным агентом, кроме того, хлористый водород взаимодействует с аммиаком, образующимся при гидрировании соединений азота, которые традиционно присутствуют в нефти. В результате образуется хлорид аммония (NH₄Cl) – белое порошкообразное
30 вещество, которое забивает оборудование. В результате оборудование установок гидроочистки, а также блоков предварительной гидроочистки сырья установок каталитического риформинга и изомеризации подвергается дополнительному изнашиванию из-за хлористоводородной коррозии и забивается отложениями хлористого аммония.

ГОСТ Р 51858 на нефть [1], предписывает обязательное определение, помимо
35 традиционных физико-химических показателей (плотность, содержание механических примесей, воды, хлористых солей, сероводорода и меркаптанов, давление насыщенных паров), также и содержания хлорорганических соединений (ХОС). В ГОСТе установлена норма органических хлоридов во фракции нефти, выкипающей до 204°C - не более 10 ppm.

40 Наиболее часто ХОС в больших количествах обнаруживаются в органических растворителях (например, толуол), гидрофобизаторах на основе N-алкилдиметилбензиламмоний хлорида, смазочных добавках для буровых растворов на основе отработанных масел, а также кислотах, являющихся отходами производства, в технологических процессах которого присутствуют хлорорганические соединения.
45 В небольших количествах ХОС встречается в ингибиторах коррозии, бактерицидах, ингибиторах комплексного действия.

При определении содержания массовой доли органических хлоридов в нефтепромысловых химреагентах методами рентгенофлуоресцентной спектрометрии,

энергодисперсионной спектрометрии, микрокулонометрическим титрованием, восстановлением бифенилом натрия и последующим потенциометрическим титрованием возникает проблема разделения органических хлоридов от неорганических.

5 Методами рентгенофлуоресцентной спектрометрии, энергодисперсионной спектрометрии определяется общее содержание хлора вне зависимости от того, в каком соединении он находится: органическом или неорганическом.

10 Методы микрокулонометрического титрования, восстановления бифенилом натрия с последующим потенциометрическим титрованием, а также другие методы (например, ГОСТ 14618.1-78) предусматривают переводение/разрушение органических хлоридов до неорганических с последующим титрованием.

В связи с этим изначальное присутствие в пробе хлоридов неорганических хлоридов (например NaCl, HCl, AlCl₃ и т.д.) будет мешать определению массовой доли органических хлоридов / хлорорганических соединений. Результаты определений будут недостоверными.

15 В методах ГОСТ Р 52247 и ASTM D4929 в качестве предварительной операции пробоподготовки предусмотрен отгон нефти (фракции, выкипающей до 204°C). При анализе хлоридов методами ГОСТ Р 52247 на достоверность результатов оказывает влияние наличие неорганических соединений хлора и других галогенов, а также серы. Методом рентгенофлуоресцентного анализа определяется весь хлор (в т.ч.
20 неорганический), а не только находящийся в виде хлорорганического соединения. При адаптации методов ГОСТ Р 52247 для применения к нефтепромышленным продуктам возникает проблема с невозможностью перегонки хлоридов аналогично нефти. В процессе перегонки нефтепромышленные реагенты могут разрушаться или
25 полимеризоваться, водорастворимые и вододиспергируемые хлориды невозможно отмыть водой от неорганических хлоридов как нефть. Устойчивые водно-углеводородные эмульсии невозможно перегнать, т.к. наличие воды будет мешать процессу отгона нефти.

Известен способ определения содержания летучих хлорорганических соединений в сложных смесях (патент РФ №2219541 С1). При этом анализируемую смесь пропускают
30 в потоке газа-носителя через испаритель при 220-350°C, затем разделяют в капиллярной колонке хроматографа при 50-320°C, детектируют при 220-350°C в электронозахватном детекторе, в который дополнительно подают газ-носитель со скоростью 20 см³/мин и по количественному и индивидуальному составу летучих хлорорганических соединений
35 устанавливают конкретный источник загрязнения.

Недостатком данного метода является невозможность проведения анализа для ряда веществ, а также получение недостоверных результатов при анализе проб. При анализе проб реагентов в виде кислот и кислотных составов методом газожидкостной хроматографии введение кислот в прибор вызывает коррозию металлических элементов
40 прибора, а введение фтористоводородной кислоты приводит к растворению стеклянных частей прибора. Кроме того, в процессе анализа на достоверность результатов также оказывает влияние наличие неорганических соединений хлора.

Технической задачей заявляемого изобретения является снижение риска образования хлорорганических соединений в товарной нефти за счет высокоточного контроля
45 применяемых химических реагентов.

Технический результат – высокая точность и достоверность определения количественного содержания хлорорганических соединений, присутствующих в реагентах, образующих водно-углеводородные эмульсии, и в водно-углеводородных эмульсиях.

Технический результат достигается тем, что способ подготовки проб нефтепромысловых химреагентов для определения хлорорганических соединений и органически связанного хлора включает отбор пробы исследуемого образца, введение деэмульгатора для разделения водно-углеводородной эмульсии, введение растворителя, выполнение разделения водно-углеводородной эмульсии путем центрифугирования с последующим расслоением смеси на полярную и неполярную фазы, выполнение экстрагирования хлорсодержащих соединений из экстракционной смеси, отбор аликвоты экстракта растворителя для последующего анализа и определение отсутствия или наличия соединений хлора в аликвоте растворителя, при обнаружении соединений хлора повторную экстракцию с определением хлора в полярной фазе до момента полного отсутствия в ней хлора, после достижения отсутствия соединений хлора в полярной фазе отбор аликвоты неполярной фазы для последующего определения содержания хлора в аликвоте неполярной фазы.

Поскольку объекты испытаний представляют собой различные типы химреагентов, разнообразные по химическому составу, нельзя исключить возможность присутствия неорганического хлора без дополнительных исследований.

Для исключения влияния на достоверность результатов неорганических хлоридов, присутствующих в исследуемом химреагенте предложено проведение предварительной подготовки пробы исследуемого химического реагента.

Данный метод используется после первичного измерения содержания хлора. Если в химреагенте отсутствуют соединения хлора, то дальнейшие операции не проводят.

Если в химреагенте присутствуют соединения хлора, то проводят дополнительную пробоподготовку для отделения ХОС от водорастворимых неорганических соединений хлора.

Особую сложность представляет пробоподготовка трудно делимых водно-нефтяных эмульсий. Как правило, такое наблюдается, если в состав химреагента входят различные поверхностно-активные вещества – ПАВ.

Пробоподготовка таких химических реагентов включает отбор исследуемого образца, введение деэмульгатора для глубокого разделения эмульсии, введение растворителя, выполнение разделения водно-углеводородной эмульсии путем центрифугирования полученной смеси с последующим расслоением смеси на полярную и неполярную фазы, выполнение экстрагирования хлорсодержащих соединений из экстракционной смеси, отбор аликвоты из полярной фазы для последующего анализа и определения содержания хлора в аликвоте полярной фазы, в случае обнаружения хлора в полярной фазе повторную экстракцию неполярной фазы до полного удаления неорганического хлора, переходящего в полярную фазу, после достижения отсутствия соединений хлора в полярной фазе отбор аликвоты неполярной фазы для последующего анализа и определения содержания хлора в аликвоте неполярной фазы.

В качестве растворителя используют полярные растворители, например, вода, спирты, водные растворы кислот, и неполярные растворители, например изооктан, гексан, толуол и пр. В случае если исследуемый химический реагент растворим в воде в качестве вводимого растворителя используют неполярные растворители, например изооктан, гексан, толуол, бензол, ксилол, циклогексан, гептан, октан и др. или смесь растворителей (например, смесь циклогексана, изооктана и толуола). В случае, если исследуемый химический реагент растворим в углеводородных растворителях вводят полярный растворитель.

Соотношение пробы исследуемого образца и растворителя может быть различным, более предпочтительно использование образца и растворителя в равном соотношении.

При исследовании вязких или твердых (порошкообразных, гранулированных и пр.) химических реагентов осуществляют предварительное их растворение в подходящих растворителях (например, указанном в ТУ на исследуемый реагент).

5 В качестве деэмульгатора возможно использование Денмастер 3010, Денмастер 3020, Азол 6001-6010 и др.

В процессе экстрагирования неорганические соединения хлора, будучи растворимыми в полярных растворителях переходят в полярную фазу, в то время как хлорорганические соединения переходят в неполярную углеводородную фазу. Для обеспечения полного перехода неорганических соединений в водную фазу экстракция может быть проведена 10 многократно с определением хлора в водной части до момента полного отсутствия в ней хлора.

При исследовании реагентов в виде водных растворов кислот или кислотных составов пробоподготовка дополнительно включает нейтрализацию раствором щелочи.

Количественное соотношение исследуемого образца и вводимого растворителя 15 определяется исходя из заданных границ градуировочного графика и предполагает концентрирование или разбавление пробы (после первичного определения ХОС, в случае, если результат лежит вне градуировочного графика, возможно, соответственно разбавить или сконцентрировать ХОС в экстракте для попадания в границы графика, в дальнейшем полученная массовая доля ХОС пересчитывается в зависимости от 20 степени разбавления).

После подготовки пробы определяют содержание ХОС или органически связанного хлора любым из известных методов: газовая, газожидкостная хроматография, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, энергодисперсионная спектрометрия, микрокулометрическое титрование и пр.

25 Таким образом, исследование подготовленной пробы любым из известных методов анализа с большой степенью достоверности дает представление о действительном содержании органических хлоридов.

В частном случае возможно введение подготовленной пробы химического реагента в пробу нефти, модели нефти или нефтепродукта с последующей перегонкой полученной 30 смеси. Данный метод подготовки пробы позволяет имитировать технологический процесс подготовки нефти, тем самым предоставляя достоверные результаты по определению хлорорганических соединений в нефти в максимально приближенных к реальным условиям. Полученная таким образом проба далее исследуется на предмет количественного содержания ХОС.

35 Описание осуществления изобретения

1. Пробоподготовка для исследования химического реагента, образующего водно-нефтяную эмульсию

В случае если химический реагент образует водно-углеводородную эмульсию, из-за чего невозможно провести «отмыв» образца полярным растворителем или экстракцию 40 неполярным растворителем, например изооктаном, то осуществляют отбор пробы с последующим испытанием по следующей процедуре:

Помещают в делительную воронку исследуемый образец, деэмульгатор и смесь полярного и неполярного растворителя, проводят экстракцию центрифугированием в течение 10 мин с последующим расслоением смеси. Затем сливают слой полярного 45 растворителя анализируют его любым из методов: газовая, газожидкостная хроматография, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, энергодисперсионная спектрометрия, микрокулометрическое титрование и пр. Если в результате анализа прибор показывает отсутствие хлора в полярной фазе, то делают вывод о том, что

обнаруженный в образце хлор является органическим.

Если в полярной фазе обнаруживается хлор, то процедуру экстракции необходимо повторять до тех пор, пока не будет зафиксировано отсутствие хлора в полярной фазе.

После полного «отмыва» образца от неорганического хлора подвергнутый
5 пробоподготовке образец (углеводородную неполярную часть) анализируют любым из известных методов: газовая, газожидкостная хроматография, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, энергодисперсионная спектрометрия, микрокулометрическое титрование и пр. Полученный результат является окончательным результатом по массовой доле органического хлора в химреагенте.

10 В случае высокоустойчивой эмульсии возможно нагревание смеси химреагента с деэмульгатором и экстрагентом до температуры от 40 до 90°C с последующим центрифугированием.

2. Пробоподготовка для исследования химического реагента в виде водного раствора кислоты или кислотного состава, содержащего ПАВы, способствующие образованию
15 водно-углеводородной эмульсии при экстракции органическим растворителем

В случае если химический реагент образует водно-углеводородную эмульсию, из-за чего невозможно провести «отмыв» образца полярным растворителем или экстракцию неполярным растворителем, например изооктаном, и известно, что исследуемый химический реагент представляет собой, например солянокислотную композицию, то
20 осуществляют отбор пробы с последующим испытанием по следующей процедуре:

Помещают в делительную воронку исследуемый образец, деэмульгатор, неполярный растворитель и раствор щелочи, проводят экстракцию центрифугированием в течение 10 мин с последующим расслоением смеси. Затем сливают нижний слой полярного растворителя и анализируют его универсальной индикаторной бумагой. Если
25 индикаторная бумага показывает слабощелочную среду в полярной фазе, то анализируют его любым из методов: газовая, газожидкостная хроматография, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, энергодисперсионная спектрометрия, микрокулометрическое титрование и пр. Если в результате анализа прибор показывает отсутствие хлора в полярной фазе, то делают вывод о том, что обнаруженный в образце
30 хлор является органическим. Если индикаторная бумага показывает кислотную среду, то повторно добавляют раствор щелочи, проводят экстракцию центрифугированием в течение 10 мин с последующим расслоением смеси.

Если индикаторная бумага показывает слабощелочную среду в нижнем слое полярного растворителя, но в нём обнаруживается хлор, то проводят дополнительную
35 процедуру экстракции до тех пор, пока не будет зафиксировано отсутствие хлора в воде.

К нейтрализованному раствору прибавляют неполярный растворитель и проводят экстракцию, встряхивая содержимое воронки в течение 3 мин, и ожидают расслоение смеси. Затем отбирают верхний слой неполярного растворителя и анализируют его
40 любым из методов: газовая, газожидкостная хроматография, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, энергодисперсионная спектрометрия, микрокулометрическое титрование и пр. Если в результате анализа прибор показывает отсутствие хлора в неполярном растворителе, то делают вывод об отсутствии органического хлора в составе химреагента.

45 Если в слое неполярного растворителя обнаруживают хлор, то берут новую порцию химреагента, нейтрализуют до слабощелочной реакции и проводят двухкратную процедуру экстракции неполярным растворителем и «отмыв» неполярного растворителя водой как описано выше.

Экстракты неполярного растворителя сливают и анализируют любым из методов: газовая, газожидкостная хроматография, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, энергодисперсионная спектрометрия, микрокулонометрическое титрование и пр.

Примеры осуществления изобретения

5 Пример 1

Был произведен отбор пробы химреагента для повышения нефтеотдачи пластов, образующего водно-углеводородную эмульсию, и проведена пробоподготовка согласно настоящему изобретению. В качестве деэмульгатора использовали лабораторный деэмульгатор Денмастер 3020 для глубокого разделения эмульсии. В таблице 1
10 приведены результаты обнаружения хлорорганических соединений в исследуемом реагенте:

Таблица 1 Результаты обнаружения ХОС в химреагенте для повышения нефтеотдачи пластов, образующего водно-углеводородную эмульсию, до пробоподготовки и после нее	
Вид испытаний	Массовая доля ХОС, ppm
Рентгенофлуоресцентный метод до пробоподготовки	376,8
Рентгенофлуоресцентный метод после пробоподготовки	21,8
Методика сравнения – Газохроматографический метод	22,6

20 Пример 2

Был произведен отбор пробы водно-нефтяной эмульсии и проведена пробоподготовка согласно настоящему изобретению. В качестве деэмульгатора использовали лабораторный деэмульгатор для глубокого разделения эмульсии. В таблице 2 приведены
25 результаты обнаружения хлорорганических соединений в исследуемом реагенте:

Таблица 2 Результаты обнаружения ХОС в водно-нефтяной эмульсии до пробоподготовки и после нее	
Вид испытаний	Массовая доля ХОС, ppm
Рентгенофлуоресцентный метод до пробоподготовки	200,7
Рентгенофлуоресцентный метод после пробоподготовки	2,2
Методика сравнения – Газохроматографический метод	2,0

Преимущества заявляемого изобретения:

- возможность точного и достоверного определения источника загрязнения товарной нефти в виде органических соединений хлора и органически связанного хлора;
- возможность ведения контроля химических реагентов по содержанию
35 хлорорганических соединений.
- возможность проведения анализа химических реагентов, представленных в различной физической форме (жидкость, твёрдое вещество, дисперсная система и т.д.).

(57) Формула изобретения

1. Способ подготовки проб нефтепромысловых химреагентов для определения
40 хлорорганических соединений и органически связанного хлора в химических реагентах, образующих водно-углеводородные эмульсии, и в водно-углеводородных эмульсиях, включающий отбор пробы исследуемого образца, введение деэмульгатора для разделения водно-углеводородной эмульсии, введение полярного и неполярного растворителей, выполнение разделения водно-углеводородной эмульсии путем
45 центрифугирования с последующим расслоением смеси на полярную и неполярную фазы, выполнение экстрагирования хлорсодержащих соединений из смеси, отбор аликвоты экстракта полярного растворителя для последующего анализа и определение отсутствия или наличия соединений хлора в аликвоте растворителя, при обнаружении

соединений хлора - повторную экстракцию с определением хлора в полярной фазе до момента полного отсутствия в ней хлора, при достижении отсутствия соединений хлора в полярной фазе - отбор аликвоты неполярной фазы для последующего определения содержания хлора в аликвоте неполярной фазы.

5 2. Способ подготовки проб по п.1, отличающийся тем, что в качестве растворителя используют неполярные растворители, такие как изооктан, гексан, толуол, бензол, ксилол, циклогексан, гептан, октан или их смеси.

3. Способ подготовки проб по п.1, отличающийся тем, что в качестве растворителя используют полярные растворители, такие как вода, спирты, водные растворы кислот.

10 4. Способ подготовки проб по п.1, отличающийся тем, что образцы исследуемого продукта в вязкой или сыпучей форме предварительно растворяют в подходящем растворителе.

5. Способ подготовки проб по п.1, отличающийся тем, что при обнаружении в слое неполярного растворителя соединений хлора отбирают новую порцию химреагента, проводят двухкратную процедуру экстракции неполярным растворителем, обработку объединенного экстракта неполярного растворителя полярным растворителем с последующей экстракцией и определением хлора в полярной фазе до момента полного отсутствия в ней хлора, при достижении отсутствия соединений хлора в полярной фазе отбор аликвоты объединенного экстракта неполярного растворителя для последующего определения содержания хлора в аликвоте неполярной фазы.

15 6. Способ подготовки проб по п.1, отличающийся тем, что образцы исследуемого продукта, представляющие собой кислотные композиции, дополнительно нейтрализуют раствором щелочи до слабощелочной среды.

20 7. Способ подготовки проб по п.1, отличающийся тем, что образцы исследуемого продукта, смешанные с деэмульгатором и растворителем, перед центрифугированием предварительно нагревают до температуры от 40 до 90°C.

30

35

40

45