

**О ВОЗМОЖНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВ ТЯЖЕЛЫХ
МЕТАЛЛОВ В НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТАХ МЕТОДОМ
АМАЛЬГАМНОЙ ПОЛЯРОГРАФИИ С НАКОПЛЕНИЕМ**

А. А. КАПЛИН, Н. И. БЕЛОУСОВА, А. Г. СТРОМБЕРГ

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

Исследования по разработке ускоренных высокочувствительных методов анализа примесей тяжелых металлов в нефти и нефтепродуктах Западной Сибири приобретают в настоящее время большое теоретическое и практическое значение. В процессе этих исследований могут быть выяснены следующие вопросы геохимии нефтей:

1. Зависимости количественного распределения микроэлементов в нефтях в зависимости от глубины залегания, группового состава и содержания в них асфальтено-смолистых веществ.

2. Зависимость количественного распределения микроэлементов нефтей от состава и характера сопровождающих нефть вод.

Кроме того, в настоящее время изучение микроэлементов приобрело важное практическое значение, так как установлено корродирующее влияние некоторых микроэлементов на стальную аппаратуру, а также отравляющее воздействие их на катализаторы при крекинге [1, 2]. Полное удаление из нефти и продуктов ее переработки микроэлементов может быть осуществлено в том случае, если известны точные количества элементов. Это обстоятельство стимулирует исследователей разрабатывать новые, более чувствительные методы определения следов микроэлементов в нефтях и нефтепродуктах.

Для изучения количественного распределения микроэлементов в нефтях и продуктах ее переработки с успехом может быть использован метод амальгамной полярографии с накоплением, выгодно сочетающий в себе высокую чувствительность (до 10^{-8} % и ниже) с простотой аппаратурного оформления анализа.

В настоящей работе изучена возможность амальгамно-полярографического определения следов цинка и свинца в нефтях и нефтепродуктах. По литературным данным [5], комплекс цинк-дитизон формируется непосредственно в растворе нефть-четырёххлористый углерод. Это положено в основу отделения цинка от нефти экстракцией его в виде дитизонного комплекса. Для дальнейшего перевода цинка в водную фазу наиболее подходящим реэкстрагентом в наших условиях оказалась концентрированная соляная кислота. Другие реэкстрагенты оказались непригодными потому, что в процессе проведения реэкстракции образовывалось заметное количество эмульсии, устранить которую не представлялось возможным. Из-за эмульсии расслаивание фаз практически не достигалось. В качестве индифферентного электролита использовался 0,5 М раствор фтористого аммония. Зависимость высоты анодного

пика цинка от концентрации его ионов в растворе 0,5 М NH_4F носит линейный характер. Зависимость тока от потенциала достигает предельного значения при $\varphi = -1,5 \text{ в}$ (отн. нас. к. э.).

Исследования проводились на полярографе ОН-101 (Венгрия). В работе использовался электролизер со вставными стаканчиками; в качестве индикаторного электрода использовался ртутный пленочный электрод с толщиной пленки 5—10 мк; электродом сравнения служил нас. к. э. Кислород из анализируемого раствора удалялся продувкой очищенного азота перед полярографированием и во время накопления.

На основании проведенных исследований предлагается следующая методика определения микроконцентраций цинка в нефти.

Смесь 10 мл четыреххлористого углерода, 1 мл нефти и 3 мл 0,01% раствора дитизона встряхивается в течение трех минут в делительной воронке. Затем проводится реэкстракция цинка концентрированной соляной кислотой. После достижения четкой границы между водной и органической фазами реэкстракт переносится в стаканчик для полярографирования и осторожно упаривается до влажных солей. После выпаривания в стаканчик приливается 10 мл 0,5 М раствора фтористого аммония (фон) и при потенциале 1,5 в в течение пяти минут проводится накопление цинка. Содержание цинка в пробе определялось методом добавок стандартного раствора.

Чувствительность прибора — $2 \cdot 10^{-8} \text{ а/мм}$. Скорость изменения потенциала — 400 мв/мин. Чувствительность методики при разработанных условиях составляет $n \cdot 10^{-5}\%$. Продолжительность анализа около трех часов. Относительная ошибка не более 15%.

Кроме того, нами разработана методика определения свинца в бензине методом амальгамной полярографии с накоплением. Методика основана на предварительном отделении основы упариванием с последующим разложением остатка концентрированной азотной кислотой и конечным определением свинца на фоне 0,1 М раствора соляной кислоты. Амальгамно-полярографическое поведение свинца на указанном фоне исследовано в работе [6]. Содержание свинца в бензине определялось методом добавок стандартного раствора. По разработанной методике проведен анализ образца бензина. Содержание свинца в образце равно $1,2 \div 1,5 \cdot 10^{-5}\%$.

Чувствительность методики при разработанных условиях составляет $n \cdot 10^{-5}\%$. Относительная ошибка не более 15%.

Выводы

1. Разработана методика определения следов цинка в нефти. Метод основан на отделении цинка от основы экстракцией в виде дитизионового комплекса четыреххлористым углеродом с последующей реэкстракцией и определением цинка методом АПН.

2. Разработана методика определения свинца в бензине. Чувствительность методики $n \cdot 10^{-5}\%$.

ЛИТЕРАТУРА

1. А. В. Агафонов, И. Э. Гельмс, Э. И. Рабинович. «Химия и технология топлив и масел», № 6, стр. 6, 1960.
2. Cottin André, «Gaz aujourd' neu», 92, № 1, 9, 1968.
3. Serbanescu A. «Petrol si gaze» 16, № 3—4, 219, 1965. РЖХим. 2П 89, 1966.
4. В. О. Краюшкин, С. Б. Казаков, В. Н. Повхович. «Donobigi» АН УРСР № 6, 810, 1966.
5. J. M. Howard. Anal chem. 37, 596, 1965.
6. А. А. Каплин, Р. Ф. Зарубина, Н. А. Колпакова. «Зав. лаб.», № 1, стр. 11, 1971.