

## К ВОПРОСУ О ФОТОМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ СЛЕДОВ НИКЕЛЯ В НЕФТЯХ И НЕФТЕПРОДУКТАХ

Л. Л. СКРИПОВА, Ю. А. КАРБАИНОВ, Л. С. КУЛМАНАКОВА

(Представлена научным семинаром кафедры аналитической химии)

Данная работа является продолжением исследований по определению следов никеля в нефтях и нефтепродуктах и отработке оптимальных

Таблица 1

Результаты анализа нефти

№ п. п.	Способ разложения	Найдено Ni, %	% ε	Примечание
1	Серной кислотой	$5,85 \cdot 10^{-4}$	7,5	Навеска нефти около 3,5 г
2	Серной кислотой с добавлением хлорной кислоты	$5,21 \cdot 10^{-4}$	8,25	
3	Серной кислотой с добавлением перекиси водорода	$7,66 \cdot 10^{-4}$	8,3	
4	Серной кислотой с добавлением хлорной кислоты и перекиси водорода	$7,94 \cdot 10^{-4}$	3,94	
5	Спектральным методом	$6,4 \cdot 10^{-4}$	—	

Таблица 2

Результаты анализа гудрона

№ п. п.	Способ разложения	Найдено Ni, %	% ε	Примечание
1	Серной кислотой	$9,22 \cdot 10^{-4}$	12,1	Навеска около 4,0 г
2	Серной кислотой с добавлением хлорной кислоты	$11,76 \cdot 10^{-4}$	10,0	
3	Серной кислотой с добавлением хлорной кислоты и перекиси водорода	$14,07 \cdot 10^{-4}$	15,0	

условий подготовки пробы к анализу. Результаты предыдущих исследований изложены в [1].

Таблица 3

## Результаты статистической обработки экспериментальных данных по определению никеля в нефтях и нефтепродуктах

№ п. п.	Месторождение	$n$	$\bar{x} \cdot 10^4$	$S\bar{x} \cdot 10^4$	$\tau_{0,95}$	$\pm \varepsilon \cdot 10^4$	% $\varepsilon$	Результаты определения $\% \cdot 10^{-4}$	Определено спектральным методом, %
1	ТН-23	7	10,0	0,0594	2,247	0,13	1,3	$10,0 \pm 0,13$	—
2	Северное 207	5	17,42	0,332	2,776	0,92	5,29	$17,42 \pm 0,92$	—
3	Новопортовское 79	8	0,40	0,0524	2,36	0,07	17,5	$0,40 \pm 0,07$	$0,55 \cdot 10^{-4}$
4	Ю.-Черемшанское 335	9	10,22	0,0678	2,306	0,15	1,53	$10,22 \pm 0,15$	—
5	Советское 41	4	7,74	0,0426	3,182	0,13	1,68	$7,74 \pm 0,13$	$4,3 \cdot 10^{-4}$
6	Мыльдзинское 7	4	2,02	0,0956	3,182	0,19	9,35	$2,02 \pm 0,19$	$2,7 \cdot 10^{-4}$
7	Киев-Еганское 350	3	1,79	0,0151	4,303	0,06	3,5	$1,79 \pm 0,06$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
8	Матющенское 34	5	19,5	0,0363	2,776	0,10	5,1	$19,5 \pm 0,10$	$17 \cdot 10^{-4}$
9	Самотлорское 324	4	3,54	0,0169	3,182	0,054	1,52	$3,54 \pm 0,054$	—
10	Тулумское 25	7	1,48	0,0677	2,247	0,15	10,1	$1,48 \pm 0,15$	—
11	Русское 13	8	7,94	0,1338	2,36	0,31	3,97	$7,94 \pm 0,31$	$6,4 \cdot 10^{-4}$
12	Тазовское 11	7	3,10	0,2279	2,247	0,51	16,4	$3,10 \pm 0,51$	$2 \cdot 10^{-4}$
13	Трехозерное 527	8	1,60	0,1196	2,36	0,28	17,5	$1,60 \pm 0,28$	$2 \cdot 10^{-4}$
14	Гудрон	15	9,65	0,5476	2,145	1,17	12,1	$9,65 \pm 1,17$	—

При сухом озолении нефти и нефтепродуктов теряется определенное количество микроэлементов [2, 3], поэтому нами были исследованы различные способы мокрого озоления, а именно: разложение пробы нефти серной кислотой, серной кислотой с добавлением хлорной кислоты или перекиси водорода. Обугленная масса затем нагревается на песочной бане до прекращения выделения окислов серы. Полученный кокс сжигается до золы в муфельной печи при 500—550° С. Для определения никеля золу растворяют в 5 мл HCl (1:1), раствор переносят в мерную колбу емкостью 25 мл и разбавляют до метки водой.

Никель определялся фотометрически с применением диметилглиоксима с окислителем в щелочной среде [4]. В качестве маскирующих агентов для железа, алюминия, меди и марганца использованы винная кислота, цитрат аммония и трилон Б [5].

Исследование по выбору рационального метода разложения пробы проводилось на нефти месторождения «Русское 13» и гудроне. Результаты исследований приведены в табл. 1 и 2.

Данные анализа показывают, что лучшим методом подготовки пробы из опробованных является разложение серной кислотой с добавлением перекиси водорода или серной кислотой с добавлением перекиси водорода и хлорной кислоты. При этом снижается время обработки и снижается потеря металла вследствие летучести.

По выбранной нами методике был определен никель в нефтях тринадцати месторождений и гудроне. Результаты определений приведены в табл. 3. Полученные результаты удовлетворительно совпадают с результатами спектрального анализа.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Л. Л. Скрипова, Ю. А. Карбаинов, Э. И. Чемоданова. Труды Уфимского нефтяного ин-та (в печати).
2. С. К. Кюрегян. Эмиссионный спектральный анализ нефтепродуктов. М., изд-во «Химия», 1969.
3. Е. Сендел. Колориметрические методы определения следов металлов. М., изд-во «Мир», 1964.
4. L. W. Gamble, W. H. Jones. Определение следов металлов в нефти. Anal. Chem., 27, № 9, 1456, 1955.
5. В. М. Пешкова, В. М. Савостикова. Аналитическая химия никеля. М., «Наука», 1966.