

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВ АЛЮМИНИЯ В НЕФТЯХ ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

Э. А. ГУБЕР, Ю. А. КАРБАИНОВ, Т. А. САГАЧЕНКО, А. В. КОВШ

(Представлена научным семинаром кафедры аналитической химии)

Из литературы известно большое число реактивов, образующих с алюминием при соответствующих рН раствора окрашенные соединения [1—6]. Недостатком многих реагентов является их малая специфичность, в связи с чем методы определения алюминия осложняются необходимостью предварительного отделения мешающих ионов. Устойчивость многих окрашенных соединений алюминия ограничена во времени и зависит от десятых долей рН.

К методам, лишенным этих недостатков, следует отнести: метод определения алюминия с 8-оксихинолином [2, 3] и с эрихромцианином Р [2]. Определение алюминия с эрихромцианином Р более специфично, а сам анализ менее продолжителен.

Комплекс алюминия с эрихромцианином красно-фиолетового цвета фотометрируют при $\lambda = 530$ мкм ($\epsilon = 40000$). Определению алюминия не мешает присутствие вольфрама, никеля, кобальта, молибдена, висмута, свинца, титана, марганца, т. е. тех элементов, которые обычно сопутствуют алюминию в нефтях. Мешают ванадий, цирконий, бериллий. Влияние мешающих ионов устраняется добавлением маскирующих реагентов.

Известно, что медь и железо образуют с эрихромцианином окрашенные соединения, максимумы поглощения которых близки к соединениям алюминия [3]. Влияние железа устраняется введением аскорбиновой кислоты, меди — тиосульфатом натрия.

Таблица 1

Оптимальное количество аскорбиновой кислоты (4%)

№ пп.	Состав смеси	мл аскорбиновой кислоты	Оптическая плотность
1	2γAl+20γFe+	0,1	0,113
2	2γAl+20γFe+	0,15	0,115
3	2γAl+20γFe+	0,20	0,129

Нами исследованы: 1) оптимальные количества аскорбиновой кислоты и тиосульфата натрия при определении алюминия в присутствии десятикратного избытка железа и меди; 2) выяснена устойчивость комплекса алюминия с эрихромцианином при рН 5,9 во времени.

Оптические плотности искусственных смесей сравнивались с оптической плотностью раствора, содержащего 2 мг алюминия, оптическая плотность которого была равной 0,129. Результаты исследования приведены в табл. 1, 2, 3.

Таблица 2

Оптимальное количество тиосульфата натрия
(15%-ный раствор)

№ пп.	Состав смеси	мл $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Оптическая плотность
1	2γAl+20γCu	0,125	0,126
2	2γAl+25γCu	0,125	0,123
3	2γAl+25γCu	0,20	0,094
4	2γAl+25γCu	0,25	0,088

Как показали результаты исследования, оптимальными являются 0,2 мл 4%-ной аскорбиновой кислоты и 0,125 мл 15%-ного тиосульфата натрия. Комплекс алюминия с эриохромцианином непрерывно изменяет

Таблица 3

Устойчивость комплекса алюминия с эриохромцианином
(рН 5,9) во времени

Состав	Оптические плотности				
	2 мин	10 мин	20 мин	30 мин	1 час
2γAl+2 мл нефти	0,202	0,169	0,150	0,121	0,111
2γAl+2 мл нефти	0,191	0,188	0,176		
2γAl	0,129			0,113	

свою оптическую плотность, поэтому рекомендуется фотометрировать растворы через 2 мин, т. е. при наибольшем значении оптической плотности.

Ход анализа

Зольный остаток, полученный из навески нефти в 10 г, растворяется в соляной кислоте (1:1). Раствор переносится в мерную колбу на 50 мл и доводится до метки бидистиллятом. Далее анализ проводится с аликвотной частью полученного раствора. 10 мл раствора переносится в мерную колбу на 50 мл, прибавляется 1 капля индикатора метилкрасного, раствор нейтрализуется 1 н. раствором аммиака. Затем приливают 0,2 мл 4% раствора аскорбиновой кислоты и через 2—3 мин 0,25 мл 15%-ного раствора тиосульфата натрия. Тщательно перемешивают, выдерживают 2—3 мин и доводят объем до метки бидистиллятом. Из полученного раствора отбирают 25 мл в мерную колбочку на 50 мл. К оставшимся 25 мл добавляют 2 мл фторида натрия (2,4%), через 2 мин в каждую колбочку добавляют 10 мл ацетатного буфе-

Таблица 4

Зависимость оптической
плотности раствора
от содержания алюминия

№ пп.	мкг Al	Оптическая плотность
1	2	0,129
2	3	0,206
3	4	0,254
4	5	0,332
5	6	0,386

ра, 3 мл раствора эриохромцианина и доводят объемы бидистиллатом до метки, тщательно перемешивают. Измерение проводят через 2 мин на ФЭКН-57 в кюветах с толщиной слоя 30 мм при зеленом светофильтре № 5 с максимумом поглощения $\lambda = 530$ мкм. Содержание алюминия в анализируемой пробе определяют по калибровочному графику (табл. 4).

Таблица 5

Содержание алюминия

№ пп.	Месторождение	Число измерений	Средн. арифм. $\times 10^4$	Ошибка средн. арифм.	Параметр Стьюдента	Абсолютная ошибка	Результаты эксперимента $\times 10^4\%$
1	Убинское 305	5	4,79	0,257	2,78	0,71	4,79 \pm 0,71
2	Убинское 315	4	2,90	0,108	3,182	0,34	2,90 \pm 0,34
3	Убинское 324	6	3,91	0,208	2,57	0,53	3,91 \pm 0,53
4	Убинское 328	6	2,23	0,138	2,57	0,35	2,23 \pm 0,35
5	Убинское 346	5	2,49	0,134	2,78	0,37	2,49 \pm 0,37
6	Картопинское 8	6	2,77	0,140	2,57	0,36	2,77 \pm 0,36
7	Толумское 13	4	2,37	0,0965	3,18	0,31	2,37 \pm 0,31
8	Лугинецкое 162	8	1,70	0,163	2,36	0,38	1,70 \pm 0,38
9	Северное 205	6	1,48	0,059	2,57	0,15	1,48 \pm 0,15
10	Северное 206	5	3,25	0,178	2,78	0,49	3,25 \pm 0,49
11	Северное 207	11	10,1	0,81	2,23	1,80	10,10 \pm 1,80
12	Вартовское 330	5	1,37	0,081	2,78	0,22	1,37 \pm 0,22
13	Самотлорское 324	6	3,83	0,123	2,57	0,33	3,83 \pm 0,33
14	Ю.-Черемшанское 335	4	2,35	0,0183	3,18	0,06	2,35 \pm 0,06
15	Мегионское	6	3,51	0,180	2,57	0,46	3,51 \pm 0,46

По изложенной методике выполнен анализ 15 месторождений нефтей. Результаты анализов обработаны методом математической статистики [7] и приведены в табл. 5.

ЛИТЕРАТУРА

1. Е. В. Алексеевский и др. Качественный анализ. М., Госхимиздат, 1954.
2. Ф. П. Тредвелл и В. Г. Голл. Качественный анализ. М., Госхимиздат, 155, 1964.
3. В. Ф. Мальцев. «Завод. лабор.», 7, 807 (1961).
4. Г. Шарло. Методы аналитической химии. М.—Л. Изд-во «Химия», 1969.
5. Е. Сендел. Колориметрическое определение следов металлов. М., Изд-во «Мир», 1964.
6. М. И. Булатов, И. П. Калинин. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. М.—Л. Изд-во «Химия», 1968.
7. К. Доерфель. Статистика в аналитической химии. М. Изд-во «Мир», 1969.