

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ В ОБРАЗЦАХ НЕФТИ МЕСТОРОЖДЕНИЙ ТОМСКОЙ ОБЛАСТИ

И. С. КАРПЕНКО, Б. Н. БЕСПРОЗВАННЫХ, Е. А. КУРЫШЕВА

(ПРЕДСТАВЛЕНА ПРОФЕССОРОМ П. А. УДОДОВЫМ)

В характеристике вещественного состава и свойств, обуславливающих направление промышленной переработки нефти какого-либо месторождения, необходимым элементом является определение содержания в ней ванадия. По стандартному методу определения ванадия в нефтепродуктах (ГОСТ 10364—63) пробу подвергают озолению с последующей обработкой кислотами и сплавлением кислотного остатка. Условия выделения его из нефти и отделение от сопутствующих элементов мало изучены, а существующие методы отличаются трудоемкостью.

Определение ванадия из водных растворов возможно различными методами: в виде оксихиналинатного [1], фосфоровольфраматного комплекса [2], пероксидным способом [3] и др. К экспресс-методам относятся спектральные и хемилюминесцентные методы определения ванадия.

Целью нашей работы явилось выяснение оптимальных условий определения ванадия в нефти различных месторождений Томской области. Были проведены исследования по ряду направлений. Окончательно принятая нами методика определения тысячных долей ванадия в нефти коротко сводится к следующему.

Навеску нефти 10 г помещали в фарфоровую чашку и осторожно нагревали на электрической плитке, накрытой асбестом, при температуре 300—400°C до состояния густой консистенции и образования кокса. Нефтяной кокс озоляли в муфеле при постепенном повышении температуры до 500°C. Полученную золу растворяли в 5—7 мл 10%-ной серной кислоты и нагревали до полного разложения навески, выпаривали раствор до небольшого объема.

Остаток снова растворяли в 1 мл 10%-ной серной кислоты, к которой добавлено 0,015% кобальта (в виде $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) и 0,2% углекислого натрия для повышения интенсивности спектральных линий. Спектрографирование производили на спектрографе ИСП-28 методом трех эталонов. Эталоны готовили растворением навески V_2O_5 в 10%-ной серной кислоте с соответствующими добавками 0,015% кобальта и 0,2% углекислого натрия в пределах концентраций эталонов от $1,10^{-4}$ до $5,10^{-3}\%$.

На подготовленные соответствующим образом электроды закапывали исследуемый раствор в определенном объеме и в таком же объеме стандартный раствор. При спектрографировании использовалась сила тока 15 А, ширина щели 0,02 мм, экспозиция 45 сек.

Ниже в таблице показаны результаты параллельных определений

№ пробы	Наименование м-ний нефти	Содержание ванадия в %	
		спектральный метод	фотометрический метод
1.	Советское	$1,10 \cdot 10^{-3}$	$9 \cdot 10^{-4}$
2	—»—	$2,3 \cdot 10^{-3}$	$1,96 \cdot 10^{-3}$
3	—»—	$1,8 \cdot 10^{-3}$	$1,8 \cdot 10^{-3}$
4	Соболиновое	$2,9 \cdot 10^{-3}$	$2,7 \cdot 10^{-3}$
5	Нюрольское	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
6	Нюрольское	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
7	Полуденное	$5 \cdot 10^{-3}$	не исслед.

ванадия в 7 пробах сырой нефти четырех месторождений Томской области описанным выше спектральным и стандартным фотометрическим методом. Фотометрирование проводили на микрофотометре МФ-4.

Данные таблицы показывают, что результаты параллельных определений ванадия по каждой пробе совпадают или имеют небольшие колебания. Расхождения же в цифрах для проб 1, 2 и 3 Советского, 5 и 6 Нюрольского месторождений объясняется тем, что эти пробы взяты из разных скважин.

Выводы

1. Разработан вариант спектрального метода определения количественного содержания ванадия в сырой нефти.
2. Предлагаемый метод спектрального анализа менее трудоемок по сравнению со стандартным фотометрическим методом.
3. Для концентраций ванадия в нефти от 10^{-2} до $10^{-4}\%$ предлагаемый метод анализа дает близкие результаты со стандартным методом, что свидетельствует о их взаимозаменяемости.
4. Рекомендуемая нами навеска пробы в 10 г является оптимальной для образцов сырой нефти в пределах указанных концентраций и установлена экспериментальным путем.

ЛИТЕРАТУРА

1. И. П. Алмариин. «Журнал аналитической химии», 10, 1, 569, 1955.
2. А. В. Виноградов. Академия наук СССР, серия А, 10, 249, 1931.
3. А. К. Бабко и А. И. Волкова. «Заводская лаборатория», 5, 518, 1952.
4. ГОСТ 10364-63 Нефтепродукты темные. Определение содержания ванадия методом колориметрии. М., 1965.
5. В. А. Зинченко и О. Д. Баранова. Сб. «Титан и его сплавы». Вып. 78, 251, 1962.