

## АЗОТОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ ПРОБ ВАКУУМНОГО ГАЗОЙЛЯ

Е.А. Шалева

Научный руководитель – к.т.н., доцент Н.И. Кривцова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, проспект Ленина, дом 30, [tpu@tpu.ru](mailto:tpu@tpu.ru)

Азотистые соединения нефти – сложные смеси, состоящие из алифатических и ароматических аминов, а также гетероароматических соединений (производные пиридина, пиррола и др.), содержащиеся в нефтепродуктах. Актуальность обусловлена тенденциями современной переработки, а именно вовлечением более тяжелого сырья, содержание азота в котором будет выше. Среднее содержание азота в нефти нефтепродуктах составляет порядка 0,02–0,56 %, в некоторых случаях до 1,7 %.

Свои отрицательные качества азотистые соединения проявляют на этапе переработки нефтяного сырья – снижают активность катализаторов, вызывают смолообразование и потемнение нефтепродуктов. В связи с этим появляется необходимость ужесточать технологический режим и создавать более устойчивые катализаторы.

Целью данной работы является изучение основных методик определения азота, содержащихся в пробах вакуумного газойля для качественного и количественного описания азоторганических соединений. Исследования выполнены на пробе в целом и на продуктах ее разделения (масла, смолы и асфальтены).

Объект анализа представляет собой негидроочищенный вакуумный газойль (НГВ), отобранный перед поступлением в секцию 100 (С-100), представляющую собой установку гидроочистки сырья, производства глубокой переработки нефти (ППН). Экспериментально было выяснено, что проба НГВ содержит 1,577 % мас. серы и имеет пределы выкипания 242–542 °С.

Известно, что азотистые соединения, входящие в состав нефтепродукта, подразделяются на две группы: основные и нейтральные. Предположительно, азотистые основания представлены в основном гомологами пиридина, хинолина и акридина, а нейтральные соединения – гомологами пиррола, бензопиррола (индола и карбазола). Содержание азотистых оснований может составлять 20–40 % мас. от общего количества азотистых соединений.

Предварительное разделение пробы проводится методом колоночной жидкостно-адсор-

бционной хроматографии, в качестве адсорбента применялся силикагель. Масла, смолы и асфальтены последовательно вымываются с использованием гексана, смеси спирт-бензол в соотношении 1:1 (объемн.) и хлороформа соответственно.

Общее содержание азота  $N_{\text{общ}}$  в пробе и продуктах разделения определяют с помощью CHNS элементного анализатора Flash EA 2000 (Thermo Fisher Scientific). Азотсодержащие соединения концентрируются в основном в высококипящих фракциях нефти, в частности в тяжелых остатках. Азот входит в основном в состав смолисто-асфальтеновых веществ нефтепродуктов.

Для выделения смеси сильно- и слабоосновных оснований образец экстрагируют раствором 50%-ого раствора серной кислоты в 80%-ой уксусной кислоте ( $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{CH}_3\text{COOH}:\text{H}_2\text{O}=25:60:15$ ) [1]. Затем хроматографическим разделением на кремниевой кислоте, где образец:адсорбент=1:100, производится концентрирование сильных и слабых оснований следующими растворителями: толуол, смесь толуол:диэтиловый эфир в соотношении 1:1 (объемн.) и смесь толуол:этиловый спирт в соотношении 5:1 (объемн.). Концентрат от первого растворителя содержит сильные основания; а от двух оставшихся – смесь сильных и слабых [2]. Контроль за процессом разделения ведется по величине оптической плотности на спектрофотометре.

Выделение нейтральных азотистых соединений производится в соответствии с методикой, описанной в [3].

Индивидуальный состав азотистых соединений определяется методом хромато-масс-спектрометрии.

В результате работы определяется характеристика по массовому содержанию общего, основного и нейтрального азота, а так же структурно-групповой состав азоторганических соединений пробы НГВ и продуктов ее разделения.

### Список литературы

1. Герасимова Н.Н., Сагаченко Т.А., Бейко О.А., Огородников В.Д. / Выделение и фракционирование азотистых оснований из нефти. – Издательство «Наука» Москва, 1987. – Т. 27. – №1. – С. 32–38.
2. Лукьянов В.И., Бейко О.А. / Анализ нефтяных азотистых соединений по типам методом жидкостной адсорбционной хроматографии с линейным элюированием. // Проблемы химии нефти: Сб. науч. тр. / под ред. Г.Ф. Большакова. – Новосибирск: Наука, 1992. – С. 56–64.
3. Бейко О.А., Головки А.К., Горбунова Л.В. Химический состав нефтей Западной Сибири. – Новосибирск: Наука. Сиб. отд-ние, 1988. – 288 с.