

Сравнительный анализ методов пробоподготовки образцов нефтей для определения Ti, V и Ni на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой



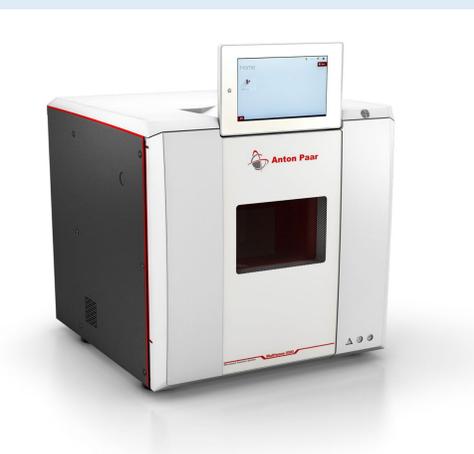
Нигаметзянов И.Р., Нигаметзянова А.Н., Муратова В.М.

Научный руководитель - к.х.н. Вторушина Э.А.

АУ «Научно-аналитический центр рационального недропользования им. В.И. Шпильмана»

Сведения об микроэлементном составе, полученные из углеводородных систем, необходимы для фундаментальных геохимических анализов, а также для представления механизмов глубинных геохимических превращений, путей переноса, концентрирования металлов и условий рудообразования. Наличие в нефти высоких концентраций таких элементов как: V, Ni, Ti приводит к снижению каталитической активности катализаторов, приводящее к блокировке активных центров катализаторов, что главным образом, приводит к необходимости их регенерации.

Пробоподготовку образцов нефтей для определения Ti, V и Ni проводили двумя способами: методом микроволнового разложения и сухой минерализации.

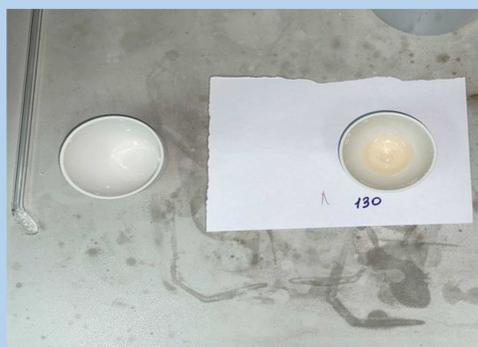


Метод микроволнового разложения проводилось с помощью Multiwave 5000 «Anton Paar». Навеску анализируемой пробы массой 1 г помещают в реакционный сосуд, приливают 8 см³ HNO₃ и 1 см³ H₂O₂ и помещают в камеру. Выбирают соответствующую программу для разложения проб.

Масса навески, г	Реагенты	Объем, см ³	Температура, °C	Мощность, Вт	Давление, (бар)	Время, мин
1	HNO ₃ (конц)	8	260	400	60	15
	H ₂ O ₂ (конц)	1		700	60	35

Метод сухой минерализации с использованием анализатора для определения коксового остатка.

1. Навеску нефти (1 г) помещали в специальный тигель, и помещен в анализатор определение коксового остатка по Конрадсону.
2. После тигель с коксом подвергали озолению в муфельной печи при 800 °C в течении 20 минут.
3. Полученную золу остужали и количественно переводили в раствор.



Существует ряд методов определения микроэлементного состава УВ систем, но особое предпочтение отдается (АЭС-ИСП). Определение Ti, V и Ni проводили на АЭС-ИСП-спектрометре iCAP 7400 DUO фирмы «Thermo Scientific»



Рабочие условия АЭС-ИСП-спектрометра iCAP 7400 DUO

Параметр	Значение
Детектор	Полупроводниковый CID
Спектральный диапазон, нм	166-847
Обзор плазмы	Двойной (аксиальный, радиальный)
Мощность генератора, Вт	1150
Скорость насоса, об/мин	50
Скорость плазмообразующего вспомогательного, распылительного и охлаждающего потоков, л/мин	1; 0,5; 12
Распылительная камера	Циклонная стеклянная
Число параллельных измерений	2
Внутренний стандарт	Скандий

Для проверки приемлемости результатов был использован метод 100% добавки. Для метода микроволнового разложения была внесена добавка по Ni, для метода сухой минерализации по V. Результаты АЭС-ИСП-определения содержания элементов в образцах нефти способом микроволнового разложения.

№	Наименование пробы	Определяемый элемент мг/дм ³ ±Δ, длина волны, нм		
		Ni	V	Ti
	Длина волны, нм	221,647	292,402	337,280
1	Проба №1	0,0292±0,0044	0,0392±0,0059	0
2	Проба №1 с добавкой 100% для Ni	0,0684±0,0103	0,0697±0,0105	0,0246±0,0036
3	Проба №2	0,0302±0,0045	0,0403±0,0060	0
4	Проба №2 с добавкой 100% для Ni	0,0709±0,0106	0,0713±0,0107	0,0256±0,0038
5	Проба №3	0,0295±0,0044	0,0369±0,0055	0
6	Проба №3 с добавкой 100% для Ni	0,0701±0,0105	0,0670±0,0101	0,0277±0,0041

Результаты АЭС-ИСП-определения содержания элементов в образцах нефти способом сухой минерализации.

№	Наименование пробы	Определяемый элемент мг/дм ³ ±Δ, длина волны, нм		
		Ni	V	Ti
	Длина волны, нм	221,647	292,402	337,280
1	Проба №1(1)	0,0073±0,0011	0,1414±0,0212	0
2	Проба №1 (1) с добавкой 100% для V	0,1466±0,0220	0,2906±0,0436	0,1373±0,0206
3	Проба №2 (2)	0,0066±0,0010	0,1286±0,0193	0
4	Проба №2 (2) с добавкой 100% для V	0,1116±0,0167	0,2581±0,0387	0,1163±0,018

Из полученных данных было установлено, что в обоих случаях при введении добавки в анализируемые пробы, концентрация определяемого элемента, на который была сделана добавка, увеличивалась на 100-110%. Что подтверждает достоверность результатов анализа. Однако, показатели элементов, полученные методом сухого озоления, отличаются от результатов микроволнового разложения, то есть отсутствует сходимость между данными методами. В связи с этим преимущественное предпочтение отдается методу микроволнового разложения, поскольку при использовании метода сухой минерализации возникает ряд проблем, которые непосредственно влияют на результаты анализа. Поскольку данный метод пробоподготовки является сравнительно новым и недостаточно изученным, необходим тщательный подбор условий для исключения факторов, влияющих на результаты измерения.