

## ЭКСПРЕСС МЕТОД ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ИЗОПРОПАНОЛА В СУСПЕНЗИЯХ КЕРОСИНО-СУЛЬФОНАТА

И. ШЕРЕЩ, М. БЕРКЕШ, и Г. АЧ

Кафедра неорганической химии университета им. Аттилы Йожефа Сегед

*(Поступило в редакцию 20 октября 1982 г.)*

Описана методика определения содержания изопропанола в водных керосино-сульфонатных суспензиях, применяемых при третичной добыче нефти. Анализ проводится непосредственным введением разбавленной пробы на колонку с носителем «Chromosorb 102», с использованием в качестве внутреннего стандарта этанола и (или) н-пропанола при пламенно-ионизационном детектировании. Точность метода лучше, чем  $\pm 5\%$ .

В процессах третичной добычи нефти в больших количествах используются водные суспензии керосино-сульфоната, в которых быстрое и точное определение содержания изопропанола является весьма важной задачей.

Для определения содержания летучих органических соединений в водных растворах обычно применяют методику, которая основана на принципе дестилляционного или экстракционного выделения определяемого соединения или его производного, с последующим количественным анализом каким-нибудь физическим методом. Обычно для определения изопропанола в водных растворах также применяют различные экстрагенты [1].

В последнее время Куо с сотрудниками [2] провели детальное изучение газо-хроматографического определения полярных водорастворимых органических соединений выделенных выпариванием с последующей абсорбцией и термической десорбцией.

Эти же авторы в другой своей работе [3] описывают дестилляционный газо-хроматографический метод определения содержания изопропанола с точностью ппб. Характерным примером для определения изопропанола в виде его производного может служить способ описанный в работе [4].

Нами разработан метод непосредственного газо-хроматографического определения содержания изопропанола в достаточно разбавленных керосино-сульфонатных суспензиях, с применением в качестве внутреннего стандарта этанола и (или) н-пропанола. Газо-хроматографический анализ проводили в стеклянной колонке длиной 1,2 м и внутренним диаметром 2 мм с носителем марки «CHROMOSORB 102», обладающим диаметром частиц в пределах 80—100 меш. Нами применялся хроматограф типа «CHROM 41» с пламенно-ионизационным детектором. Колонка термостатировалась на 120 °С, а детектор и место введения проб содержались при 150 °С. Скорости потока газов были следующими: азот — 30 см<sup>3</sup>/мин, водород — 25 см<sup>3</sup>/мин, воздух — 0,5 л/мин.

*Описание проведения анализа* для концентрированных суспензий (содержание изопропанола 10—20%).

В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> вводят 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и затем взвешивают на аналитических весах. Примерно 1 см<sup>3</sup> анализируемой суспензии добавляют в колбу и снова взвешивают и находят точную навеску (G). Объем смеси дополняют до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой, закрывают плотно пробкой и встряхиванием проводят гомогенизацию (раствор I).

В мерную колбу на 50 см<sup>3</sup> с помощью пипеты вводят 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора, содержащего 1 г/100 мл этанола и 2 г/100 мл н-пропанола, затем объем доводят до метки раствором I. После гомогенизации смеси по 4 мл всprysкивают в приемник хроматографа (необходимо проведение трех параллельных измерений). Отсчитывают интегральные значения, соответствующие площадям, находящимся под пиками хроматограмм.

Расчет производится по формулам:

$$\% \text{ изопропанола} = \frac{I V_s C_s \cdot 100}{I_s f \frac{45}{100} G} = R \frac{A}{G}$$

$$R = \frac{I}{I_s} \quad A = \frac{V_s C_s 10^4}{f 45}$$

где I — интегральное значение соответствующее содержанию изопропанола.

I<sub>s</sub> — интегральное значение стандарта.

V<sub>s</sub> — объем стандартного раствора (5 см<sup>3</sup>).

C<sub>s</sub> — концентрация стандартного раствора (г. см<sup>3</sup>).

G — навеска сульфонатной суспензии в 100 см<sup>3</sup> (г).

f — фактор хроматографирования (в случае этанола 1,11, пропанола 0,93).

*Описание проведения анализа* (для суспензий с концентрацией изопропанола 0,05—0,2%).

Измерение проводят аналогично вышеописанному, только стандартный раствор дополняют до 50 см<sup>3</sup> не раствором I, а непосредственно анализируемым раствором.

Расчет производится по формулам:

$$\% \text{ изопропанола} = R A^1 \quad A^1 = \frac{V_s C_s 100}{f 45}$$

Обозначения сохранены прежние. Точность определения лучше 5%-ов.

#### *Замечания*

При приготовлении и использовании растворов, стандартных растворов и проб, необходимо соблюдать условия наименьшего контактирования с воздухом, в связи с возможными довольно значительными потерями, в особенности при более высоких температурах этанола и даже н-пропанола.

При высоких концентрациях суспензии керосино-сульфоната, после гомогенизации, пробу необходимо отобрать по возможности быстро, чтобы избежать ошибки, возникающие вследствие неоднородности распределения.

Пробы вводились в хроматограф с помощью шприца с иглой достаточной длины для того, чтобы смесь непосредственно попала в колонку или закрывающую ее силонизированную стеклянную вату. (После многократного анализа необходимо произвести смену стеклянной ваты или носителя в колонке на глубину 1—2 см).

Обычно вводились пробы объемом в 4 мл, но можно варьировать объем проб в пределах 4—10 мл с целью получения наиболее удобных величин пиков хроматограмм. Необходимо отметить, что при низких концентрациях фактор хроматографирования в некоторой мере зависит от концентрации, поэтому не рекомендуется изменять те параметры (объем пробы, температура, скорость газа носителя, чувствительность прибора) при которых определялся фактор хроматографирования. Лучше варьировать концентрацию проб таким образом, чтобы отношение площадей под пиками изопропанола и стандарта было в пределах 0,1—10, но удобнее всего близко к 1. Расчеты были проведены относительно обоих стандартов и взяты средние значения.

В серии изменений рекомендуется приготовить относительно большое количество стандартного раствора (1 л), который необходимо сохранять на холоду. Для работы отбирали только то количество стандартного раствора, которое израсходуется за день.

При приготовлении нового стандартного раствора необходимо во избежание ошибок (например, из-за абсорбции воды растворами спиртов) произвести проверку фактора хроматографирования.

Работа была выполнена по заказу и финансированию Государственной корпорации нефти и газа.

#### Литература

- [1] *Snell, F. D., C. T. Snell: Colorimetric Methods of Analysis, 1961. Vol. IIIA, p. 32.*
- [2] *Kuo, P. P. K., E. S. K. Chian, F. B. DeWalle, J. K. Kim: Anal. Chem. 49, 1023 (1977).*
- [3] *Chian, E. S. K., P. P. K. Kuo, W. J. Cooper, W. F. Cowen, R. C. Fuentes: Env. Sci. Techn. 11, 282 (1977).*
- [4] *Etienne, H.: Ind. Chim. Belg. 17, 4555 (1952).*

#### RAPID METHOD FOR DETERMINATION OF *i*-PROPANOL IN PETROLEUM SULPHONATE SUSPENSIONS

*I. Seres, M. Berkes and G. Ács*

A gas chromatographic method for the determination of *i*-propanol in water-petroleum sulphate suspensions used in tertiary petroleum producing is described. After dilution with water the samples were injected directly onto the column (Chromosorb 102). Ethanol or/and propanol as internal standard(s) and a flame ionisation detector were used. The accuracy is better than  $\pm 5\%$ .