

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДЕ МЕТОДОМ ТВЕРДОФАЗНОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ**

**Кутявина Н.В., Ефимова А.С.**

**научный руководитель канд. хим. наук Калякин С.Н.**

*Сибирский Федеральный Университет*

Нефть и продукты ее переработки являются распространенными загрязнителями окружающей среды. Аварийные разливы нефти при нефтедобыче, транспортировке и хранении топлива, прорывы нефтепроводов и нефтехранилищ; нарушения технологических процессов и недостаточная очистка сточных вод нефтеперерабатывающих предприятий являются источниками поступления нефтепродуктов (НП) в окружающую среду [1].

Известным фактом является то, что нефть и нефтепродукты относятся к первому классу опасности. Более того, данные вещества оказывают неблагоприятное воздействие, как на организм человека, так и на окружающую среду в целом. Практически нерастворимые в воде и малолетучие углеводороды нефти в виде тонкой пленки покрывают обширную поверхность воды и суши, затрудняя газообмен с атмосферой и биологические процессы самоочистки природной среды. Легкие НП частично растворяются в воде, но большая их часть образует с водой эмульсии, тяжелые НП попадают на дно водоемов и накапливаются в донных осадках, что изменяет состояние окислительно-восстановительной среды и негативно влияет на растительность и микрофлору [4]. Вышеперечисленные факты демонстрируют актуальность определения нефтепродуктов в воде.

Для идентификации нефтепродуктов широко используются физико-химические методы анализа, среди которых распространена спектрофотометрия в УФ-области. Анализ проводится в жидкой фазе после экстракции НП малополярными растворителями, основным недостатком которых зачастую является токсичность. С целью исключения применения токсичных растворителей в ходе извлечения нефтепродуктов, была предложена твердофазная экстракция. Преимуществом твердофазной экстракции над жидкостной является сокращение времени пробоподготовки, уменьшение расхода растворителя и повышение точности анализа [3].

Цель работы - экспериментальный поиск оптимальных сорбентов, применимых для определения НП методом твердофазной спектрофотометрии.

В работе использовали спектрофотометр Lambda-35 (Perkin Elmer, USA), предназначенный для регистрации поглощения пленочных чувствительных элементов. Технические характеристики:

- сканирующий двулучевой спектрофотометр;
- диапазон длинны волны 190 – 1100 нм;
- воспроизводимость длины волны 0,1 нм;
- спектральная ширина щели 0,5 нм, 1 нм, 2 нм, 4 нм;
- скорость сканирования 7,5, 15, 30, 60, 120, 240, 480, 960, 1920 и 2880 нм/мин;
- смена ламп автоматическая на волне 326 нм (выбираемая программно на всем диапазоне длин волн);
- фотометрическая точность  $\pm 0,001$  А;
- стабильность базовой линии (200 - 900нм, 240нм/мин)  $\pm 0.001$  А (щель 1 нм),  $\pm 0.0005$  А (щель 2 нм);
- источник УФ – дейтериевая лампа, вид – галогенная лампа накаливания.

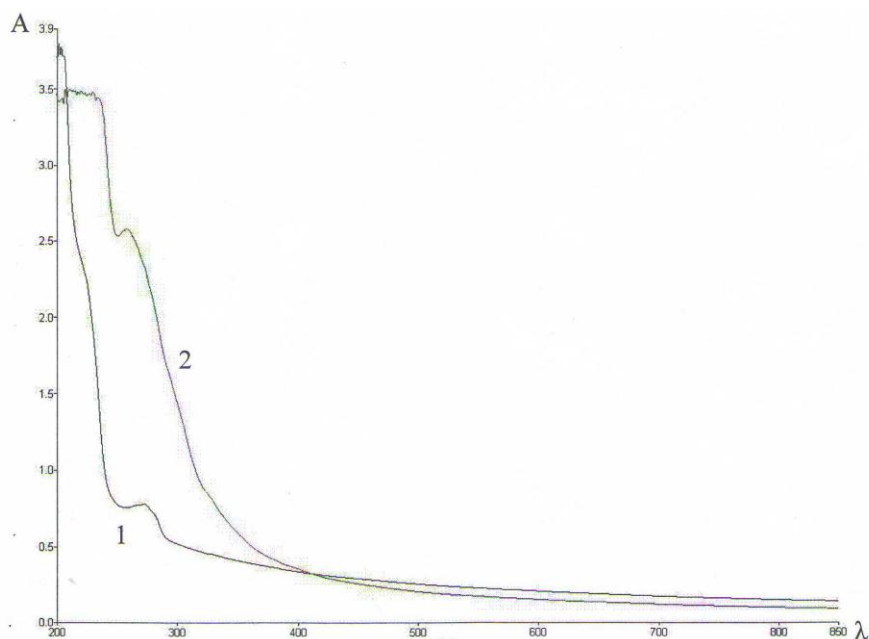
В качестве образца использовали нефть Ванкорского месторождения. Для приготовления эмульсии НП использовали следующие способы:

- а) непосредственное смешивание нефти с водой;
- б) растворение нефти в этиловом спирте с последующим переводением в воду;
- в) растворение нефти в ацетоне с последующим переводением в воду.

Применение описанных способов не позволило получить гомогенную эмульсию, потому что при прямом смешивании нефти с водой образуются крупные капли нефти, которые при интенсивном перемешивании оседают на стеклянной посуде, а в ацетоне и в этиловом спирте нефть не растворяется полностью. В дальнейшем использовали следующую методику.

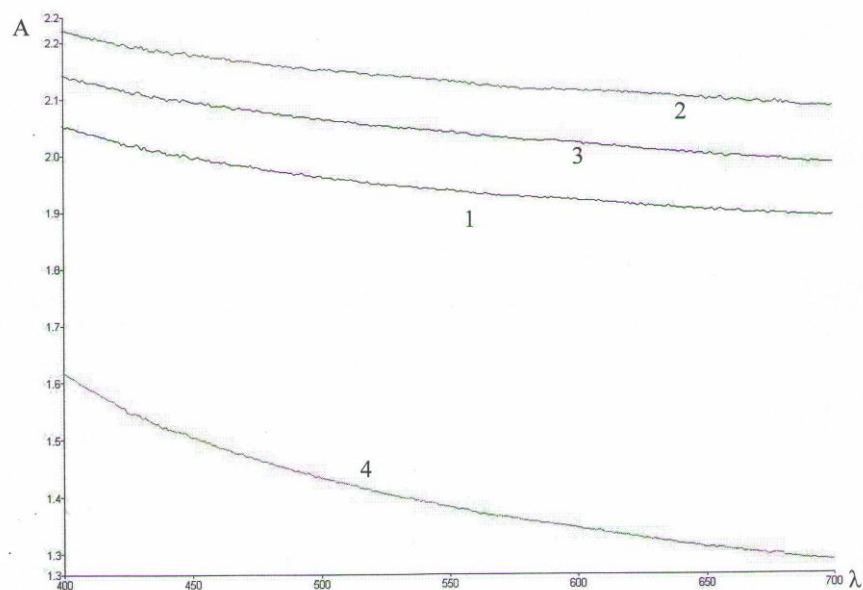
Навеску нефти массой 0,1 г растворяли в гексане. В фарфоровой ступке растирали навеску хлорида натрия массой 9,9 г, равномерно распределяли по дну заранее взвешенного бюкса. Стеклопалочкой делали углубления в соли, после чего аккуратно приливали раствор нефти в гексане. При этом наблюдалось окрашивание соли в светло-коричневый цвет. Об испарении гексана судили по убыли массы бюкса. После испарения гексана снова тщательно перемешивали смесь. Далее переносили навеску полученной смеси массой 300 мг в коническую колбу объемом 250 мл и растворяли в 100 мл дистиллированной воды. Тщательно перемешивали в течение 10 минут при комнатной температуре. Полученная эмульсия устойчива, имеет слабую желто-коричневую окраску и концентрацию НП 30 мг/л, что больше ПДК в 100 раз [2].

Для подготовки твердотельных чувствительных элементов (ТЧЭ) использовали полипропиленовую пленку и поликарбонат. Из них вырезали полоски размером 15x35мм, после чего их промывали ацетоном и просушивали при комнатной температуре. Подготовленные ТЧЭ взбалтывали 10 минут в эмульсии НП с последующим высушиванием. Высушенные образцы помещали с помощью пинцета в спектрофотометр. Измерения оптической плотности проводили в диапазоне длин волн 200 – 850 нм. Для сравнения использовали образцы, не содержащие нефтепродукты. Полученные результаты представлены на рисунках 1 и 2.



1 – без НП, 2 – с НП (100 ПДК)

Рисунок 1 – Спектр поглощения ТЧЭ на основе полипропилена



1 – без НП, 2 – 25 мг/л, 3 – 50 мг/л, 4 – 100 мг/л

Рисунок 2 – Спектры поглощения ТЧЭ на основе поликарбоната при различной концентрации НП в воде

На основании полученных данных построена зависимость оптической плотности ТЧЭ на основе поликарбоната от концентрации НП в воде (рисунок 3).

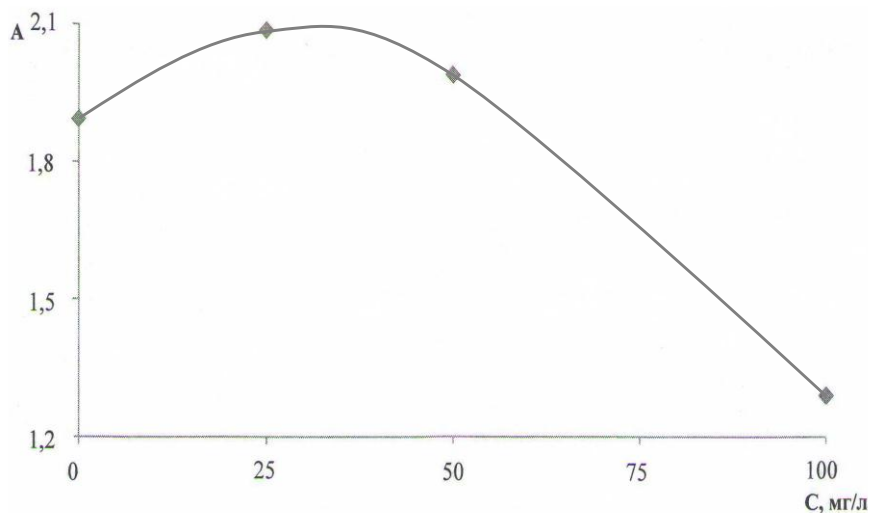


Рисунок 3 – График зависимости оптической плотности ТЧЭ на основе поликарбоната от концентрации НП в воде при  $\lambda=700$  нм ( $\Lambda$ -35)

По результатам измерений (рисунки 1 и 2) установлено, что полипропилен и поликарбонат могут быть использованы в качестве сорбентов для твердофазной спектрофотометрии в диапазонах 300 – 850 нм и 400 – 700 нм, соответственно.

Полипропилен не обладает собственным поглощением в видимой области и ближнем ультрафиолете и может быть применен для определения нефтепродуктов по их собственной окраске в коротковолновой области спектра.

Граница пропускания поликарбоната находится в более длинноволновой области по сравнению с полипропиленом, поэтому чувствительные элементы на основе поликарбоната менее удобны для создания методик определения НП, основанных на их

собственном поглощении. Однако, чувствительные элементы на основе поликарбоната, выполненные в виде пластин со специально подготовленной матовой поверхностью, позволяют определять НП по изменению пропускания, связанного с изменением коэффициента рассеяния образцов, обусловленного иммерсионными свойствами НП по отношению к матовым поверхностям (наблюдается уменьшение оптической плотности образцов при росте концентрации аналита) (рисунок 2 и 3).

Для дальнейшей оптимизации условий количественного определения НП необходимо провести серию дополнительных измерений, используя растворы НП в воде с широким диапазоном концентраций.

#### Заключение

Оптимизирована процедура получения эмульсии нефтепродуктов в воде: растворение нефти в гексане, перемешивание с хлоридом натрия, испарение гексана и перенесение полученной смеси в дистиллированную воду.

Подобраны сорбенты для твердофазной экстракции нефтепродуктов с последующим определением методом твердофазной спектрофотометрии. Установлено, что чувствительные элементы на основе полипропилена могут быть применены для определения нефтепродуктов по их собственной окраске в коротковолновой области.

Установлен эффект уменьшения оптической плотности чувствительных элементов на основе поликарбоната при росте концентрации нефтепродуктов, что, вероятно, связано с изменением коэффициента рассеяния образцов, обусловленного иммерсионными свойствами аналита по отношению к матовым поверхностям.

1. Бродский, Е.С. Определение нефтепродуктов в объектах окружающей среды / Бродский, Е.С, Савчук С.А. // Журнал аналитической химии. – 1998. – 53, № 12. – С. 1238 – 1251.
2. ГН 2.1.5.689-98. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования. – Введ. 04.03.1998. – Москва: Минздрав России, 1998 – 77 с.
3. Проблемы техносферной безопасности-2012: материалы международной научно-практической конференции молодых ученых и специалистов, Москва, 10 апреля 2012г. – М.: Академия ГПС МЧС России, 2012. – С. 206 – 208.
4. Шарипов, А.У. Методы борьбы с нефтяными загрязнениями пресных и морских водоемов / А.У. Шарипов, Г.П. Бочкарев, Б.А. Андресон – М.: ВНИИОЭНГ, 1991. – 50 с.