

УДК 543.272.7:547.21:543.42.062

В.С.Кулина, Н.Г.Казарова (6 курс, каф. ЭОП)  
Л.Н.Галль, д.ф.-м.н., проф.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ ДВУХВОЛНОВЫМ СПЕКТРОФОТОМЕТРИРОВАНИЕМ

В настоящее время аналитический контроль сточных вод на содержание нефтепродуктов каждого предприятия в основном проводится не на выходе после каждой технологической установки, а после общего коллектора. При этом сточные воды на выходе после общего коллектора отличаются сложным фракционно-групповым составом содержащихся в них нефтепродуктов, как по фракциям, так и по группам, к тому же, непостоянным во времени.

На нефтехимических предприятиях применяются различные методы аналитического контроля сточных вод, общей отличительной чертой которых является то, что все они осуществляются в два типовых этапа: химический и физический. Химический этап состоит в экстракции нефтепродуктов из сточной воды растворителями: четыреххлористым углеродом и изооктаном. Физический этап состоит в анализе экстрагента одним из аналитических методов: спектрофотометрированием в ИК-области спектра (~4000 нм), измерением собственной флуоресценции нефтепродуктов в области 350...380 нм при их облучении коротковолновым УФ и гравиметрическим методом.

В работе предлагается новый метод контроля загрязнения сточных вод нефтепродуктами, основанный на двухволновом спектрофотометрировании.

Сущность двухволнового спектрофотометрирования заключается в измерении относительного поглощения анализируемого продукта, т.е. измерении поглощений  $A_{cp}$  и  $A_{ан}$  (оптических плотностей) одной и той же кюветы с пробой на двух длинах волн: на длине волны сравнения  $\lambda_{cp}$  и на аналитической длине волны  $\lambda_{ан}$ . Содержание анализируемого компонента  $C\%$  определяется по разности поглощений ( $A_{ан} - A_{cp}$ ) и градуировочному графику (или градуировочной таблице) или вычисляется по формуле:

$$C\% = F \cdot (A_{ан} - A_{cp}) \cdot 100\%,$$

где  $F = 1/\rho \cdot K_\lambda \cdot l \lg e$  в соответствии с формулой Бугера-Ламберта-Бера;  $C\%$  – содержание анализируемого компонента (% по массе);  $A_{ан}$  и  $A_{cp}$  – поглощения (или оптические плотности), измеренные на длине волны сравнения  $\lambda_{cp}$  и аналитической  $\lambda_{ан}$  соответственно;  $K_\lambda$  – коэффициент поглощения анализируемого компонента,  $дм^3/г \cdot см$ ;  $l$  – длина оптического пути в пробе, см;  $\lg e = 0,43$ ;  $\rho$  – плотность пробы,  $г/дм^3$ .

Выбор аналитической длины волны  $\lambda_{ан}$  определяется по максимальному коэффициенту поглощения анализируемого компонента в спектральном диапазоне, а выбор длины волны сравнения  $\lambda_{cp}$  – условием ее близости к  $\lambda_{ан}$  по спектру и приближенным равенством коэффициентов поглощения определяемого компонента и самого продукта на этой длине волны сравнения. При этом методе спектрофотометрирования исключается влияние фонового поглощения основы («матрицы») пробы, что особенно важно при анализах технологических проб нефтехимических предприятий, поскольку позволяет анализировать сточные воды напрямую без пробоподготовки. Данный метод спектрофотометрирования занимает особое место по таким метрологическим параметрам, как избирательность и чувствительность. Также он не уступает химическим методам титрования по экспрессности и экологической чистоте. Метод может быть реализован на любом спектрофотометре со спектральным диапазоном 220...400 нм, однако использование универсальных, многофункциональных спектрофотометров является экономически невыгодным, т.к. приводит к значительному удорожанию единичного анализа. Поэтому был

разработан рабочий макет специализированного двухволнового спектрофотометра, предназначенного как для рутинных анализов продуктов нефтехимии, так и для контроля сточных вод технологических нефтехимических установок. Макет разработан на базе серийного спектрофотометра КФК-3 производства оптико-механического завода г. Сергиев Посад Московской области. Модернизация спектрофотометра КФК-3 заключается в разработке новой оптико-механической системы монохроматора при сохранении его механического узла, что позволило перейти к двухволновому спектрофотометрированию, не нарушая первоначальную ручную установку основной аналитической волны. Для этого в оптико-механическую систему монохроматора вводился дополнительный механический установочный узел для установки волны сравнения по закону  $\lambda_{\text{ср}} = \lambda_{\text{ан}} \pm \Delta\lambda$ , где  $\lambda_{\text{ан}}$  – аналитическая длина волны, устанавливаемая поворотом дифракционной решетки монохроматора оператором-лаборантом, а  $\pm\Delta\lambda$  задается через установочный узел для длины волны сравнения –  $\lambda_{\text{ср}}$  (также устанавливаемая оператором-лаборантом) поворотом фокусирующего зеркала монохроматора по команде от микропроцессорной системы. Введение такого дополнительного узла в оптико-механическую систему монохроматора позволило реализовать многократное повторение процесса спектрофотометрирования без повторной установки рабочих длин волн, что позволило автоматизировать процесс спектрофотометрирования (первоначальная установка добавки или вычета  $\pm\Delta\lambda$  не нарушается).

Методика проверена на модельных системах, представляющих собой воду, содержащую растворенное реактивное топливо с добавлением различных веществ, характерных для сточных вод нефтехимических предприятий: солей ( $\text{NaCl}$ ,  $\text{CaCl}_2$ ), моющего порошка в различных концентрациях.

*Выводы:*

1. Новый двухволновой метод позволяет просто и надежно проводить анализы загрязнений сточных вод нефтехимических предприятий.
2. Новый метод является экологически чистым, поскольку исключено использование вредных растворителей.
3. Для реализации данного метода был разработан рабочий макет спектрофотометра на базе серийного недорогого спектрофотометра КФК-3.