**Хамраєва Н.**

**МЕТОДИКА ГРАВИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДЕ**

*Цель работы.*Отобрать пробы воды и провести анализ воды на содержание ней нефти и нефтепродуктов гравиметрическим методом.

Нефтепродуктами при анализе вод принято считать неполярные или малополярные соединения, растворимые в гексане, т.е. углеводо­роды, являющиеся основной частью нефти. Предельно допустимая концентрация в питьевой воде и воде водоемов для многосернистой нефти 0,1 мг/л, для прочей и нефтепродуктов — 0, 3 мг/л. При анализе поверхностных вод, как правило, летучие нефтепро­дукты не определяют, поскольку их содержание ничтожно. Ниже при­водится методика для определения нелетучих нефтепродуктов.

Метод основан на экстрагировании нефти и нефтепро­дуктов из воды хлороформом, удалении хлороформа, растворении ос­татка в гексане и последующем хроматографическом отделении поляр­ных соединений и примесей воды не нефтяного происхождения в ко­лонке с активным оксидом алюминия. Выделенные таким образом неф­тепродукты определяют гравиметрически. Основное достоинство мето­да в том, что исключается приготовление стандартных растворов такого же качественного и количественного состава, как и исследуемая проба. Непосредственное экстрагирование гексаном приводит к зани­женным результатам. Погрешность может доходить до 30%, если исследуемая вода содержит взвешенные частицы. На их поверхности наряду с нефтепро-дуктами сорбируются асфальтены, смолы, нафте­новые кислоты и другие вещества, растворимые в хлороформе, но не­растворимые в гексане и потому препятствующие экстракции нефте­продуктов гексаном. Если, однако, иссле-дуемая вода прозрачна, без взвешенных частиц, или если заведомо известно об отсутствии ме­шающих веществ, указанных выше, то экстракцию можно сразу про­водить гексаном тем же способом, что и хлороформом, затем отогнать большую часть гексана, отфильтровать через колонку с оксидом алю­миния и далее поступить, как описано в ходе определения.

Пробы воды отбирают в стеклянные емкости с притертыми пробками. Если определение нефтепродуктов в день отбора невозможно, то пробы консервируют 2-4 см3 экстрагента (четыреххлористый углерод, хлоро­форм) на 1 дм3 воды. Законсервированные пробы могут храниться в те­чение двух недель. При определении нефтепродуктов методом колоночной хроматогра­фии с гравиметрическим окончанием, объем пробы (при концентрации нефтепродуктов 0,3—3,0 мг/дм3) должен составлять не менее 3—3,5 дм3.

*Ход анализа.* При концентрации нефтепродуктов 0,3 - 3 мг/л. Для анализа берут 3—3,5 л воды, помещают в круглодонную колбу или в широкогорлую склянку и подкисляют хлорводородной кислотой пл. 1,19 г/см3 так, чтобы рН воды стал меньше 5. Затем приливают 150 мл хлороформа, погружают мешалку на глубину около 50 мм выше по­граничного слоя и перемешивают несколько минут.

***Секція: Хімії, нафтоорганічного синтезу та хімічних технологій***

Затем переносят большую часть водного слоя в другой сосуд такой же вместимости, а оставшийся водный слой и слой хлороформа пере­ливают в делительную воронку вместимостью 500—700 мл. Дают постоять 15 мин, сливают нижний хлороформный слой в ко­ническую колбу вместимостью 500 мл, стараясь не захватить при этом ни воды, ни промежуточного слоя эмульсии. Переливают водный рас­твор из второго сосуда снова в первый, туда же наливают оставшийся в делительной воронке водный слой с эмульсией, добавляют вторую порцию хлороформа 150 мл и снова перемешивают мешалкой в тече­ние нескольких минут. Слив, как и в первый раз, большую часть вод­ного слоя, остаток переносят в ту же делительную воронку и дают по­стоять 15 мин. Полученный второй экстракт присоединяют к первому экстракту, стараясь, как и раньше, не захватить водного слоя. Затем небольшим количеством хлороформа (около 50 мл) обмывают стенки сосуда, в котором находилась проба до экстракции, переносят в ту же делительную воронку, взбалтывают, дают постоять некоторое время, вливают слой хлороформа в колбу и отгоняют хлороформ. В проведе­нии третьей экстракции обычно нет необходимости.

Экстракцию хлороформом можно также проводить следующим образом. В большую делительную воронку помещают 3 раза по 1 л ис­следуемой воды и последовательно взбалтывают с двумя порциями хлороформа по 20 мл. Таким образом, на экстракцию из 3 л анализи­руемой воды будет израсходовано 120 мл хлороформа. Экстракты сое­диняют, прибавляют к ним 50 мл хлороформного раствора, получен­ного при ополаскивании сосуда, где хранилась проба, и продолжают, как указано далее. Присоединив колбу к холодильнику, помещают ее в кипящую во­дяную баню или ставят на горячую закрытую плитку и отгоняют хло­роформ. Когда в колбе останется 10—20 мл хлороформного раствора, нагревание прекращают, дают колбе остыть и разбирают прибор.

Остатки хлороформа удаляют при комнатной температуре. Неболь­шой, предварительно взвешенный тигель помещают в вытяжном шка­фу на расстоянии 25—35 см от обычного комнатного вентилятора. Ти­гель наполняют на 3/4 его объема полученным экстрактом и включают вентилятор. По мере испарения хлороформа подливают экстракт в ти­гель до тех пор, пока он полностью не будет перенесен таким способом. Колбу, где был экстракт, обмывают несколькими малыми пор-циями хлороформа, перенося их в тот же тигель. Когда в тигле оста-ется менее 0,5 мл хлороформа, выключают вентилятор и продолжают ис­парение на воздухе до достижения постоянной массы, взвешивая ти­гель каждые 1—2 мин.

Разность между массой тигля с остатком после удаления хлоро­форма и массой пустого тигля показывает общее содержание экстра­гируемых хлороформом веществ. Остаток после отгонки хлороформа обрабатывают 1-2 мл сухого и чистого гексана (гексан можно заменить петролейным эфиром) и пе­реносят раствор или суспензию в колонку с оксидом алюминия, под которую подставляют маленькую колбу.

***Секція: Хімії, нафтоорганічного синтезу та хімічних технологій***

Тигель, в котором был оста­ток после отгонки хлороформа, несколько раз промывают маленькими порциями гексана, переносят каждую порцию на колонку с окси­дом алюминия. После этого промывают колонку еще несколькими порциями гексана, собирая их в ту же колбу. Не следует при этом до­пускать, чтобы уровень гексана в колонке опускался ниже верхней границы слоя оксида алюминия.

Получив таким способом раствор нефтепродуктов в гексане, осво­божденный от примеси полярных соединений, удаляют гексан, испа­ряя его в тигле при комнатной температуре с помощью вентилятора так же, как раньше удаляли хлороформ.

Разность между массой тигля с остатком после удаления гексана и массой пустого тигля показывает содержание нефтепродуктов во взя­том для исследования объеме пробы.

Разность между общим количеством экстрагируемых хлорофор­мом веществ и количеством нефтепродуктов равна содержанию дру­гих экстрагируемых этим растворителем веществ: нерастворимых в гексане и полярных, включая нафтеновые кислоты и фенолы.

Содержание массовой концентрации нефти (нефтепродуктов) X (мг/дм3) рас­считывают по формуле (1):

 (m2 – m1) • 1000

X = ( 1 )

 V

где m2— масса бюкса с остатком после удаления гексана, мг; m1— мас­са пустого бюкса, мг; V—объем пробы, взятой для анализа, см3.

Определение нефтепродуктов в концентрациях вы­ше 3 мг/л. Определение проводят так же, как описано выше, но только с меньшим объемом исследуемой воды. Берут для анализа 100-1000 мл воды, соответственно взятому объему воды уменьшают и количество применяе-мого для экстракции растворителя.

При содержании нефтепродуктов менее 0,3 мг/л объема пробы 3 - 3,5 л исследуемой воды недостаточно для получения надежных ре­зультатов, а непосредственно экстрагировать нефтепродукты из боль­ших объемов воды, применяя обычную экстракционную аппаратуру, нецелесообразно. В этом случае можно пропустить исследуемую воду через адсорбент, извлекающий из воды нефтепродукта (активный уголь, специальный сорбент типа «экаперль», «перлит» и т.п.), прове­сти десорбцию хлороформом и обработать полученный экстракт, как описано выше.

Работа выполнена под руководством д.т.н., проф. Илюхи Н.Г., к.х.н., доц. Цихановской И.В., к.х.н., доц. Александрова А.В., асс. Барсовой З. В.