

СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ НЕФТЕПРОДУКТОВ С ЦЕЛЬЮ ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

Медовиков Д.В., Кузьмин А.П.

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

Сибирский Федеральный Университет

На сегодняшний день проблема загрязнения окружающей среды стоит достаточно остро. Загрязнение нефтепродуктами (НП) является одним из самых опасных. Многие НП обладают высокой устойчивостью к деградации, что позволяет им накапливаться в окружающей среде. Так, например, полициклические ароматические углеводороды, являющиеся компонентами НП, обладают острым токсическим действием.

В последние годы уменьшилось число крупных разливов нефти, но существуют локальные разливы нефтепродуктов. Таким образом, актуальной является проблема анализа нефтепродуктов в местах их утечки и аварийного разлива.

Для идентификации НП успешно используется ИК-спектроскопия. Определение проводится в жидкой фазе после экстракции НП малополярными растворителями, которые, как правило, токсичны. По сравнению с обычной жидкостной экстракцией твердофазная экстракция (сорбционное концентрирование) сокращает время пробоподготовки, уменьшает расход растворителей и повышает точность анализа.

Предлагаемый подход предусматривает твердофазную экстракцию НП полимерными материалами в месте пробоотбора, последующее извлечение НП в лаборатории тетрахлорметаном и измерение НП в экстрактах методом ИК-спектроскопии.

Целью настоящей работы является экспериментальный подбор сорбента, подходящего для анализа НП с использованием метода ИК-спектроскопии для детектирования НП в органических реэкстрактах.

В работе использовали ИК-спектрометр Nicolet 380 FT-IR.

В качестве образца использовали нефть Ванкорского месторождения.

Для приготовления эмульсии НП использовали следующую методику.

Точную навеску нефти растворяли в гексане. В фарфоровой ступке растирали навеску хлорида натрия, равномерно распределяли по дну заранее взвешенного бюкса, 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 смесь снова тщательно перемешивали. Далее навеску полученной смеси растворяли в дистиллированной воде, тщательно перемешивали в течение 10 минут при комнатной температуре.

Для подготовки твердотельных чувствительных элементов (ТЧЭ) использовали полипропилен, полиэтилен, волокнистый полиуретан, поликарбонат. Из полимерных материалов вырезали полоски размером 15x35мм, после чего их промывали ацетоном и просушивали при комнатной температуре. Подготовленные ТЧЭ взбалтывали 10 минут в эмульсии НП, высушивали, далее последовательно проводили десорбцию НП 2 мл тетрахлорметана и удаление полярных примесей из экстрагента, взбалтывая с 0,5 г оксида алюминия в течение 3 мин. После отделения от оксида алюминия измеряли ИК-спектры экстрагентов в диапазоне частот 500 – 4000 см⁻¹. Полученные спектры сопоставлены со спектрами пропускания исходных сорбентов (рисунок 1) и спектром экстракта нефти в четыреххлористом углероде (рисунок 2).

Как видно из данных рисунка 1, полиэтилен, полипропилен, полиуретан и поликарбонат имеют полное светопоглощение в области $2700 - 3150 \text{ см}^{-1}$, обусловленное валентными колебаниями CH_3 - и $-\text{CH}_2$ - групп. Полосы поглощения на ИК-спектре нефти (рисунок 2) перекрываются с пиками поглощения исследованных полимеров в характеристичной области, поэтому прямое определение НП в фазе сорбента методом ИК-спектроскопии не может обеспечить высокую чувствительность определения.

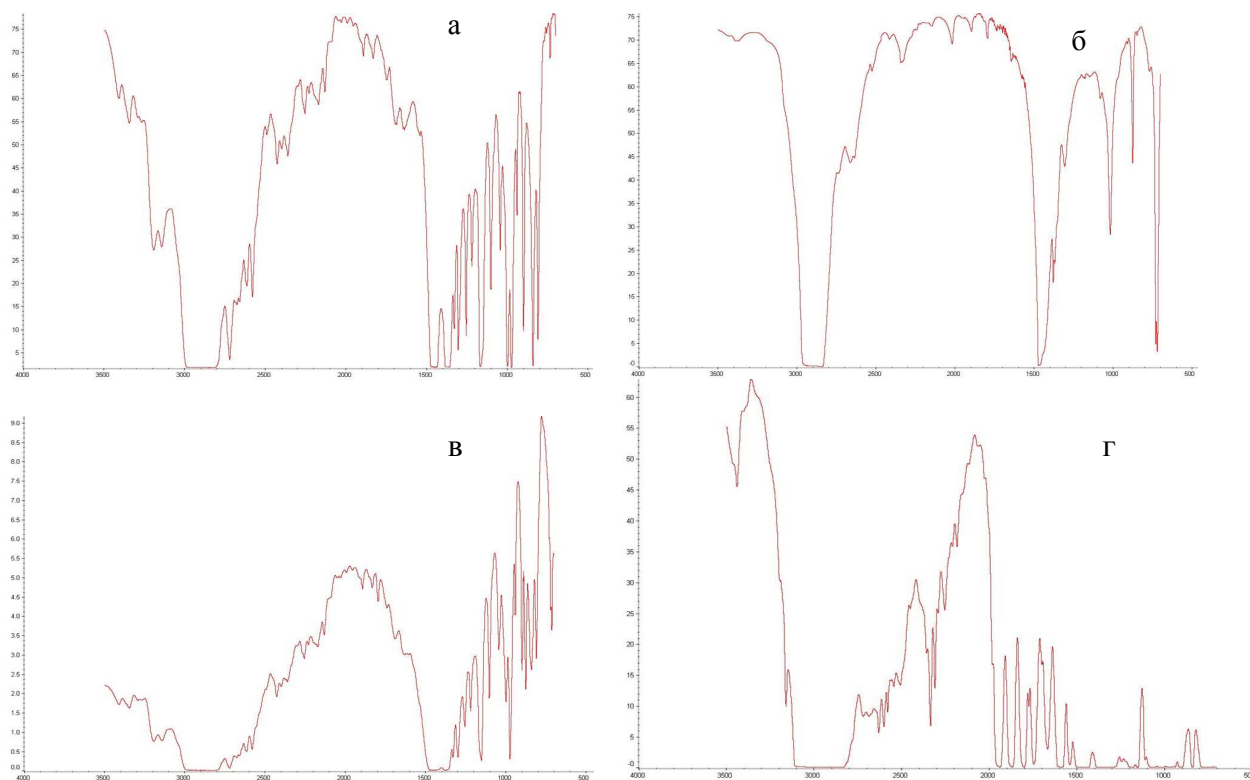


Рисунок 1 – ИК–спектры пропускания полипропилена (а); полиэтилена (б); полиуретана (в); поликарбоната (г)

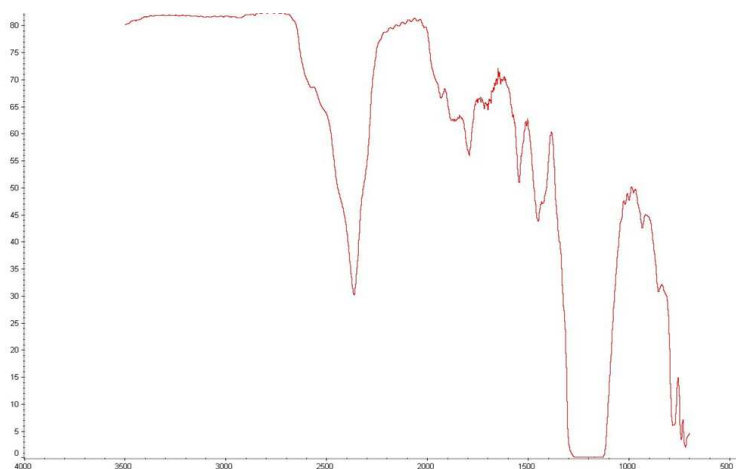


Рисунок 2 – ИК-спектр экстракта нефти в четыреххлористом углероде

Для определения методом ИК-спектроскопии предложено десорбировать НП тетрахлорметаном. Операция десорбции необходима также потому, что для повышения селективности определения НП необходима операция извлечения из пробы полярных соединений оксидом алюминия. Установлено, что при обработке четыреххлористым углеродом ТЧЭ на основе полиуретана и поликарбоната, не экспонированных НП, наблюдается сильное поглощение элюатов в области характеристичного ИК-поглощения алканов, что обусловлено частичным растворением полимеров.

Заключение

Таким образом, для сорбционного извлечения НП из воды с целью дальнейшего определения методом ИК-спектроскопии рекомендуются ТЧЭ на основе полиэтилена и полипропилена. Предлагается сорбировать НП из исследуемой пробы воды ТЧЭ на основе полимерного материала с дальнейшей десорбцией небольшим количеством тетрахлорметана.

Предложенный подход позволяет проводить фиксацию нефтепродуктов на поверхности ТЧЭ непосредственно на месте отбора, что исключает стадию стабилизации пробы, упрощает транспортировку пробы к месту анализа в лаборатории методом ИК-спектроскопии и уменьшает объем используемых токсичных растворителей.