

# ПЕТРОЛАЗЕР

РОССИЯ, 198097, Санкт-Петербург,  
пр. Стачек, 47,

тел./факс: (812) 336-1583  
e-mail: laser@petrolaser.ru

www.petrolaser.ru

СПЕЦИАЛЬНЫЙ КОМП "ФИЛИН-Н" ДЛЯ АНАЛИЗА СОДЕРЖАНИЯ  
НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДЕ

"Уверенство" 10.02.2013  
*В.А. Богачев*

## Техническое описание прибора

### 1. Общие сведения

Люминесцентные методы исследования, отличающиеся высокой чувствительностью, специфичностью, быстротой выполнения, находят все более широкое применение в различных областях производственной и научной деятельности человека. Они используются в сельском хозяйстве, металлургии, в геологии и медицине, в криминалистике и биологии, в химии. Сейчас трудно найти такую область, где бы не находили применения люминесцентные методы исследования.

Чувствительность люминесцентных методов исследования настолько велика, что в ряде случаев они могут быть с успехом применены наравне с методами исследований мечением радиоактивными изотопами.

Люминесцентный анализ позволяет обнаружить стомиллиардные доли грамма вещества. По чувствительности люминесцентные методы во много раз превосходят химический и абсорбционный анализ. Кроме того, люминесцентные методы исследования отвечают требованиям экспресс-метода.

Люминесцентные методы используют при исследовании пищевых продуктов для установления порчи и фальсификации, для обнаружения витаминов, ядохимикатов и канцерогенных веществ (прибор "ФИЛИН"). Этот доступный, информативный и массовый аналитический метод уже более 50 лет успешно практикуется в нефтегазопромысловых геологии и геохимии горючих ископаемых, причем не только в стационарных исследовательских лабораториях, но и непосредственно в условиях производства буровых работ или нефтедобычи.

### 2. Назначение

Прибор "ФИЛИН-Н" предназначен для определения концентрации нефтепродуктов в исследуемых водных средах методом компарирования, а также исследования состава нефтепродуктов методом капиллярной вытяжки. Минимальная концентрация, выявляемая прибором - 0,001 мг/л. Максимальная концентрация определяется эффектами самопоглощения люминесценции в исследуемых растворах и в зависимости от типа исследуемого битумоида составляет около 200 г/л.

### 3. Конструкция

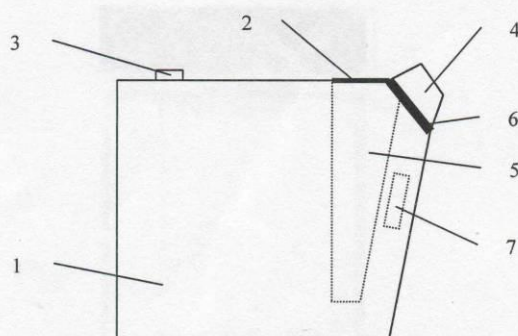


Рис. 1. Упрощенная схема прибора "Филин-Н".

Основными частями прибора являются: корпус – 1, крышка – 2, тумблер включения-выключения питания – 3, окно наблюдения – 4, камера люминесценции – 5, защитный фильтр (типа БС-7) – 6, источник ультрафиолетовых лучей – 7.

### 4. Порядок проведения работ при люминесцентном анализе жидких образцов в пробирках

Исследование проводят методом визуального сравнения люминесценции анализируемого раствора и эталонных растворов.

Для проведения исследований необходимо иметь набор пробирок с эталонными растворами различной концентрации нефтепродукта (0,001 – 1,0 мг/л).

Для получения наиболее достоверных результатов исследования, эталонные растворы необходимо приготавливать из того же источника углеводородов, что и исследуемый образец.

Далее по тексту понятие "исходный материал" подразумевает некоторый объем жидкости, взятый из контролируемого объекта.

Приготовление эталонов:

1) В исходный материал добавить хлороформ. Хлороформ предварительно должен быть проверен на отсутствие люминесценции.

2) Перемешать покачиванием для экстрагирования и оставить в делительной воронке на 15-20 мин.

3) После расслоения вылить хлороформ с растворившимися в нем нефтепродуктами в выпарительную чашку.

- 4) Выпарительную чашку поместить на водяную баню с температурой 50 °С и оставить до удаления растворителя.
- 5) Высушить исходный материал в эксикаторе в течение 24 часов.
- 6) На аналитических весах отвесить 10 мг исходного материала и перенести его в мерную колбу на 50 мл.
- 7) Долить хлороформ до метки и перемешивать несколько минут для растворения нефтепродуктов.

*Таким образом, получен основной раствор № 1 с концентрацией нефтепродукта 0,2 мг/мл.*

- 8) Влить 5 мл раствора № 1 в пустую мерную колбу на 50 мл и довести объем до метки хлороформом.

*Таким образом, получен основной раствор № 2 с концентрацией нефтепродукта 0,02 мг/мл.*

- 9) Приготовить необходимое количество пробирок (в зависимости от необходимой точности исследований). Для примера предлагается взять 17 пробирок.

10) Влить в каждую пробирку по 1 мл дистиллированной воды (для предохранения хлороформа от испарения).

11) В 1-ую пробирку влить 5 мл хлороформа.

12) Начиная со 2-ой пробирки вносить разное количество основных растворов и хлороформа как указано в таблице 1.

Таблица 1

№ эталонов	Количество основного раствора, мл		Количество добавленного хлороформа, мл	Количество исходного материала, мг
	№ 1 (0,2 мг/мл)	№ 2 (0,02 мг/мл)		
1	-	-	5,0	0,000
2	-	0,05	4,95	0,001
3	-	0,1	4,9	0,002
4	-	0,2	4,8	0,004
5	-	0,3	4,7	0,006
6	-	0,4	4,6	0,008
7	-	0,5	4,5	0,01

ПОДПИСЬ  
КОПИЯ ВЕРНА

Продолжение таблицы 1

№ эталонов	Количество основного раствора, мл		Количество добавленного хлороформа, мл	количество исходного материала, мг
	№ 1 (0,2 мг/мл)	№ 2 (0,02 мг/мл)		
8	-	1,0	4,0	0,02
9	-	2,0	3,0	0,04
10	-	3,0	2,0	0,06
11	-	4,0	1,0	0,08
12	0,5	-	4,5	0,1
13	1,0	-	4,0	0,2
14	2,0	-	3,0	0,4
15	3,0	-	2,0	0,6
16	4,0	-	1,0	0,8
17	5,0	-	0	1,0

Таким образом, получены пробирки-эталонные с различными концентрациями нефтепродукта от 0 до 1,0 мг в 5 мл.

13) Пробирки запаять или закрыть притертыми пробками и залить парафином. В таком виде пробирки-эталонные сохраняются около года.

Перед проведением анализа испытуемый образец необходимо подготовить по вышеописанной схеме. Далее, полученный раствор слить в чистую пробирку, калибр которой равен калибру пробирок-эталонных. Исследуемую и две пробирки-эталонные поместить в камеру люминесценции прибора и далее методом визуального сравнения, подбирая наиболее подходящие по интенсивности люминесценции пробирки-эталонные, определить концентрацию нефтепродукта в исследуемом образце. Этот метод называется методом компарирования (сравнения).

#### **5. Исследование качественного и количественного состава нефтепродуктов в грунте и воде методом капиллярной вытяжки.**

В основе метода также используется визуальное определение интенсивности люминесценции исследуемых нефтепродуктов, извлеченных из породы каким-либо

растворителем и затем осажденных на полоску фильтровальной бумаги (метод фронтального элюирования). При этом используются следующие свойства люминесцирующих веществ:

- интенсивность свечения прямо пропорциональна концентрации исследуемого вещества;
- однотипные битумоиды дают одинаковые по цвету свечения участки на капиллярной вытяжке;
- возможно, составление эталонной коллекции образцов капиллярных вытяжек, отражающей весь спектр интересующих органических соединений и допускающей длительное хранение;
- при исследовании цвета люминесценции и площади свечения на капиллярных вытяжках, в отличие от исследования растворов отсутствуют такие мешающие эффекты, как самопоглощение люминесценции в растворе (реадсорбция), концентрационное тушение. Это позволяет значительно уменьшить ошибки исследования и артефакты, связанные с нарушением пропорциональности интенсивности люминесценции и концентрации при высоких концентрациях исследуемого вещества.

## 5.1 Порядок измерений

### 5.1.1 Подготовка капиллярной вытяжки

Первичная диагностика нефтей методом люминесцентно-капиллярного анализа – экспресс метод, позволяющий определить цветовые характеристики люминесценции битумоидов и нефтей с целью выделения их типов или сопоставления массового материала.

Объектом исследования, в данном случае, является полоса обеззоленной фильтровальной бумаги стандартной ширины (7 мм) с осажденным на нее исследуемым веществом. Для получения пробы раствор исследуемого нефтепродукта в хлороформе (либо экстрагированный хлороформ из твердого образца грунта, керна) в объеме 3-5 мл наливают в стандартную пробирку ( $d=15-16$  мм), ставят в химический штатив и, опустив в раствор полоску для вытяжки, помещают пробирки в вытяжной шкаф. На каждой вытяжке надписывают ее номер и другие необходимые для систематизации данные. Образцы оставляют под тягой до полного испарения растворителя. После испарения на каждой полоске можно наблюдать осаждение нефтепродуктов в виде участка желто-коричневого цвета различной ширины. Однако по виду этого участка в видимом диапазоне длин волн определить какие-либо характеристики невозможно.