



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1603263 - A1**

(51) **G 01 N 23/223**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГКНТ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4611559/28-25

(22) 01.12.88

(46) 30.10.90. Бюл. № 40

(71) Всесоюзный научно-исследователь-  
ский институт по охране вод

(72) С.В.Антонов, И.И.Чкалов,

Л.А.Полосухина и О.И.Михайлик

(53) 539.1.06(083.8)

(56) Брицке М.Э. Атомно-абсорбционный  
спектрохимический анализ. М.: Химия,  
1982, с. 204-210.

Патент США № 3746874,  
кл. G 01 N 23/12, 1979.

(54) СПОСОБ ИДЕНТИФИКАЦИИ НЕФТИ

(57) Изобретение относится к физичес-  
ким методам анализа веществ и предна-  
значено для идентификации нефти и  
нефтепродуктов при поиске источников

Изобретение относится к физическим  
методам анализа веществ и предназна-  
чено для идентификации нефти и нефте-  
продуктов при поиске источников за-  
грязнения, например, в связи с разли-  
вами нефти в водных объектах.

Цель изобретения - повышение до-  
стоверности идентификации.

Способ основан на использовании  
свойства тяжелых фракций нефти погло-  
щать из водных растворов растворенные  
в них металлы.

Способ осуществляют следующим об-  
разом.

Берут навески эталонов нефти и по-  
гружают в водную среду, в которой  
была разлита нефть.

загрязнения, например, в связи с раз-  
ливами нефти в водных объектах. Цель  
изобретения - повышение достовернос-  
ти идентификации. Пробы нефти извест-  
ных сортов и анализируемые образцы  
нефти приводят в контакт с водной сре-  
дой, в которой была разлита нефть,  
и выдерживают. Отделяют эти образцы  
от водной среды и помещают в водный  
раствор, концентрация металлов в кото-  
ром значительно выше, чем в среде,  
в которой была разлита нефть. После  
выдерживания из растворов отделяют  
образцы нефти и анализируют рентгено-  
флуоресцентным методом. Идентификацию  
нефти проводят по совпадению и раз-  
личию отношений концентраций метал-  
лов в исследуемых образцах и в про-  
бах нефти известного сорта. 4 табл.

Образцы нефти известного сорта  
(эталонные образцы) оставляют в вод-  
ной среде до достижения состояния на-  
сыщения их металлами из водной среды  
и водной среды металлами из нефти  
(если последний процесс имеет место).  
Время достижения насыщения может ко-  
лебаться в зависимости от выбранного  
способа перемешивания (ультразвук,  
встряхивание) от нескольких минут до  
нескольких часов и устанавливается за-  
ранее по выходу зависимости концент-  
рация металлов в образце - время  
перемешивания на плато. Образцы нефти  
отделяют от водной среды.

Анализируемую нефть помещают в вод-  
ную среду, в которой была разлита

099 **SU** (11) **1603263 - A1**

нефть при том же соотношении массы нефти и объема среды, что и для эталонов. По достижении насыщения отделяют нефть от водной среды.

Приготавливают водные растворы, содержащие ионы металлов в концентрациях  $C$  мг/л каждого.

Подготовленные указанным выше способом эталонные образцы нефти помещают в приготовленные растворы. Эталонные образцы оставляют в растворе до состояния насыщения их металлами из раствора и раствора металлами из нефти (если последний процесс имеет место). Время достижения состояния насыщения может колебаться в зависимости от выбранного способа перемешивания (ультразвук, встряхивание) от нескольких минут до нескольких часов и устанавливается заранее указанным выше способом. Эталонные образцы нефти затем отделяют от раствора и после озонирования помещают в рентгеноспектральный анализатор. Измеряют содержание металлов в эталонных образцах нефти

$$\begin{array}{cccc} C_1(Ni) & C_1(Cu) & C_1(Zn) & C_1(Mo) \\ C_2(Ni) & C_2(Cu) & C_2(Zn) & C_2(Mo) \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ C_n(Ni) & C_n(Cu) & C_n(Zn) & C_n(Mo) \end{array}$$

$$\text{Вычисляют отношения}$$

$$\begin{array}{ccc} \frac{C_1(Ni)}{C_1(Cu)} & \frac{C_1(Ni)}{C_1(Zn)} & \frac{C_1(Ni)}{C_1(Mo)} \\ \frac{C_2(Ni)}{C_2(Cu)} & \frac{C_2(Ni)}{C_2(Zn)} & \frac{C_2(Ni)}{C_2(Mo)} \\ \dots & \dots & \dots \\ \frac{C_n(Ni)}{C_n(Cu)} & \frac{C_n(Ni)}{C_n(Zn)} & \frac{C_n(Ni)}{C_n(Mo)} \end{array}$$

Приготовленный указанным выше способом анализируемый образец помещают в такой же раствор, выдерживают в нем до достижения состояния насыщения, отделяют от раствора, озонуют и измеряют содержание металлов в нем:  $C(Ni)$ ;  $C(Cu)$ ;  $C(Zn)$  и  $C(Mo)$ .

Вычисляют отношения  $C(Ni)/C(Cu)$ ;  $C(Ni)/C(Zn)$ ;  $C(Ni)/C(Mo)$  и сопоставляют их с эталонными.

По совпадению отношений идентифицируют анализируемую нефть.

Приведение эталонов и исследуемых образцов нефти перед облучением в одинаковое исходное состояние путем помещения их в контакт со средой, в которой была разлита нефть, до достижения сорбционного насыщения и состояния равновесия при переходе микроэле-

ментов среды в нефть и из нефти в среду с последующим погружением их до насыщения в водный раствор с известными металлами, концентрация которых значительно выше, чем в среде, позволяет исключить влияние на достоверность обнаружения источника загрязнения изменения микроэлементного состава нефти из-за контакта с водой, в которой эта нефть была разлита, поскольку из-за контакта с водой нарушается первоначальный микроэлементный состав, так как часть металлов переходит в водную фазу, а часть, наоборот, поглощается нефтью из воды. В качестве группы металлов для водного раствора берут никель, медь, цинк, молибден, которые являются составными частями тяжелых фракций нефти, в то же время более, чем другие элементы, по-разному поглощаются разными сортами нефти. Идентификацию нефти проводят по совпадению или различию отношения концентраций металлов в анализируемой и эталонной пробах, так как в этом случае отношение концентраций металлов в эталонных образцах, взятых, например, из танка подозреваемого судна, и в пробах, взятых из разлива нефти, определяется способностью данного вида нефти поглощать те или иные металлы из растворов.

**П р и м е р.** Берут три объема  $V=1$  л каждый чистой водной среды, в которой была разлита нефть. В качестве эталонов используют нефть трех месторождений.

Берут навески нефти каждого месторождения, например, по 5 г. Каждую навеску помещают в водную среду объемом  $V=1$  л и перемешивают с помощью ультразвука не менее 5 мин. Отделяют нефть от водной среды (например, экстрагируя четыреххлористым углеродом).

Приготавливают три водных раствора объемом 10 мл каждый с содержанием металлов  $Ni$ ,  $Cu$ ,  $Zn$ ,  $Mo$  по 100 мг/л. Экстрагированные образцы нефти помещают в эти растворы и перемешивают с помощью ультразвука не менее 5 мин. Отделяют нефть от раствора и после озонирования помещают в рентгеноспектральный анализатор. Измеряют концентрации  $Ni$ ,  $Cu$ ,  $Zn$  и  $Mo$  в каждом образце нефти.

По результатам опытов, приведенных в табл. 1, вычисляют отношения  $C(Ni)/C(Cu)$ ;  $C(Ni)/C(Zn)$  и  $C(Ni)/C(Mo)$ .

Полученные результаты приведены в табл. 2.

Отобранные из двух разливов исследуемые образцы нефти отделяют от воды и навески по 5 г помещают каждую в водную среду, в которой была разлита нефть, объемом  $V=1$  л, перемешивают с помощью ультразвука не менее 5 мин, отделяют нефть от водной среды и помещают каждую пробу в 10 мл приготовленного раствора Ni, Cu, Zn и Mo с концентрацией по 100 мг/л каждого элемента, перемешивают с помощью ультразвука не менее 5 мин, отделяют от раствора, озоляют и измеряют концентрации Ni, Cu, Zn и Mo в каждой пробе.

Результаты представлены в табл. 3.

Вычисляют отношения  $C(Ni)/C(Cu)$ ;  $C(Ni)/C(Zn)$ ;  $C(Ni)/C(Mo)$ .

Полученные результаты приведены в табл. 4.

Сопоставляют отношение концентраций металлов образцов 1 и 2 (табл. 4) с этими же параметрами эталонов (табл. 2), делают заключение, что образец 1 - это нефть с месторождения № 1, образец 2 - нефть с месторождения № 2.

Изобретение позволяет повысить достоверность идентификации нефти, разлитой в морских и пресных водоемах.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ идентификации нефти, включающий отбор и облучение исследуемых образцов рентгеновским излучением и регистрацию их вторичного излучения, отличающийся тем, что, с целью повышения достоверности идентификации, готовят пробы известных сортов нефти, перед облучением эти пробы и исследуемые образцы нефти погружают в одинаковые объемы среды, в которой была разлита нефть, на время, необходимое для достижения ими состояния сорбционного равновесия со средой, затем извлеченные из среды образцы погружают в водный раствор, концентрация металлов в котором по крайней мере на порядок выше, чем в среде, в которой была разлита нефть, выдерживают их до состояния сорбционного равновесия с водным раствором, а идентифицируют нефть по совпадению или различию отношений концентраций металлов в исследуемых образцах и пробах нефти известных сортов.

Т а б л и ц а 1  
Концентрации металлов в эталонных образцах нефти,  
мкг/г

Месторождение, №	Опыт, №	C(Ni)	C(Cu)	C(Zn)	C(Mo)
1	1	2,40	1,84	2,84	14,86
	2	3,47	2,29	4,32	20,62
	3	2,62	2,06	3,63	17,84
2	1	6,76	-	2,40	4,57
	2	4,50	-	1,70	3,34
	3	5,75	-	2,07	4,09
3	1	5,10	2,60	4,36	12,71
	2	3,93	1,88	3,61	8,51
	3	4,24	2,32	3,38	9,77

Т а б л и ц а 2  
Отношение концентраций в эталонах

Месторождение, №	C(Ni)/C(Cu)	C(Ni)/C(Zn)	C(Ni)/C(Mo)
1	1,36±0,09	0,76±0,05	0,16±0,007
2	-	2,75±0,06	1,41±0,04
3	1,96±0,09	1,17±0,06	0,43±0,02

Т а б л и ц а 3  
Концентрация металлов в анализируемых образцах  
нефти, мкг/г

Проба нефти	Опыт, №	C(Ni)	C(Cu)	C(Zn)	C(Mo)
1	1	2,72	1,93	3,31	17,32
	2	3,07	2,01	4,03	15,56
	3	2,44	1,78	3,10	13,72
2	1	5,87	—	2,19	3,49
	2	5,16	—	1,79	3,79
	3	4,74	—	1,72	2,73

Т а б л и ц а 4  
Отношение концентраций металлов в анализируемых  
образцах

Образец	C(Ni) / C(Cu)	C(Ni) / C(Zn)	C(Ni) / C(Mo)
1	1,44±0,06	0,79±0,02	0,18±0,015
2	—	2,77±0,07	1,59±0,14

Редактор А.Лехина      Составитель А.Колесников  
Техред М.Ходанич      Корректор Т.Палий

Заказ 3380      Тираж 497      Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101