



УКРАЇНА

(19) UA (11) 97077 (13) C2  
(51) МПК  
G01N 21/01 (2006.01)  
G01N 21/17 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ НАФТОПРОДУКТІВ У ВОДІ

1

(21) а201105218

(22) 26.04.2011

(24) 26.12.2011

(46) 26.12.2011, Бюл.№ 24, 2011 р.

(72) НАЗАРОВ ЄВГЕН ІВАНОВИЧ

(73) НАЗАРОВ ЄВГЕН ІВАНОВИЧ

(56) SU 991269, A1, 23.01.1983

SU 1300342, A1, 30.03.1987

SU 16934292, A1, 23.11.1991

DE 4314198, A1, 03.11.1994

CN 101398380, A, 01.04.2009

Концентратомер нефтепродуктов КН-2м новые возможности определения нефтепродуктов в воде. (4 с.) 2010.

([http://www.sibecopribor.ru/pub\\_opredelenie\\_nefteproduktov\\_v\\_vode.html](http://www.sibecopribor.ru/pub_opredelenie_nefteproduktov_v_vode.html))

Гомеля Н.Д., Калабина Л.В., Хохотва А.П. Экстракционно-спектрофотометрический метод определения суммарного содержания нефтепродуктов в воде. // Химия и технология воды. Т. 21. - №6, 1999. - С. 611-616

(57) Пристрій для визначення вмісту нафтопродуктів у воді, що містить ємність для проби води, призначеної для аналізу, джерело випромінювання, блок обробки даних, який **відрізняється** тим, що додатково містить кварцову кювету, екстрактор, оснащений мішалкою з герметичною муфтою і двигуном, фільтром з датчиками електричної про-

2

відності, двома ємностями: першою - для органічного розчинника, виконаною з отвором і обладнаною герметичною кришкою і вугільним фільтром, розташованим в ємності, і другою ємністю для чистої води, при цьому кварцова кювета забезпечена монохроматичним джерелом УФ випромінювання з довжиною хвилі 253,7 нм і сонячно-сліпим приймачем УФ випромінювання, чутливим на ділянці 253,7 нм, а також оптичними датчиками, пристрій виконаний герметичним, забезпечений патрубками для подачі і відведення рідини, гідравлічними клапанами, цифровим дисплеєм і блоком живлення, причому кварцова кювета забезпечена гідравлічним клапаном, сполучена через фільтр з екстрактором і далі з ємністю для проби води, призначеної для аналізу, також кварцова кювета через гідравлічний клапан і патрубок сполучена з ємністю для органічного розчинника, а ємність для чистої води через гідравлічний клапан і патрубки сполучена з ємністю для проби води, призначеної для аналізу, і фільтром, при цьому патрубок, що сполучає екстрактор з ємністю для проби води, призначеної для аналізу, виконаний таким чином, що торкається дна ємності для проби води, призначеної для аналізу, а фільтр містить дві частини, перша з яких наповнена гідрофобним матеріалом, а друга - гідрофільним.

Винахід належить до аналітичної хімії, а саме до пристроїв для визначення вмісту нафтопродуктів в природних, промислових і стічних водах, у тому числі стічних водах різних підприємств (нафтовидобувних і нафтопереробних, автозаправних станцій і ін.).

Відомий окислювальний метод визначення нафтопродуктів у воді (див. Клеещев Н.Ф. и др. Аналитический контроль в основной химической промышленности. - М.: Химия, 1992. С. 89). За цим методом нафтопродукти з води екстрагують тетрагидрохлоридом вуглецю, випарюють розчинник, окислюють нафтопродукти дією сірчаної кислоти з подальшим вимірюванням оптичної щільності розчину при 420 нм, при цьому вміст нафтопродуктів визначають за оптичною щільністю розчину.

Недоліком такого способу є його тривалість і мала точність, а також токсичність тетрагидрохлориду вуглецю.

Відомий пристрій для визначення вмісту нафтопродуктів у воді, що містить камеру для води з трубопровідною комунікацією і вимірювальні датчики, фільтр-сепаратор, сполучений з камерою для води, електроклапани, блок обробки сигналу, пристрій, що постійно запам'ятовує, виконавчі механізми управління дозатором і електроклапанами, два генератори, причому датчики розміщені в камері для води і у випарнику, що термостатує, і виконані відповідно у вигляді двох вертикальних розташованих голчастих електродів, один з яких сполучений з генератором, а інший - з вимірником сигналу, сполученим з блоком обробки даних, і

(13) C2

(11) 97077

(19) UA

два кварцові резонатори, сполучені з другим генератором, сполученим через другого вимірника сигналу з пристроєм, який постійно запам'ятовує, сполученим з входом блоку порівняння, з яким також поєднаний блок обробки даних, причому на поверхню кварцових резонаторів нанесений сорбент для вибіркового поглинання нафтопродуктів, а голчані електроди розміщені на плаваючій платформі з постійним рівнем занурення (RU №2022244, МПК G01N 15/06, опубл. 30.10.1994).

Вказаний пристрій має такі недоліки - складний у виготовленні і експлуатації.

Відомий пристрій для визначення вмісту нафтопродуктів у воді, що містить джерело випромінювання з оптичною схемою фокусування, ємність для аналізу і оптико-електронну схему обробки вихідного сигналу. Джерело випромінювання виконане у вигляді неодимового лазера на основі алюміній-ітрієвого граната, вихід випромінювання якого оптично зв'язаний з подвійником частоти. Ємність для аналізу виконана у вигляді ділянки трубопроводу, корпус якого забезпечений двома оптично прозорими і розташованими один напроти одного вікнами, а оптоелектронна схема обробки виконана у вигляді спектроаналізатора, виходи якого сполучені за допомогою волоконно-оптичних світлопроводів, принаймні з двома фотоприймачами пристроями, які електрично сполучені з пристроями обробки сигналу і обчислювальною машиною, при цьому спектроаналізатор містить увігнуті дифракційні ґрати, оптично зв'язані за допомогою двох плоских дзеркал з входом і виходами спектроаналізатора у вигляді щілин, розташованих в площині спектра випромінювання. Переміщення рідини в ємність для аналізу здійснюється безперервним потоком, просвічування її проводиться монохроматичним когерентним джерелом випромінювання в діапазоні довжини хвиль від 0,2 до 1,1 мкм, забезпечується фокусування випромінювання в центральній частині ємності для аналізу з енергетичною опромінюваністю від  $10^{10}$  до  $10^{14}$  Вт/м<sup>2</sup>. Визначення кількості нафтопродуктів у воді здійснюється за сумарною інтенсивністю спектрів вимушеного комбінаційного розсіювання ряду характерних довжин хвиль функціональних груп нафтопродуктів (RU №2083971, МПК G 01N 21/85, опубл. 10.07.1997).

Проте такий пристрій складний у виготовленні, вимагає наявності неодимового лазера на основі алюміній-ітрієвого граната, через це є дорогим у виготовленні.

Цей пристрій вибраний як найближчий аналог.

Найближчий аналог і пристрій, що заявляється, мають такі спільні ознаки:

- ємність для проби води, що аналізують,
- джерело випромінювання,
- блок обробки даних.

В основу винаходу поставлено задачу створення простого, економічного і зручного при експлуатації пристрою для експрес-визначення вмісту нафтопродуктів у пробі рідини, наприклад, воді.

Поставлена задача вирішена в пристрої для визначення вмісту нафтопродуктів у воді, що містить ємність для проби води, що аналізують, джерело випромінювання, блок обробки даних, при

чому пристрій додатково містить кварцову кювету, екстрактор, забезпечений мішалкою з герметичною муфтою і двигуном, фільтром з датчиками електричної провідності, двома ємностями: першою - для органічного розчинника, виконаною з отвором і обладнаною герметичною кришкою і вугільним фільтром, і другою - для чистої води, при цьому кварцова кювета забезпечена монохроматичним джерелом УФ випромінювання з довжиною хвилі 253.7 нм і сонячно-сліпим приймачем УФ випромінювання, чутливим на ділянці 253.7 нм, а також оптичними датчиками. Пристрій виконаний герметичним, забезпечений патрубками для подачі і відведення рідини, гідравлічними клапанами, цифровим дисплеєм і блоком живлення, при цьому кварцова кювета забезпечена гідравлічним клапаном, сполучена через фільтр з екстрактором і далі з ємністю для проби води, що аналізують, також кварцова кювета через гідравлічний клапан і патрубок сполучена з ємністю для органічного розчинника, а ємність для чистої води через гідравлічний клапан і патрубки сполучена з ємністю для проби води, що аналізують і фільтром, при цьому патрубок, що сполучає екстрактор з ємністю для проби води, що аналізують, виконаний таким чином, що торкається дна ємності для проби води, що аналізують, а фільтр складається з двох частин, перша з яких наповнена гідрофобним матеріалом, а друга - гідрофільним.

Новим у винаході є те, що пристрій додатково містить кварцову кювету, екстрактор, забезпечений мішалкою з герметичною муфтою і двигуном, фільтром з датчиками електричної провідності, двома ємностями: першою - для органічного розчинника, виконаною з отвором і обладнаною герметичною кришкою і вугільним фільтром, і другою - для чистої води, при цьому кварцова кювета забезпечена монохроматичним джерелом УФ випромінювання з довжиною хвилі 253.7 нм і сонячно-сліпим приймачем УФ випромінювання, чутливим на ділянці 253.7 нм, а також оптичними датчиками, пристрій виконаний герметичним, забезпечений патрубками для подачі і відведення рідини, гідравлічними клапанами, цифровим дисплеєм і блоком живлення, при цьому кварцова кювета забезпечена гідравлічним клапаном, сполучена через фільтр з екстрактором і далі з ємністю для проби води, що аналізують, також кварцова кювета через гідравлічний клапан і патрубок сполучена з ємністю для органічного розчинника, а ємність для чистої води через гідравлічний клапан і патрубки сполучена з ємністю для проби води, що аналізують і фільтром, при цьому патрубок, що сполучає екстрактор з ємністю для проби води, що аналізують, виконаний таким чином, що торкається дна ємності для проби води, що аналізують, а фільтр складається з двох частин, перша з яких наповнена гідрофобним матеріалом, а друга - гідрофільним.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються, і технічним результатом, який досягається за допомогою пристрою, що заявляється, полягає в такому: використання пристрою, що містить сполучені між собою елементи, виконані заявленим чином, дозволяють створити

простий у виконанні, простий і зручний в експлуатації пристрій для експрес-визначення вмісту нафтопродуктів у воді.

Суть винаходу пояснюється кресленням.

На крес. наведена схема пристрою для визначення нафтопродуктів у воді. Пристрій містить:

- 1 - кварцова кювета;
- 2 - джерело УФ випромінювання;
- 3 - гідравлічний клапан;
- 4 - датчик провідності;
- 5 - фільтр, що складається з двох частин, перша з яких наповнена гідрофобним матеріалом, а друга - гідрофільним;
- 6 - мішалка;
- 7 - двигун мішалки;
- 8 - герметична муфта;
- 9 - екстрактор;
- 10 - повітряний насос;
- 11 - оптичний датчик;
- 12 - приймач УФ випромінювання - фотоелемент;
- 13 - оптичний датчик;
- 14 - гідравлічний клапан;
- 15 - патрубок для рідини;
- 16 - кришка ємності з розчинником;
- 17 - ємність для органічного розчинника;
- 18 - вугільний фільтр;
- 19 - гідравлічний клапан;
- 20 - ємність для чистої води;
- 21 - гідравлічний клапан;
- 22 - патрубок для підведення чистої води;
- 23 - патрубок з'єднання екстрактора з ємністю для проби води;
- 24 - ємність для проби води, що аналізують;
- 25 - цифровий дисплей;
- 26 - мікропроцесор;
- 27 - блок живлення;
- 28 - оптичний датчик.

Пристрій для визначення вмісту нафтопродуктів у воді працює так.

Ємність у вигляді круглодонної колби заповнюють пробую води, (наприклад стічною водою) на 70 % від об'єму екстрактора і встановлюють в пристрій таким чином, як це показано на крес. При цьому гнучкий патрубок торкається дна круглодонної колби. Далі мікропроцесор відкриває і закриває необхідні гідравлічні клапани, включається повітряний насос в режим розрядки і засмоктується органічний розчинник гексан або гептан через патрубок в кварцову кювету до спрацювання оптичного датчика. Після спрацювання оптичного датчика гідравлічний клапан, розташований між ємністю для органічного розчинника і кварцовою кюветою, закривається, а гідравлічний клапан, що знаходиться біля фільтра, відкривається, і повітряний насос встановлюється в режим нагнітання. Порція розчинника гексану, або гептану прямує через фільтр в екстрактор і далі патрубок в ємність для проби води, що аналізують. Процес дозування порції розчинника повторюється. Потім мікропроцесор відкриває гідравлічний клапан, що знаходиться біля фільтра, закриває гідравлічний клапан, що веде до ємності для органічного розчинника, включає повітряний насос в режим розрядки і засмоктує пробу води, що аналізують, і

дозований раніше розчинник гексан або гептан в екстрактор. Після спрацювання оптичного датчика, що свідчить про те, що забір проби води, що аналізують, повністю припинився, гідравлічні клапана, розташовані біля фільтра і ємності для органічного розчинника, закривають, і включається двигун, який через герметичну муфту обертає мішалку, розташовану в екстракторі. Проба води змішується з органічним розчинником за допомогою мішалки, причому розчинені у воді нафтопродукти екстрагуються розчинником.

Після вимкнення двигуна і завершення екстракції органічний розчинник спливає на поверхні зразка води в екстракторі. Потім відкривається гідравлічний клапан, розташований між ємністю для органічного розчинника і ємністю для проби води, і в останню наливається порція води, вільна від домішок нафтопродуктів, з ємності для чистої води, у кількості, яка рівна за об'ємом 40 % об'єму екстрактора. Далі відкривається гідравлічний клапан, розташований біля ємності з органічним розчинником, включається повітряний насос і в кварцову кювету набирається чистий розчинник (гексан або гептан) з ємності, де він зберігається. Потім включається джерело УФ випромінювання і реєструється фотострум фотоелементом (приймачем УФ випромінювання), який пропорційний екстинції контрольної проби в кварцовій кюветі. По завершенню виміру розчинник (гексан або гептан) повертається в ємність для зберігання через відповідний гідравлічний клапан, який по завершенню зливу розчинника закривається. Через певний період часу мікропроцесор відкриває гідравлічний клапан, розташований поряд з кварцовою кюветою, включає повітряний насос в режим розрядки і піднімає воду з екстрактора у напрямку до фільтра, який розділений на дві частини, перша з яких наповнена гідрофобним матеріалом, а друга - гідрофільним. Проходячи крізь фільтр, суміш розчинник-вода розділяється, розчинник рухається в кварцову кювету, а водна фаза залишається у фільтрі, який промивається свіжою водою з ємності для чистої води при відкритті відповідного гідравлічного клапана. Сигналом для відкриття гідравлічного клапана є спрацювання датчика провідності. З огляду на те, що органічний розчинник є значно легшим за воду, він першим проникає в кварцову кювету. Після спрацювання оптичного датчика повітряний насос вимикається, гідравлічний клапан, що розташований поряд з кварцовою кюветою, закривається і проводиться вимір екстинції розчинника, що містить екстраговані нафтопродукти. Якщо екстинція дуже висока, мікропроцесор проводить розбавлення проби чистим розчинником з відповідної ємності, використовуючи оптичний датчик. На основі даних про початкову екстинцію розчинника і екстинцію розчинника, що містить екстраговані нафтопродукти, а також вбудованої в програму таблиці відповідності, мікропроцесор розраховує концентрацію нафтопродуктів в пробі води, яку аналізують. Отримане значення концентрації виводиться на цифровий дисплей пристрою. Після завершення виміру, порція органічного розчинника зливається назад в ємність для його зберігання. Далі повітряний насос

включається в режим нагнітання, гідравлічний клапан відкривається і рідина, яку аналізують, з фільтру і екстрактора зливається в ємність для проби води. Вимір закінчений і пристрій для визначення вмісту нафтопродуктів у пробі води після 2-3 порожніх циклів промивання - готовий до проведення нових вимірювань. У проміжках між вимірами нафтопродукти, що потрапили в ємність для органічного розчинника, сорбуються пасивним вугільним фільтром. Ємність для органічного розчинника забезпечена отвором, через який додається органічний розчинник. При роботі пристрою отвір закритий кришкою.

Ємність для проби води, що аналізують, встановлена у вигляді круглодонної скляної колби 24. Ємність 24 заповнюють пробую води на 70 % об'єму екстрактора 9. Ємність 24 встановлюється в пристрій так, як це показано на крес. При цьому гнучкий патрубок 23 торкається дна ємності 24. Далі мікропроцесор 26, який управляє електронними ключами блоку живлення 27, відкриває і закриває гідравлічні клапани 3, 14, 19, 21, двигуни мішалки 6 і повітряного насоса 10, відкриває гідравлічний клапан 14, закривається гідравлічний клапан 3, вмикається повітряний насос 10 в режим розрядки і органічний розчинник (гексан або гептан) через патрубок 15 засмоктується в кварцову кювету 1 до спрацьовування оптичного датчика 11. Після спрацьовування оптичного датчика 11, гідравлічний клапан 14 закривається, гідравлічний клапан 3 відкривається, повітряний насос 10 встановлюється в режим нагнітання і порція розчинника (гексану або гептану) прямує через фільтр 5 в екстрактор 9, і далі через патрубок 23 в ємність 24. Процес дозування порції розчинника повторюється. Потім мікропроцесор 26 відкриває гідравлічний клапан 3, закриває гідравлічний клапан 14, включає повітряний насос 10 в режим розрядки і засмоктує пробу води, що аналізують, та дозований раніше розчинник (гексан або гептан) - в екстрактор 9. Після спрацьовування оптичного датчика 28, що свідчить про те, що забір проби води, що аналізують, повністю припинився, гідравлічні клапани 3 і 14 закривають і включається двигун 7, який через герметичну муфту 8 обертає мішалку 6, яка розташована в екстракторі 9. Проба води, що аналізують, змішується з органічним розчинником завдяки руху мішалки 6, при цьому розчинені у воді нафтопродукти екстрагуються розчинником. Після вимкнення двигуна 7 і завершення екстракції, органічний розчинник спливає на поверхні проби води в екстракторі 9. Потім відкривається гідравлічний клапан 21 і в ємність 24 наливається порція води, вільної від домішок нафтопродуктів, з ємності 20, у кількості, яка рівна за об'ємом 40 % об'єму екстрактора 9. Далі відкривається гідравлічний клапан 14, вмикається повітряний насос 10 і кварцова кювета 1 заповнюється чистим розчинником (гексаном або гептаном) з ємності 17. Потім вмикається джерело УФ випромінювання 2 і реєструється фотострум за допомогою фотоелемента 12 (приймача УФ випромінювання), який пропорційний екстинції контрольної проби в кварцовій кюветі 1. Після завершення виміру розчинник (гексан або гептан) повертається в ємність 17 через гідравліч-

ний клапан 14, який по завершенню зливу розчинника закривається. Через певний період часу мікропроцесор відкриває гідравлічний клапан 3, включає повітряний насос 10 в режим розрядки і піднімає воду з екстрактора 9 у напрямку до фільтра 5, який розділений на дві частини, перша з яких наповнена гідрофобним матеріалом, а друга - гідрофільним. Проходячи крізь фільтр 5, суміш розчинник-вода розділяється, розчинник рухається в кварцову кювету 1, а водна фаза залишається у фільтрі 5, який промивається свіжою водою з ємності 20 при відкритті гідравлічного клапана 19. Сигналом для відкриття гідравлічного клапана 19 є спрацьовування датчика провідності 4. З огляду на те, що органічний розчинник є значно легшим за воду, він першим проникає в кварцову кювету 4. Після спрацьовування оптичного датчика 11 повітряний насос 10 вмикається, гідравлічний клапан 3 закривається і проводиться вимір екстинції розчинника, що містить екстраговані нафтопродукти. Якщо екстинція дуже висока, мікропроцесор проводить розбавлення проби чистим розчинником з ємності 17, використовуючи оптичні датчики 11 і 13. На основі даних про початкову екстинцію розчинника і екстинцію розчинника, що містить екстраговані нафтопродукти, коефіцієнта розбавлення, а також вбудованої в програму таблиці відповідності, мікропроцесор розраховує концентрацію нафтопродуктів у пробі води, що аналізують. Отримане значення концентрації виводиться на цифровий дисплей 25 пристрою. Після завершення виміру, порція органічного розчинника зливається назад в ємність 17, якщо вміст виміряних нафтопродуктів вищий за певний поріг, розчинник зливається назад в ємність 24 і далі може бути відокремлений і регенований ручним методом. Далі повітряний насос 10 вмикається в режим нагнітання, гідравлічний клапан 3 відкривається і проба води, яку аналізують, з фільтра 5 і екстрактора 9 зливається в ємність 24. Вимір закінчений і пристрій промивають розчинником. Для цього здійснюють 2-3 холостих цикли виміру з метою промивання патрубків, гідравлічних клапанів, фільтру, кварцової кювети і зливають розчинник, використаний для промивання в ємність 24, пристрій готовий до проведення нових вимірів. У проміжках між вимірами нафтопродукти, що потрапили в ємність 17, сорбуються пасивним вугільним фільтром 18. Витрата органічного розчинника заповнюється через отвір, що обладнаний кришкою 16.

Приклад.

Здійснювали вимір концентрації нафтопродуктів у пробі стічної води зливової каналізації Одеської ТЕЦ.

Пробу води енергійно збовтали перед тим, як налити в ємність 24, для того щоб змити зі стінок нафтопродукти, які сорбувалися в процесі транспортування від місця забору проби до місця знаходження пристрою. У ємність 24 відібрали пробу води до мітки (150 мл). Провели вимір проби води згідно з наведеним вище. Виміри повторили тричі, кожного разу енергійно перемішуючи пробу води перед наповненням ємності 24. Отримані дані наведені у таблиці 1.

Таблиця 1

№ п/п	Концентрація нафтопродуктів, міліграм/л	Відхилення від Рср., % = $100 \% * (C - c_{ср}) / C_{ср}$
1	1,068-0,004=1,064	1,24
2	1,047-0,004=1,043	-0,76
3	1,051-0,004=1,047	0,38
Середнє значення концентрації нафтопродуктів Рср.	1,051	

Таким чином була визначена концентрація нафтопродуктів у пробі стічної води, яка склала 1,051 міліграм/л.

Порівняння результатів виміру концентрації нафтопродуктів у пробі води в пристрої, що заявляється, з визначенням концентрації нафтопродуктів ваговим методом.

Для визначення концентрації нафтопродуктів в пробі води ваговим методом екстрагували нафтопродукти при струшуванні 1 л проби води з 50 мл гексану в ділительній лійці протягом 3 хв. Отриманий екстракт очищали від домішок рослинних і тварин-

них жирів, а також мийних засобів, пропускаючи їх через хроматографічну колонку, заповнену безводним оксидом алюмінію для хроматографії. Колонка має такі параметри: довжина 10 см, діаметр 1 см. Потім хроматографічну колонку промили 10 мл гексану. Весь екстракт зібрали в заздалегідь зважений на аналітичних вагах стакан. Гексан випарили в потоці повітря при кімнатній температурі. Зважили стакан двічі, з інтервалом в 30 хвилин, щоб переконатися, що весь гексан випарований (див. Таб. 2).

Таблиця 2

Вага чистого стакана, г	23,0186
Вага стакана після випаровування гексанового екстракту, г	23,0198
Вага нафтопродуктів, М, г	0,0012
Концентрація нафтопродуктів у пробі води, міліграм/л = $M * 1000$	1,2

Таблиця 3

№ п/п	Концентрація нафтопродуктів, мг/л	Відхилення від Рср., % = $100 \% * (C - c_{ср}) / C_{ср}$
1	1,051	-6,62
2	1,2	6,62
Середнє значення Рср	1,1255	

Пристрій, що заявляється, є найбільш точним, зручним при використанні та дозволяє ви-

значати вміст нафтопродуктів у воді при їх концентрації від 10 мкг/л до 100 мг/л.

