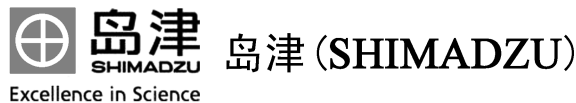


王娟娟,孙友宝,马晓玲,等.傅里叶变换红外光谱仪测试水中油含量[J].环境化学,2015,34(2):399-400



## 傅里叶变换红外光谱仪测试水中油含量

王娟娟\* 孙友宝 马晓玲 黄涛宏

(岛津企业管理(中国)有限公司,上海,200052)

**摘 要** 本文参考 ASTM D-7066-04(使用红外光度法和二聚/三聚三氟氯乙烯试剂测定水中动物油脂及非极性材料含量),使用红外分光光度法对水中油进行了含量测定,实验结果表明,方法简单,操作方便,在  $0-0.5\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  范围内曲线线性良好,  $r=0.9983$ ,回收率在范围为 69%—111%.

**关键词** 傅里叶变换红外光谱仪,水质,油,S-316.

随着工业的发展,油类物质对江河湖海的污染一直是重要的水污染源.石油化工、运输、轻工等工业企业,以及日常生活均可造成水体的油污染.油类物质漂浮于水体表面,将影响空气与水体界面氧的交换;分散于水中以及吸附于悬浮微粒上或以乳化状态存在于水中的油,被微生物氧化分解,将消耗水中的溶解氧,使水质恶化<sup>[1]</sup>.矿物油是由烷烃、环烷烃及芳香烃组成的混合物.红外光谱法是油测定中既可以定性又可以定量的唯一方法<sup>[2]</sup>.

目前,我国水中油的测定方法以四氯化碳萃取加红外分光光度法为主.四氯化碳的使用对臭氧层形成极大破坏,且对人体有一定毒害,世界各国已先后禁止使用四氯化碳<sup>[3]</sup>.我国已于 2003 年禁止以四氯化碳作为清洗剂和干洗剂,但在水中油分析检测中,现行标准方法《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》(HJ637—2012)使用四氯化碳作为萃取剂,因此四氯化碳仍被使用.环保部计划修订现行水中油测定国家标准,使用环保试剂代替四氯化碳使用.

本文参考 ASTM-D 7066-04,使用环保试剂 dimer/trimer of chlorotrifluoroethylene(二聚/三聚的三氟氯乙烯,S-316)代替四氯化碳萃取,建立了使用红外分光光度法测定水中油含量的分析方法<sup>[4]</sup>.

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器及试剂

岛津 IRAffinity-1,1 cm 石英比色皿,IRSolution 软件.无水硫酸钠和无水硅胶分别在 200—250 °C 下加热 24 h,冷却后移入磨口玻璃瓶中,置于干燥器内保存.使用时,称取适量的无水硫酸钠或无水硅胶于磨口玻璃瓶中待用.

#### 1.2 实验条件

波数范围 :2700—3200  $\text{cm}^{-1}$ ;分辨率 :4  $\text{cm}^{-1}$ ;扫描次数 :20;切趾函数 :Happ-Genzel;定量波数 :2930  $\text{cm}^{-1}$

#### 1.3 标准溶液配制

标准贮备液( $\rho=100\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ):量取 0.55 mL 辛酸和 0.72 mL 异辛烷到 10 mL 容量瓶中,使用 S-316 试剂定容至标线,摇匀.稀释贮备液( $\rho=5\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ):量取 2.5 mL 标准贮备液到 50 mL 容量瓶中,使用 S-316 试剂定容至标线,摇匀.

标准曲线溶液( $\rho=0.50,0.25,0.10,0.05,0.045,0.025\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ):量取 1.00、0.50、0.20、0.10、0.09、0.05 mL 稀释贮备液到 10 mL 容量瓶中,使用 S-316 试剂定容至标线,摇匀.

#### 1.4 标准曲线绘制

使用 1 cm 光程长的石英比色皿分别测试上述标准溶液,每测试一个标准溶液,需要把比色皿洗净,晾干,再测试下一个标准溶液.然后使用 2930  $\text{cm}^{-1}$  波数处吸收强度作为定量依据,软件自动生成标准曲线.

#### 1.5 样品的测定

将 250 mL 水样转移至分液漏斗中,量取 15 mL S-316 试剂,萃取,振荡 3 min,并经常开启旋塞排气,静置分层后,重复 3 次,将下层有机相转移至已加入无水硫酸钠的具塞磨口锥形瓶中,摇动数次,静置 15 min,无水硫酸钠无结块现,过滤转移到 50 mL 容量瓶,定容.

将萃取液分为两份,一份直接用于测定总油.另一份加入无水硅胶,振荡,静置沉淀后,上清液过滤至具塞磨口锥形

\* 通讯联系人,Tel:021-22013888;E-mail:wjj\_wangjuan@163.com

瓶中,用于测定非极性物质.

1.6 加标回收实验

分别添加浓度 0.2 mg·mL<sup>-1</sup>和 0.5 mg·mL<sup>-1</sup>的标样,按照“1.5 节”进行萃取操作,测试水中总油含量,计算回收率.

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

图 1 为各浓度下标准样品色谱图,图 2 为标准曲线.结果表明,该方法在 0—0.5 mg·mL<sup>-1</sup>范围内线性相关良好,标准曲线方程为: $y=2.258\times10^{-1}+1.096x$ , $y$  为吸光度, $x$  为浓度.线性相关系数  $r=0.9983$ .

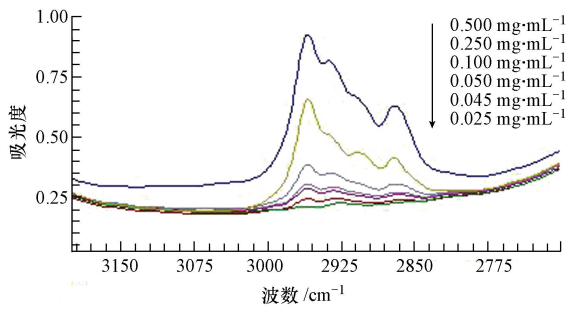


图 1 不同浓度标样重叠图

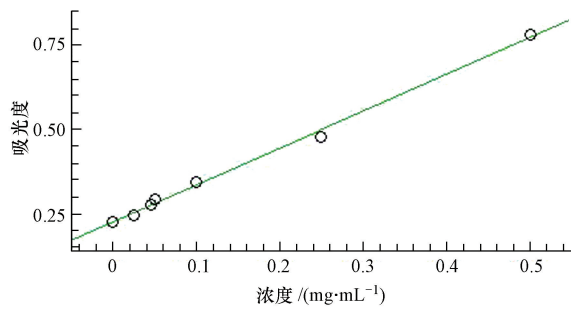


图 2 标准曲线

2.2 方法检出限

测试空白试剂 10 次,求出 SD 值为 0.0056,根据检出限=3SD/斜率,计算得到方法检出限为 0.0153 mg·mL<sup>-1</sup>.

2.3 方法添加回收率和精密度

加标浓度为 0.2 mg·mL<sup>-1</sup>标样测试浓度为 0.222 mg·mL<sup>-1</sup>,加标浓度为 0.5 mg·mL<sup>-1</sup>标样测试浓度为 0.345 mg·mL<sup>-1</sup>.计算回收率范围为 69%—111%.浓度为 0.25 mg·mL<sup>-1</sup>的标样,连续测试 6 次,计其精密度 RSD% 为 4.4%.

2.4 实际样品测定

检测本实验室自来水中油含量,结果发现该水样中未检出油.

3 结论

使用红外光谱法测定水中的油类物质,可以避免样品中特性基团的化合物的相对含量发生变化而引起测定的误差,使用环保试剂 S-316 代替四氯化碳,既满足环境检测的要求,还符合环保理念,是测定水中油类物质的理想分析方法.

参 考 文 献

[ 1 ] 乌成祥,窦筱艳.红外分光光度法测定水中石油类时应注意的几个关键技术问题[J].青海环境,2008,18(1):39-41  
[ 2 ] 陈胜昌. 红外光度法测定水中油的影响因素及其消除方法[J].环境科学与管理,2007,32(2):42-44  
[ 3 ] 黄钟霆,彭锐,于磊. 红外分光光度法测定水体中石油类及萃取剂的选择[J].光谱实验室,2010,27(2):655-657  
[ 4 ] ASTM D-7066-04. Standard Test Method for dimer/trimer of chlorotrifluoroethylene (S-316) recoverable oil and grease and nonpolar material by infrared determination[S].