

# 红外分光光度法测定石油类中四氯化碳快速精制方法

王峰, 赵文耀, 周裕红

(长江水利委员会汉江水环境监测中心, 湖北 丹江口 442700)

中图分类号: X 830

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2006)03-0045-02

用红外分光光度法测定样品中石油类时, 四氯化碳 (CCl<sub>4</sub>) 的纯度对测定结果有影响, 必须先提纯 CCl<sub>4</sub>, 使其纯度满足方法要求。常用的提纯方法有吸附法、水浴蒸馏法、混合精制法和酸化法, 但这些提纯方法成本高, 效率低, 甚至在提纯过程中还会引入其他杂质, 先蒸馏 CCl<sub>4</sub>, 再将蒸馏后的 CCl<sub>4</sub> 利用活性炭吸附, 是精制 CCl<sub>4</sub> 的好方法。

## 1 试验

### 1.1 主要试剂与仪器

CCl<sub>4</sub> (AR); 活性炭 (AR)。45 cm × 5 cm 色层分析柱; 98-1-C 型数字控温电热套; JDS-106 型红外分光测油仪。

### 1.2 试验内容

#### 1.2.1 CCl<sub>4</sub> 蒸馏

先将约 2 000 mL 的 CCl<sub>4</sub> 倒入蒸馏瓶中, 放入几粒沸石, 再将数字控温电热套的控温设置为 81 °C (该试验所用沸点是 77 °C 左右, 视当地气压及 CCl<sub>4</sub> 质量决定), 然后接通电源。当温度达 74 °C 时, 冷凝管中开始有 CCl<sub>4</sub> 析出, 此后随着温度的继续升高, CCl<sub>4</sub> 的精制速度会加快, 当温度达 77 °C 时, 蒸馏瓶中 CCl<sub>4</sub> 开始沸腾, 至此一直稳定在 77 °C ~ 81 °C 之间 (由于蒸馏瓶中的 CCl<sub>4</sub> 杂质成分随着蒸馏过程一直在改变, 所以在蒸馏过程中, 特别是在蒸馏后期, CCl<sub>4</sub> 的沸点一直在升高)。约 45 min 后, 蒸馏瓶中的 CCl<sub>4</sub> 大约剩余 200 mL, 此时关掉电源, 停止加热。预留约 100 mL 的 CCl<sub>4</sub> 待测, 然后将剩余的 CCl<sub>4</sub> 再次倒入蒸馏瓶进行二次蒸馏。此次蒸馏时, 要使蒸馏瓶中的温度一直保持在 77 °C 以下, 并在蒸馏瓶中 CCl<sub>4</sub> 剩余量 > 500 mL 时停止加热, 待冷凝管中无 CCl<sub>4</sub> 析出时, 将 CCl<sub>4</sub> 取出分装至两个预先准备好的 1 000 mL 棕色瓶中, 1 份待测, 另 1 份 (装满) 继续以下操作。

#### 1.2.2 活性炭吸附

(1) 活性炭用  $\Phi = 200 \text{ mm}$ ,  $D = 2 \text{ mm}$  的筛子筛分, 再将经过筛分的活性炭倒入色层分析柱中;

(2) 将经过蒸馏的 CCl<sub>4</sub> 倒入色层分析柱吸附, 约 30 min 后, 放出 CCl<sub>4</sub> (若需更纯的 CCl<sub>4</sub>, 可适当延长吸附时间), 继续将剩余 CCl<sub>4</sub> 倒入色层分析柱吸附, 如此反复操作, 直至蒸馏好的 CCl<sub>4</sub> 全部吸附完。

#### 1.2.3 测定

(1) 对比测定。先用合格的 CCl<sub>4</sub> 建立平台, 并在此平台下, 对经过 1 次、2 次蒸馏和活性炭吸附的 CCl<sub>4</sub> 分别进行窄范围 (3.28  $\mu\text{m}$  ~ 3.44  $\mu\text{m}$ ) 和宽范围 (3.2  $\mu\text{m}$  ~ 3.55  $\mu\text{m}$ ) 测量。

(2) 直接测定。将以上 3 种 CCl<sub>4</sub> 在波长 3.2  $\mu\text{m}$  ~ 3.55  $\mu\text{m}$  之间扫描, 建立平台。从得到的曲线走向和形状可以看出, 1 次蒸馏与 2 次蒸馏的平台曲线很相近, 虽然 1 次蒸馏的曲线略显粗糙, 但经过吸附的 CCl<sub>4</sub> 已基本达到要求。

#### 1.2.4 对比试验

利用吸附法纯化同一批次的 CCl<sub>4</sub>。将 CCl<sub>4</sub> 倒入一装满活性炭的色层分析柱吸附, 30 min 后, 放出约 50 mL 的 CCl<sub>4</sub> 待测, 2 h 后, 再放出约 50 mL 的 CCl<sub>4</sub> 待测, 6 h 后, 将剩余的 CCl<sub>4</sub> 全部放出。

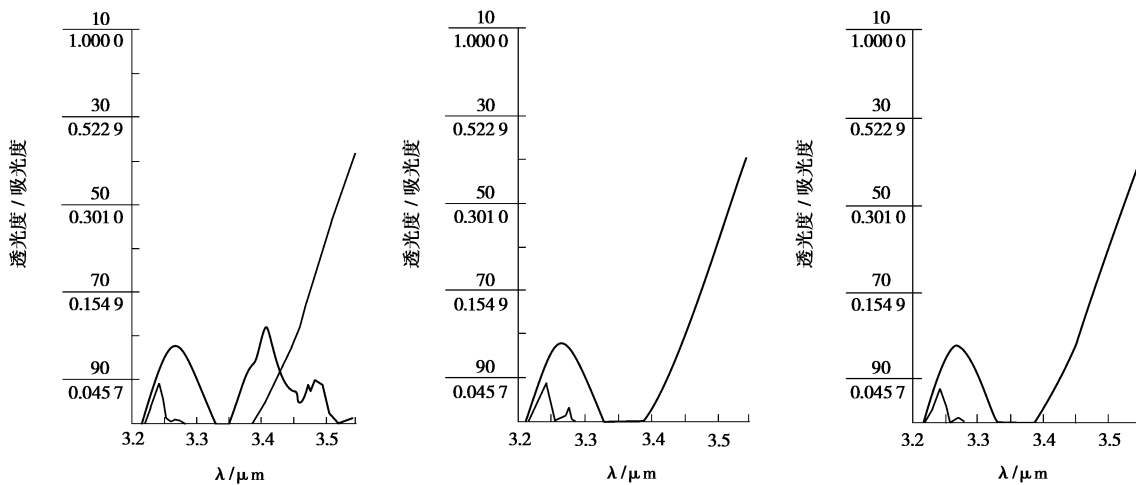
## 2 分析与讨论

在同一平台下, 经过蒸馏与未经过蒸馏的 CCl<sub>4</sub> 宽范围测量图形见图 1。

图 1(a) 可见, 未处理的 CCl<sub>4</sub> 含杂质较多, 如果将其直接用于水样萃取会污染样品, 使测定结果偏低。图 1(b) 和图 1(c) 表明, 在宽范围测量时, 经过 1 次、2 次蒸馏的 CCl<sub>4</sub> 中的含油浓度均为零, 但扫描时发现, 经过蒸馏的 CCl<sub>4</sub> 在波长 3.245  $\mu\text{m}$

收稿日期: 2005-06-17 修订日期: 2006-03-14

作者简介: 王峰 (1982-), 男, 湖北潜江人, 助理工程师, 大学, 从事水环境监测和研究工作。

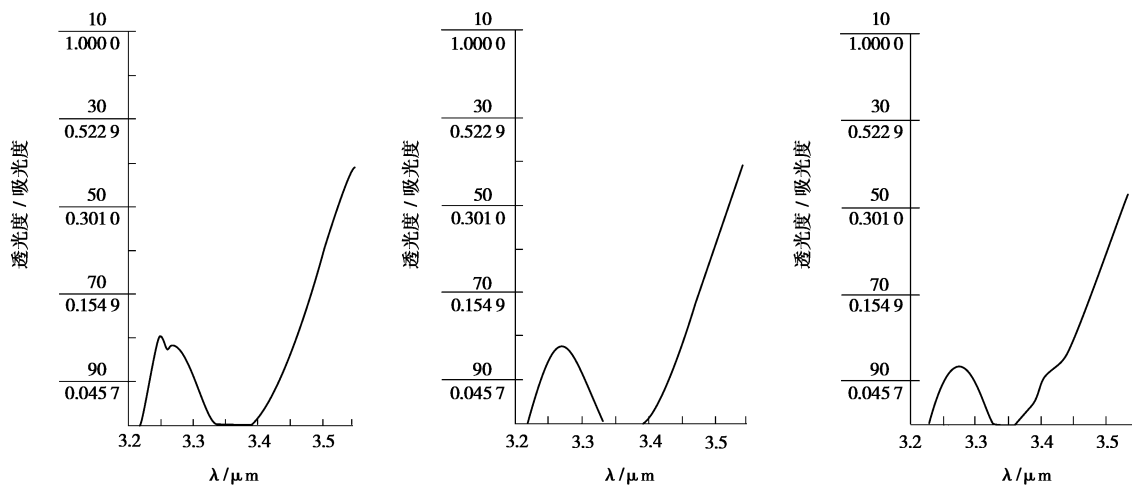


(a) 未蒸馏 (b) 1次蒸馏 (c) 2次蒸馏

图 1 经过蒸馏与未经过蒸馏的  $CCl_4$  宽范围测量图形比较

(波数为  $3\ 080\ cm^{-1}$ ) 和波长  $3\ 280\ \mu m$  (波数为  $3\ 050\ cm^{-1}$ ) 附近仍然存在相同的吸收峰, 表明经过 1 次、2 次蒸馏的  $CCl_4$  中还是含有杂质, 并且所含杂质和含量一样, 说明在  $77\ ^\circ C \sim 81\ ^\circ C$  时蒸馏出

来的物质组成相近, 与处理前的  $CCl_4$  在该波段范围扫描时的图形相近。用经过蒸馏、蒸馏 + 吸附处理的  $CCl_4$  建立平台测得的图形见图 2 其中图 2(c) 是  $CCl_4$  的标准图形 (吉林市北光分析仪器厂给出)。



(a) 蒸馏(平台) (b) 蒸馏+吸附(平台) (c) 标准图形(平台)

图 1 经过蒸馏处理的  $CCl_4$  与标准图形比较

比较图 2(a) 与图 2(c), 可以看出经过蒸馏处理的  $CCl_4$  图形比标准图形光滑, 但在波长  $3\ 245\ \mu m$  (波数为  $3\ 080\ cm^{-1}$ ) 处的锐峰, 说明蒸馏后的  $CCl_4$  还是含有杂质。图 2(a)、2(c) 表明, 经过蒸馏 + 吸附处理的  $CCl_4$  图形与标准图形基本一致。

经过不同时间吸附的  $CCl_4$  在同一平台下进行宽范围测定的结果见表 1。

### 3 结论

蒸馏方式能快速精制  $CCl_4$ , 但只能对波长在

表 1 经过不同时间吸附的  $CCl_4$  中石油类浓度

吸附时间 $t/h$	未吸附	0.5	2	6
测定值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	7 004.8	0.9004	0.1604	0

$3\ 28\ \mu m \sim 3\ 44\ \mu m$  范围内的杂质具有较好的去除效果, 对其他波长范围内的杂质作用不大, 用活性炭吸附能弥补单纯蒸馏的不足, 能高效去除这些波长范围内的杂质。在蒸馏时, 温度控制在  $77\ ^\circ C \sim 81\ ^\circ C$  之间得到的馏分基本上一样, 故蒸馏时只要保证温度不超过  $81\ ^\circ C$  即可。