

石油类测定质量自控方法探讨

鱼军 姚坚

(苏州高新区环境保护局 江苏 苏州 215000)

摘要:探讨了水中石油类测定中自控标准样品的配制方法,按1:1:1的比例配制正十六烷、姥鲛烷和甲苯混合标准溶液,对国家标准样品的测定值在保证值范围内。配制的20.0 mg/L和1.00 mg/L高、低两种质量浓度的混合标准溶液,连续7 d随水样同时测定的相对误差 $\leq 7.0\%$,RSD在1.3%~6.7%范围。

关键词:石油类;红外分光光度法;自控标准样品;水质

中图分类号:O657.33

文献标识码:B

文章编号:1006-2009(2012)04-0056-02

Discussion on Quality Self-control Method for Petroleum Determination

YU Jun, YAO Jian

(Suzhou High-tech Zone Environmental Protection Agency, Suzhou, Jiangsu 215000, China)

Abstract: A method for self-control standard sample was discussed to determine petroleum in water. The petroleum standard solution was made from hexadecane, pristane and toluene (1:1:1). The obtained result agreed with the certified value when the standard solution was used to determine national standard samples. Two mixed samples prepared by the petroleum standard solution, which concentrations were 20.0 mg/L and 1.00 mg/L separately, were determined for seven consecutive days with water samples to show that relative error of test values $\leq 7.0\%$ and RSD ranged from 1.3% to 6.7%.

Key words: Petroleum; Infrared spectrophotometry; Self-control standard sample; Water quality

随着我国经济发展,水质污染已经从单一污染转变为以重金属和有机污染为主,以石油类为代表的有机污染呈现出逐步加重的态势。测定水中石油类文献报道的方法有重量法、荧光法、紫外分光光度法、红外光谱法、非分散红外光谱法、气相色谱法等^[1-6]。不同方法测定结果之间的可比性较差,原因主要在于采用的标准物质不同。全国大部分环境监测站都采用国家标准方法红外分光光度法,红外测油仪多以国标法配制混合标准物质进行校准,直接测定水中四氯化碳萃取物中石油类的含量。由于石油类采样的不可复现性,无法用传统的平行样、加标回收率来评价质量控制效果,在测定中通常用自控标准样品随同水样一起测定,以保证每批样品测定的准确性。今探讨实用的自控标准物质的配制方法,应用效果较好。

1 主要仪器与试剂

OIL 400 系列红外分光测油仪,北京华夏科创仪器技术有限公司。四氯化碳(GR);正十六烷;异辛烷;苯;硅镁吸附剂;无水硫酸钠;氯化钠。

2 自控标准样品优选

国标方法延续了常用的标准混合物质的配制方法,选择正十六烷、姥鲛烷、甲苯、异辛烷、苯等物质按照一定比例混合配制成标准物质,配制比例与校正系数和最终测定结果相关性较强。由于现今使用的测油仪基本已经按照国标方法进行了内置校准和修正,该试验延续采用正十六烷、姥鲛烷和甲苯3种物质作为自控样的配制基础,探讨了有别于国标的配制比例对测定准确度的影响,并用国家

收稿日期:2012-01-05;修订日期:2012-06-25

作者简介:鱼军(1964—),男,浙江绍兴人,工程师,本科,从事环境管理工作。

有证标准物质进行验证, 试图筛选一种配制简单、使用方便、控制效果好的自控标准样品。

试验配制不同比例的正十六烷、姥鲛烷和甲苯混合标准溶液, 与国家标准物质研究中心按 5:3:1 比例配制的 100 mg/L 标准溶液作比较, 结果见表 1。由表 1 可见, 测定结果差异性不大, 准确度在 95% ~ 101% 之间, 能满足实际样品的测定要求。因此, 该试验选择最方便的 1:1:1 的比例配制样品测定中的自控样。

表 1 不同比例混合物对标准溶液的测定结果
Table 1 Results of different proportion of the mixture used to test standard solution

配制比例	1:5:3	5:2:3	2:4:2	1:1:1	2:5:5
测定值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	101	99	97	96	95

表 2 混合标准溶液连续 7 d 的测定结果

Table 2 Test results of mixed standard solution for seven consecutive days

测定时间	标液质量浓度 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	测定值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$			测定均值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	相对误差/%	RSD/%
第 1 天	20.0	18.2	19.2	19.5	19.0	5.0	3.6
	1.00	0.890	0.970	0.940	0.933	6.7	4.3
第 2 天	20.0	18.9	19.5	20.4	19.6	2.0	3.9
	1.00	0.970	1.03	0.910	0.970	3.0	6.2
第 3 天	20.0	19.8	19.1	19.2	19.4	3.0	2.0
	1.00	1.08	1.01	0.970	1.02	2.0	5.5
第 4 天	20.0	18.9	19.7	20.1	19.6	2.0	3.1
	1.00	0.920	0.970	1.05	0.980	2.0	6.7
第 5 天	20.0	19.2	20.7	20.2	20.0	0	3.8
	1.00	1.04	1.03	1.15	1.07	7.0	6.2
第 6 天	20.0	19.9	20.7	21.3	20.6	3.0	3.4
	1.00	1.11	1.05	1.02	1.06	6.0	4.3
第 7 天	20.0	20.5	20.4	20.9	20.6	3.0	1.3
	1.00	1.01	1.05	1.13	1.06	6.0	5.7

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 541 - 549.
- [2] 《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南(下册)[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1997: 422.
- [3] 环境保护部. HJ 637 - 2012 水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法[S]. 北京: 中国环境科学出版

按上述简化比例配制混合标准溶液, 测定国家标准样品 205933, 保证值 $(45.2 \pm 3.8) mg/L$, 3 次测定平均值为 45.8 mg/L, 在允许范围内, 表明该混合溶液作为自控样可以保证检测结果的准确性。

3 自控效果评价

将正十六烷、姥鲛烷和甲苯按照 1:1:1 的比例配制成 20.0 mg/L 和 1.00 mg/L 高、低两种质量浓度的混合标准溶液, 连续 7 d 随地表水和废水样品同时测定, 进行准确度检查, 结果表明, 测定值的相对误差 $\leq 7.0\%$, RSD 在 1.3% ~ 6.7% 范围。混合标准溶液连续 7 d 的测定结果见表 2。

社 2012.

- [4] 温晓丹. 地表水中石油类红外法与紫外法测定结果的比对[J]. 环境监测管理与技术, 2001, 13(5): 31 - 33.
- [5] 吕纾. 红外分光光度法测石油类、动植物油前处理的改进[J]. 环境监测管理与技术, 2004, 16(5): 39.
- [6] 汪言满. 红外分光光度法测定水中油类常见问题的探讨[J]. 广东化工, 1997, 24(3): 97 - 98.

本栏目责任编辑 姚朝英