

• 监测技术 •

活性炭吸附-紫外分光光度法测定油烟挥发组分

廖 雷, 钱公望, 何 英, 卢开聪, 黄 荣

(华南理工大学制浆造纸国家重点实验室, 广东 广州 510640)

摘 要: 建立了用活性炭作吸附剂、脱芳烃石油醚萃取、紫外分光光度法测定油烟挥发组分的方法。取家用抽油烟机内的油烟气冷凝液加热到 200 ℃ 的样品萃取液作标准油品, 在 225 nm 处测紫外吸光值, 绘制校准曲线, 相关系数在 0.986 ~ 0.999 之间。实验样品分析结果表明, 脱芳烃石油醚对样品中油烟挥发组分萃取率可达 90% 以上, 样品测定重现率达 76.7%。红外光谱分析标准油品挥发组分初步认定为烃类、卤代烃类、醇酚醚类、醛酮类、羧酸及其衍生物类、稠环杂环类和胺类等。

关键词: 活性炭吸附; 石油醚萃取; 紫外分光光度法; 油烟; 挥发物组分

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2004)02-0023-02

To Detect Volatile Component of Oil Smoke Using Activated Carbon Absorption-Ultraviolet Spectrophotometry

LIAO Lei, QIAN Gong-wang, HE Ying, LU Kai-cong, HUANG Rong

(State Key Lab of Pulp Paper Eng, South China Univ of Tech, Guangzhou, Guangdong 510640, China)

Abstract: To detect volatile component of oil smoke using activated carbon to absorb, de-aromatic hydrocarbon to extract and ultraviolet spectrophotometry to detect. To get the oil smoke condensate and to heat to 200 ℃, then to extract by de-aromatic hydrocarbon petroleum ether to get analysis sample. To detect ultraviolet absorption value in 225 nm, and to draw standard curves, the relative coefficient was between 0.986 and 0.999. The detection result indicated that the extraction rate of de-aromatic hydrocarbon petroleum ether to volatile component of oil smoke can reach more than 90%, the detection reappearing rate can reach 76.7%. By ultraviolet spectrophotometry, it can know the volatile component of oil smoke sample included hydrocarbons, halogenated hydrocarbons, alcohols, phenols, ethers, aldehydes and ketones, carboxylic acids and its derivative, condensed ring compounds, heterocyclic compounds and amines.

Key words: Activated carbon absorption; Ligroine extraction; Ultraviolet spectrophotometry; Oil smoke; Volatile components

烹饪油烟由油脂及食物本身所含脂质的热氧化分解和食物中碳水化合物、蛋白质、氨基酸等物质发生米拉德反应的产物形成。其化学成分随烹饪食物的种类、佐料、食油类型以及烹饪方式而变化。食油中的植物油有豆油、菜籽油、花生油等, 其主要成分为亚麻酸、亚油酸等不饱和脂肪; 动物油主要是猪油, 其主要成分为饱和脂肪酸甘油酯, 不但含有大量油雾气溶胶, 而且含有大量挥发有机物(VOCs)。

油烟具有一定的吸入毒性、免疫毒性和致突变性, 对人体健康存在一定危害^[1,2], 是居室空气的主要污染物之一。2000 年 9 月 30 日, 国家环境保护总局发布《关于加强餐饮业油烟污染防治监督管

收稿日期: 2003-11-04; 修订日期: 2004-02-20

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(2007709); 广东省环境保护局和高等教育厅科技研究开发项目(B 2302564)。

作者简介: 廖 雷(1968—), 男, 江西宁都人, 华南理工大学环境工程系博士研究生, 讲师, 主要从事大气污染控制与环境微生物方面的研究。

理的通知》,要求各省、自治区、直辖市环境保护局(厅),各环境保护重点城市环境保护局将油烟污染问题列入正常环境管理工作范围。目前,国家标准分析法采用铜网过滤、四氧化碳萃取、红外光谱法,主要是测定油烟油雾气溶胶浓度,而无法测定危害较大的 VOCs 污染物含量^[3,4]。经试验,采用活性炭吸附-紫外分光光度法可测定油烟挥发组分的浓度,并取得了满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

紫外分光光度计。油(家用抽油烟杯内油烟气的冷凝液);石油醚 沸程 30℃~60℃,60℃~90℃;粒状活性炭。

1.2 萃取剂

可采用正己烷和石油醚作萃取剂,但正己烷透光率达不到要求且价格高,故选用石油醚(30℃~60℃)为萃取剂。

不同油品的特征吸收峰不同,为确定测定波长,取标准油使用液 20 mL~25 mL 于 50 mL 容量瓶中用石油醚稀释至标线,以 10 mm 石英比色皿在波长 215 nm~300 nm 间扫描测定吸收光谱,于 220 nm~225 nm 得最大吸收峰。

1.3 脱芳烃石油醚

将微球硅胶和中性层析氧化铝于 150℃~160℃活化 4 h,在未完全冷却前装入内径 25 mm、高 750 mm 玻璃柱中。下层硅胶高 600 mm,上面覆盖氧化铝 50 mm,将石油醚通过此柱以脱芳烃,收集于细口瓶中,以水为参比,在 225 nm 处测定吸光值,透光率不应<80%。

2 标准油品的制备和校准曲线的绘制

2.1 标准油品的制备

选择家用抽油烟杯内的油烟气冷凝液样品加热到 200℃的萃取液作标准油品,以避免标准油品和被测样品成分不一致造成的误差。

用脱芳烃并重蒸的 30℃~60℃石油醚萃取油品,萃取液通过内铺 5 mm 无水硫酸钠(300℃烘 1 h)层的砂芯漏斗脱水、过滤。滤液置(65±1)℃水浴上蒸出石油醚,再置于(65±1)℃恒温箱内 1.5 h 赶尽残留石油醚即可,此为标准油使用液。

2.2 校准曲线绘制

准确称取标准油品 0.100 g 溶于脱芳烃石油醚中,移入 100 mL 容量瓶内,稀释至标线,储于冰箱,此溶液每升含 1.00 g 油。临用前用脱芳烃石油醚将其稀释 10 倍,每升含 100.0 mg 油。

于 7 个 50 mL 比色管内分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.0 mL、20.0 mL 和 25.0 mL 标准油使用液,用脱芳烃石油醚(60℃~90℃)稀释至标线。用 10 mm 石英比色皿,以脱芳烃石油醚为参比在 225 nm 处测定吸光值,经空白校正后绘制校准曲线,相关系数在 0.986~0.999 之间。

3 油烟挥发组分的测定

3.1 样品采集和测定

用 5 g 活性炭在 1 m³/h 的通气条件下吸附采样 3 min,以脱芳烃石油醚 25 mL 对其进行超声波萃取 15 min,萃取液通过内铺 5 mm 无水硫酸钠层的砂芯漏斗,滤入 50 mL 容量瓶中,在 225 nm 处用 10 mm 石英比色皿,以脱芳烃石油醚作参比,测定吸光值。同时对两次萃取液、空白活性炭萃取液进行对比测定,结果见表 1。

表 1 各次萃取液的吸光值比较

样品	一次萃取液	二次萃取液	空白活性炭萃取液
1	0.319 0	0.002 5	0.001 9
2	0.293 2	0.001 9	0.001 8
3	0.265 0	0.003 0	0.002 6
4	0.022 3	0.001 2	0.002 9
5	0.016 3	0.002 3	0.001 6
6	0.012 2	0.001 8	0.001 9

由表 1 可见,吸有油烟的活性炭经过一次萃取后,其中绝大部分油烟挥发组分已经被萃取到石油醚中,吸附高浓度油烟活性炭的石油醚一次萃取率已在 99% 以上;吸附低浓度油烟活性炭的石油醚一次萃取率也达到 90% 左右。两次萃取液与空白活性炭萃取液吸光值差别很小,只在 0.3% 左右,由此表明,用活性炭作吸附剂采集油烟挥发组分,经脱芳烃石油醚萃取,再用紫外分光光度计测定萃取液的吸光值,对测定油烟挥发组分是可行的。

3.2 模拟油烟挥发组分的测定

采用动态配制模拟油烟气,即由空压机向冷凝
(下转第 27 页)

0.427——2,5-二甲基苯甲醛-DNPH 转化成 2,5-二甲基苯甲醛的系数。

则: 2,5-二甲基苯甲醛的回收率 = $(x_2/0.5) \times 100$

此处测出 2,5-二甲基苯甲醛回收率($n = 5$)

均值为 92%, 相对标准偏差为 6%。

3.3 实际样品测定

对某批废水样品进行测定, 测出甲醛质量浓度范围为 0.01 mg/L~ 20 mg/L, 丙酮质量浓度范围为 0.05 mg/L~ 12 mg/L, 还测定出其他的醛类如丁醛、苯甲醛等。

3.4 与经典方法的比较

用 HPLC 法和乙酰丙酮光度法^[1] 对同一水样中的甲醛进行对比测定。HPLC 法的测定值为 1.26 mg/L, 乙酰丙酮光度法为 1.31 mg/L。用

t 检验法对这两种方法测定结果作统计检验, 表明两种方法测定结果之间无显著性差异。

4 结论

HPLC 法通过对水样衍生化、固相萃取预处理, 利用串联 HPLC 柱对 15 种醛酮类化合物作系统分离、测定, 分离度较好, 检测限低, 回收率令人满意, 适用于水和废水中低含量醛酮类化合物的测定。

[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]. 第 4 版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 565 - 568.

[2] 中华人民共和国卫生部. 生活饮用水检验规范[M]. 北京: 卫生出版社, 2001. 222 - 225.

(上接第 24 页)

油瓶中鼓入空气, 加热油瓶, 随着温度的升高, 气体中挥发组分浓度也不断增大, 用活性炭采集 30 个平行样品进行分析, 结果见图 1。图 1 表明, 该方法测试油烟挥发组分有较好的重现性, 重现率可达 76.7%。中低浓度两曲线吻合很好; 高浓度范围, 误差在 5% 以内, 可见该法具有较高的精密性。

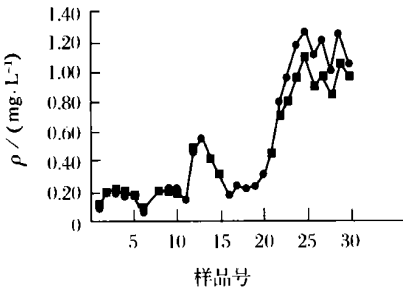


图 1 油烟挥发组分平行样品测定结果

3.3 油烟挥发组分化学成分的初步认定

油烟挥发组分的化学成分随烹调方式、食品种类、加热温度而变化, 非常复杂^[5]。在此, 用活性炭于 200 ℃采集的油烟样品, 经脱芳烃石油醚萃取过滤后作红外光谱分析, 初步得出: 油烟挥发组分中含有多种化合物, 主要有烃类、卤代烃类、醇酚醚类、醛酮类、羧酸及其衍生物类、稠环杂环类和

胺类等。

4 结论

采用粒状活性炭吸附法取样、脱芳烃石油醚萃取、无水硫酸钠过滤、紫外光度法测定油烟挥发组分的方法实用可行。脱芳烃石油醚对活性炭吸附样品中油烟挥发组分的萃取率, 高浓度油烟可达 99%, 低浓度油烟亦在 90% 左右。平行样品测定重现率在 76.7%, 重现性较好。经红外光谱分析初步认定油烟挥发组分中含有多种化合物, 主要有烃类、卤代烃类、醇酚醚类、醛酮类、羧酸及其衍生物类、稠环杂环类和胺类等。

[参考文献]

[1] 王献仁. 烹调油烟对机体健康的危害[J]. 卫生研究, 1994, 23(5): 274 - 276.

[2] 陈 华, 杨铅鼎, 叶舜华. 烹调油烟的遗传毒性研究[J]. 环境与健康, 1990, 7(6): 259.

[3] 洪强华. 城市餐饮业油烟污染及监测方法初探[J]. 青岛环境, 2006, 12(2): 76 - 77.

[4] 周亚美, 翁念农, 王沐沂. 食用油烟气浓度的分析方法研究[J]. 环境监测管理与技术, 1996, 8(2): 15 - 17.

[5] 王云翔, 刘恩波, 陈洪军, 等. 列车餐车油烟雾的采集及化学成分分析[J]. 铁道师院学报, 2000, 17(1): 12 - 15.