

红外分光光度法测定水中油类物质吸附方法的比较

程丹

(文山州环境监测站, 云南 文山 663000)

摘要: 吸附处理是红外法测定石油类的一个重要环节。通过实验对吸附柱法和振荡吸附法进行对比, 结果表明动植物油质量浓度为 0.560 mg/L ~ 145 mg/L 的水样, 振荡吸附法吸附效率高于吸附柱法。振荡吸附法还具有操作时间短、硅酸镁耗量低、对操作人员危害性小、样品可批量分析的优点。

关键词: 红外光度法; 石油类; 动植物油; 吸附效率

中图分类号: O657.33 **文献标识码:** C **文章编号:** 1006-2009(2007)03-0054-02

Comparison of Adsorption Methods for Oil Determination in Water with Infrared Spectrophotometry

CHENG Dan

(Wenshan Environmental Monitoring Station, Wenshan, Yunnan 663000, China)

Abstract: The adsorption method is an important step in infrared spectrophotometry to determine petroleum oils. The results of comparison indicated that adsorption efficiency of shake method was higher than that of column method for determining petroleum oils in water samples containing 0.560 mg/L ~ 144.6 mg/L animal fats and vegetable oils. The shake adsorption method has the advantages of short operating time, low magnesium silicate consumption, small hazard, and batch analysis.

Key words: Infrared spectrophotometry; Petroleum oils; Animal fats and vegetable oils; Adsorption efficiency

根据《水质 石油类和动植物油类的测定红外分光光度法》(GB/T 16488-1996)的规定, 现选择吸附柱法和振荡吸附法两种方法吸附四氯化碳萃取液中的动植物油。按步骤进行测定, 比较两种吸附方法的测定结果^[1-3]。

1 材料和方法

1.1 仪器和设备

OL-420R 红外分光测油仪, HY-Z 型康氏振荡器。

1.2 主要试剂

四氯化碳 (CCl₄): 在 3400 cm⁻¹ ~ 2600 cm⁻¹ 之间扫描, 其吸光值应不超过 0.03 (1 cm 比色皿, 空气池作参比)。硅酸镁 (Magnesium Silicate): 60 目 ~ 100 目, 500 °C 加热 2 h, 冷后密封保存。吸附柱: 内径 10 mm、长约 200 mm 的玻璃层析柱。

填充硅酸镁高度为 80 mm。无水硫酸钠 (Na₂SO₄): 300 °C 加热 2 h, 冷后于干燥器内保存。标准石油烃: 国家环保总局标准样品研究所标准溶液, 质量浓度为 1000 mg/L。市售食用调和油。

1.3 实验方法

吸附柱法: 取适量的萃取液通过硅酸镁吸附柱, 弃去先流出的约 5 mL 滤出液, 余下部分收集于玻璃瓶用于测定石油类^[4-5]。**振荡吸附法:** 称取 3 g 硅酸镁吸附剂, 倒入 25 mL 或 50 mL 盛萃取液的具塞比色管, 加塞。将比色管置于康氏振荡器上, 以 200 次/min 的速度连续振荡 5 min ~ 20 min, 经吸附处理后的萃取液经玻璃砂芯漏斗过滤, 滤出液收集于玻璃瓶用于测定石油类。

收稿日期: 2006-07-27; 修订日期: 2007-04-10

作者简介: 程丹 (1970—), 女, 云南文山人, 大专, 工程师, 从事环境监测工作。

2 结果与分析

2.1 吸附效率

分别对用石油烃、食用调和油配制成的不同浓度样品进行吸附效率比较分析,结果见表 1、表 2。

表 1 中石油烃萃取液经两种吸附方法处理测定值变化不大。两种吸附方法测定结果经 t 检验, $t_{(0.05,4)} = 1.848$, 无显著性差异。经吸附柱吸附后

表 1 两种吸附方法对石油烃吸附测定结果 mg/L

萃取液未吸附的测定值	20.0	40.0	59.9	79.9	99.9
经吸附柱法处理的测定值	19.8	39.6	60.1	80.2	100
经振荡法吸附的测定值	19.9	39.5	59.9	79.8	99.7

的大多数样品测定值比经振荡吸附后的样品测定值高。

表 2 两种吸附方法对食用调和油吸附效率

未吸附前测定值 / (mg · L ⁻¹)	0.281	0.560	2.88	5.34	11.3	16.1	35.4	145
吸附柱吸附效率 / %	100	92.7	98.8	96.2	99.6	97.2	98.2	98.6
振荡法吸附效率 / %	100	100	100	100	100	100	100	100

从表 2 的测定结果可知,振荡吸附法对食用调和油的吸附效率高于吸附柱法。食用调和油质量浓度为 0.560 mg/L ~ 145 mg/L,振荡吸附法的吸附效率均为 100%,而吸附柱法的吸附效率只能达到 92.7% ~ 99.6%。

2.2 准确度

用标准石油烃、食用调和油配制成不同浓度的样品,分别用两种方法吸附后再进行测定。测定结果见表 3。

表 3 混合油测定结果 mg/L

编号	自配 1	自配 2	自配 3	自配 4	标准样品
石油烃浓度	20.0	40.0	59.9	79.9	73.3
加入食用调和油浓度	30	30	30	30	30
未吸附前测定浓度	50.3	70.1	90.3	111	104
经吸附柱吸附后测定浓度	21.6	48.8	70.1	88.4	81.0
相对误差 / %	8.0	22	17	11	10
经振荡法吸附后测定浓度	21.1	37.7	55.7	85.2	77.3
相对误差 / %	5.5	-5.7	-7.0	6.6	5.5

从表 3 的测定结果得知,振荡吸附法的测定结果较吸附柱法的测定结果更接近样品中石油烃的浓度。而且吸附柱法的测定结果均偏高。

3 讨论

(1)从实验结果看,两种吸附方法对石油烃测定结果没有影响。当水中动植物油质量浓度低于 0.3 mg/L,两种方法的吸附效率没有明显差异;当水中动植物油质量浓度在 0.560 mg/L ~ 145 mg/L

之间,振荡吸附法的吸附效率优于吸附柱法,这是振荡吸附法以 200 次 /min 的速度连续振荡,使动植物油与硅酸镁的接触充分,且振荡的力度和幅度较大,吸附效果好。

(2)吸附柱法的滤出液以滴状缓慢地流出,流出 15 mL 需 15 min ~ 30 min,吸附柱与接收滤液的三角瓶衔接处并未密封,四氯化碳挥发较快,滤液浓缩明显,振荡吸附法由于操作过程密封性好,过滤时间短,试液转移次数少,很少出现上述问题。

(3)吸附柱法因操作过程耗时,四氯化碳挥发量大;而振荡吸附法吸附过程密封,操作时间短,这就减少了四氯化碳挥发产生的危害。

4 结论

对于中、低浓度石油类的水样,采用振荡吸附法优于吸附柱法。振荡吸附法不仅快速,准确,成本低,而且对操作人员健康危害小。

【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: 491 - 495.
- [2] 杨春艳, 田小萌. 红外分光光度法测定石油类和动植物油 [J]. 云南环境科学, 2003, 22(2): 59 - 61.
- [3] 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): 33 - 35.
- [4] 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): 41.
- [5] 唐松林, 王燕. 红外分光光度法测定水中石油类和动植物油 [J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12(2): 35.