

# 红外分光光度法测定水中油类常见问题的探讨

汪言满

(中山市环境监测站, 广东 中山 528403)

[摘要] 目前红外分光光度法在测油中被广泛采用, 本文探讨了实际分析过程遇到的相关问题。

[关键词] 红外分光光度法; 油类; 问题

## Discussion of Common Problems on Oil Monitoring in Water by Infrared Photometry

Wang Yanman

(Zhongshan Environmental Monitoring Station, Zhongshan 528403, China)

**Abstract:** At present, the infrared photometry method to detect oil is used widely. In this paper, some related questions in actual analysis were discussed.

**Keywords:** infrared photometry; oil; problem

油类是指在规定的条件下能被特定溶剂萃取并被测量的所有物质, 包括被溶剂从酸化的样品中萃取并在试验过程中不挥发的所有物质<sup>[1]</sup>。因此, 随测定方法不同, 矿物油中被测定的组分也不同。目前用于测油的方法主要有重量法、红外分光光度法和非分散红外光度法, 其中红外分光光度法 (GB/T 19488-1996) 具有灵敏度高、能比较准确地反映水中油类的污染程度等优点, 而被广泛使用。该方法原理在参考书中均有详细说明, 在此就不多说。水体在酸性介质中能被四氯化碳萃取的碳氢化合物称为总油。下面就本人用红外分光光度法测水中油类时遇到的有关问题提出来, 与大家共同探讨。

### 1 油标

油类的成分非常复杂, 其组成也因地而异, 不可能用某一单一的物质来表示油。我国流行的标准油是由正十六烷、异辛烷和苯混合而成, 其组成体积比是 65 : 25 : 10, 称为总油。当地实际水样中油类成分复杂, 并且油类物质是一种混合物, 用不同的标准油来定标对监测结果还是有影响的, 这一点在分析

标准样品的时候深有体会。但红外分光光度法 (GB/T 19488-1996) 中提到油品对分析结果无影响, 这一说法是否正确值得进一步商讨。

### 2 采样

由于油类物质需要单独采样, 不允许在实验室内再分样。因此, 采样器及采样点位对其测定结果影响较大。一般实验室都是采用广口玻璃瓶来采样, 也见到文献中有人提到石油类专用采样器。另外, 采样时应连同表层水一并采集, 如果只测定水中溶解油时, 只需在水面下 20~50 cm 处取样。样品采集后如不能在 24 h 内测定, 采样后应加盐酸酸化至 pH < 2, 放冰箱内保存。

此外需要提出的是, 在分析过程中需要记录水样体积, 这就要求采样瓶最好是带不同刻度的。油类样品采集体积应根据实际情况来定, 污染重的水样采样体积可小, 相反, 地表水等受污染轻的水样采样体积相应要增大。据悉, 目前很多地方都是使用不带刻度的采样瓶采样, 而是在分析过程中使用有刻度

的分液漏斗来记录水样体积,也有在萃取完水样后,倒出水样来测量水样体积的。相比较而言,还是使用带刻度的采样瓶更合理一些。采样前要用符合标准的四氯化碳清洗采样瓶,其清洗液经检验合格后方可使用。

### 3 萃取

四氯化碳在红外分光光度法测油中常作为萃取剂,在使用前需经红外分光测油仪对其进行检定,如果其谱图曲线不光滑或者出现尖峰时,需要对其进行提纯处理,经检验符合使用要求后方可使用。因为如果空白液里含有较多的干扰物时,会淹没油类峰,使之无法定性。这一点在平时分析过程中常常被忽略,很多初次操作的人员使用不合格的四氯化碳对水样进行了萃取工作,直到拿萃取液到测油仪检测做空白时才发现四氯化碳不合格,可惜此时已晚。需要提醒的是,萃取过程中所接触到的药品和玻璃仪器需用合格的四氯化碳清洗,并对清洗液进行分析,直到检不出油类为止,这在测定地表水中石油类时尤为重要。

对于比较脏的污染源废水,经过四氯化碳萃取后,在四氯化碳层及其与水接触面常会出现大量絮状沉淀物,因其中含有较多水分,四氯化碳层经过无水硫酸钠脱水过滤时会结成块状而失效,过滤将无法进行,此时可更换无水硫酸钠或将萃取层倒回重新萃取。是否可以在做样前将含有大量悬浮物的水样预先进行过滤,然后再用四氯化碳对滤渣清洗,清洗液用为萃取液,有待进一步论证。此外,在分析实际废水时,曾发现没有颜色的水样经过四氯化碳萃取后,萃取液变成红色,不知是发生了化学反应,还是水样中含有在四氯化碳中显色的物质,希望发现此种现象的同行们多多交流经验。

### 4 分析

萃取完成之后,需将萃取液拿到测油仪检测。在检测前对仪器满度进行调整是很重要的。调整仪器满度就是调整光通过萃取剂的能量。满度过高,则测量结果偏高,满度过低,则测量结果偏低,通常情况下将满度调整至80%左右较合适。在实际操作中,在仪器稳定的情况下,不需要每次检测前都调整满度,可以直接测量。红外测油仪出厂前应该用标准油校准过,

其X、Y、Z、F参数都有确定值。在实际分析时是否还要定标来校正。只要仪器运行稳定,并且保持好仪器的限定运行环境下,可不需定标,这点在分析标准溶液样品实验过程中证实是可行的。另外,样品含油量是通过X、Y、Z、F四个参数值计算得来的,为什么仪器分析方法中还提到做校准曲线,好象没有必要。

实验环境的好坏直接影响到测量工作的质量。人们往往忽略了工作环境对测油工作的影响。标准溶液中正十六烷在小于16℃时结晶,标准溶液很难配准,玻璃器具刻度出现偏差,也很难洗刷。为了做好测油工作,要求室温17~25℃。在北方冬季时需要严格控制实验室温度。空气湿度较大时,也应适当延长仪器预热时间。

根据国标的定义,在波数为2930 cm<sup>-1</sup>、2960 cm<sup>-1</sup>和3030 cm<sup>-1</sup>全部或部分谱带处有特征吸收的物质称为油。因此,在以上三个波段有吸收峰的不一定是油,需要对谱图定性分析,是否特征吸收峰是判断的依据。至于什么是特征吸收峰,一般认为最大吸收峰出现在以上三个波段处的就可以看成特征吸收,有关这点尚需在实际分析中不断总结。

### 5 小结

由于油类是一种混合物,在分析过程中常受多种因素干扰,并且在分析时需取所采集的全部样品进行分析,在日常分析时很难完成平行样的监测,不能对其进行有效的质量控制。周勤等提出测定样品油类含量的质控手段:全程空白→空白加标测定→质控样测定→样品测定<sup>[2]</sup>,为测定废水中油类质量控制提供很好的参考。在实际工作中我们要不断总结出切实可行的质控手段,提高油类测量的准确度和精密性。

### 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(第四版)[M].北京:中国环境科学出版社,2002.489.
- [2]周勤,谢争.红外法测定废水中石油类和动植物油的质量控制手段[J].上海环境科学,2003增刊,179-184.

(本文文献格式: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,2007,34(3):97-98.)

(上接第65页)

### 参考文献

- [1]左飞鸿,章荣芳.高浓度过氧乙酸的安全制备[J].江西化工,2005,(12):133-134.
- [2]Phillips B, Basil T W. Preparation of peroxide[J]. Org .Chem., 1958,(23):18-23.
- [3]魏兰芬,陆龙喜,等.固体过氧乙酸杀菌效果及毒性试验观察[J].中国

消毒学杂志,2005,(1):10-13.

[4]薛广波.实用消毒学[M].北京:人民军医出版社,1993:341-342.

[5]王传虎,方荣生.过氧乙酸制备条件的选择及其稳定性的研究[J].中国消毒学杂志,2006,(2):100-103.

(本文文献格式:黎如尧,吴清平.过氧乙酸稳定方法研究进展[J].广东化工,2007,34(3):64-65.)