



红外光谱法测定水中油类物质

No.FTIR-012

摘要：环境水中的石油类污染物含量是反映水质的指标之一。本文采用傅立叶变换红外光谱仪选择三波长法定量测试水中油类含量，样品测试方便，测定结果准确。

环境水中的石油类来自工业废水和生活污水的污染。油类物质漂浮于水体表面，将影响空气与水体界面氧的交换；分散于水中以及吸附于悬浮微粒上或以乳化状态存在于水中的油，被微生物氧化分解，将消耗水中的溶解氧，使水质恶化。

矿物油是由烷烃、环烷烃及芳香烃组成的混合物。对油类的监测方法主要有重量法、紫外分光光度法、红外光度法等。重量法是常用的分析方法，它不受油的品种限制，所测定的油不能区分矿物油和动、植物油。其方法准确，但操作繁杂，灵敏度差，只适于测定5mg/l以上的油品。紫外分光光度法在测定污水中油含量时，存在着石油醚脱芳烃技术实用性差、分液漏斗使用的润滑剂引起误差等问题。

红外光度法是目前中国测定油类的标准方法，也是唯一一种在对油测定中既能进行定性分析，又可以定量分析的方法。早期的各种定量方法都是测量混合组分中部分化合物某一特性基团的特殊吸收，进而推算混合组分总量；一旦具有该特性基团的化合物的相对含量发生变化，吸收系数必然相应变化，所以都存在“标准油”的选择问题，长期以来未能统一。本文参照“GB/T 16488-1996水质 石油类和动植物的测定红外光度法“选择三波长红外光谱法测定地表水，测定结果准确，避免了使用“标准油”。

关键词：红外分光光度法 萃取 定量检测

原理

用四氯化碳萃取水中的油类物质的含量均由波数分别为 2930cm^{-1} （ CH_2 基团中C-H键的伸缩振动）、 2960cm^{-1} （ CH_3 基团中C-H键的伸缩振动）和 3030cm^{-1} （芳香环中C-H键的伸缩振动）谱带处的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} 进行计算。

实验条件

分辨率： 4cm^{-1}
扫描次数：20
变迹法：Happ-Genzel
检测器：DLATGS（氘代L-丙氨酸硫酸三甘肽）
扫描范围： $2400\text{--}3600\text{cm}^{-1}$
测定方式：吸光度

仪器配置

IR Prestige 21
10 cm石英比色皿

样品前处理

用20ml四氯化碳洗涤采样瓶后，倒入分液漏斗中，加入20g氯化钠，充分振荡萃取2min静置分层，将萃取液经10mm厚度无水硫酸钠的玻璃砂芯漏斗流入50ml容量瓶内。用20ml的四氯化碳重复萃取一次，再取10ml四氯化碳洗涤玻璃砂芯漏斗，将三次萃取液一并移入容量瓶中，用四氯化碳定容至标线，并摇匀。

测定结果

1、校正系数测定

以四氯化碳为溶剂，分别配制100mg/l正十六烷、100mg/l姥鲛烷和400mg/l甲苯溶液。用四氯化碳作参比溶液，分别测量正十六烷、姥鲛烷和甲苯溶液在 2930cm^{-1} 、 2960cm^{-1} 、 3030cm^{-1} 处的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} （谱图如图1所示）。利用下述公式联立求解后，可分别得到相应的校正系数X、Y、Z和F。

$$c = X \cdot A_{2930} + Y \cdot A_{2960} + Z \left(A_{3030} - \frac{A_{2930}}{F} \right)$$

式中：

c — 萃取溶剂中化合物的含量，mg/l；

A_{2930} 、 A_{2960} 、 A_{3030} — 各对应波数下测得的吸光度；

X、Y、Z — 与各种C-H键吸光度相对应的系数；

F — 脂肪烃对芳香烃影响的校正因子，即正十六烷在 2930cm^{-1} 和 3030cm^{-1} 处的吸光度之比。

经过计算得到校正系数X、Y、Z和F分别为104.46、268.46、1502.52和103.22。

总结

使用红外光谱法测定地表水中的油类物质，可以避免样品中特性基团的化合物的相对含量发生变化而引起测定的误差。根据国标中公式计算得到的结果与参考值接近，满足环境检测的要求，是测定油类物质理想的方法。

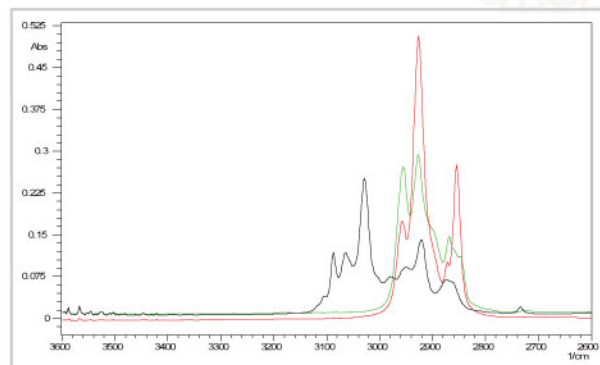


图1 正十六烷、姥鲛烷和甲苯溶液的红外光谱图

2、样品测定

以四氯化碳作参比溶液，进行光谱扫描。于 3300cm^{-1} 和 2600cm^{-1} 之间作基线，在 2930cm^{-1} 、 2960cm^{-1} 和 3030cm^{-1} 处分别测量吸光度值，计算总萃取物的含量。计算结果如下表：

样品名	测定值(mg/l)	参考值(mg/l)
样品 1	51.08	50.00
样品 2	6.26	6.40
样品 3	108.51	100.00
样品 4	3.01	3.20