

傅里叶变换红外光谱仪测定固定污染源 废气中油雾含量

FTIR-067

摘要：本文参考《固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法》征求意见稿，使用岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪测定了正十六烷、异辛烷和苯的校正系数，得到油雾含量校准方程，使用配置的油雾标准油序列对校准系数进行验证，相对误差满足方法要求，然后对固定污染源废气中的油雾含量进行了测定。

关键词：红外光谱仪 IRTracer-100 固定污染源 废气 油烟 油雾

目前，油烟和油雾已经成为影响城市空气质量的一个重要污染物来源，加强油烟和油雾治理是改善城市空气质量的一项重要措施。

我国目前使用的监测方法标准是 GB 18483-2001《饮食业油烟排放标准（试行）》中的附录方法，用四氯化碳萃取油烟采样滤筒内油烟物质，利用红外测油仪对样品进行检测。红外分光光度法因其能全面、准确地检测油类物质的含量，灵敏度高、不受油品影响，

在我国环境监测中起着重要的作用。但是，四氯化碳是《关于消耗臭氧层物质的蒙特利尔议定书》第二类受控物质，为推进国际履约进程，生态环境部新发布了《固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法》征求意见稿，使用四氯乙烯作为替代萃取溶剂。

本文参考《固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法》征求意见稿，使用岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪对油雾含量进行了测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪
4 cm 石英比色皿

1.2 化学试剂

1.2.1 正十六烷（分析纯）

1.2.2 正十六烷标准使用液：1000 mg/L

1.2.3 异辛烷（光谱纯）

1.2.4 异辛烷标准使用液：1000 mg/L

1.2.5 苯（分析纯）天津市光复科技发展有限公司

1.2.6 苯标准使用液：1000 mg/L

1.2.7 四氯乙烯：红外检测试剂（IR）

1.2.8 油雾标准油：准确移取正十六烷（1.2.1）6.5mL、异辛烷（1.2.3）2.5mL、苯（1.2.5）1.0mL 至 10mL 容量瓶，立即密封摇匀，待用。

1.2.9 油雾标准油使用液：100 mg/L

1.3 分析条件

测定模式：吸光度

变迹函数：SqrTriangle

扫描次数：32

分辨率：4 cm⁻¹

波数范围：3400-2400 cm⁻¹



■ 结果与讨论

2.1 校准系数测定

分别量取 2.00 mL 正十六烷标准使用液 (1.2.2)、2.00 mL 异辛烷标准使用液 (1.2.4) 和 10.00 mL 苯标准使用液 (1.2.6) 于 3 个 100 mL 容量瓶中, 用四氯乙烯定容至标线, 摇匀。正十六烷、异辛烷和苯标准溶液的浓度分别为 20.0 mg/L、20.0 mg/L 和 100 mg/L。四氯乙烯校正背景, 使用 4 cm 比色皿, 分别测量正十六烷、异辛烷和苯标准溶液在 2930 cm^{-1} 、 2960 cm^{-1} 、 3030 cm^{-1} 处的吸光度值 A_{2930} 、 A_{2960} 、 A_{3030} 。将每个标准溶液三个吸光度分别带入公式, 由此联立方程经求解后, 可分别得到相应的校正系数 X, Y, Z 和 F。

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

式中, ρ —— 四氯乙烯中目标物的含量, 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 2930 cm^{-1} 和 3030 cm^{-1} 处的吸光度之比。

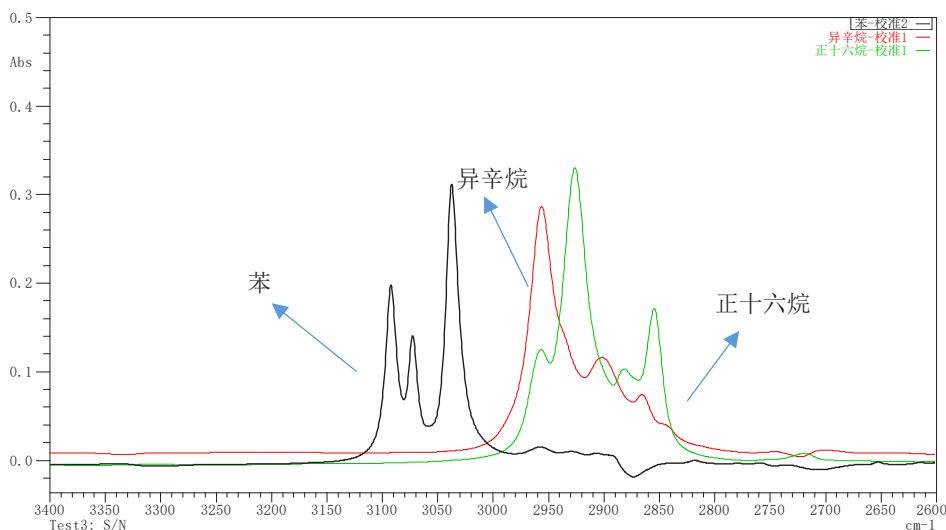


图 1 正十六烷、异辛烷和苯标准溶液吸收曲线

经过计算得到校正系数 X、Y、Z 和 F 分别为 43.46、55.12、591.62 和 308, 所以目标物含量表达式为:

$$\rho = 43.46 \times A_{2930} + 55.12 \times A_{2960} + 591.62 \times \left(A_{3030} - \frac{A_{2930}}{308} \right)$$

2.2 校准系数检验

分别量取 2.00 mL、5.00 mL、20.00 mL 和 50.00 mL 油雾标准使用液 (1.2.9) 于 100 mL 容量瓶中, 用四氯乙烯定容至标线, 摇匀, 油雾标准溶液的浓度分别为 2.00 mg/L、5.00 mg/L、20.00 mg/L 和 50.00 mg/L。四氯乙烯校正背景, 使用 4 cm 比色皿, 于 2930 cm^{-1} 、 2960 cm^{-1} 、 3030 cm^{-1} 处分别测量 2.00 mg/L、5.00 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100mg/L (1.2.9) 油雾标准溶液的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 、 A_{3030} , 按照校正公式计算测定浓度。

计算得到浓度分别为 1.87 mg/L、5.38mg/L、19.0 mg/L、52.0 mg/L 和 108 mg/L, 计算值与实际值误差满足标准要求的 $\pm 10\%$ 以内 ($< 8.0\%$)。

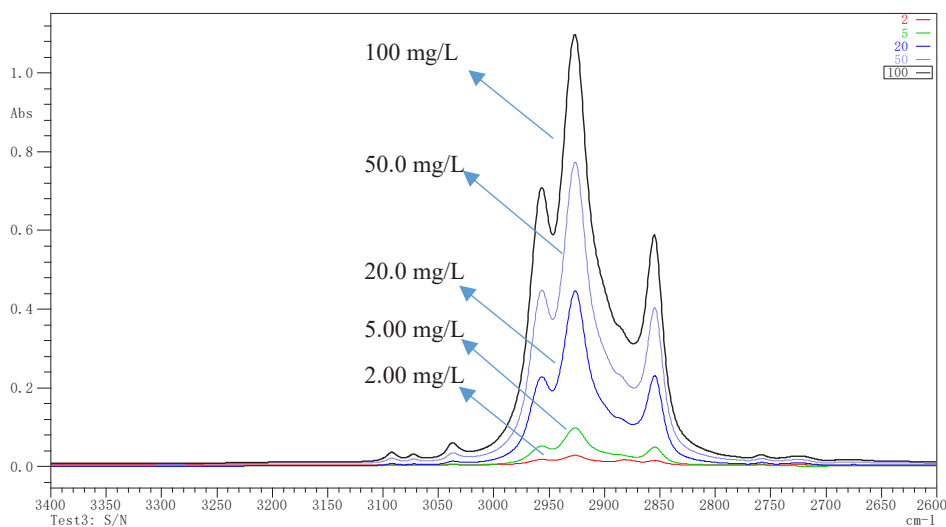


图 2 2.00、5.00、20.0、50.0、100 mg/L 油雾标准溶液吸收曲线

2.3 样品测试

在采样后的套筒中加入四氯乙烯溶剂 12 mL，旋紧套筒盖，将套筒置于超声波清洗器，超声清洗 10 min，萃取液转移至 25 mL 比色管，再加入 6 mL 四氯乙烯超声清洗 5 min，将萃取液转移至上述 25 mL 比色管。用少许四氯乙烯清洗滤筒及聚四氟乙烯套筒二次，清洗液一并转移至上述 25 mL 比色管，加入四氯乙烯至刻度标线，密封待测。

用四氯乙烯校正背景，使用 4 cm 比色皿测试试样溶液。根据校正方程计算测试试样溶液，得到该试样溶液中油雾含量 ρ 为 25.4 mg/L。

固定污染源废气中油雾的排放浓度：

$$\rho_{\text{排}} = \frac{\rho \times V}{V_{\text{nd}}} = \frac{25.44 \times 25}{125} = 5.1 \text{ mg/m}^3$$

其中：V —— 萃取液体积，mL

V_{nd} —— 干烟气采样体积，L

■ 结论

本文参考《固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法》征求意见稿，使用岛津 IRTracer-100 傅里叶变换红外光谱仪对固定污染源废气中的油雾含量进行了测定。该方法使用四氯乙烯代替四氯化碳作为萃取溶剂，对环境危害小，精密度与准确度良好，可以满足油烟和油雾的检测要求，是测定固定源污染源废气理想的方法。