

# Application News

## No. A544

光吸收分析

### 参考 ASTM D7575, 使用 FTIR 进行水中油分的定量分析

将油排放到海水和河流等环境水中可能会影响生态系统, 并引发臭气等环境问题, 是水质管理的一大课题。

定量分析水中油分的方法包括 JIS K 0102 “工厂废水试验方法” 1) 中记载的、用己烷提取水中油分, 然后进行定量的测量方法。但是, 该方法必须进行繁琐的预处理, 还存在耗时长才能获得结果等问题。

本文将介绍参考 ASTM D7575, 使用 FTIR 进行水中油分定量分析的方法。ASTM 标准是由世界最大的国际标准化和标准制定机构—ASTM 国际标准组织设定和发布的标准。ASTM D7575 指出, 利用 CH 基的吸收带, 无需提取溶剂的简易测量方法来对水中油分进行定量。

R. Fuji

#### ■ 基于 ASTM D7575 的实验概述

实验使用如图 1 所示的 OSS, Inc. 的 ClearShot Extraction Package 3) 进行。测量装置、实验器具、使用试剂以及 OSS, Inc. 的 ClearShot Extraction Package 的内容如下所示。



图 1 ClearShot Extraction Package

##### 【测量装置、实验器具】

- 傅里叶变换红外分光光度计
- 容量 1 L 的玻璃样品收集瓶
- 可设置容量 1 L 的玻璃样品收集瓶并可加热至 40 °C 的超声波清洗机
- 容量 10 mL 的注射器
- 10 mL 和 1 mL 的带刻度吸管
- 100 mL 的容量瓶

##### 【使用试剂】

- 12.1 M 盐酸  
(以下试剂用于验证回收率)
- 离子交换水
- 丙酮
- 十六烷
- 硬脂酸

【OSS, Inc. 的 ClearShot Extraction Package 的内容】

- ClearShot™ Extraction Technology cartridges (ClearShot 提取器)
- ClearShot Holding Card
- Calibration Standard Devices (CSD) Set – Seven
- Drying System

#### ■ 校正曲线的绘制

采用未使用的 ClearShot 提取器测量本底, 然后通过透射法测量用于绘制校正曲线的 7 个 Calibration Standard Devices (CSD)。在所得的红外光谱中, 在 2990  $\text{cm}^{-1}$  和 2800  $\text{cm}^{-1}$  处绘制基线, 求得从基线至 2920  $\text{cm}^{-1}$  波峰顶部的高度, 由此绘制了校正曲线。测量条件如表 1 所示, 各标准样品在 2920  $\text{cm}^{-1}$  附近的波峰放大图如图 2 所示, 校正曲线和各标准样品的浓度如图 3 所示。

表 1 测量条件

装置	: IRAffinity-100
分解	: 4 $\text{cm}^{-1}$
累积次数	: (BKG) 200 次、(Sample) 64 次
切趾函数	: SqrTriangle
检测器	: DLATGS

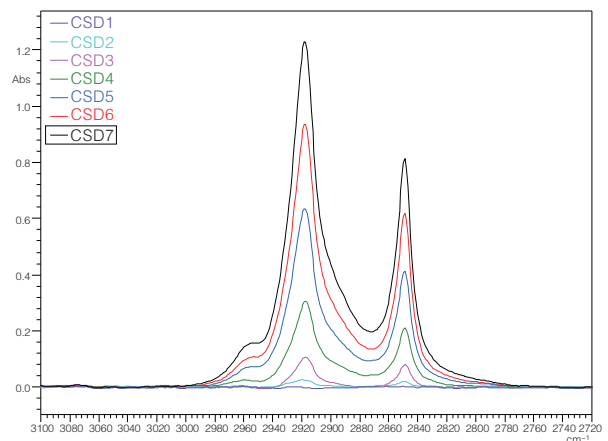


图 2 2920  $\text{cm}^{-1}$  附近的波峰放大图

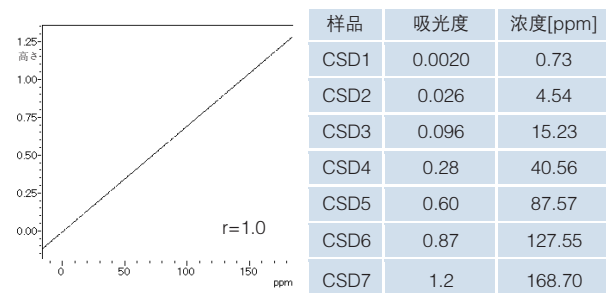


图 3 校正曲线和各标准样品的浓度

## ■ 重现性的确认

使用标准样品 CSD5 对测量的重现性进行了确认。将 cartridge 设置在样品室中连续（中途不取下）测量 10 次时的重现性测量结果如表 2 (a) 所示，每次测量时均将 cartridge 取下再装上，如此进行 10 次测量时的再现性测量结果如表 2 (b) 所示。此外、连续 10 次测量时的红外光谱如图 4 所示。

测量带来的偏差很小，中途将 cartridge 取下时也得到了良好的重现性。

表 2 重现性  
(a) 不取下样品连续进行 10 次测量  
(b) 每次测量时均将样品取下再装上，进行 10 次测量

测量方法	测量次数	浓度 [ppm]	标准偏差 [ppm]
(a) 未取下	10	95.33	0.96
(b) 取下	10	94.63	0.99

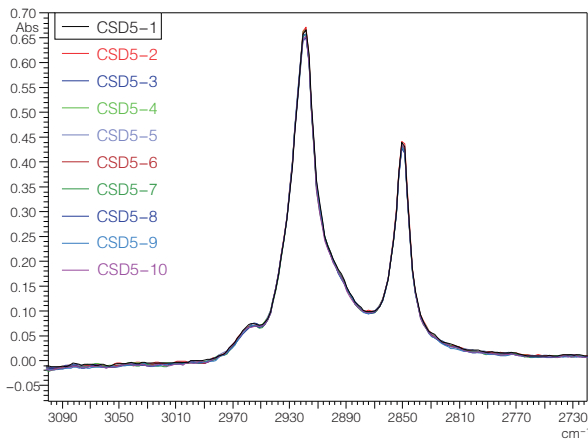


图 4 重复测量（连续测量 10 次）的红外光谱

## ■ 回收率的验证

分析步骤如下。

### 【样品调整】

- ① 将 400 mg ± 4 mg 的十六烷和 400 mg ± 4 mg 的硬脂酸置于 100 mL 的容量瓶中。
- ② 加丙酮，制备十六烷：硬脂酸 = 1:1 的溶液。
- ③ 以离子交换水作为溶剂，将②的溶液浓度调整为 40 ppm。

### 【样品测量】

- ① 将约 12 mL 的样品装入容量 10 mL 的注射器中，静置一段时间除去样品中的气泡。
- ② 采用 ClearShot 提取器过滤 10 mL 的样品溶液。过滤后，流动压缩空气数分钟，对附有提取物的 ClearShot 提取器进行干燥。
- ③ 采用未使用的 ClearShot 提取器测量本底，之后测量干燥的 ClearShot 提取器的红外光谱。
- ④ 使用绘制的校正曲线计算定量值。

通过上述步骤确认的回收率的验证结果如图 5 所示。由吸光度计算的浓度和样品浓度的对比，得到了回收率为 94%–107%。

表 3 回收率的验证结果

样品	吸光度	浓度 [ppm]
1	0.28	41.22
2	0.25	37.65
3	0.29	42.09
4	0.29	42.88

## ■ 水中油分的定量分析

分析步骤如下所示。

### 【样品调整】

- ① 将测量样品放入玻璃样品收集瓶中，加 12.1 M 盐酸将 pH 值调整为 2。
- ② 将样品收集瓶置于已加热至 40 °C 的超声波清洗机中，静置 20 分钟。

### 【样品测量】

- ① 将约 12 mL 的样品装入容量 10 mL 的注射器中，静置一段时间除去样品中的气泡。
- ② 采用 ClearShot 提取器过滤 10 mL 的样品溶液。过滤后，流动压缩空气数分钟，对附有提取物的 ClearShot 提取器进行干燥。
- ③ 采用未使用的 ClearShot 提取器测量本底，之后测量干燥的 ClearShot 提取器的红外光谱。
- ④ 使用绘制的校正曲线计算定量值。

按上述步骤对 3 个样品进行了定量分析。分析结果如表 4 所示。

表 4 测量条件

样品	吸光度	浓度 [ppm]
1	0.15	22.84
2	0.49	72.70
3	0.79	115.14

## ■ 总结

参考 ASTM D7575 进行的水中油分的分析法是一种无需溶剂提取的、能简单且迅速地对 ppm 范围浓度进行定量。在本应用程序中，我们获得了以下结果：通过使用我公司的 FTIR 和 OSS, Inc. 的 ClearShot Extraction Package，可以简单地基于 ASTM D7575 的校正曲线绘制、重现性确认、回收率的验证和实际油分定量。

### 参考文献

- 1) JIS K 0102 – 工厂废水试验方法 –
- 2) ASTM D-7575 – Standard Test Method for Solvent-Free Membrane Recoverable Oil and Grease by Infrared Determination –
- 3) ClearShot Extraction Package 是遵循了 ASTM D7575 的产品。Clearshot Extraction Technology is a registered trademark of Orono Spectral Solutions, Inc.  
<http://www.ossmaine.com/>

注意 1) 本公司不销售 ClearShot Extraction Package。请直接从 OSS, Inc. 购买。

注意 2) 标准的暗盒中并未安装 ClearShot Extraction Package 中的 cartridge。详细信息请咨询本公司销售人员。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

### 免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2017 年 8 月