

傅里叶变换红外光谱仪测定水中油含量

FTIR-039

摘要：本文参考 ASTM D-7066-04 <Standard Test Method for dimer/trimer of chlorotrifluoroethylene(S-316) Recoverable Oil and Grease and Nonpolar Material by Infrared Determination>，使用红外分光光度法对水中油进行了含量测定，实验结果表明，方法简单，操作方便，在 0~0.5 mg/mL 范围内曲线线性良好， $r=0.9983$ ，回收率在范围为 69%~111%。

关键词：傅里叶变换红外光谱仪 水质 油 S-316

随着工业的发展，油类物质对江河湖海的污染一直是重要的水污染源。石油化工、运输、轻工等工业企业，以及日常生活均可造成水体的油污染。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。红外测试水中油方法可以对水中油的绝对含量进行检测。

目前，我国水中油的测定方法以四氯化碳萃取加红外分光光度法为主。四氯化碳的使用对臭氧层形成极大

破坏，且对人体有一定毒害，世界各国已先后禁止使用四氯化碳。我国已于 2003 年禁止以四氯化碳作为清洗剂 and 干洗剂，但在水中油分析检测中，现行标准方法《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》(HJ637-2012) 使用四氯化碳作为萃取剂，因此四氯化碳仍被使用。环保部计划修订现行水中油测定国家标准据悉，新标准可能在今年发布，2015 年开始实施。

本文参考 ASTM 的 7066-04，使用环保试剂 dimer/trimer of chlorotrifluoroethylene (二聚/三聚的三氟氯乙烯，S-316) 代替四氯化碳萃取，建立了使用红外分光光度法测定水中油含量的分析方法。

原理

使用 dimer/trimer of chlorotrifluoroethylene (二聚/三聚的三氟氯乙烯，以下简称 S-316) 作为试剂，异辛烷和辛酸作为标准物质，制作标准曲线，再使用 S-316 萃取水中的油类物质，根据标准曲线进行水中油含量测试。

实验器皿及测试条件

使用 dimer/trimer of chlorotrifluoroethylene (二聚/三聚的三氟氯乙烯，以下简称 S-316) 作为试剂，异辛烷和辛酸作为标准物质，制作标准曲线，再使用 S-316 萃取水中的油类物质，根据标准曲线进行水中油含量测试。

2.1 实验仪器

岛津 IRAffinity-1, 1 cm 石英比色皿

2.2 测试条件

波长范围：2700 ~ 3200 cm^{-1}

分辨率：4 cm^{-1}

扫描次数：20

切趾函数：Happ-Genzel

定量波数：2930 cm^{-1}

■ 实验部分

3.1 试剂配制及处理

3.1.1 无水硫酸钠:

在 200~250℃下加热 24 小时, 冷却后移入磨口玻璃瓶中, 置于干燥器内保存。使用时, 称取适量的无水硫酸钠于磨口玻璃瓶中待用。

3.1.2 无水硅胶:

在 200~250℃下加热 24 小时, 冷却后移入磨口玻璃瓶内, 置于干燥器内保存。使用时, 称取适量的无水硅胶于磨口玻璃瓶中待用。

3.2 标准样品配制

3.2.1 标准贮备液 ($\rho=100\text{ mg/mL}$):

量取 0.55 mL 辛酸和 0.72 mL 异辛烷到 10 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.2.2 稀释贮备液 ($\rho=5\text{ mg/mL}$):

量取 2.5 mL 标准贮备液到 50 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.2.3 标准曲线 A 溶液 ($\rho=0.5\text{ mg/mL}$):

量取 1.0 mL 稀释贮备液到 10 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.2.4 标准曲线 B 溶液 ($\rho=0.25\text{ mg/mL}$):

量取 0.50 mL 稀释贮备液到 10 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.2.5 标准曲线 C 溶液 ($\rho=0.1\text{ mg/mL}$):

量取 0.20 mL 稀释贮备液到 10 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.2.6 标准曲线 D 溶液 ($\rho=0.05\text{ mg/mL}$):

量取 0.10 mL 稀释贮备液到 10 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.2.7 标准曲线 E 溶液 ($\rho=0.045\text{ mg/mL}$):

量取 0.09 mL 稀释贮备液到 10 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.2.8 标准曲线 F 溶液 ($\rho=0.025\text{ mg/mL}$):

量取 0.05 mL 稀释贮备液到 10 mL 容量瓶中, 使用 S-316 试剂定容至标线, 摇匀。

3.3 标准曲线制作

使用 1cm 光程长的石英比色皿分别测试上述 F, E, D, C, B, A 标准溶液, 每测试好一个标准溶液, 需要把比色皿洗净, 晾干, 再测试下一个标准溶液。然后使用 2930 cm^{-1} 波数处吸收强度作为定量依据, 软件生成标准曲线。

3.4 样品测定

将 250 mL 水样转移至分液漏斗中, 量取 15 mL S-316 试剂, 萃取, 振荡 3 min, 并经常开启旋塞排气, 静置分层后, 重复 3 次, 将下层有机相转移至已加入无水硫酸钠的具塞磨口锥形瓶中, 摇动数次, 静置 15 min, 无水硫酸钠无结块现, 过滤转移到 50 mL 容量瓶, 定容。

将萃取液分为两份, 一份直接用于测定总油。另一份加入硅胶, 振荡, 静置沉淀后, 上清液过滤至具塞磨口锥形瓶中, 用于测定非极性物质。

3.5 加标回收实验

分别添加浓度 0.2 mg/mL 和 0.5 mg/mL 的标样, 按照 3.4 进行萃取操作, 测试水中总油含量, 计算回收率。

■ 结果与讨论

4.1 标准曲线

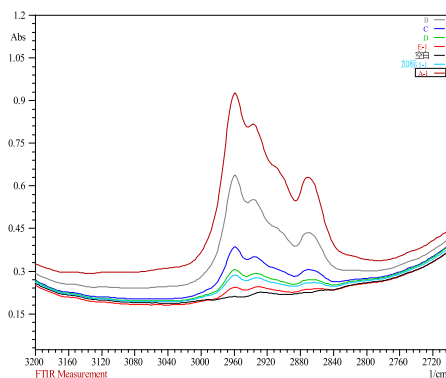


图1 不同浓度标样重叠图

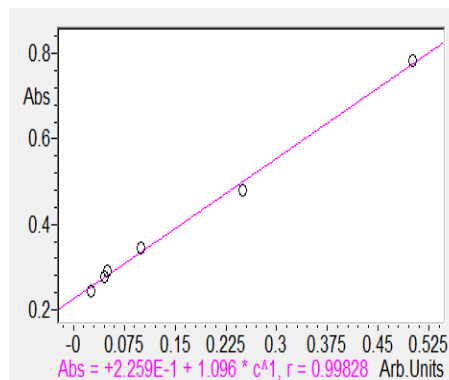


图2 标准曲线线性

结果

4.2.1 样品浓度

该水样中未检出油含量。

4.2.2 回收率

加标浓度为 0.2 mg/mL 标样测试浓度为 0.222 mg/mL，加标浓度为 0.5 mg/mL 标样测试浓度为 0.345 mg/mL。计算回收率范围为 69%~111%。

结论

使用红外光谱法测定水中的油类物质，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，使用环保试剂 S-316 代替四氯化碳，既满足环境检测的要求，还符合环保理念，是测定水中油类物质的理想分析方法。