

# 全自动萃取装置与红外分光测油仪 组合分析结果探讨

吕艳芳

(国能包头煤化工有限责任公司, 内蒙古 包头 014010)

**摘要** 本方法采用全自动萃取装置与红外分光测油仪组合进行工业污水及生活污水中油含量的测定, 可以实现进样、萃取、分离、测量、排液及清洗等过程全自动化操作, 并且实现全程无人值守。相较于手工分析方法, 全自动萃取极大地提高了分析效率, 并通过改善样品分析环境, 实现了对环境及操作人员健康的进一步保护。该全自动萃取装置与红外分光测油仪组合从检出限、精密度以及准确度等方面与标准规定方法进行了比较和验证, 获得了比较理想的结果, 并有效地解决了手工萃取操作程序复杂繁琐、批量分析用时较长、分析过程四氯乙烯挥发影响环境及操作人员身体健康等问题。

**关键词** 水中油含量; 全自动萃取装置; 红外分光测油仪; 工业废水; 生活污水

中图分类号: TH7

文献标志码: A

文章编号: 2097-3365(2024)11-0004-03

## 1 研究背景

水中油含量是生态环境部实施的污染物达标排放控制的指标之一, 它的指标可以直观地反映水质的质量, 对于排放水质的评价以及污水处理效果的控制都具有指导作用<sup>[1]</sup>。水中油含量对污水处理的影响非常显著, 具体表现为油类物质会导致处理效率下降、设备堵塞、微生物活性抑制、膜污染等一系列问题, 最终影响出水的质量。因此, 准确测定水中油含量并采取有效的预处理措施, 对于提高污水处理效果和确保排放水质达标至关重要。

水中油含量作为生活污水和工业废水中的重要监测指标, 在化工企业中的运行过程中具有极其重要的环保和安全意义。

首先, 它可以确保废水排放符合国家和地方的环保法规标准, 避免因超标排放而受到处罚。

其次, 测定水中油含量有助于及时发现和控制污染源, 减少水体污染, 保护水生生态系统。此外, 通过准确的数据监测, 企业可以优化生产工艺, 提高污水、回用水装置处理效率, 减少不必要的资源浪费, 降低运行成本。

最后, 水中油含量对化工企业中的设备和装置有多种不利影响, 包括设备腐蚀、热交换效率降低、冷却系统故障、设备故障、仪表失灵、生产效率下降、安全隐患增加以及经济成本增加等。因此, 准确测定水中油含量并采取有效的控制措施, 对于保障设备正

常运行、提高生产效率和确保生产安全至关重要。

目前, 红外分光光度法是我国生态环境部颁布的测定水中油含量最快速、最有效的分析方法。红外分光光度法因具有灵敏度高, 检出限低, 不受油品影响的优点, 在我国测定水中石油类广泛使用<sup>[2]</sup>。国内最新测定工业废水和生活污水中油类含量标准为HJ637—2018, 标准于2018年10月10日发布, 2019年1月1日实施, 但日常检测过程中由于本方法对于样品要求前处理为纯物质, 其前处理过程繁琐且四氯乙烯为有毒有害危险化学品而存在不足之处:

一是试样前处理操作程序复杂繁琐。需要将样品手工转移至分液漏斗中, 以四氯乙烯为萃取剂充分振荡、静置分层后, 将下层四氯乙烯的萃取液通过装有无水硫酸钠的玻璃砂芯漏斗放至50 mL比色管中, 用适量四氯乙烯润洗玻璃漏斗, 所有润洗液均应合并到萃取液中, 用四氯乙烯定容稀释至刻度。把上层水相全部转移到量筒中, 准确测量样品的体积并进行记录<sup>[3]</sup>。

二是批量分析用时较长。如果分析的样品数量较多, 就需要多次重复以上繁琐的操作程序, 而且操作人员需要对实验过程全程进行操作, 增加了人力成本, 降低了分析效率。

三是此标准的萃取剂是用四氯乙烯替代毒性较大的四氯化碳。虽然四氯乙烯毒性比较低, 但四氯乙烯作为地下水污染检测中检出率最高的氯代烯烃污染物<sup>[4]</sup>, 已经被列入有毒有害水污染名录<sup>[5]</sup>。在水中油标准方

法中，整个萃取过程四氯乙烯都是暴露在开放的环境下，它的挥发对环境及操作人员的身体健康都有相当的影响。

首先，四氯乙烯易挥发，可以通过吸入、皮肤接触或口服途径进入人体，可能引起急性毒性，对中枢神经系统产生抑制：高浓度的四氯乙烯会导致头晕、头痛、嗜睡、恶心、呕吐等症状，严重时可导致昏迷甚至死亡；也可对呼吸道产生刺激：吸入高浓度的四氯乙烯会引起呼吸道刺激，导致咳嗽、呼吸困难等症状。

其次，长时间接触四氯乙烯还会引起对肝脏、肾脏、神经系统以及免疫系统的慢性损害。

总之，四氯乙烯对人体健康有多方面的潜在危害，特别是在长期和高浓度暴露的情况下。因此，采取有效的措施以减少操作人员与四氯乙烯的接触非常重要，以保障操作人员的健康和安全。

现针对标准方法样品前处理手工萃取方法的不足进行改进，使用全自动萃取装置与红外分光测定相结合的方式，对全自动萃取方式结果的检测限、准确度和精密度进行了验证。

## 2 实验部分

### 2.1 实验原理

在  $pH \leq 2$  的条件下，把所测水样用四氯乙烯萃取，之后测定水中油含量；用硅酸镁吸附去除萃取液中动植物油类等极性物质后，即测定石油类。植物油类的含量可以用油类减去石油类含量计算得出。

该试验由全自动萃取装置、红外分光测油仪和操作软件三部分组成。全自动萃取装置自动取样，使用萃取溶剂按设定萃取比例，以气流扰动湍流萃取技术将水体中的油类萃取出来，再将萃取溶液通过油水分离膜过滤装置除水除杂质后导入比色皿中，由红外分光测油仪对萃取溶液中的油类含量进行分析检测。

### 2.2 主要仪器和设备

#### 2.2.1 主要仪器

OIL-460型红外测油仪；萃取装置；石英比色皿(4 cm)。

#### 2.2.2 试剂

红外用四氯乙烯中石油类溶液标准物质(1000  $\mu\text{g/mL}$ ，GBW(E)136755)；四氯乙烯中石油类标准物质(54.6

$\mu\text{g/mL}$ )，BW 021001S)；无水硫酸钠；四氯乙烯；盐酸(1+1)。

### 2.3 实验步骤

#### 2.3.1 标准曲线的制作

准确移取 10.00 mL 红外用四氯乙烯石油类溶液标准物(1 000  $\mu\text{g/mL}$ )于 100 mL 容量瓶中以四氯乙烯定容，摇匀作为标准使用液备用，有效期为 24 h。

分别准确移取 0.00 mL，2.50 mL，5.00 mL，7.50 mL，10.00 mL，15.00 mL，20.00 mL，上述标准使用液于 7 个 25 mL 容量瓶中，以四氯乙烯定容，摇匀备用。标准系列质量浓度分别为 0.00 mg/L，10.00 mg/L，20.00 mg/L，30.00 mg/L，40.00 mg/L，60.00 mg/L 和 80.00 mg/L。用全自动萃取装置与红外测油仪组合建立标准曲线。(见表 1)

#### 2.3.2 方法检出限、测定下限

按照样品分析的步骤，使用全自动萃取装置与红外测油仪组合对空白样品进行 7 次平行测定。根据 HJ 168—2010《环境监测分析方法标准制修订技术导则》的方法，统计 7 次空白平行测定，其数值分别是 0.027 mg/L、0.029 mg/L、0.025 mg/L、0.031 mg/L、0.032 mg/L、0.028 mg/L 和 0.026 mg/L，其标准偏差为 0.0026，经计算得出：空白样品体积为 500 mL，四氯乙烯体积为 50.0 mL 时，使用全自动萃取装置组合测油仪测定的检出限为 0.008 mg/L，测定下限为 0.026 mg/L。

#### 2.3.3 方法准确度

向 500 mL 空白水样中分别加入 0.50 mL，1.00 mL，5.00 mL 和 10.00 mL 石油类标准使用液(GBW(E)136755)，配制成质量浓度分别为 1.00 mg/L，2.00 mg/L，9.90 mg/L 和 19.61 mg/L 的样品。使用全自动萃取装置与红外测油仪组合进行 6 次平行测定。统计每个浓度测定结果的相对误差，结果见表 2。

使用全自动萃取装置组合测油仪测试 4 种不同浓度配制样品的相对误差范围为 -7.90% ~ 5.95%，测定结果相对误差均在  $\pm 10\%$  以内，符合要求。

#### 2.3.4 方法精密度

向 500 mL 空白水样中分别加入 0.50 mL，1.00 mL，5.00 mL 和 10.00 mL 石油类标准使用液(GBW(E)136755)，配制成质量分数分别为 1.00 mg/L，2.00 mg/L，9.90 mg/L

表 1 标准曲线绘制结果

$\rho$ 石油类 / (mg/L)	0.00	10.00	20.00	30.00	40.00	60.00	80.00
吸光度	0.000	9.663	20.369	29.368	39.670	60.986	79.569
标准曲线	$y=1.002x-0.12214$ ( $r=0.9998$ )						

表2 全自动萃取装置组合测油仪测试配制样品准确度数据 (mg/L)

实验次数	配制样品质量浓度 (mg/L)							
	1.00		2.00		9.90		19.61	
	$\rho / (\text{mg/L})$	相对误差 /%	$\rho / (\text{mg/L})$	相对误差 /%	$\rho / (\text{mg/L})$	相对误差 /%	$\rho / (\text{mg/L})$	相对误差 /%
1	0.921	-7.90	1.942	-2.90	9.977	0.78	19.751	0.72
2	0.927	-7.30	2.119	5.95	9.637	-2.66	19.376	-1.19
3	0.958	-4.20	1.993	-0.35	9.735	-1.67	19.570	0.20
4	1.031	3.10	1.974	-1.30	9.813	-0.88	19.251	-1.83
5	0.976	-2.40	1.928	-3.60	9.561	-3.42	19.302	-1.57
6	0.988	-1.20	2.104	5.20	9.704	-1.98	19.023	-2.99

和 19.61 mg/L 的样品。使用全自动萃取装置红外测油仪组合进行 6 次平行测定。统计每个浓度测定结果的平均值、标准偏差以及相对标准偏差,结果见表 3。

表3 全自动萃取装置组合测油仪测试配制样品精密度数据 (mg/L)

实验次数	配制样品质量浓度 (mg/L)			
	1.00	2.00	9.90	19.61
1	0.921	1.942	9.977	19.751
2	0.927	2.119	9.637	19.376
3	0.958	1.993	9.735	19.570
4	1.031	1.974	9.813	19.251
5	0.976	1.928	9.561	19.302
6	0.988	2.104	9.704	19.023
平均值	0.967	2.010	9.739	19.379
标准偏差	0.041	0.082	0.145	0.255
相对标准偏差 /%	4.24	4.08	1.49	1.32

使用全自动萃取装置组合测油仪测定 4 种不同浓度范围配制样品的相对标准偏差范围为 1.32%~4.24%。

### 2.3.5 定值测试

使用全自动萃取装置与红外测油仪组合对标准样 BW 021001S 进行定值平行测试,定值结果分别是 52.26 mg/L 和 53.58 mg/L,平均值为 52.92 mg/L,定值的测定结果均在相应参考浓度 (54.6±2.73) mg/L 范围内。

## 3 结论

1. 采用全自动萃取装置建立的全自动萃取与红外测油仪组合的分析方法对工业废水和生活污水中的油

类含量的测定有很好的适用性。检出限为 0.008 mg/L,测定下限为 0.026 mg/L,检出限和测定下限测定值远远低于 HJ 637—2018 标准中的规定手工萃取与红外测油仪组合的方法中 0.06 mg/L 和 0.24 mg/L;油类质量浓度在 0.00~80.0 mg/L 范围内线性相关系数符合要求;准确度、精密度都满足相关质控要求;标样定值测试结果符合范围要求。

2. 相比 HJ 637—2018 中手工法萃取分析,采用自动萃取装置自动萃取分析工业废水和生活污水中的油类,萃取过程全自动化,自动完成进样、萃取、除水、分离、测量、排液以及清洗等操作,无需人员值守,一次运行可以连续分析 10 个样品,单次分析大约 7 min 左右可以完成,分析效率得到大幅的提高。自动萃取分析过程密闭运行,分析人员无需接触试剂,废气采用活性炭吸附处理,在避免产生环境污染的同时也有效地降低了四氯乙烯给操作人员带来的职业性危害。

## 参考文献:

- [1] 仇英伟,董亚玲.红外分光光度法测定水中油常见问题探讨及方法改进[J].技术研究,2023(07):73-75.
- [2] 戴巧玉,周恒,谷川.红外分光光度法测定水中石油类和动植物油类的方法验证[J].化工设计通讯,2020,46(12):162-163.
- [3] 生态环境部.水质石油类和动植物油类的测定红外分光光度法:HJ637-2018[S].北京:中国环境科学出版社,2018.
- [4] 杨钦明.四氯乙烯污染地下水厌氧—好氧型生物反应格栅修复技术研究[D].天津:天津大学,2016.
- [5] 本刊编辑部.首批有毒有害大气污染物名录发布[J].低温与特气,2019,37(01):33.