

# 关于二硫化碳检测油类物质的探讨

孙小然<sup>1</sup> 应倩楠<sup>1</sup> 王 宾<sup>\*1</sup> 石文静<sup>2</sup>

1.大连医科大学 辽宁大连 116000

2.辽宁省大连生态环境监测中心 辽宁大连 116000

**摘 要:** 红外分光光度法是我国标准检测油类物质的经典方法, 具有灵敏度高, 检出限低, 不受油品影响等优点。现行标准中所用萃取溶剂为四氯乙烯, 实验组选择多种其他试剂与四氯乙烯进行比较分析, 目的是选择出一种具有油类分析能力的试剂, 通过筛选实验以及二硫化碳与四氯乙烯进行的油类物质对比试验, 实验组整理实验结果得出四氯乙烯是油类物质首选试剂, 二硫化碳可以在实验室内部试验或者特殊情况下利用其进行探索性试验的结论。

**关键词:** 分光光度法; 四氯乙烯; 二硫化碳

## Discussion on carbon disulfide detection of oil substances

Xiaoran Sun<sup>1</sup> Qiannan Ying<sup>1</sup> Bin Wang<sup>\*1</sup> Wenjing Shi<sup>2</sup>

1. Dalian Medical University 116000, Dalian, Liaoning

2. Dalian Ecological Environment Monitoring Center, Liaoning 116000

**Abstract:** Infrared spectrophotometry is a classical method for standard detection of oil substances in China, which has advantages such as high sensitivity, low detection limit, and unaffected by oil types. The current standard uses tetrachloroethylene as the extraction solvent. The experimental group selected multiple other reagents and compared them with tetrachloroethylene to select a reagent with oil analysis ability. This study screened experiments and compared oil substances using carbon disulfide and tetrachloroethylene to determine the preferred reagent for oil substances. The experimental results show that tetrachloroethylene is the preferred reagent for oil substances, while carbon disulfide can be used for exploratory experiments in laboratory or special situations.

**Keywords:** Spectrophotometry; Tetrachloroethylene; Carbon disulfide

### 引言

红外分光光度法是国内环境保护部门用来检测含油性和固定性污染物排放的传统方法<sup>[1,2,3,4]</sup>, 该方法灵敏度高, 检测限小, 不会受到石油污染, 可以对油进行综合监控。

GB/T 16488-1996 国家标准《水质石油类和动植物的测定 红外分光光度法》及 GB 18483-2001 《饮食业油烟排放标准(试行)》中所采用的全部是四氯化碳, 但是我国在 1987 年签订的《关于消耗臭氧物质的蒙特利尔议定书》中规定, 四氯化碳被确定为全球禁止使用的试剂, 至 2014 年我国必须全部停用, 因此, 2018 年发布了新的《水质石油类和动植物的测定 红外分光光度法》(HJ 637-2018), 《固定污染源油烟和油雾的测定 红外分光光度法》(HJ 1077-2019) 对油品进行了检测, 两个新分析方法标准中所用的萃取溶

剂均为四氯乙烯, 四氯乙烯具有适用性广等优势, 跟四氯化碳相比其最大优势就是目前为止不受蒙特利尔条约限制。但是随着人们环保意识的逐渐加强, 四氯乙烯会不会也被限制这也是个问题, 未雨绸缪, 实验组想在四氯乙烯的基础上再寻找一下其他可以满足油类检测的试剂, 通过调研发现国际上油类检测还有其他萃取试剂或其他分析方法<sup>[5,6,7]</sup>, 实验组以红外分光光度法为分析方法, 筛选多种四氯乙烯之外的其他化学试剂与四氯乙烯进行分析比较实验, 发现二硫化碳具备较好的实验效果, 实验组将两者的实验结果及对比如下, 为进一步研究提供借鉴与参考。

### 一、红外扫描图对比

参照《水质 石油类和动植物的测定 红外分光光度法》(HJ 637-2018) 和《固定污染源油烟和油雾的测定 红

外分光光度法》(HJ 1077-2019), 实验组利用红外测油仪对试验用四氯乙烯及二硫化碳进行红外扫描, 谱图见图 1、图 2。

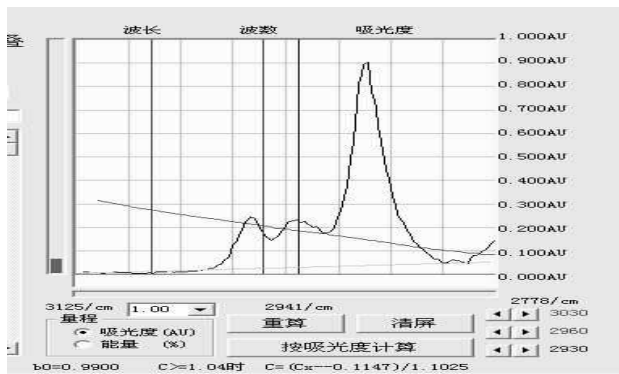


图 1: 四氯乙烯谱图

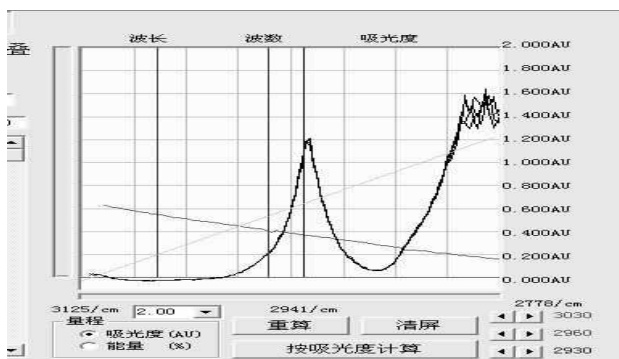


图 2 二硫化碳谱图

由图 1、图 2 可见四氯乙烯和二硫化碳在油类特征峰处都有特征峰, 实验组参照其他文献内容对所用试剂进行提纯, 经过提纯处理<sup>[5,7]</sup>后实验组发现四氯乙烯和二硫化碳在油类特征峰处的特征峰都是相对稳定的, 也就是说有可能这处的出峰就是其物质本身的特征峰, 基于这点考虑实验组随后开展进一步实验。

## 二、实际样品测试对比

首先, 实验组用《水质石油类和动植物的测定红外分光光度法》(HJ 637-2018) 及《固定污染源油烟和油雾的测定红外分光光度法》(HJ 1077-2019), 采用红外线测油器检测溶入于四氯乙烯与二硫化碳中的相同浓度 (0.30 毫克/升) 的矿物油 (HJ 1077-2019), 结果如下:

表 1 四氯乙烯与二硫化碳中矿物油结果比较(0.3mg/L)

编号	四氯乙烯	二硫化碳
1	0.296	0.299
2	0.295	0.293
3	0.306	0.294
平均值	0.299	0.295
相对偏差	0.006	0.003

结果表明, 两种溶剂配制的矿物油样品, 各测试值间的相对偏差均符合实验室质控要求。

## 三、标准系列测定

参考《水质石油类和动植物的测定红外分光光度法》(HJ 637-2018), 将适量四氯乙烯加入 8 个 50 毫升褐色容积瓶子, 依次加入 0,1.00,2.00,4.00,5.00,10.00,20.00,40.00 mg/L 的四氯乙烯中的标准溶剂。用二硫化碳取代四氯化物, 再进行以上步骤, 获得二硫化碳的标准品。采用 4 cm 的石英试样, 采用红外探头对样品进行了测量, 测量了测量值, 并作了曲线图形。

表 2 四氯乙烯和二硫化碳中油烟类物质线性测定结果 (mg/L)

浓度	2.00	4.00	8.00	10.00	20.00	40.00	80.00
四氯乙烯	1.83	3.73	7.82	10.56	21.01	42.33	82.04
二硫化碳	1.71	3.51	7.91	10.37	21.02	43.65	82.66

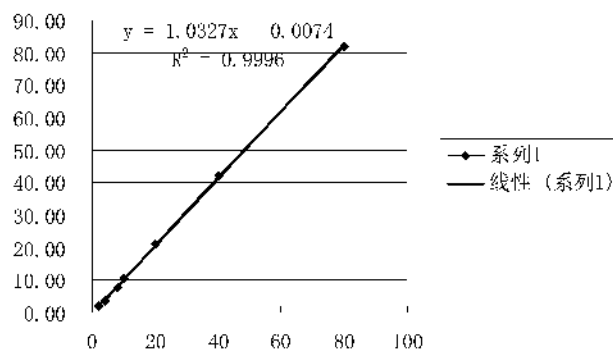


图 3 四氯乙烯中油烟标准样品浓度线性示意图

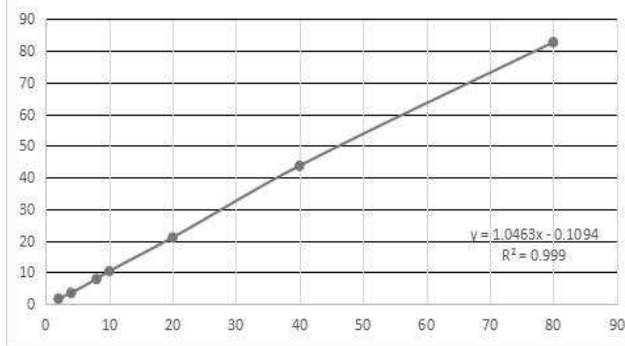


图 4 二硫化碳中油烟标准样品浓度线性示意图

从表 2 和图 3 和图 4 可以看到, 四氯乙烯的标准序列的相关性  $R=0.9998$ , 而二硫化碳的相关性指数  $R=0.9995$ , 测定结果表明两者的线性都很好, 无显著差异。

#### 四、检出限以及测定下限测试

根据 HJ168 标准, 将 2.0 mg/L 的油烟样本添加到 8 个油烟取样过滤器中, 并参考《水质石油类和动植物的测定红外分光光度法》(HJ 637-2018) 及《固定污染源油烟和油雾的测定红外分光光度法》(HJ 1077-2019), 分别用四氯乙烯和二硫化碳 25 mL 分三次超声萃取, 收集萃取液于 25 mL 比色管中, 于红外分光光度计分析并记录结果。结果见表 3。

表 3 检出限以及测定下限测试结果

编号	(mg/L)	
	四氯乙烯测定值	二硫化碳测定值
1	1.98	1.89
2	1.87	1.81
3	1.88	1.77
4	1.79	1.79
5	2.01	1.61
6	1.87	1.93
7	1.91	1.83
平均值	1.91	1.80
标准偏差(SD)	0.07	0.10
检出限(MDL)	0.21	0.31
测定下限	0.83	1.24

由表 3 可见, 四氯乙烯检出限为: 0.21mg/L 二硫化碳检出限为: 0.31mg/L, 当采样体积为 250 L, 在 25 mL 的萃取溶剂中, 其检出限为 0.021 mg/m<sup>3</sup>、0.031 mg/m<sup>3</sup>, 均比《固定污染源废气油烟和油雾的测定红外分光光度法》(HJ 1077-2019) 中的 0.1 mg/m<sup>3</sup>[4]。

#### 五、结果与讨论

由以上结果可以看出, 利用四氯乙烯和二硫化碳作为萃取剂测试油类物质没有显著差异, 理论上二硫化碳也可以作为萃取溶剂测试油类物质。但是二硫化碳的缺点是: 臭味较大, 对实验人员不友好, 所以, 实验组认为在油类物质分析过程中萃取试剂首选四氯乙烯, 二硫化碳可以在实验室内部试验或者特殊情况下利用其进行探索性试验。

#### 参考文献:

- [1] 国家环保总局空气和废气监测分析方法编委会. 空气和废气监测分析方法[M]. 第四版. 北京: 中国环境科学出版社, 2003. 9.
- [2] 国家环保总局水和废水监测分析方法编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第四版(增补版). 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 11 (2009. 11 重印).
- [3] HJ 637-2018 水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法[S]. 2018.
- [4] HJ 1077-2019 固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法[S]. 2019.
- [5] 郑健等. 环境样品中矿物油监测常用萃取剂及其纯化和回收 [J]. 中国环境监测, Vol. 18 No. 6 Dec. 2002
- [6] 郑健等. 用于水中矿物油测定的新型萃取剂 [J]. 高等学校化学学报, Vol. 24 2003 年 2 月 No. 2 221~225.
- [7] 叶清平. 二硫化碳试剂提纯方法的改进[J]. 第三届浙江中西部科技论文集

作者简介: 孙小然, 女, 2004 年生, 大连医科大学医学影像技术专业 21 级。

通讯作者: 王宾, 男, 1988 年生, 讲师, 博士, 主要从事的工作为生理学教学科研工作, 邮箱: wb101900@126.com