

红外分光油分析仪验证水质 石油类和动植物油类的测定及其实际应用

王永涛

北京市大兴区环境保护监测站 北京 102600

摘要: 实验通过红外分光油分析仪对空白样品、标准样品、加标样品和实际水样测试分析,从精密度、准确度等角度验证了《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》(HJ637-2018)在实际应用中的可行性。确定了本站方法检出限、测定下限。从人员、仪器设备、标准物质、质量保证和质量控制方面验证了本站满足新方法相关要求,为我站开展水质 石油类和动植物油类检测项目奠定了基础。同时,根据对实际水样的测定,掌握并本区排放水质总体状况,为生态环境管理部门提供了技术支持。

关键词: 石油类; 动植物油类; 红外分光油分析仪; 检测方法; 管理

石油类和动植物油类是环境水中主要的污染物质,也是环境监测中重要的水质分析指标,它们主要来自于工业废水和生活污水的污染^[4]。随着城市化、农村城镇化进程加快,大兴区水体主要污染排放单位以污水处理厂、农村小型污水处理站及工业企业并存为主。为加强本区域水质监测,及时掌握水质排放状况,本文进行了《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》新标准方法验证。通过测定精密度、准确度、回收率试验,确认了我站人员、仪器设备、标准物质、结果的质量保证和质量控制等方面均满足新方法要求,提升了本实验室开展该项目的检测能力。同时,开展实际水样监测,掌握了本区排放水情况、为生态环境管理部门决策、执法提供技术支持。

一、目的

采用红外分光光度法对水质 石油类和动植物油类进行检测,确定方法检出限、测定下限^[1]。明确干扰和消除要求,并运用实际工作掌握本区水质状况,为管理部门提供技术支撑。

二、实验准备

1. 主要仪器: 红外测油仪。
2. 主要试剂: 四氯乙烯。
3. 实验内容

通讯作者简介: 王永涛; 1978年1月; 汉族; 女; 河北怀来; 北京市大兴区环境保护监测站; 监测站副站长; 中级工程师; 硕士研究生; 邮编: 102600; 水质、环境空气、废气、噪声、土壤等生态环境监测研究; 邮箱: 24027091@qq.com。

(1) 方法原理

水样在 $\text{pH} \leq 2$ 的条件下用四氯乙烯萃取后,测定油类; 将萃取液用硅酸镁吸附去除动植物油类等极性物质后,测定石油类。油类和石油类含量由波数分别为 2930cm^{-1} 、 2960cm^{-1} 和 3030cm^{-1} 处的吸光度,根据校正系数计算; 动植物油类的含量为油类与石油类含量之差^[1]。

(2) 实验步骤

① 样品采集与保存

参照 HJ/T91 相关规定,用专用油采样器采集。如不能在 24h 内测定,应在 $0^\circ\text{C} \sim 4^\circ\text{C}$ 冷藏保存,3d 内测定。

② 校准

取适量石油类标准使用液,测定相对误差在 $\pm 10\%$ 以内,校正系数可用^{[1][5]}。

③ 样品的测定^[3]

油类的测定: 将经四氯乙烯萃取后的样品转移至 4cm 石英比色皿中,以四氯乙烯作参比,测量其吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} 。石油类的测定: 将经硅酸镁吸附后的萃取液转移至 4cm 石英比色皿中进行测定。

(3) 测定结果表示

① 油类或石油类浓度计算按以下公式计算:

$$\rho = \left[X \cdot A_{2930} + Y \cdot A_{2960} + Z \cdot \left(A_{3030} - \frac{A_{2960}}{F} \right) \right] \cdot \frac{V_0 \cdot D}{V_s} - \rho_0$$

式中: ρ —— 样品中油类或石油类的浓度, mg/L ;

ρ_0 —— 空白样品中油类或石油类的浓度, mg/L ;

X —— 与 CH_2 基团中 C-H 键吸光度相对应的系数, mg/L/吸光度 ;

Y —— 与 CH_3 基团中 C-H 键吸光度相对应的系数,

mg/L/吸光度;

Z——与芳香环中C-H键吸光度相对应的系数, mg/L/吸光度;

F——脂肪烃对芳香烃影响的校正因子, 即正十六烷在2930cm⁻¹与3030cm⁻¹处的吸光度之比;

A2930、A2960、A3030——各对应波数下测得的吸光度;

V₀——萃取溶剂的体积, ml;

V_w——样品体积, ml;

D——萃取液稀释倍数。

②样品中动植物油类按以下公式计算:

$$\rho(\text{动植物油类}) = \rho(\text{油类}) - \rho(\text{石油类})$$

③结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致, 最多保留3位有效数字。

4. 实验结果

(1) 四氯乙烯检验

四氯乙烯对测定结果影响非常大, 其挥发性较大, 需避光保存^[2]。检验方法为: 取适量四氯乙烯于4cm空石英比色皿进行谱图扫描, 测定其吸光度值分别为0.009、-0.005、0.000, 测定结果合格。

(2) 校正系数检验

准确移取5.0ml石油类标准溶液于100ml容量瓶中, 用四氯乙烯定容至刻度, 摇匀。溶液浓度为50mg/L。用红外测油仪测定, 结果为51.198mg/L。计算相对误差为1.2%, 小于10%, 校正系数符合要求。校准曲线为: Y=1.0240X+0.0000, r=1.00000 (曲线合格), 校正系数为X=42.350; Y=63.273; Z=399.443; F=145.000。

(3) 方法检出限、测定下限、精密度及准确度测试

实验通过对空白样品8次检测, 计算检出限和测定下限分别为0.02mg/L、0.08mg/L。通过对浓度为0.20mg/L、1.00mg/L、4.00mg/L的样品进行6次重复测定, 计算相对标准偏差分别为7.7%、3.0%、0.0%。通过对空白样品加标测试, 得出加标回收率分别为120%、98%、102%, 结果符合标准要求。数据见表1。

(4) 实际水样测试

共采集17家工业企业排放水、30家城镇污水处理厂和农村小型污水处理设施排放水进行实验。

①排放情况

本区现有污水处理设施水质 石油类和动植物油类均小于0.5mg/L, 工业企业废水中石油类、动植物油类分别小于10mg/L、50mg/L排放标准, 均达标排放。

表1 测试结果数据表

平行样		1	2	3			
测定结果 (mg/L)	1	0.016	0.023	0.015			
	2	0.006	0.023	0.019			
	3	0.019	0.015	0.023			
	4	0.006	0.015	0.026			
	5	0.02	0.019	0.026			
	6	0.006	0.023	0.02			
	7	0.006	0.028	0.023			
	8	0.019	0.019	0.031			
平均值X (mg/L)		0.012	0.021	0.023			
标准偏差S (mg/L)		0.007	0.004	0.005			
t值		2.998	2.998	2.998			
检出限 (mg/L)		0.02	0.01	0.01			
测定下限 (mg/L)		0.08	0.04	0.04			
平行样		石油类标准使用液浓度 (mg/L)					
		0.2	1.00	4			
测定结果 (mg/L)	1	0.28	1.02	4.11			
	2	0.24	0.97	4.08			
	3	0.28	0.96	4.08			
	4	0.26	1.00	4.07			
	5	0.27	1.03	4.08			
	6	0.24	1.02	4.08			
平均值X (mg/L)		0.26	1.00	4.08			
标准偏差S (mg/L)		0.02	0.03	0.01			
相对标准偏差RSD (%)		7.7	3	0			
平行样		1	2	3			
		样品	加标样品	样品	加标样品	样品	加标样品
测定结果 (mg/L)	1	0.02	0.28	0.02	1.02	0.02	4.11
	2	0.01	0.24	0.01	0.97	0.01	4.08
	3	0.02	0.28	0.02	0.96	0.02	4.08
	4	0.01	0.26	0.01	1.00	0.01	4.07
	5	0.02	0.27	0.02	1.03	0.02	4.08
	6	0.01	0.24	0.01	1.02	0.01	4.08
平均值 (mg/L)		0.02	0.26	0.02	1.00	0.02	4.08
实测值 (mg)		0.12		0.49		2.03	
加标量 (mg)		0.1		0.5		2	
回收率 (%)		120		98		102	

②原因解析

近年来, 我区开展了一系列水污染综合治理。一是加强污水处理设施建设。新建再生水、污水收集管线, 改造雨污合流管线。二是加强工业污染防治。建立工业

园区水环境管理“一园一档”，实现污水处理设施和在线监控设施正常运行。三是加强农村污水治理。完成44个村污水收集处理设施建设和17个村庄环境综合整治任务。295个村实现污水处理设施覆盖率达83%。四是强化入河排污口综合整治，实现“动态清零”。

③趋势分析

随着经济发展，出现农村污水处理设施排放水相对城镇污水处理厂排放水浓度偏高的趋势。管理部门应高度重视，重点监管和提升农村处理设施设备运行效率，提升农村地区整体处理水平和效率。

5. 结论

实验通过对空白样品，标准样品和加标样品、实际水样的分析，从精密度、准确度等角度验证了新标准方法的可行性。确定了本站方法检出限为0.02mg/L，测定

下限为0.08mg/L；方法精密度在0.0%至7.7%之间；加标回收率为98%~120%。人员、仪器设备、标准物质、质量保证和质量控制等均满足要求。通过对实际水样分析，大兴区现有排污单位水质排放均达标，检测结果为管理部门开展决策和执法提供了技术依据。

参考文献：

- [1]《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》(HJ637-2018)
- [2]《红外测油仪在水质分析中的应用》，董淑敏
- [3]《OL1020型红外分光油分析仪使用说明书》
- [4]《水和废水监测分析方法》(第四版)增补版，中国环境科学出版社，2010：539-545
- [5]《分析测试技术》，中国环境监测总站，2013：239-247