

监测技术 ·

S - 316 提取剂测定水中石油类

谢 争,徐 非,赵 春

(上海市环境监测中心,上海 200030)

摘 要:红外分光光度法测定水中石油类,可用 S - 316(六氯四氟丁烷)作提取剂。测定了以 S - 316 为溶剂配制的正十六烷、姥鲛烷和甲苯溶液的校正系数,并对该校正系数作了检验。比较了 S - 316 和 CCl_4 的本底值和萃取率,结果表明 S - 316 可作为红外法测定水中石油类的提取剂,并具有毒性小,萃取率高等特点。

关键词:S - 316;提取剂;红外法;石油类

中图分类号:O652.62 **文献标识码:**B **文章编号:**1006 - 2009(2002)05 - 0024 - 02

Determination of Petroleum Oil in Waste water by Extractor S - 316

XIE Zheng, XU Fei, ZHAO Chun

(Shanghai Environmental Monitoring Center, Shanghai, 200030, China)

Abstract:To determine petroleum oil in water using infrared photometry, S - 316 can be used as extractor. The background value and extraction rate of S - 316 and CCl_4 was compared. Results indicated that S - 316 was used as extractor for petroleum oil in infrared photometry, and with low toxic and efficient aspects.

Key words:S - 316; Extraction; Infrared photometry; Petroleum oil

红外分光光度法测定水中石油类^[1-6]一般用四氯化碳作提取剂,它毒性大,大量使用对人体有较大的危害。今采用 S - 316(六氯四氟丁烷)为提取剂,它毒性小,萃取率高,取得较满意的提取效果。

S - 316作参比,用 1 cm 比色皿,分别测量这 3 种溶液在 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 、 $2\ 960\ \text{cm}^{-1}$ 和 $3\ 030\ \text{cm}^{-1}$ 处的吸光值,结果见表 1。

表 1 S - 316 对仪器的校正系数

系数	X	Y	Z	F
测定值	132.06	301.27	1946.6	176.75

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

JK - 951 红外分光测油仪;S - 316,北京普析通用公司;硅酸镁,60 目~100 目;正十六烷;姥鲛烷;甲苯。

1.2 操作步骤

将一定体积的水样倾入分液漏斗中,加氯化钠 20 g 和 25 mL S - 316,充分振荡 2 min,静置分层。将萃取液通过玻璃砂芯漏斗(内有 10 mm 厚的无水硫酸钠)流入比色管中,用 S - 316 稀释至标线。将萃取液通过硅酸镁吸附柱,弃去前 5 mL 滤液,余下部分供测定用。

2.2 校正系数检验

分别准确量取正十六烷、姥鲛烷和甲苯,按 5:3:1(体积比)配成混合烃。混合烃质量浓度为 6.00 mg/L、12.0 mg/L 和 60.0 mg/L,在波长 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 、 $2\ 960\ \text{cm}^{-1}$ 和 $3\ 030\ \text{cm}^{-1}$ 处分别测量混合烃系列溶液的吸光值,并计算其浓度,结果见表 2。

表 2 校正系数检验测定结果

混合烃质量浓度	测定值	mg/L
6.00	6.10	
12.0	12.2	
60.0	59.7	

2 结果与讨论

2.1 校正系数的测定

以 S - 316 为溶剂,分别配制 100 mg/L 正十六烷、100 mg/L 姥鲛烷、400 mg/L 甲苯溶液,以

收稿日期:2002 - 01 - 08;修订日期:2002 - 09 - 29

作者简介:谢 争(1964—),女,上海人,高级工程师,学士,从事环境监测工作。

由表 2 可知,混合烃系列溶液的测定值在所配浓度的 99.5%~102% 范围内,相对误差小于 2%,表明仪器的校正系数准确、可靠。

2.3 S-316 与 CCl₄ 本底值的比较

对 S-316 和 CCl₄ 进行空白扫描,表明市售 S-316 本底值低,可不作处理直接使用,而 CCl₄ 一般要经活性炭吸附后才能用于样品的测定。

2.4 提取剂 S-316 与 CCl₄ 萃取比较

用 S-316 和 CCl₄ 分别萃取同一样品,用红外分光法进行测定,结果见表 3。

表 3 两种萃取剂萃取样品测定结果 mg/L

提取剂	标样 1	标样 2	地表水 1	地表水 2	地表水 3	废水 1	废水 2	废水 3
S-316	25.4	104	0.30	0.49	0.68	3.07	5.63	1.60
CCl ₄	26.4	108	0.33	0.44	0.61	3.21	5.08	1.67

注: 标样给定值:标样 1 为 26.0 mg/L ±2.9 mg/L,标样 2 为 109 mg/L ±12 mg/L。

从表 3 可见,用这两种提取剂萃取样品所测得结果基本一致,两个标样值亦在给定的范围内。

2.5 精密度

采取 3 种不同浓度的工业废水进行 6 次测定,相对标准差在 4% 以内,精密度较好。

采用三波长红外分光光度法测定水中石油类,以 S-316 为萃取剂,具有毒性小,萃取率高,准确度和精密度好等特点,完全可用作测定水与废水中石油类的提取剂。

[参考文献]

[1] 尹振东. 红外分光光度法测定水体中石油类初探[J]. 辽宁城乡环境科技,1997,17(6):75-77.
 [2] 张桂芬. 用 OCMA-220 型油份浓度分析仪测定水中油[J]. 环境保护科学,1997,23(3):37-39.
 [3] 钱 达. 石油类物质的测定与影响[J]. 交通环保,1997,18(3):31-34.
 [4] 林大泉. 石油类物质与动植物油[J]. 石油化工环境保护,1994,(3):56.
 [5] SALVADOR G. Evaluation of extraction alternative for fourier transform infrared spectrometric determination of oil and greases in water[J]. Analytica Chimica Acta,1997,345:1610-171.
 [6] PETER J. Novel sampling and support media for the infrared analysis of water-immiscible oil-based environmental pollutants [J]. Analytica Chimica Acta,1997,345:1-3.

(上接第 23 页)

表 3 亳州市跨省河流 COD 流入总量统计

河 流	COD / (mg L ⁻¹)	年过境水量 Q/亿 t	COD 年排放总量 Q/t
涡 河	104	7	72 800
惠 济 河	122	6	73 200
急三道河	43	0.6	2 580
包 河	246	0.29	7 134
洪 河	72	0.3	2 160
总 量		14.19	157 874

4.2 造成的污染事故

受 5 条跨省河流污染,亳州境内地表水水质恶化,并引发多起污染事故:

(1)1997 年 10 月,小洪河上游排放污水,引发亳州市城北乡大王村渔业污染事故,水域污染面积 6.8 hm²,直接经济损失 37 万元。

(2)1998 年 12 月,洪河包公庙闸开闸放水,污水沿农田灌溉渠流入亳州境内亳宋河,造成亳州市张集镇养鱼大批死亡,渔业污染面积 63.87 hm²,直接经济损失 198 万元。

(3)2000 年 2 月 12 日,惠济河鹿邑闸开闸放

水,污水伴随惠济河水汇入涡河亳州段,造成亳州市渔业污染面积 129.13 hm²,受损渔民 160 户,死鱼 712 t,直接经济损失 498 万元,总经济损失 1 992 万元。安徽省“江淮环保世纪行”组织的 14 家新闻媒体记者曾赴惠济河鹿邑闸现场采访,当时闸上仍存有大量的高浓度污水。经监测,水体中高锰酸盐指数高达 57.1 mg/L。

5 主要污染源

据调查,涡河、惠济河在流入亳州前已汇集了河南省一市八县的工业废水,其中造纸、酿造、制革、制药、印染等严重污染企业 45 家,年排放废水 16 400 万 t,产生 COD 11.4 万 t。现在包河上游仍有许多家化学制浆小造纸厂,大量泛着白沫的造纸黑液直接流入包河,包河实际上成了上游的“排污沟”。

[参考文献]

[1] GHZB 1-1999,地表水环境质量标准[S].

本栏目责任编辑 李文峻