

红外分光光度法测定动植物油方法的改进

白添, 田震, 莫庆眉

(南宁市环境保护监测站, 广西南宁 530012)

摘要:介绍了以 CCl_4 萃取水体中的动植物油, 通过红外分光测油仪测定其浓度的方法, 并对动植物油矿物油混合标准曲线及其加标回收率、动植物油测定方法检出限进行测定。结果表明, 红外分光光度法测定动植物油方法可靠、准确、成熟, 达到了一定的技术水平, 可以用于环境污染的监测分析。

关键词:红外分光光度法; 动植物油分离; 混合标准曲线; 加标回收率; 检出限

中图分类号: O 657.3

文献标识码: A

文章编号: 1671-9905(2007)08-0040-04

1 方法原理

动物油、植物油为脂肪酸甘油酯复杂混合物, 均属于极性物质, 用四氯化碳萃取, 能被硅酸镁吸附, 并且在波数为 2930 cm^{-1} 、 2960 cm^{-1} 、 3030 cm^{-1} 全部或部分谱带处有特征吸收, 其吸收情况基本一致。矿物油主要含有非极性脂肪烃及少量芳烃, 用四氯化碳萃取, 不被硅酸镁吸附, 并且在波数为 2930 cm^{-1} 、 2960 cm^{-1} 、 3030 cm^{-1} 全部或部分谱带处有特征吸收。水中的油类被 CCl_4 萃取后通过硅酸镁的吸附作用, 把动植物油与矿物油分离, 测定分离前后油类的浓度差, 通过植物油标准曲线查出 CCl_4 中植物油的浓度, 经过换算可以得出水体或烟气中动植物油的浓度。

油的特征吸收谱图见图1。

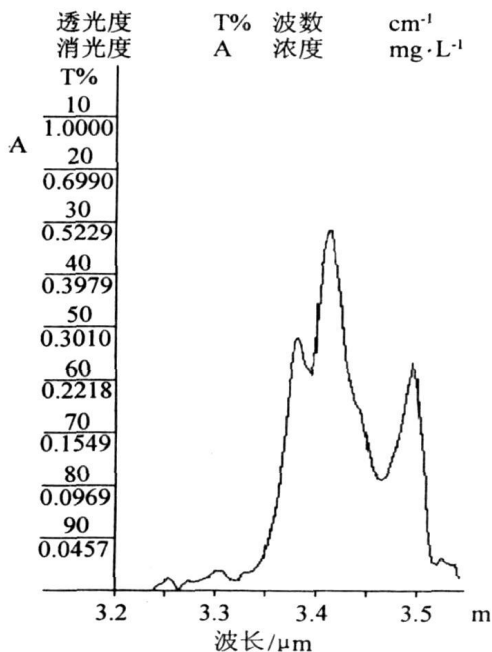


图1 油的特征吸收谱图

2 仪器及试剂

JDS-106A 型红外分光测油仪。

四氯化碳(色谱淋洗剂)、硅酸镁(500℃焙烧4h, 按重量比加6%蒸馏水)、无水硫酸钠(500℃焙烧4h)、矿物油标准溶液(非分散红外法, $1000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$)、矿物油标准使用液($100.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$: 吸取 $1000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 矿物油标准溶液 10.00 mL 用四氯化碳定容至 100.00 mL)、纯植物油(按 GB 18483-2001《饮食业油烟排放标准》制备)、植物油标准溶液($10.00\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$: 量取 1.13 mL 纯植物油用四氯化碳定容至 100.00 mL)、植物油标准使用液[$100.00\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$: 量取 1.00 mL 植物油标准溶液($10.00\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$)用四氯化碳定容至 100.00 mL](试剂未注明者均为分析纯)。

3 实验方法及实验数据汇总

3.1 标准曲线

3.1.1 植物油标准曲线

(1) 实验方法

分别吸取植物油标准使用液($100.00\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 1.25、2.50、5.00、10.00、20.00 mL 置入 25.00 mL 容量瓶, 以四氯化碳定容至刻度, 以空白溶液为零点, 配制成 0.0、5.0、10.0、20.0、40.0、80.0 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 浓度系列标准曲线, 上机测定。

(2) 实验数据

2005年12月1日~2006年1月20日, 共进行了3次开机运行, 获得的标准曲线数据及曲线数据汇总见表1。

表 1 植物油标准曲线测试数据汇总表

日期	植物油标准溶液浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$						标准曲线		
	0.0	5.0	10.0	20.0	40.0	80.0	a	b	r
2005.12.8	0.00	2.73	6.36	12.88	25.39	53.67	-0.499	0.6711	0.9996
2006.1.5	0.00	2.23	4.93	11.92	24.59	50.70	-0.846	0.6416	0.9996
2006.1.17	0.00	2.31	4.55	12.61	26.64	52.16	-0.816	0.6656	0.9992

3.1.2 混合油标准曲线

- (1) 实验方法
- 分别吸取植物油标准使用液($100.00\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$)
0.00、0.50、1.25、2.50、5.00、10.00 mL 置入 25.00
mL 容量瓶, 分别加入 10.00 mL 矿物油标准使用液
($100.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 以四氯化碳定容至刻度, 配制成
 $40.0\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、($40.0+2.0$) $\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、($40.0+5.0$)
 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、($40.0+10.0$) $\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、($40.0+20.0$) $\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、($40.0+40.0$) $\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 浓度系列(矿物油+植
物油)混合油标准曲线, 上机测定。
- (2) 实验数据
- 2005 年 12 月 1 日~ 2006 年 1 月 20 日, 共进行
了 3 次开机运行, 获得的标准曲线数据汇总见表 2。

表 2 混合油标准曲线测试数据汇总表

日期	(矿物油+ 植物油) 混合油标准溶液浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$						标准曲线		
	40.0+0.0	40.0+2.0	40.0+5.0	40.0+10.0	40.0+20.0	40.0+40.0	a	b	r
2005.12.20	38.30	41.51	44.12	47.15	54.92	68.82	10.11	0.7388	0.9976
2005.12.22	38.88	41.79	43.77	47.77	54.35	68.35	11.34	0.7156	0.9984
2006.1.17	38.52	41.70	43.85	47.66	54.68	68.76	10.51	0.7321	0.9980

3.2 回收率

3.2.1 实验方法

- (1) 在测定后的植物油标准曲线系列以及混合
油标准曲线系列中, 分别加入约 1 g 硅酸镁, 振荡约
0.5 min, 混合均匀, 放置过夜(12 h 以上, 期间振摇
3~ 4 次)。

- (2) 吸附分离后的溶液经过盛有约 2cm 厚无水

硫酸钠的玻璃漏斗滤去硅酸镁, 以四氯化碳定容至
25.00 mL, 上机测定。[注: 吸附柱法由于过滤时间
长(约 $0.5\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$), 在实际分析中不适用。]

3.2.2 实验数据

2005 年 12 月 1 日~ 2006 年 1 月 20 日, 共进行
了 6 次测定, 测定数据汇总见表 3、表 4。

表 3 植物油标准曲线分离试验数据汇总表

日期		植物油标准溶液浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$					
		0.0	5.0	10.0	20.0	40.0	80.0
2005.12.8	分离前	0.00	2.73	6.36	12.88	25.39	53.67
	分离后	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2006.1.5	分离前	0.00	2.23	4.93	11.92	24.59	50.70
	分离后	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2006.1.17	分离前	0.00	2.31	4.55	12.61	26.64	52.16
	分离后	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

表 4 四氯化碳中混合油标准曲线分离试验数据汇总表

日期		(矿物油+ 植物油) 混合油标准溶液浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$					
		40. 0+ 0. 0	40. 0+ 2. 0	40. 0+ 5. 0	40. 0+ 10. 0	40. 0+ 20. 0	40. 0+ 40. 0
2005. 12. 20	分离前	38. 30	41. 51	44. 12	47. 15	54. 92	68. 82
	分离后	38. 35	38. 41	38. 86	39. 71	38. 79	39. 22
	矿物油回收率/ %	95. 9	96. 0	97. 2	99. 3	97. 0	98. 0
2005. 12. 22	分离前	38. 88	41. 79	43. 77	47. 77	54. 35	68. 35
	分离后	38. 80	38. 95	39. 17	38. 61	39. 05	39. 48
	矿物油回收率/ %	97. 0	97. 4	97. 9	96. 5	97. 6	98. 7
2006. 1. 17	分离前	38. 52	41. 70	43. 85	47. 66	54. 68	68. 76
	分离后	38. 46	38. 60	39. 05	39. 11	38. 92	39. 28
	矿物油回收率/ %	96. 2	96. 5	97. 6	97. 8	97. 3	98. 2

3. 3 加标回收

分别吸取植物油标准使用液(100. 00 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 0、1. 00、2. 50、10. 00mL 分别加入 500 mL 水样中, 再分别吸取矿物油标准使用液(100. 00 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 10. 00 mL 分别加入上述水样中, 分别加入四氯化碳 10. 0、9. 0、7. 5、0 mL 至水样中, 充分振荡 2 min, 静置分层后分别将萃取液经 10 mm 厚度无水硫酸钠的玻璃砂心漏斗流入 50. 00 mL 容量瓶中, 取 20 mL 四氯化碳重复萃取 1 次, 再取适量四氯化碳洗

涤玻璃砂心漏斗洗涤液一并流入容量瓶中, 加四氯化碳定容, 混匀后上机测定, 经硅酸镁吸附后再测定 1 次, 2 次测定差值经植物油标准曲线计算得出植物油浓度, 并计算植物油在水样中的加标回收率, 结果见表 5。

3. 4 检出限的测定

配制低浓度植物油标准曲线系列进行检出限的测定, 测试结果统计见表 6、表 7。

表 5 加标回收测量数据

(矿物油+ 植物油) 混合油加入量/ μg	1000. 0+ 0	1000. 0+ 100. 0	1000. 0+ 250. 0	1000. 0+ 1000. 0
吸附前测量值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	12. 33	12. 70	15. 99	21. 33
吸附后测量值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	12. 27	12. 61	14. 39	14. 87
矿物油含量/ μg	613. 5	630. 5	719. 5	743. 5
植物油含量/ μg	—	72. 9	190. 6	569. 4
矿物油回收率/ %	61. 4	63. 0	72. 0	74. 4
植物油回收率/ %	—	72. 9	76. 2	56. 9

注: 植物油标准曲线: $y = -0.846 + 0.6416x$ (x: 实际值, y: 响应值)

表 6 低浓度植物油标准曲线

日期	植物油标准溶液浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$						标准曲线		
	0. 0	0. 8	1. 6	4. 0	6. 0	8. 0	a	b	r
2006. 11. 6	0. 00	0. 66	1. 42	2. 75	4. 33	5. 70	0. 099	0. 6994	0. 9984

表 7 重复性检验统计测量数据汇总表

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
测量值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	0. 48	0. 38	0. 45	0. 60	0. 60	0. 49	0. 56	0. 79	0. 60	0. 45	0. 65
实际值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	0. 54	0. 40	0. 50	0. 72	0. 72	0. 56	0. 66	0. 99	0. 72	0. 50	0. 79
序号	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
测量值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	0. 64	0. 65	0. 71	0. 67	0. 87	0. 64	0. 62	0. 59	0. 72	0. 65	0. 76
实际值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	0. 77	0. 79	0. 87	0. 82	1. 10	0. 77	0. 74	0. 70	0. 89	0. 79	0. 95
S	0. 170										

注: 植物油溶液浓度 0. 2 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$

$\Gamma = KS/b = 3 \times 0.170/016994 = 0173 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$

式中: #))) 检出限, $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$;
S))) n 次低浓度植物油标准溶液测定值的
标准偏差($n = 22$);
K))) 根据一定置信水平确定的系数, K 值
为 3。
综合考虑实际工作影响因素较复杂, 取检出限
为 $0180 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

4 结 论

- (1) 动植物油不含芳烃, 在波长 3030 cm^{-1} 处无吸收。三波长法测定时受到在波长 3030 cm^{-1} 处有吸收的杂质的干扰, 需用标准曲线对结果校正。
- (2) 由于溶剂中杂质干扰和三波长法本身弊端, 四氯化碳稀释植物油标液后, 测定浓度与实际浓度有差别。
- (3) 测定植物油标准曲线相关系数在 $019992 \sim 019996$ 之间, 3 次测定混合油标准曲线相关系数为

- 019976 、 019984 和 019980 。
- (4) 1 g 硅酸镁与植物油的四氯化碳溶液充分混合后静置, 能够完全吸附 210 mg 植物油; 混合油中的矿物油分离回收率达到 $9519\% \sim 9913\%$ 。
- (5) 500 mL 水样中矿物油和植物油混合加标回收, 矿物油回收率在 $6114\% \sim 7414\%$ 之间, 植物油回收率在 $5619\% \sim 7612\%$ 之间。
- (6) 测定四氯化碳溶液中的动植物油时, 方法检出限为 $0180 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$; 测定水中的动植物油, 取样量为 500 mL 时, 方法检出限为 $0108 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

参考文献:

[1] GB/T 16488-1996, 红外分光光度法[S]1
[2] 国家环保总局 15 水和废水监测分析方法6 (第 4 版)
[M]1 北京: 环境科学出版社, 20021
[3] 国家环保总局 15 空气和废气监测分析方法6 (第 4 版)
[M]1 北京: 中国环境科学出版社, 20031
[4] GB 18483-2001, 饮食业油烟排放标准[S]1
[5] HJ/T 168-2004, 环境监测分析方法标准制订技术导则
[S]1

D e t e r m i n a t i o n o f A n i m a l a n d V e g e t a b l e O i l b y I n f r a r e d S p e c t r o p h o t o m e t r y

BAI Tian, TIAN Ting, MO Qing-mei

(Nanning Monitoring Station of Environment Protection, Nanning 530012, China)

Abstract: The determination method of the animal and vegetable oils and mineral oils by infrared spsctrophotometry was introduced. The blended standard curve, recovery and the detection limit of this method were studied.

Key words: infrared spectrophotometry; separation of animal and vegetable oils; blended standard curve; recovery; detection limit

(上接第 21 页)

C o m p o s i t e E f f e c t o f M i n e r a l A d d i t i v e s o n P e r f o r m a n c e o f C o n c r e t e

LIN Yu-tu

(Guangxi Chemical and Pharmaceutical Engineering Design Institute,
Guangxi Nanning Pengxiang Construction Supervision Co. Ltd., Nanning 530003, China)

Abstract: In this experiment, silica fume, fly ash, slag and metakaolin had been selected as mineral additives to confect concrete by the means of adding one, two or three kinds of minerals into the admixture. Through compared the mechanics properties, anti-corrosion performance and microstructure of the parallel samples, the composite effect of mineral additives on performance of concrete had been discussed in details.

Key words: mineral additives; composite effect; concrete