

环境分析

使用 AGILENT CARY 630 FTIR 分析水中的油类

您的分析业务解决方案
市场与应用计划

解决方案简报

作者

Paolo Scardina、
Gianluca Copeta 和
Paolo Teragni

安捷伦科技公司，意大利

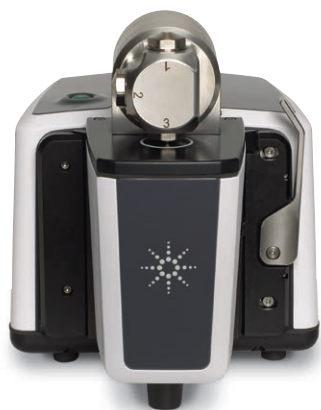
摘要

本研究使用 Agilent Cary 630 FTIR 开发了一种水中油类的分析方法，并对其进行了评估。该方法以 ASTM D7678-11 和 ARPA-APPA 意大利指南 75/2011 为基础。

这一新方法使用环己烷作为萃取溶剂，替代了四氯化碳、氟利昂溶剂或氟代溶剂。同时在 Agilent Cary 630 FTIR 上采用创新的 DialPath 液体采样系统。这些改进使分析更安全、更快速并且更经济。

原油是化学组成不同的烃类混合物。其中所含的烃类包括长链烃、短链烃、石蜡烃、萘、芳烃和脂等。其挑战在于通过采用更环保的溶剂建立一种合适的液液萃取方法，以更低的成本对这些烃类进行快速定量分析。

为使用配备 1000 μm DialPath 和标准软件的 Agilent Cary 630 FTIR，同时为符合 ASTM D7678-11 萃取流程的规定，方法中使用环己烷作为萃取溶液。与氟利昂 113 和四氯化碳等传统溶剂相比，环己烷是更经济和安全的溶剂。这为烃类分析建立了一种更为安全、快速且经济的方法。



前言

近 50 年来，红外光谱一直是水中烃类分析最快速、最简单的一种手段。这种分析方法以“总烃”形式得出结果。当样品结果超出不同方法（因不同国家/地区而异）所规定的阈值后，就需要使用气相色谱重新分析该样品，以确定各种类型烃链（C₁₀ 到 C₄₀）的存在。

多个已发表的方法中对不同萃取和分析方法进行了介绍。其中包括 EPA 413.2（总油和脂，1979）、EPAT 418.1（总石油烃，1994）、ASTM D3921（水中的油、脂和石油烃，1996）、ASTM D7066-04（油和脂，2004）、ISO/TR 11046（通过 IR 和 GC 测定的土壤中的矿物油含量，1994）、ISO 9377-2（通过 GC 测定的烃油指数，2000）以及新的 ASTM D7678-11（水中的总石油烃，2011）。在意大利，CNR 方法 5160 (1976)、IRSA 方法 402.2 (1994) 和 ARPA-APPA 指南 75/2011 是主要的参考标准。

Agilent Cary 630 采用的 DialPath 附件创新技术（图 1）有助于快速进行液体的 FTIR 透射测量。这款附件在传统透射池的基础上新增了几种优势。附件仅需要少量的液体，一滴便足够进行测量。另外，附件允许快速分析，并且便于清洗。



图 1. DialPath 附件

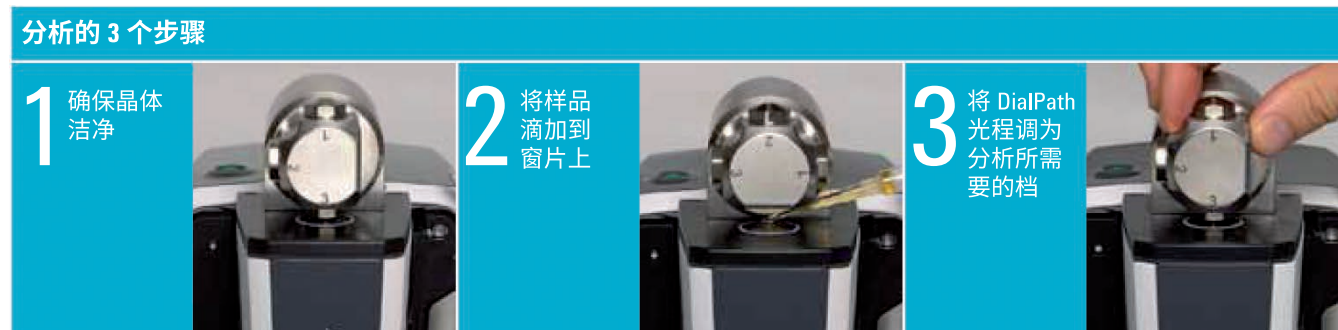


图 2. 样品分析

实验部分

样品前处理

用 15 mL 环己烷（99.9%，光谱分析级）将盐酸酸化的 500 mL 样品水溶液通过 3 个步骤进行萃取（图 2）。将 3 份溶剂收集至 50 mL 的玻璃试管中，然后用氮气流蒸发装置减少其体积，最后用环己烷将最终体积调整到 0.5 mL。或者，对溶剂的最终体积进行称量并采用体积校准因子，从而得到正确的体积。

在 1000 μm DialPath 中对浓缩溶剂进行测量，并用环己烷进行背景测量。测量参数见表 1 所示。

参数	值
仪器	Agilent Cary 630
光源	陶瓷
采样	1000 μm DialPath™
光学元件	ZnSe
检测器	DTGS
扫描	128
分辨率	4 cm^{-1}

表 1. 测量参数

校准和验证

采用相同仪器条件对一组用十六烷和异辛烷溶液配制的 14 个标样进行测量，标样浓度如表 2 所示。表中的浓度直接代表 500 mL 水溶液中的烃类 (HC) 浓度。

测量

图 3 显示了所有标样的叠加光谱。以 1380 cm^{-1} 为中心的峰与甲基的 CH 弯曲振动有关，峰值高低与烃类浓度直接相关。而环己烷具有环状结构而没有甲基，因此其谱图中没有这个峰。系统对 $1372\text{-}1386\text{ cm}^{-1}$ 之间的峰面积进行了测定，基线范围为 $1352\text{-}1412\text{ cm}^{-1}$ ，如图 4 所示。

名称	总 HC (ppb)
标样 F2	165.000
标样 A	13200.000
标样 B	6600.000
标样 C	3300.000
标样 D	1320.000
标样 E	660.000
标样 F	330.000
标样 a	13200.000
标样 b	6600.000
标样 c	3300.000
标样 d	1320.000
标样 e	660.000
标样 f	330.000
标样 f2	165.000
零标样	0.000

表 2. 烃类 (HC) 标样的浓度

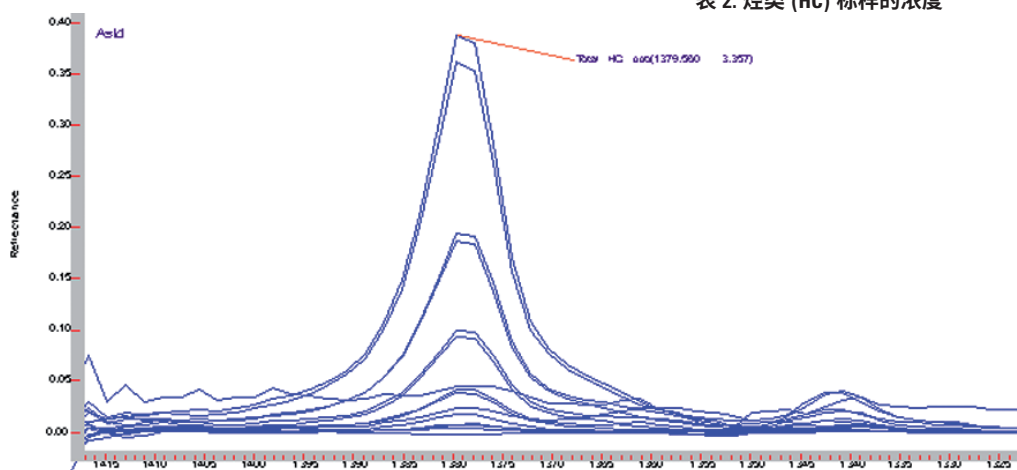


图 3. 所有标样中的甲基弯曲振动峰

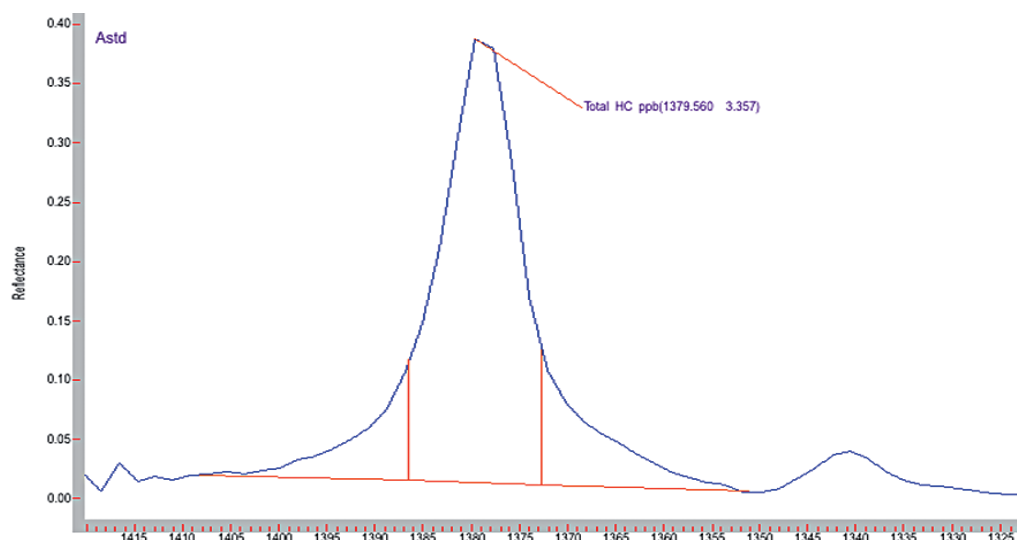


图 4. 甲基的积分参数

校准曲线如图 5 所示。

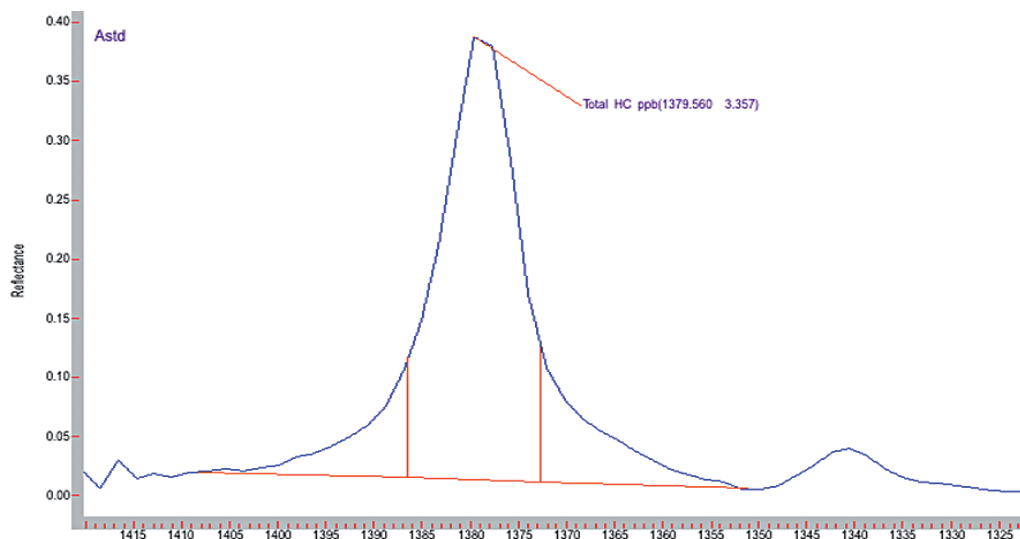


图 5. 水中总 HC 的校准曲线

实际样品分析

如上述方法测量样品，并在校准曲线上读数。结果表示为存在的总烃类、油和脂的总和。如果仅需要对烃类进行定量分析，则需要用 Florisil 柱对萃取溶液进行纯化。然后测量纯化后的溶剂并在校准曲线上读数。采用纯化前和纯化后的两次测量，也可以获得油和脂的浓度（如果需要）。

结论

在 Agilent Cary 630 FTIR DialPath 上采用 ASTM D7678-11 方法与本文中的方法可以快速测定水中的总烃类，灵敏度与经典 FTIR 方法接近，且无需使用氟代或氟代溶剂。由于环己烷的密度比水更低，因此可以在采样瓶中直接进行萃取而无需萃取漏斗，还可提高烃类的回收率。方法规定浓度下的待测化合物 RSD 小于 3%。



您的分析业务解决方案
市场与应用计划

www.solutions-to-win.com

安捷伦产品仅用于研究。不可用于诊断目的。
本文中的信息、说明和性能指标如有变更，
恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2014
2014 年 3 月 31 日，中国出版
5991-4372CHCN

The Measure of Confidence



Agilent Technologies