

# 红外法测定水中石油类的乳化现象及改进措施

吴小伟, 刘 平, 刘海婧

(江苏省水文水资源勘测局扬州分局, 江苏 扬州 25002)

**摘要:** 根据石油类的测定方法, 结合实际工作经验, 对红外法测定石油类过程中遇到的问题作了初步探讨, 具体分析了乳化现象和萃取过滤等干扰因素。提出了一些改进措施, 包括样品移至分液漏斗前先加入少许四氯化碳封闭活塞口; 萃取液采用超声破乳; 萃取液加入硅酸镁旋转震荡后, 用玻璃纤维微孔滤膜过滤等。改进后的方法解决了原方法在操作过程中的难题, 同时具有快速、准确、环保的优点。

**关键词:** 石油类; 红外法; 影响因素; 超声破乳; 玻璃纤维微孔滤膜

**中图分类号:** TV62      **文献标识码:** B      **文章编号:** 1007-7839 (2016) 10-0054-02

## Emulsification of oil in water by infrared method and the improvement measures

WU Xiaowei, LIU Ping, LIU Haijing

(Yangzhou Hydrology and Water Resources Investigation Bureau of Jiangsu Province,  
Yangzhou 225002, Jiangsu)

**Abstract:** According to the determination method of petroleum, combined with practical work experience, the problems encountered in the process of infrared method for the determination of petroleum were discussed. The paper puts forward some improvement measures, including the sample to a separating funnel before adding a little carbon tetrachloride enclosed piston mouth; extracting by ultrasonic demulsification; extracting liquid into the magnesium silicate rotation after the shock, the use of glass fiber filter membrane etc.. The improved method solves the difficult problem of the original method in the operation process, and has the advantages of fast, accurate, and environmental protection.

**Key words:** oil; infrared method; influence factors; ultrasonic demulsification; glass fiber membrane

随着石油类物质的大量开采和广泛使用, 大量含石油类的污水被排放到水环境中。此外, 航运过程产生的石油污染也不容忽视。现行的测定水中石油类的方法为《水质石油类和动植物油类的测定红外光度法》(HJ637-2012)。该方法适用于地表水、地下水、工业废水和生活污水中石油类的测定。主要的分析步骤包括: 四氯化碳萃取水样、吸附分离石油类和红外光度法比色。本文主要从工作中测定石油类时各个步骤经常遇到的问题进

行阐述, 并提出了一些经过尝试后效果显著的改进措施。

## 1 现行方法中易出现的影响因素

### 1.1 萃取时的乳化现象

破乳及脱水是萃取过程经常面临的难题, 对于地下水或者清洁的地表水, 萃取过程很少出现乳化现象, 但是对于浑浊的地表水或者污水, 乳

收稿日期: 2016-08-15

作者简介: 吴小伟 (1980-), 男, 工程师, 主要从事水环境监测研究。

化现象较为严重。现行的标准中并未涉及破乳措施, 虽然废弃的《水质石油类和动植物油类的测定红外光度法》(GB /16488 — 1996) 标准中, 通过加入盐类电解质氯化钠 (NaCl) 做破乳剂, 消除可能产生的乳化现象, 但是对于浑浊的地表水效果并不明显<sup>[1]</sup>。主要是因为浑浊的水样因含有较多的悬浮物, 使水样在萃取后容易形成稳定的乳化层, 加入盐类电解质氯化钠效果并不明显, 且利用盐析作用促进分层常常需要延长静止时间<sup>[2]</sup>。除了加入电解质破乳外, 文献中也有人提出重复萃取、离心法或者加入乙醇等方法来破乳<sup>[1]</sup>, 但是物理法操作繁杂, 加入极性试剂又会干扰后续分离, 在实际运行中难以广泛应用<sup>[3]</sup>, 尤其是大批量样品检测时效率低下。

此外, 现行的环境标准中直接将萃取液与无水硫酸钠在锥形瓶中混合, 乳化现象对硫酸钠脱水过程也带来一定的干扰, 乳化层中的水分难以脱去, 会导致比色时结果偏大<sup>[4]</sup>。传统的国标法中采用萃取液经铺有无水硫酸钠的砂芯漏斗过滤去除水分, 但是吸收水分的硫酸钠易结晶成块, 堵塞漏斗<sup>[5]</sup>。

### 1.2 萃取液吸附过滤方式的影响

硅酸镁作为吸附剂, 用于吸附、脱除萃取液中极性分子构成的动植物油。标准中采用两种吸附方法, 吸附柱吸附法和振荡吸附法。因吸附柱制作麻烦, 吸附速度慢, 四氯化碳挥发损失大等问题, 振荡吸附法因操作简便被广泛使用<sup>[6]</sup>。然而用现行标准中 G-1 型玻璃砂芯漏斗, 在过滤硅酸镁时, 因硅酸镁颗粒细小, 滤液中容易混有硅酸镁颗粒, 造成比色结果偏大。若采取砂芯漏斗表面铺一层硫酸钠也会因硫酸钠结块堵塞砂芯漏斗, 此外附有硅酸镁细小颗粒的玻璃砂芯漏斗很难清洗, 对于批量样品检测效率低下。

## 2 超声破乳及微孔滤膜的应用

针对上述测定方法的不足, 笔者尝试了超声破乳和玻璃纤维滤膜过滤的方法, 同时改进四氯化碳加入顺序, 在实际运用中取得了很好的效果。

萃取过程加样品至分液漏斗前先加入少许四氯化碳封闭活塞口, 可以避免在萃取放气过程和萃取液转移时, 水从活塞口带出。这样的改进顺序有效减少了萃取液中的含水量, 避免了脱水过

程加入太多的硫酸钠。

### 2.1 超声破乳在石油分析方法中的尝试

超声破乳利用超声波作用于性质不同的流体介质产生的位移效应来实现油水分离。由于超声波在油和水中共具有良好的传导性, 所以超声波破乳可适用于各种类型的乳状液。超声处理后, 从液滴的凝聚、沉降到油水分层必须有一段时间。

萃取液加入装有无水硫酸钠的具塞磨口锥形瓶后, 立即采用超声破乳, 乳化层分解消除的同时, 也促进了硫酸钠的脱水效果。不仅操作简便, 而且可以批量操作。

### 2.2 玻璃纤维微孔滤膜替代玻璃砂芯漏斗过滤分离

玻璃纤维微孔滤膜由无碱超细玻璃纤维制成, 呈化学惰性, 是不含粘合剂制成的深度滤膜, 具有阻力小、过滤效率高、并可承受 550 度高温的特点。

萃取液加入硅酸镁旋转震荡后, 用玻璃纤维滤膜过滤。玻璃纤维滤膜比砂芯漏斗操作简便、快速, 四氯化碳损失小。

## 3 改进的石油类测定方法

### 3.1 方法步骤

对于浑浊的地表水, 量取 25ml 四氯化碳, 加入少许至分液漏斗中, 将样品全部转移至分液漏斗中后, 将剩余四氯化碳全部加入。震荡 5min, 并经常开启活塞排气, 静置分层后, 将下层有机相(包含乳化层部分)转移至已加入 5g 无水硫酸钠的磨口锥形瓶中。放入超声波震荡器中, 至乳化层分解消失。期间可酌情补加无水硫酸钠并将其静置。向萃取液中加入 3g 硅酸镁, 旋转振荡沉淀后, 上层溶液经垫有玻璃纤维滤膜的玻璃漏斗过滤后, 用红外测油仪比色。

对于生活污水和工业废水, 量取 50ml 四氯化碳, 超声破乳时间较地表水略长, 其余步骤同上。

### 3.2 加标回收实验

以城镇污水处理厂进口水为实验对象, 共选取 5 个水样点, 分别采用现行标准方法和上述改进了的测定方法, 做了加标回收实验。采用 3 种不同的测试方式: ①乳化层留在水相; ②乳化层转入有机相并用玻璃砂芯漏斗过滤; ③乳化层转入有机相后, 超声萃取并在吸附分离后采用玻璃纤维微孔滤膜过滤。结果显示: (下转第 72 页)

（上接第 55 页）

改进后的方法回收率在 89%~102% 之间, 满足实验要求。而对于萃取后乳化严重, 乳化层不接入萃取液的样品, 回收率普遍较低, 最低的达到 69%; 乳化层接入萃取液, 但未采取超声破乳直接吸附过滤的样品, 过滤缓慢, 四氯化碳损失大, 测得的回收率显著偏大, 107%~124% 之间。

## 4 结论

综上所述, 笔者对现行方法改进的优点主要体现在: ①先加少许四氯化碳可以避免萃取液中含有过多水分; ②采用超声破乳, 比标准中盐析破乳效果好; ③玻璃纤维微孔滤膜过滤, 比砂芯漏斗操作简便、快速, 四氯化碳损失小, 满足实验要求, 使得批量样品测定工作效率提高明显。改进后的方法解决了原方法在操作过程的难题, 同时具有

快速、准确、环保的优点。

## 参考文献:

- [1] 刘欣. 红外光度法测定样品中石油类和动植物油存在问题的探讨 [J]. 环境科学与管理, 2011, 36 (8).
- [2] 刘宏. 电解质破乳特性研究 [J]. 江苏理工大学学报 (自然科学版), 2000, 21 (2).
- [3] 余俭, 董铮. 水中石油类测定破乳方法的改进 [J]. 中国环境监测, 2003, 19 (5).
- [4] 何晨, 刘学蕊, 马少华, 等. 非色散红外法测定废水中石油类物质的影响因素探讨 [J]. 化学工程师, 2012, 5 (8).
- [5] 韩素清, 任玉娇. 对国标中石油类和动植物油红外光度法测定的几点探讨 [J]. 环境研究与监测, 2007, 20 (1).
- [6] 张雪容, 郑少娜. 石油类分析中硅酸镁吸附作用的探讨 [J]. 广东化工, 2011, 38 (7).

（责任编辑：华智睿）