

# 一种便携式水中油类的萃取技术的研究及应用

李红玉 梁绮珊

广州华鑫检测技术有限公司 广东 广州 510663

**摘要:** 水中油类的萃取是油类检测的关键环节,传统的人力手动萃取费时费力,效率低下,机械自动化萃取存在设备笨重,需电力保障,不便野外作业等缺点。本文研究提供一种便携式的水中油类萃取装置,组装快捷,萃取效率高,可解决野外现场萃取水中石油类费时费力,效率不高的问题。

**关键词:** 油类污染、油类监测、萃取、便携式油类萃取装置

## 1 研究背景

随着社会经济的快速发展,油类污染已成为重要的环境问题之一,水体中的油污染更受关注。水体中油污染主要来自工业、农业、交通运输业及生活污水排放。水体中的油主要以漂浮油、乳化油和溶解态油三种方式存在。水中油类被微生物氧化分解,会使水体中溶解氧降低,进而造成水体恶化。漂浮油漂浮在水体表面,影响空气与水体界面的氧交换,会导致水体中溶解氧降低,从而破坏生态系统。此外油类中的有毒有害物质也会使水生生物中毒死亡,对生态系统造成更大损害。因此,水中油类监测是掌握水环境情况,控制油污染的重要手段,对于保护水环境、水生态、水资源具有重要意义。

油类是我国环境监测中的常规监测因子之一。油类监测包括石油类检测和动植物油检测。水中油类的萃取是油类检测的关键环节。在《水质 石油类和动植物油类的测定红外分光光度法》(HJ 637-2018)、《水质 石油类的测定 紫外分光光度法(试行)》(HJ 970-2018)、《国家海洋监测规范》(GB 17378.4-2007)、《生活饮用水标准检验方法》(GB5750.7-2023)等监测方法或规范中均规定了水中油类样品检测的前处理要求,而且检测方法中均明确了通过萃取的方法将水中的油类萃取出来再进行检测。

当前油类的萃取方式主要有人力手动萃取和机械自动化萃取两种。人力手动萃取主要是通过双手长时间用力摇晃萃取瓶萃取,费时费力,效率低下。机械自动化萃取主要在室内通过机械晃动装置定时萃取,优点是省时省力,极大提升了油类萃取效率,进而提升了油类检测效率。但机械自动化萃取也存在设备笨重,需室内电力保障,不便野外作业的缺点。特别是在突发油类水环

**作者简介:** 李红玉(1978年2月—),女,汉族,山东临沂市人,硕士,中级工程师。研究方向:生态环境检测。

境污染事件时,由于油类检测的时效性要求,往往不能及时将样品送回实验室萃取、检测,这就需要现场进行萃取后再保存带回实验室检测。而人力手动萃取和机械自动化萃取的缺点均难以满足现场萃取的要求。

## 2 便携式油类萃取装置

### 2.1 萃取装置组成

本文研究的便携式水中油类萃取装置,具体包括电动搅拌器、卡槽瓶口梨形漏斗(聚四氟乙烯塞)和折叠漏斗架,电动搅拌器与卡槽瓶口梨形漏斗相结合;电动搅拌器包括便携usb充电式微型搅拌电机、电机卡槽杆和推进式聚四氟乙烯搅拌棒,电机与搅拌棒采用螺母固定连接,方便拆卸;usb充电电机设有正反向旋转开关;电机卡槽杆固定连接于所述USB充电电机底端;搅拌棒采用2叶片推进式,为聚四氟乙烯材质;搅拌棒直径小于所述卡槽瓶口梨形漏斗的瓶口内径,搅拌棒可方便从卡槽瓶口的梨形漏斗取入、取出。卡槽瓶口梨形漏斗容量为1500ml,在瓶口处开有卡槽,以便卡住电动搅拌器的电机卡槽杆。电动搅拌棒与卡槽瓶口梨形漏斗瓶口不密封;折叠漏斗架采用马扎式,便于携带。使用时,将梨形漏斗置于折叠漏斗架上,连接好漏斗架固定连杆,向漏斗中装入萃取液和样品;将搅拌棒插入电机,并置于漏斗中,开启电源旋转搅拌5分钟即可。

### 附图说明

图1所示为本文研究的便携式水中油类的萃取装置的结构示意图。

### 2.2 萃取装置操作

本问研究的便携式水中油类的萃取技术装置的操作步骤如下:

- ①将折叠式漏斗架架起,连接好漏斗架固定连杆;
- ②将卡槽瓶口梨形漏斗置于漏斗架上;
- ③将采集的样品全部转移到卡槽瓶口梨形漏斗中;
- ④用25ml萃取剂洗涤采样瓶,并将洗涤液全部转移

至卡槽瓶口梨形漏斗中；

⑤将便携usb充电式微型搅拌电机和推进式聚四氟乙烯搅拌棒连接好；

⑥将连接好的电动搅拌器放入卡槽瓶口梨形漏斗中，使电机卡槽杆卡入卡槽瓶口梨形漏斗的卡槽中；

⑦打开便携usb充电式微型搅拌电机开关，搅拌5分钟；

⑧萃取完成，量测下层水样体积，收集上层萃取液并按油类检测其他步骤执行。

需要说明的是，根据生态环境监测要求，油类样品采样量不少于500ml，并需将全部样品萃取后进行检测，且一般采样量不超过1000ml。因此，若使用本装置对超过1000ml的样品进行萃取，应采用更大容量（如2000ml）的卡槽瓶口梨形漏斗进行萃取。

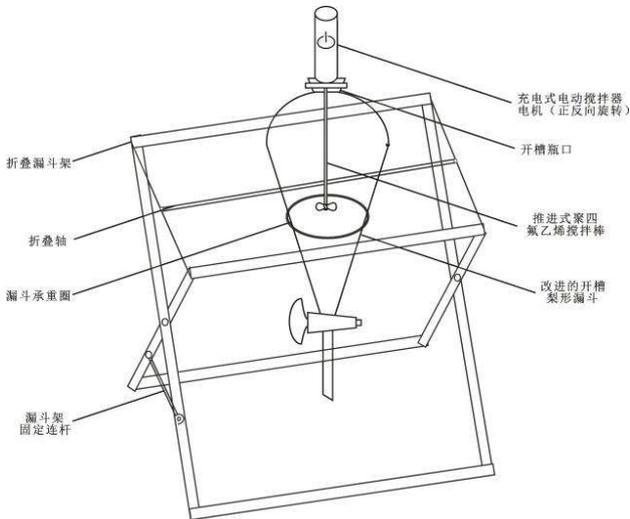


图1 一种便携式水中油类的萃取装置结构示意图

### 3 便携式油类萃取装置与实验室机械萃取、手动萃取的实验对比及应用

#### 3.1 采用HJ 970-2018方法测定石油类

##### 3.1.1 仪器设备

所用仪器为紫外可见分光光度计Agilent 8453，测定波长为225nm，并配备2cm石英比色皿；1000ml分液漏斗，配套聚四氟乙烯旋塞；150ml锥形瓶，具塞磨口；JKC-C分液漏斗垂直振荡器；本文研究的便携式油类萃取装置；一般实验室常用器皿和设备。

##### 3.1.2 试剂材料

盐酸（GR）、正己烷（色谱纯）、无水乙醇（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）、无水硫酸钠（分析纯）、硅酸镁（60~100目）、浓度为 $\rho=1000\text{mg/L}$ 石油类标准储备液（坛墨质检标准品）、浓度为7.32mg/L的标准样（IERM标准品）、实验室用去离子水、玻璃棉、硅酸镁吸附柱。

##### 3.1.3 标准曲线

依据标准，选取0，1，2，4，8和16mg/L为标准系列浓度点，波长设置为225nm，使用2cm石英比色皿，以正己烷做参比测定吸光度。得到标准曲线： $y=0.0431x+0.0089$ ， $R^2=0.9995$ 。

#### 3.1.4 实验设计

分别测试空白样、竹溪河水样、乌河水样、古鹤坑河水样、空白加标3mg/L、标准样6个样品。空白样为实验室去离子水。

#### 3.1.5 萃取

①手动萃取：样品、萃取剂按HJ970方法要求加入1000ml分液漏斗中，手动震荡5min；

②分液漏斗垂直振荡器萃取：样品、萃取剂按HJ970方法要求加入1000ml分液漏斗中，设置转速3000r/min，震荡5min；

③便携式油类萃取装置萃取：样品、萃取剂按HJ970方法要求加入1000ml分液漏斗中，按照2.2萃取装置操作搅拌5min。

#### 3.1.6 测定结果分析

①三种萃取方式的空白样均小于方法检出限，符合方法标准的要求；

②竹溪河、乌河、古鹤坑河地表水三个样品的不同萃取方式测定结果来看，手动萃取数值比实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取的数值偏小，实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取测定的检测值非常相近，说明萃取效果相当。

③空白加标样品，手动、实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取的回收率分别为83%、102%、96%，实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取率比较高。

④标准样品的检测值为7.23mg/L，在标准值 $7.32 \pm 0.54\mu\text{g/ml}$ 范围内，符合方法要求。

表1 测定结果

样品	萃取方式	测定结果(mg/L)	加标回收率(%)
空白样	a手动	<0.04	/
	b垂直振荡器	<0.04	/
	c便携式萃取装置	<0.04	/
竹溪河水样	a手动	0.06	/
	b垂直振荡器	0.07	/
	c便携式萃取装置	0.08	/
乌河水样	a手动	0.05	/
	b垂直振荡器	0.07	/
	c便携式萃取装置	0.07	/
古鹤坑河水样	a手动	0.11	/
	b垂直振荡器	0.13	/
	c便携式萃取装置	0.12	/

续表

样品	萃取方式	测定结果(mg/L)	加标回收率(%)
空白	a手动	2.49	83
加标	b垂直振荡器	3.06	102
3mg/L	c便携式萃取装置	2.88	96
标准样	/	7.23	标准值为7.32±0.54 (ug/ml)

### 3.2.2 试剂材料

盐酸 (GR)、四氯乙烯(环保级)、硅酸镁 (60~100目)、无水硫酸钠 (分析纯)、浓度为  $\rho=1000\text{mg/L}$  石油类标准贮备液 (上海安谱瑞世标准技术有限公司标准品)、浓度为10.3mg/L的标准样 (坛墨质检标准品)、实验室用去离子水、玻璃棉、硅酸镁吸附柱。

### 3.2.3 校准

按照标准HJ637-2018方法要求进行校准。

### 3.2.4 实验设计

分别测试空白样、污水处理厂KS进水、污水处理厂KS出水、空白加标3mg/L、标准样。空白样为实验室去离子水。

### 3.2.5 萃取

①手动萃取：样品、萃取剂按HJ637-2018方法要求加入1000ml分液漏斗中，手动震荡5min；

②分液漏斗垂直振荡器萃取：样品、萃取剂按HJ637-2018方法要求加入1000ml分液漏斗中，设置转速3000r/min，震荡5min；

③便携式油类萃取装置萃取：样品、萃取剂按HJ637-2018方法要求加入1000ml分液漏斗中，按照2.2萃取装置操作搅拌5min。

### 3.2.6 测定结果分析

①三种萃取方式的空白样均小于方法检出限，符合方法标准的要求；

②污水处理厂KS进水、污水处理厂KS出水两个样品的不同萃取方式测定结果来看，手动萃取数值比实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取的数值偏小，实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取测定的检测值非常相近，说明萃取效果相当。

③空白加标3mg/L样品，手动、实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取的回收率分别为86%、94%、92%；实验室垂直振荡器、便携式萃取装置萃取率较高，与本文3.1结论一致。

④标准样品的检测值为10.70mg/L，在标准值

10.3±0.9ug/ml范围内，符合方法要求。

表2 测定结果

样品	萃取方式	测定结果(mg/L)	加标回收率(%)
空白样	a手动	<0.06	/
	b垂直振荡器	<0.06	/
	c便携式萃取装置	<0.06	/
污水处理厂 KS进水	a手动	0.70	/
	b垂直振荡器	0.75	/
	c便携式萃取装置	0.77	/
污水处理厂 KS出水	a手动	0.07	/
	b垂直振荡器	0.09	/
	c便携式萃取装置	0.09	/
空白加标 3mg/L	a手动	2.59	86
	b垂直振荡器	2.82	94
	c便携式萃取装置	2.90	92
标准样	/	10.70	标准值为 10.3±0.9 (ug/ml)

## 4 结论

本文研究的便携式水中油类的萃取技术符合国家相关标准中的要求，在测试应用中其萃取效率较高，比传统手动萃取节省人力物力，效率也大大提高，与实验室机械化实验室垂直振荡器萃取效率相当。实验表明，本文研究的便携式水中油类的萃取技术其萃取效率比，可实现在实验室进行水中油类样品的萃取，也可在采样现场开展野外水中油类样品的萃取检测工作，可有效提升水中油类样品的萃取效率，同时还可有效降低监测成本。

## 参考文献

[1]生态环境部.水质石油类的测定紫外分光光度法(试行): HJ 970-2018[S].北京: 中国环境科学出版社, 2018.

[2]生态环境部.水质石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法: HJ 637-2018[S].京: 中国环境科学出版社, 2018.

[3]张强华.紫外分光光度法在石油类测定中的可行性分析[J].农业科技与信息, 2021(9): 51-53.

[4]蒋增辉.两项石油类水质检测标准的解读[J].净水技术 2020, 39(5):21-26.

[5]赵文芳.海上溢油污染的危害与防治措施[J].生产与环境, 2006, 6(9): 25-26.

[6]覃羽雯,吕勇,张志朋.自动萃取红外法与手动萃取红外法测定污水中石油类浅析[J].广东化工,2022,49(13):134-136, 161.