

工业废水及生活污水中油类前处理氮气鼓泡萃取的应用

黄桂花

(宁夏德坤环保科技实业集团有限公司)

[摘要]根据《水质石油类和动植物的测定红外分光光度法》(HJ637-2018)测定工业废水及生活污水中石油类和动植物油,样品在萃取过程中,振摇环节因排气以及有机试剂易从玻璃塞处逸出等不可避免人员与有毒有机试剂接触,对身体健康会造成一定伤害,特别在样品量过大,振摇对人员的臂力也是考验,可能由于振摇不到位造成样品萃取不充分,因此在萃取过程中为了节省实验人员体力以及在排气过程中减少人员接触有毒有机试剂的频次,将氮气引入萃取样品是一种可选的方法。氮气价格合适且易得,检测成本较低,也较为安全,是实验室常用的气体,因此应用氮气作为萃取工业废水及生活污水中石油类和动植物油应用具有一定意义。

[关键词]氮气;分液漏斗;无水硫酸钠;硅酸镁颗粒;红外测油仪;标准溶液;回收率;相对偏差

【DOI】10.12252/j.issn.2096-6261.2021.11.1665

工业废水及生活污水中石油类和动植物油污水处理不达标排放,形成的油膜覆盖水面上,减少大气复氧和光照,导致水生生物饿死或者缺氧致死;特别石油类中含有难降解有机有毒物质、重金属等有毒有害物质,可长期存留并富集,排入河流、湖泊等危害渔业安全和农田灌溉安全最终导致人类的健康。

1. 实验部分

1.1 仪器

1000ml分液漏斗(10套)、OIL-460型红外测油仪(华夏科创仪器有限公司)、电子天平(量程500g)气体流量计(100-500ml/min)、1000ml与50ml量筒、玻璃棉、玻璃吸附柱若干(内径15mm长度200mm)、打孔器(6mm)、特制导气管(导气管底部加装多孔玻璃柱,便于气体分散鼓泡使得液体能充分翻动混匀)、50ml比色管若干

1.2 试剂

优级纯盐酸(规格500ml,1.19g/ml)、超纯水(实验室自制18.25MΩ·cm)

硅藻土(60-100目)、无水硫酸钠(AR)、四氯乙烯(红外检测试剂IR)、氮气(99.9%)、石油类标液1000mg/L

硅藻土:将整瓶250g硅藻土转移至刚玉坩埚,开启马弗炉温度设定为550℃,当温度到达550℃,计时烘烤5h,关闭马弗炉降至室温,然后称量其重量,根据重量加6%超纯水活化(加入水后使劲振摇直至发热且颗粒分散状),装入瓶子拧紧瓶盖备用。

无水硫酸钠:将整瓶500g无水硫酸钠转移至刚玉坩埚,开启马弗炉温度设定为550℃,当温度到达550℃,计时烘烤5h,关闭马弗炉降至室温,装入瓶子拧紧瓶盖备用。

玻璃棉:用四氯乙烯浸泡淋洗4-5次,晾干装入玻璃瓶备用。

吸附柱:下层装入硅酸镁高度3-5cm,上层装入无水硫酸钠3cm,并用四氯乙烯洗2-3次(每次10ml)。

1.3 实验设计

1、12个加入同一标准溶液浓度的样品,每2个样品为1组,共分6组,3组为氮气鼓泡萃取,3组为手动萃取,设定氮气鼓泡萃取和手动萃取时间分别为5min、10min、15min,静置时间通设为10min,计算测得数值与标准值之间计算相对偏差。

2、通过实验1选取合适时间,用4组实际污水加标样品其中2组为氮气鼓泡萃取,2组为手动萃取,测定并计算其加标回收率。

通过以上两种设计方法验证氮气鼓泡萃取的可行性

1.4 水质样品处理

1.4.1 萃取装置组装

固定好分液漏斗,将玻璃塞替换为橡胶塞,用打孔器打两个直径为6mm的孔(一个孔连接导气管,一个孔排气),连接气路及气体流量计,将导气管置于分液漏斗底部,移取500ml超纯水于分液漏斗,盖好瓶塞,打开氮气瓶气压阀调节气体流量检查管路气密性及气泡混匀度。

1.4.2 样品处理

1.将加入1000mg/L石油类标液2.00ml的500ml超纯水样品3组,分别加入2ml盐酸使得pH小于2,移入对应分液漏斗中,分别加入25ml四氯乙烯,盖好瓶塞,打开氮气瓶阀,调节氮气流速,3组样品分别在氮气鼓泡环境中充分翻动混匀3min、5min,10min,静置10min,待有机相与水相分层后,将下层有机相过制备好的吸附柱,收集于50ml比色管,再分别用10ml和15ml四氯乙烯重复以上步骤。分别收集萃取液于50ml比色管,混匀待测。

2.同1的试样3组,分别依据《水质石油类和动植物的测定红外分光光度法》(HJ637-2018)的方法手动萃取3min、5min,10min,静置10min,再分别用10ml和15ml四氯乙烯重复以上步骤。分别收集萃取液于50ml比色管,混匀待测。

表 1 标准样品与萃取时间的测定结果

序号	萃取时间 (min)	萃取类型	样品浓度 (mg/L)	测得浓度 (mg/L)	测得平均浓度 (mg/L)	相对标准偏差 (%)	备注
1	3	手动	4.00	3.644	3.642	9.0	
2	3		4.00	3.642			
3	3		4.00	3.639			
4	3	氮气鼓泡	4.00	3.662	3.675	8.1	
5	3		4.00	3.681			
6	3		4.00	3.684			
7	5	手动	4.00	3.851	3.821	4.48	
8	5		4.00	3.846			
9	5		4.00	3.766			
10	5	氮气鼓泡	4.00	3.899	3.889	2.77	
11	5		4.00	3.901			
12	5		4.00	3.867			
13	10	手动	4.00	3.852	3.859	3.52	
14	10		4.00	3.876			
15	10		4.00	3.848			
16	10	氮气鼓泡	4.00	3.884	3.880	3.00	
17	10		4.00	3.872			
18	10		4.00	3.884			

表 2 最佳萃取时间下实际污水样品的测的结果

序号	萃取时间 (min)	萃取类型	样品浓度 (mg/L)	加标测得浓度 (mg/L)	加标量 (ug)	加标回收率 (%)	备注
1	5	手动	2.691	—	2000	95.0	
2	5		—	6.492			
3	5	氮气鼓泡	2.721	—	2000	96.2	
4	5		—	6.568			

3. 实际500ml水样4组, 分别加入1000mg/L石油类标液2.00ml, 选取实验步骤1和2最佳萃取时间分别通过氮气鼓泡萃取和手动萃取, 分别收集萃取液于50ml比色管, 混匀待测。

2. 样品测定结果

2.1 方法原理

水样在pH小于等于2的条件下用四氯乙烯萃取后, 测定油类; 将萃取液用硅酸镁吸附去除动植物油类等极性物质后, 测定石油类。油类和石油类的含量均由波数分别为2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 和3030 cm^{-1} 处的吸光度A2930、A2960和A3030, 根据校正系数进行计算石油类含量

2.2 样品测定结果及数据分析

3. 讨论

(1) 由1表数据看出手动萃取和氮气鼓泡萃取, 随着萃取时间的增加萃取率越高, 则萃取时间5min最佳, 低于5min则萃取不完全, 高于5min没有萃取意义, 萃取5min测得数据均控制在标准《水质石油类和动植物油的测定红外分光光度法》(HJ637-2018) 相对标准偏差所容许的范围(1.0%-5.2%)以内。

(2) 由2表数据看出在实际水样操作过程中手动萃取和氮气鼓泡萃取加标回收率相差不大, 且都符合标准《水质石油类和动植物油的测定红外分光光度法》(HJ637-2018) 加标回收率的范围要求且氮气鼓泡萃较手动萃取稍好。

(3) 通过表1和表2数据分析, 氮气鼓泡萃取具有萃取效果, 具有应用可行性

4. 注意事项

1. 整个实验过程中所使用四氯乙烯混匀后使用, 不得同一批次分开始用

2. 整个操作过程均在通风橱内, 除手动萃取振摇分液漏斗外

3. 实验中所有吸附柱加入的无水硫酸钠和硅酸镁的量基本保持一致

参考文献

[1] 同济大学气浮法净水科研小组编译《气浮净水法》, 中国建筑工业出版社, 1980年11出版

[2] 《水质石油类和动植物油的测定红外分光光度法》(HJ637-2018)