

丁辛醇装置废水中有机物分析方法研究

彭相峰² 段良浩² 姜能桦¹

1. 淄博诺奥化工有限公司; 2. 山东建兰化工股份有限公司

【摘要】丁辛醇包括丁醇和辛醇, 是重要的精细化工原料, 用途十分广泛。丁辛醇的主要生产方法为羰基合成法, 其中以低压羰基合成法应用最多。随着丁辛醇需求和产量的增加, 丁辛醇生产过程中所排放的废水也随之增多。丁辛醇废水具有COD高、成分复杂、强碱性的特点, 废水中含有丁醛、丁醇、辛烯醛等有机物, 污染环境并损害人体的健康。鉴于此, 本文主要分析探讨了丁辛醇装置废水中有机物分析方法, 以供参阅。

【关键词】丁辛醇装置; 废水; 有机物; 分析方法

【DOI】10.12252/j.issn.2096-6261.2021.09.1631

1 丁辛醇装置废水中挥发性有机物分析方法

挥发性有机物(Volatile Organic Compounds, VOCs)是一大类化合物的总称, 包含了成千上万的有机物, 其沸点较低, 易挥发, 在水中的含量较低, 因此需要适当的富集浓缩。目前对挥发性有机物的预处理方法有: 吹扫捕集、静态顶空和固相微萃取等。(1)吹扫捕集。吹扫-捕集基于挥发性有机物在水中和其上方空间达到平衡, 采用惰性气体将挥发性的有机化合物吹扫出来, 之后带入捕集阱, 利用捕集阱的吸附作用对挥发性有机化合物进行富集, 通过对捕集阱的加热和惰性气体的吹动将有机物从捕集阱上脱附并带入色谱柱, 然后进行色谱-质谱分析。吹扫-捕集法的检测下限低, 灵敏度高, 过程中不使用有机溶剂, 前处理步骤简单, 因此在环境有机化学中应用吹扫-捕集技术分析有机化合物成为应用最广的痕量分析方法。吹扫-捕集法可以和气相色谱、气相色谱/质谱联用, 目前国内对吹扫-捕集法和气相色谱/质谱联用的报道较多, 对吹扫-捕集法和气相色谱联用的报道较少。(2)静态顶空。静态顶空萃取法(SHE: Static Headspace Extraction)是利用气液两相平衡原理的萃取方法。首先将含有挥发性有机物的样品放在密闭的系统中, 维持温度恒定, 使样品中的挥发组分在密闭系统的顶空部分与样品间达到平衡, 取其顶空部分的混合气体进行色谱分析。

(3)固相微萃取。固相微萃取技术(SPME)是一种集萃取、浓缩、解吸、进样于一体的样品前处理新技术, 通过固定相对目标化合物的吸附和浓缩, 达到样品富集的效果。吸附完成后在气相色谱仪中直接热解吸, 完成进样和检测, 适用于挥发性和半挥发性有机物的检测。

2 丁辛醇装置废水半挥发性有机物分析方法

半挥发性有机物(SVOC)是指在有机溶剂中分配, 同时可进行气相色谱分析的一大类化合物。包括多环芳烃、氯苯类、有机氯农药和苯酚类等一大类化合物, 多数具有“致癌”、“致畸”和“致突变”的特性。这些污染物经过淋溶挥发和沉降等过程, 在土壤、水体和大气等环境介质中不断迁移, 对人类的身体健康造成危害。目前, 对半挥发性有机物的检测一般都用气相色谱质谱法, 而在进样前的预处理方法一直是研究的重点和热点, 半挥发性有机物进行气相色谱分析的前处理方法主要有液液萃取法、固相萃取法和固相微萃取法。液液萃取法是以疏水性的溶剂作为萃取剂, 利用废水中待测有机物在水中和有机溶剂中溶解度的差来分离富集有机化合物, 是最经典, 最常用的也最简单的一种分离技术。固相萃取(Solid Phase Extraction, SPE)就是利用固体吸附剂吸附目标物, 再用洗脱剂洗脱, 达到分离和富集目标物的目的。Palmentier等采用Amebersorb572为吸附剂对水样进行富集, 二氯甲烷洗脱, 浓缩后进行GC-MS分析。Z. Zhang等设计了用SPE-GC分离有机物的新方法。固相微萃取

技术(SPME)是20世纪90年代发展起来的, 是一种新型的样品前处理技术。固相微萃取技术(SPME)是一种集萃取、浓缩、解吸、进样于一体的样品前处理新技术, 以涂敷在纤维上的高分子涂层或吸附剂为固定相, 通过固定相对目标化合物的吸附和浓缩, 达到样品富集的效果。吸附完成后在气相色谱仪中直接热解吸, 完成进样和检测, 适用于挥发性和半挥发性有机物的检测。固相微萃取目前已广泛用于食品、饮料、毒理等领域, 并已用于水及藻类培养代谢物中典型臭味化合物的定量分析。

3 丁辛醇装置废水中的有机酸分析方法

液液萃取气相色谱质谱法对丁辛醇装置废水的定性结果显示, 水样中含有丁酸、正戊酸等有机酸, 为避免使用衍生化试剂和衍生化反应的不完全, 采用离子色谱法对丁辛醇装置废水中的有机酸进行测定。目前用于有机酸分析的方法很多, 滴定法一般只用于食品中总酸度的测定, 比色法荧光法, 薄层色谱法, 气相色谱法, 分光法, 酶法等。这些方法虽说仍用于有机酸的分析, 但这些方法一般要进行预分离衍生化等繁琐的前处理, 而且能达到同时分离的有机酸种类较少, 因此这些方法往往只适用于某些特殊样品或不常见有机酸的分析。离子色谱是色谱法的一种, 作固定相为离子交换树脂, 检测器为电导检测器, 连续检测流出物的电导变化, 从而达到化合物分离检测的目的。近年来, 离子色谱法被广泛用于有机酸的测定: 杨红等对植物根系分泌物中的有机酸进行了离子色谱法的测定; 吴飞燕应用离子色谱法测定了酒中阴离子和有机酸; 还有关于应用离子色谱法测定食品中的有机酸的报道。

结束语

总而言之, 目前对有机物的分析方法多针对某种特定的有机物, 而多种类型有机物同时测定的方法较少, 同时监测丁辛醇生产废水中各类有机物的方法还鲜有报道, 因此, 针对丁辛醇生产废水的特点, 开发多种有机物同时测定的快速的分析监测方法很有必要。根据建立的丁辛醇废水中有机物的检测方法, 再结合各水质综合指标的国标和行业标准分析方法可对丁辛醇生产装置各排水节点的废水排放特征及产废水处理装置各处理单元的废水处理效果水质进行跟踪监测, 为丁辛醇装置污染物过程减排提供依据。在此基础上, 则可对丁辛醇废水预处理装置各处理单元的处理效果进行评估, 结合国内外同类废水处理装置的运行效果, 可为现有丁辛醇废水处理装置的升级改造提供技术支持。

参考文献

- [1] 刘苗茹. 丁辛醇装置废水中有机物分析方法研究[D]. 兰州交通大学. 2014
- [2] 瞿新东. 多效蒸发及汽提工艺处理丁辛醇装置含碱废水[J]. 齐鲁石油化工. 2011(03): 202-204