

(四) 当活性黄染料浓度增加时,色度也随着增加。

(五) 通常用 10 个或 30 个波长测定结果相近。在要求不十分精确时,可以用 10 个波长测定。

三、结 论

本法测定三激励值来表示水和废水的色度,比铂钴法、稀释倍数法具有更多的优点,本法不仅精确、重现性好,而且适用范围广。

如何简化操作、缩短分析时间还有待于今后进一步探讨。

参 考 文 献

- 【1】 宋仁元等译,美国公共卫生协会,水和废水标准检验法,54-60 页,中国建筑工业出版社,第 15 版,1985 年。
 【2】 污染源统一监测分析方法编写组,污染源统一监测分析方法(废水部分),25 页,技术标准出版社,北京,1982 年。

(收稿日期: 1987 年 8 月 25 日)

四氢呋喃比浊法测定土壤中的微量油

张家祥 张书香 周胜 荆云鹏

(山东建筑材料工业学院)

近代石油工业对环境的影响引起人们的重视。土壤被油污染导致农业减产亦已引起人们的关注^[1]。然而,迄今土壤中微量油的测定尚无令人满意的方法^[2]。已有的方法大多通过氯仿等有机溶剂抽提,而后用重量法或红外法等测定,我们研究用四氢呋喃抽提,然后用比浊法测定。由于四氢呋喃溶油能力强,可缩短抽提时间。又四氢呋喃与水可互溶,便于制成乳浊液^[3]。据此,我们拟定了一个土壤中微量油的测定方法,手续简便,重现性与灵敏度均有提高。方法适用下限为 10g 样品含油 0.025mg 以上。方法试用于小区域测定,结果令人满意。

实 验 方 法

(一) 仪器与试剂

721 分光光度计 上海第三分析仪器厂。

四氢呋喃 分析纯,西安化学试剂厂。

油标准溶液 用胜利油田原油配制成 1mg/ml 的四氢呋喃溶液。

标准含油土样 称取在 500℃ 灼烧 2 小时去油的土样 10.00g 置于 50ml 烧杯,加入一定量的油标准溶液,再加少量四氢呋喃润湿土壤,搅拌均匀,置阴凉处风干即成。

其他试剂均为分析纯。

(二) 标准曲线绘制

取干净的 25ml 比色管 7 只,依次加入油标准溶液 0.00, 0.08, 0.16, 0.24, 0.32, 0.40, 0.48mg 油,分别加不同量四氢呋喃,使各管中体积均为 3.0ml (标准油体积与所加四氢呋喃体积之和)。用 2mol/L 盐酸稀释至刻

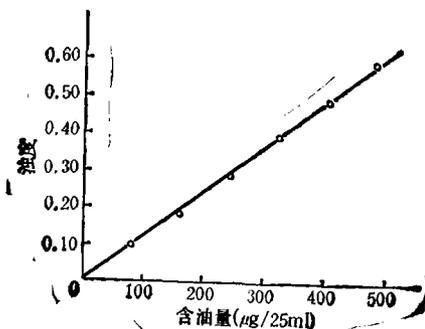


图 1 标准曲线

度, 摇匀, 于 70℃ 水浴上加热 10 分钟, 冷却至室温, 以空白为参比, 在波水 400nm 处比色。比色皿厚度 3cm。得标准曲线见图。

(三) 土样分析手续

精确称取干燥试样 10.00g (按常规风干、磨碎、除去草根等杂物, 过 60 目筛)。于 50ml (或 25ml) 比色管中, 加四氢呋喃 15ml, 振摇 5 分钟, 静置 10 分钟, 移取上层液约 5ml 于离心试管中, 离心 (离心机 2000 转/分) 5 分钟, 移取上层清液 3.0ml 置于另一 25ml 比色管中, 加 2mol/L 盐酸至刻度, 摇匀, 以下手续同上。

(四) 实验条件的选择

四氢呋喃用量 称取标准含油土样 10.00g, 加不同量四氢呋喃抽提, 手续同前, 回收率见表 1。

表 1 四氢呋喃用量不同时的回收率

(已知含油 1.060mg/10g)

四氢呋喃体积 (ml)	10	12	14	16	18	20
测得值 (油, mg/土, 10g)	1.025	1.032	1.036	1.040	1.044	1.044

表 2 振荡时间与回收率

(已知含油 1.200mg/10g)

时间(分)	1	3	5	7	10
测得值 (mg/10g)	1.160	1.185	1.195	1.200	1.190

由表 1 可知, 10g 土样, 四氢呋喃用量 14ml 已足够, 我们选用 15ml (回收率大于 97%)。

振荡时间 称取标准含油土样 10.00g, 加入四氢呋喃 15ml, 手续同前, 但振摇时间不同, 结果见表 2。按表 2, 振荡时间我们采用 5 分钟。

振摇后的静置时间 通过实验, 我们选用 10 分钟。

离心沉降时间 我们以灼烧除油后的土壤进行试验, 至离心沉降后, 土壤本身悬浮微

粒全部除去, 即不显浊度为止。结果见表 3。看来离心分离的效果很好, 离心 3 分钟后即可除去悬浮微粒, 测不出有意义的浊度。因此, 我们选用 5 分钟。

表 3 离心沉降时间的选择

离心时间 (min)	0	1	3	5	10	15
浊 度	0.150	0.005	0.001	0.002	0.001	0.001

结 果 与 讨 论

关于新法的可靠性, 进行了以下的试验: (1) 与常用的重量法进行了比较, (2) 人工合成了一系列标准含油土壤, 测定了它们的回收率。所用无油土壤由灼烧农田土壤去油获得。因原油较难烧尽, 为寻求合适的灼烧温度与时间, 用含有原油的土壤进行了一系列实验证明, 当温度为 400℃, 灼烧 2 小时即达到了清除油的目的 (可能土壤有催化氧化原油的作用)。烧后土壤经分析检查不出有意义的浊度 (吸光度均小于 0.003)。本实验制无油土壤, 温度定为 500℃, 灼烧 2 小时。

用除油土壤制备 8 种含油量不同的标准样, 分别进行回收率试验, 结果见表 4。由表 4 可知, 含油量低至 5ppm 时回收率仍达到 90% 以上。多数情况在 98% 上下。能较好的满足一般土壤的分析要求。

表 4 回收率试验

土样号	含油量 (mg/10g)	回收值 (mg/10g)	回收率 (%)
1	0.05	0.047	94.0
2	0.10	0.094	94.0
3	0.20	0.202	101.0
4	0.40	0.390	97.5
5	0.60	0.585	97.5
6	0.80	0.787	98.4
7	1.00	0.975	97.5
8	2.00	1.980	99.0

(下转第 52 页)

表 10 现场试验运转费用核算*

项 目		用 量	单 价	费用(元)
消 耗	耗 电	17.1(kw · h)	0.08 元/kw · h	1.37
	冷却用水	30(t)	0.12 元/t	3.60
	压缩空气	17.85 (m ³)	0.20 元/m ³	3.57
	絮 凝 剂	0.33 (kg)	13 元/kg	4.29
	硝 酸	175.5 (kg)	400 元/t	70.20
	石 灰 石	27.5(kg)	30 元/t	0.83
	合 计			83.86
合计处理水量		30t		
每吨废水处理费用		2.79元		
收 益	回收 PTA	54.78kg	1000 元/t	54.78 元
	减少 COD 排放	99.15kg	550 元/t	54.53 元
	合 计			109.31 元
回收 PTA 加上减收排污费 扣除废水处理费用后盈余		109.31 - 83.86 = 25.45元/30t 废水 每吨废水处理 after 盈余 0.85 元		

* 未计设备折旧费及人工费

参 考 文 献

[1] Marshall Sittig, *How to Remove Pollutants and Toxic Materials from Air and Water*, A

Practical Guide, PP. 575-578, Noyes Data Corporation, Park Ridge, New Jersey, U.S. A., 1977.

[2] 许坤等, 环境化学, 6(2), 34(1987).

(收稿日期: 1987年8月26日)

(上接第58页)

本法曾试用于胜利油田某些油井附近农田土壤中油的测定。同一份土壤 (No. 1) 14次平行分析结果 (含油 mg/10g 土样) 为: 0.980、1.120、1.020、1.040、1.020、1.070、1.030、1.000、1.040、1.020、1.080、1.040、1.000、1.040, 平均值为 1.036mg/10g, 标准偏差为 0.036, 变异系数为 0.035。看来方法的精密度较好。

另外, 某小区域调查, 选二份标准含油土壤进行了对照。由于重量法在抽提液烘干去溶剂过程引起油分的损失, 烘干过程采用了两种措施: (1) 如惯常, 红外灯下, 60°—70℃, 干燥 8—10 小时; (2) 同前, 但同时加真空泵抽气, 干燥 3—4 小时。如此得结果与本文介绍的比浊法比较见表 5。

最后, 应该说明本文测定的含油量实质上是动植物油脂与矿物油的含量。由于前者显示的浊度低^[3], 又因为油田区土壤中含矿

物油量相对较高, 因此该方法用于油田区土壤油的测定仍有一定的实用价值。

表 5 四氯喹啉比浊法与重量法结果比较 (mg/10g)

试 样		重 量 法		四氯喹啉 比浊法
		措施 (1)	措施 (2)	
标样 8#	回收值	1.44	1.82	1.98
	已知值			
2mg/10g	回收率	72.0%	91.0%	99.0%
标样 7#	回收值	0.70	—	0.98
	已知值			
1mg/10g	回收率	70.0%	—	98.0%

参 考 文 献

[1] 蔡士悦、王莉等, 环境科学情报, (2)72(1986).

[2] 马怡载, 环境科学丛刊, 5(6)19(1984).

[3] 邹时复, 环境科学, 5(4)64(1984).

(收稿日期: 1987年7月17日)