

城镇水系统全流程水质监测技术专栏

朱良琪, 宋陆阳, 韩超, 等. 基于阴离子合成洗涤剂检测的便携式分液漏斗振荡装置[J]. 净水技术, 2022, 41(11):168-172.

ZHU L Q, SONG L Y, HAN C, et al. Portable separation funnel vibration device based on anionic synthetic detergent detection[J].

Water Purification Technology, 2022, 41(11):168-172.



扫我试试?

基于阴离子合成洗涤剂检测的便携式分液漏斗振荡装置

朱良琪, 宋陆阳, 韩超, 马雯爽, 郝天

(中国城市规划设计研究院, 北京 100037)

摘要 目前,我国城市存在管网混接、管网老旧等情况,导致部分含有阴离子合成洗涤剂的废水大量排入水体环境中,引起水质富营养化,严重影响水环境,因此,对阴离子合成洗涤剂检测的要求逐渐严格。为减少水样在运输过程中对检测结果产生的影响,结合便携式分光光度计,研发一种满足现场试验要求的便携式分液漏斗振荡装置尤为重要。研发的便携式分液漏斗装置能够弥补市面上分液漏斗振荡装置硬件设计方面的不足,使拆装更加便捷,氟橡胶材质底座和颈套装置固定更加牢固,也能很好地保护玻璃材质的分液漏斗,同时其占地面积小、自重轻,有固定和移动电源两种供电模式,可实现定时、调速、调频等功能,能够应用于野外等不同场景。

关键词 分液漏斗振荡装置 便携式 城镇供水 应急监测 水质监测 阴离子合成洗涤剂

中图分类号: X853 文献标识码: A 文章编号: 1009-0177(2022)11-0168-05

DOI: 10.15890/j.cnki.jsjs.2022.11.023

Portable Separation Funnel Vibration Device Based on Anionic Synthetic Detergent Detection

ZHU Liangqi, SONG Luyang, HAN Chao, MA Wenshuang, HAO Tian

(China Academy of Urban Planning and Design, Beijing 100037, China)

Abstract At present, there are mixed pipeline networks and old pipeline networks in cities at home, which lead to a large amount of wastewater containing anionic synthetic detergents being discharged into the water environment, causing eutrophication of water quality and seriously affecting the water environment. Therefore, the detection of anionic synthetic detergents requirements are becoming stricter. In order to reduce the influence of water samples on the test results during transportation, it is particularly important to develop a portable separation funnel vibration device that meets the requirements of field experiments in combination with a portable spectrophotometer. The portable separation funnel device in this study could make up for the deficiencies in the hardware design of the separation funnel vibration device on the market, to make disassembly and assembly more convenient. The separation funnel had a small footprint, light weight, two power supply modes, fixed and mobile power supply, and could realize functions such as timing, speed regulation, and frequency regulation, and could be used in different scenarios such as the field.

Keywords separation funnel vibration device portable urban water supply emergency monitoring water quality monitoring anionic synthetic detergents

阴离子合成洗涤剂是洗衣液、洗洁精等产品的主要原料,日常生活使用这类产品后会产生阴离子

表面活性剂污水。虽然大部分污水会通过污水管道进入污水处理厂,但是部分城市混合区因管网破损和合流制排水等问题,这些污水直接进入地表水体,导致水质富营养化,严重影响水环境。《生活饮用水卫生标准》(GB 5749—2006)规定了阴离子合成

[收稿日期] 2022-04-18

[作者简介] 朱良琪(1989—),男,硕士,研究方向为水环境监测和水系统规划,E-mail:manc_zhu@163.com。

洗涤剂的限值为 0.3 mg/L。现有的水处理工艺对阴离子合成洗涤剂去除能力有限,因此,在源头控制阴离子合成洗涤剂的排放至关重要。根据《生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标》(GB/T 5750.4—2006)^[1]中的 10.1 小节亚甲蓝分光光度法测定水中阴离子合成洗涤剂的检测要求,样品需通过分液漏斗振荡对所检组分进行萃取。本文基于传统分液漏斗振荡装置,同时结合现场检测需求,研发了一种占地面积小、自重轻、拆装便捷、不受固定电源限制的便携式分液漏斗振荡装置。

1 设计方案、原理及机构

实验室及固定场所已具备一定的试验条件,包括固定空间场所、固定电源、承重力等,市面上现有的分液漏斗振荡装置基本上均能满足现有的试验需要。而在应急监测现场、户外、移动监测车内这些应用场景下,需要满足的是轻便、方便携带、简易操作及无需固定电源等差异化的需求。

1.1 设计方案

经过对日常试验操作过程中经验的总结,分析传统分液漏斗在任意场景下的适用性及性能特点,如表 1 所示^[2],提出了现场应用时相应的解决思路:(1)要求体积小、自重轻及便于移动的分液漏斗振荡装置;(2)要求分液漏斗拆卸方便,更换分液漏斗过程简单;(3)要求可携带充电电池,同时具有定时和调频功能;(4)要求放气过程简便,分液漏斗固定装置稳固,不易漏液及损伤分液漏斗。

表 1 传统分液漏斗振荡装置的适用性及性能特点
Tab. 1 Applicability and Performance Characteristics of Traditional Liquid Separation Funnel Vibration Device

序号	适用性	性能特点
1	手动变自动,省时、省力	占地面积大、自重大
2	多样品同时萃取,效率高	分液漏斗拆卸不方便
3	同一条件下萃取,萃取更加均匀	需接 220 V 固定电源
4	可定时,振荡频率可调节	漏液、易损坏漏斗

1.2 设计原理

便携式分液漏斗振荡装置包括调速电机轴、连杆、往复轴、曲轴连杆活接、曲轴、固定螺栓、往复轴活接、调速器、第一齿轮、第二齿轮等。通过调速器控制调速电机轴的旋转速度,调速电机轴带动第二齿轮旋转,第二齿轮带动第一齿轮旋转,第一齿轮带

动曲轴旋转,曲轴通过曲轴连杆活接带动连杆,连杆通过往复运动轴连接推动往复连接轴上下往复运动。上下往复运动频率较快,溶液在分液漏斗中,由于摩擦力惯性和重力复合作用而激烈振荡,使溶液快速混匀。分液漏斗颈部朝上,有利于在萃取过程中进行放气操作。分液漏斗塑料颈套和 U 型卡槽组合设计,可以很稳固地对分液漏斗进行固定,避免分液漏斗颈部直接与金属接触,导致玻璃破损,U 型卡槽的设计可以很方便地更换分液漏斗,从而提高工作效率。整体机构如图 1 所示,三视图如图 2 所示。

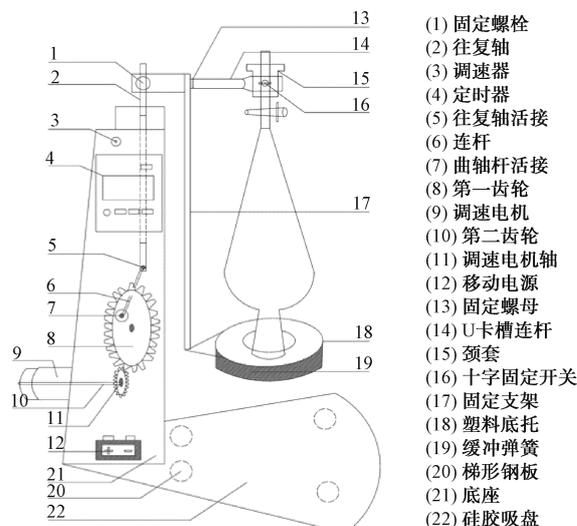


图 1 结构示意图

Fig. 1 Structure Diagram

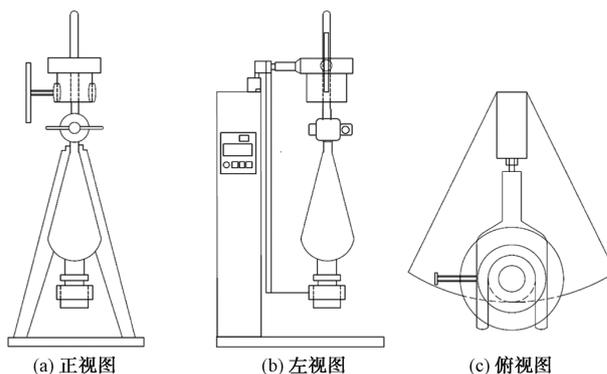


图 2 设计三视图

Fig. 2 Three-Views Drawing of Design

2 关键部件设计

2.1 供电、定时和调频装置

传统的分液漏斗振荡装置由 220 V 电源供电,有固定电源插座,对场所的要求比较高。新改造的分液漏斗振荡装置在供电方面,除了可以选择 220

V 固定电源外,也可以选择 24 V 移动电源供电,在没有 220 V 插座的情况下也能够工作使用。同时,该装置还配备了定时器和调频器,可以调节振荡时间和振荡频率,确保分液漏斗中的溶液反应更加充分完全,满足国标检测方法的要求。

2.2 分液漏斗固定装置和缓冲装置

分液漏斗均为玻璃材质,在振荡过程中非常易碎。该装置是通过 U 型卡槽、颈套固定分液漏斗的颈部,下凹式的氟橡胶底座固定分液漏斗的磨砂玻璃塞,上下固定提升垂直方向的稳定性。再通过十字固定开关固定颈套可实现水平方向的稳定性。颈套、底座均为氟橡胶材质,耐腐蚀、弹性高,可以很好地保护玻璃材质的分液漏斗且不易腐蚀装置,分液漏斗拆卸也更加便捷。同时,分液漏斗颈口垂直向上,便于在试验过程中放气处理,不易漏液,部件详细结构如图 3 所示。



图 3 U 型卡槽、颈套、氟橡胶底座装置

Fig. 3 U-Shaped Clamping Groove, Neck Sleeve and Fluororubber Base Device

2.3 技术指标

便携式分液漏斗振荡装置其技术指标包括电源及电器系统的电压要求,包括固定式电源和移动式电源电压要求。不同的试验方法对分液漏斗的容量也有一定的要求,另外,电机的转速可调节振荡幅度、振荡速度。本振荡装置的电源及电气系统电压可采取固定电源 220 V 交流供电或者 24 V 移动电源供电,电机转速可通过变速器进行调节,转速为 0~6 000 r/min,分液漏斗上下振荡幅度可达 (35.00 ± 0.52) mm,振荡速度可在 0~300 次/min 进行调节。固定好装满液体的分液漏斗(250 mL 分液漏斗,水样量为 150 mL)后,设定电机最大转速(6 000 r/min)旋转,移动电源可供时长可维持 125 min。目前该振荡装置分液漏斗夹具适用于 250 mL 分液漏斗振荡器。

3 仪器性能验证和应用验证

3.1 仪器性能验证

3.1.1 振荡幅度

振荡幅度是保障分液漏斗中溶液充分摇匀的重

要指标之一。需要保持试验台面水平,连接好仪器,固定好装满液体的分液漏斗后(250 mL 分液漏斗,水样量为 150 mL),设定电机转速以 6 000 r/min 旋转,取分液漏斗颈部位置为测量点,连续测量 15 s。测量高度传感器测定测量点到传感器的距离 L ,通过分液漏斗振荡装置振荡过程中,高度传感器测得的 L 的最大值和最小值来表征振荡幅度的大小(表 2)。

表 2 振荡幅度试验验证结果

项目	测定值/mm
最大振幅	35.52
最小振幅	34.48

3.1.2 振荡速度

振荡速度也是保障分液漏斗中溶液充分摇匀的重要指标之一,同时会影响充分摇匀的时间。需要保持试验台面水平,连接好仪器,固定好装满液体的分液漏斗后(250 mL 分液漏斗,水样量为 150 mL),设定电机转速以 6 000 r/min 旋转,取分液漏斗颈部位置为测量点,连续测量 1 min,高速频率传感器测定振荡频率 f 。待分液漏斗振荡装置振荡过程稳定后,高速频率传感器测得的 f 的稳定值作为振荡频率,得出振荡速度(表 3)。

表 3 振荡速度试验验证结果

项目	测定值
振荡频率 f /Hz	5.0
振荡周期 T /s	0.2
振荡速度/(次·min ⁻¹)	300

3.1.3 移动电源可供时长

移动电源可供时长是保证户外无固定电源情况下,分液漏斗振荡装置的工作时长。保持试验台面水平,连接好仪器,固定好装满液体的分液漏斗(250 mL 分液漏斗,水样量为 150 mL)后,设定电机最大转速 6 000 r/min 旋转,开始计时,利用高速频率传感器实时测定振荡频率 f ,待振荡频率 f 存在下降趋势时停止测量,时差即为移动电源的可供时长。通过 3 次重复试验,监测到移动电源的可供时长分别为 127、128、125 min。综合统计,移动电源可供时长为 125 min。

3.2 应用验证

参考国标《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》(GB/T 27417—2017)^[3],方法验证过程中关键的参数应包括线性范围、精密度、准确度、方法检出限及测定下限等。通过这些关键参数的试验验证也能间接地验证通过该分液漏斗振荡装置进行试验前处理后,各项关键指标是否能满足试验要求。本研究选取了 GB/T 5750.4—2006 中的 10.1 小节亚甲蓝分光光度法测定水中阴离子合成洗涤剂,其中萃取过程选用便携性分液漏斗振荡装置进行,对上述关键参数进行试验验证。本验证将采用 250 mL 分液漏斗,在应用场景上,模拟了应急供水过程中的现场监测,采集水源水作为试验水样,试验场所位于

某水库旁。振荡装置的工况参数:采用 DC 24 V 移动电源,最大振荡速度设置为 300 次/min。

3.2.1 工作曲线

准确量取 1 000 mg/L 阴离子合成洗涤剂标准物质 1.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用纯水稀释至刻度,配制成 20.0 mg/L 的标准使用液。取 7 个分液漏斗,分别加入 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 mL 标准使用液,用纯水稀释至 100.0 mL,配制成标准系列。通过便携式分液漏斗振荡装置进行振荡萃取前处理后,测定不同浓度下阴离子合成洗涤剂所产生吸光度,采用最小二乘法对标准系列进行工作曲线的拟合,标准系列测定结果如表 4 所示,拟合标准曲线如式(1)。

表 4 标准系列测定结果

Tab. 4 Detection Results of Standard Series

项目	0	1	2	3	4	5	6	7
阴离子合成洗涤剂/ μg	0	10.0	20.0	40.0	60.0	80.0	100.0	120.0
质量浓度/ $(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	0	0.100	0.200	0.400	0.600	0.800	1.00	1.20
吸光度	0.011	0.037	0.109	0.231	0.343	0.463	0.582	0.690

$$y = 0.0058x - 0.0044 \quad r = 0.9993 \quad (1)$$

$$\text{MDL} = t_{(n-1, 0.99)} \times S \quad (2)$$

其中: y ——不同含量吸光度值;

$$\text{LOQ} = 4 \times \text{MDL} \quad (3)$$

x ——溶液中阴离子合成洗涤剂的含量, μg 。

其中:MDL——方法检出限,mg/L;

LOQ——测定下限,mg/L;

n ——样品的平行测定次数;

t ——自由度为 $n-1$,置信度为 99% 时 t 分布值(单侧),查表可知,当 $n=7$ 时, t 值为 3.143;

S —— n 次平行测定的标准偏差。

本试验按照标准方法得到工作曲线的相关系数 r 为 0.999 3,表示工作曲线的线性良好,同时也符合标准关于 $r > 0.999$ 的要求。

3.2.2 方法检出限及测定下限

方法检出限和测定下限是分析测试的重要指标,也是仪器性能的评价重要的基本参数之一,通过该项试验验证可间接验证通过该分液漏斗振荡装置进行试验前处理过程后,该方法的方法检出限和测定下限是否也能满足试验要求。配制目标方法检出限 2~5 倍浓度的阴离子合成洗涤剂样品(0.050 0 mg/L),平行测定 7 次,7 次测定结果分别为 0.051 1、0.050 8、0.049 9、0.050 2、0.050 9、0.049 8、0.051 0 mg/L,平均值为 0.050 5 mg/L。方法检出限和测定下限计算如式(2)~式(3),通过计算,7 次平行测定结果的标准偏差为 0.000 547,相对标准偏差 RSD 为 1.08%,方法检出限为 0.010 8 mg/L,测定下限为 0.043 2 mg/L。

3.2.3 本底值

现场采集水源水,平行测定 3 次,测得该水源水中阴离子合成洗涤剂的浓度均为未检出。

3.2.4 精密度和准确度

精密度表示测量的再现性,常用 RSD 表示。精密度主要指进行多次反复测量,测得值之间的一致程度,该项指标也间接验证该振荡装置进行前处理后检测结果的稳定性。准确度是指测量结果与“真值”之间的接近程度,该项指标也间接验证通过该振荡装置进行前处理后检测结果的准确程度。分别向该水源水中加标低质量浓度(0.100 mg/L)、中质量浓度(0.300 mg/L)、高质量浓度(0.500 mg/L) 3 组加标溶液,平行测定 7 次,计算加标回收率和

RSD,结果如表5所示。

表5 不同水样加标浓度下的精密度和准确度
Tab. 5 Precision and Accuracy under Spiked Concentrations of Different Water Samples

项目	测定结果/(mg·L ⁻¹)		
	加标低 质量浓度 (0.100 mg/L)	加标中 质量浓度 (0.300 mg/L)	加标高 质量浓度 (0.500 mg/L)
1	0.104 0	0.303 0	0.491 0
2	0.094 7	0.298 0	0.487 0
3	0.093 0	0.300 0	0.486 0
4	0.094 7	0.293 0	0.490 0
5	0.098 9	0.296 0	0.491 0
6	0.092 1	0.301 0	0.479 0
7	0.092 1	0.298 0	0.497 0
平均值/(mg·L ⁻¹)	0.095 6	0.298 0	0.489 0
回收率	95.6%	99.3%	97.8%
标准偏差	0.004 36	0.003 31	0.005 56
RSD	4.6%	1.1%	1.1%
平均回收率	97.6%		
平均 RSD	2.3%		

本试验按照标准方法测定求得方法检出限为0.010 8 mg/L、测定下限为0.043 2 mg/L,低、中、高3个浓度的RSD为1.1%~4.6%,加标回收率为95.6%~99.3%。这些关键指标的验证试验表明,使用便携式分液漏斗振荡装置进行试验前处理,检测结果的各项关键指标均符合标准方法要求,且重现性好、准确度高,满足试验要求。

4 与传统分液漏斗振荡装置对比

便携式分液漏斗振荡装置虽然单次试验只能使用一个分液漏斗,相比于传统分液漏斗振荡装置单次可实现6个分液漏斗同时振荡试验,效率较低,但便携式分液漏斗振荡装置在更换分液漏斗、放气过程更加便捷,可节约时间。另外,便携式分液漏斗振荡装置在应用场景上更加便捷,选择性更多。与传统分液漏斗振荡器对比,便携式分液漏斗振荡装置在空间利用、移动便携、供电方式、噪音大小控制上都有很多的优势。具体对比项目如表6所示。

5 结语

本装置的开发是一种便携式分液漏斗萃取振荡

表6 便携式与传统分液漏斗振荡装置对比
Tab. 6 Comparison of Portable and Traditional Separation Funnel Shaking Devices

对比项目	便携式分液漏斗 振荡装置	传统分液漏斗 振荡装置
单次处理样品数量	1个	6,8个
涉及检测指标	阴离子合成洗涤剂	阴离子合成洗涤剂、挥发酚、有机前处理
夹具范围	250 mL	0.05~2 L
振动位移	轻微但不影响结果	无
应用场景	应急监测现场、移动监测车等	固定实验室
占地面积/m ²	0.02	0.5
自重大小/kg	4.6	50
供电方式	24 V 移动电源	220 V 固定电源
定时/调频可视化	定时、调频均可可视化	部分可定时、调频可视化
运用场所位置	随意挪动	位置相对固定
分液漏斗固定方式	十字固定开关固定	齿轮按压式固定
减振材质和效果	氟橡胶颈套和底座,耐腐蚀、减震效果好	塑料或橡胶,减震效果一般
噪音大小	噪音小	噪音明显
分液漏斗拆卸难易度	简单方便,不漏液,不易损坏	分液漏斗拆卸难,易漏液,易损坏
经济成本	500元左右	>10 000元

装置的技术性研究,试验结果表明,本装置结合便携式分光光度计检测阴离子合成洗涤剂时性能稳定,检验结果的精密度、准确度均能满足国标要求。装置具有占地面积小、自重轻、拆装便捷、不受固定电源限制等特点,但相较于传统分液漏斗振荡装置存在一定的不足,如单次处理样品数量少、检测指标单一,未来将在本装置充分应用的基础上继续提升优化,为水环境监测提供更好的技术支持。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会. 生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标: GB 5750.4—2006[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [2] 李秀美,狄敬国,程继兴,等. 一种新型高效环保农药配置装置设计应用[J]. 机械研究与应用,2021,34(6):81-82,86.
- [3] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. 合格评定 化学分析方法确认和验证指南: GB/T 27417—2017[S]. 北京:中国标准出版社,2017.