

执行标准：HJ637-2018

青岛路博建业环保科技有限公司

产品使用说明书

LB-4101 型红外分光测油仪

安装、使用本产品前，请仔细阅读本使用说明书

感谢您选用 LB-4101 型红外分光测油仪

在使用仪器前，请您仔细阅读本使用说明书，从中可以获得有关仪器性能、使用方法以及维护等方面的信息，这会有助于您更好的使用仪器。

如果您有好的建议或需要我们提供更进一步的服务，请按以下方式与我们联系：

仪表一部 400-6086-707

仪表二部 400-9929-113

室内环保 400-6316-707

网址：<http://www.qdloobo.cn>

厂址：山东青岛市城阳区金岭工业园锦宏西路与路博路交接口路博 1 号门

目 录

一、概述	4
二、仪器特点	4
三、主要技术指标	5
四、工作原理	5
五、仪器结构	7
六、使用方法	8
6.1 仪器安装.....	8
6.2 工作站软件结构及安装.....	9
6.3 波长零点设置.....	10
6.4 芳烃阈值.....	11
6.5 清屏.....	11
6.6 测量选项.....	11
6.7 制作曲线选项.....	12
6.8 测样品选项.....	12
6.9 扫描参比.....	12
6.10 测量样品.....	12
6.11 文件管理.....	12
6.12 计算回归方程.....	14
6.13 四氯乙烯纯度检验.....	16
七、标准曲线制作实例	17
八、水样测试实例	18
九、仪器使用时应注意事项	19
十、仪器保存及使用条件	20
附录	21
红外测油仪装箱单.....	21

一、概述

传统的成分分析先取样再以定性方式量测,时间长且无法及时得到测量数据。而大多数物质的分子官能基能吸收红外光,利用光谱能量的吸收与转换很容易进行内部成分的定性分析和定量计算。红外测油仪正是以此为基本原理,采用红外分光光度测量,经对样品进行光谱扫描,可显示并打印样品光谱及吸收峰的波数位置,能迅速、准确地测出水体中油份浓度的全部含量。

石油类的定义是:在标准“HJ637-2018”规定的条件下,用四氯乙烯萃取,不被硅酸镁吸附,并且在波数为 2930cm^{-1} 、 2960cm^{-1} 和 3030cm^{-1} 全部或部分谱带处有特征吸收的物质。

动植物油的定义是:在标准“HJ637-2018”规定的条件下,用四氯乙烯萃取,并且被硅酸镁吸附的物质。

我国根据国际标准化组织(ISO)的推荐方法,制定并颁布了以红外光度法为基础的“水质 石油类和动植物油的测定 红外光度法”(HJ637-2018)国家标准。该标准包括两种方法,红外分光光度法和非色散红外光度法,但在我国目前大多数都采用红外分光光度法。

主要应用领域:

红外测油仪不仅适用于地表水、地下水、海水、生活用水和工业废水等各种水体及土壤中石油类(矿物油)、动植物油及总油含量的监测,同时也是烟气(饮食行业油烟)含油量监测国家标准推荐的仪器。此外,还可用于有机试剂纯度检测及含各种不同C-H键有机物总量和分量的测量

适用标准:

HJ637-2018《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》

HJ1077-2019《固定污染源废气 油烟和油雾的测定 红外分光光度法》

GB18483-2001《饮食业油烟排放标准(试行)》

二、仪器特点

1. 可拆卸一体化光学系统，仪器体积小，重量轻，先分光后吸收，符合红外光谱特点要求，稳定性好，信噪比高。
2. 采用电调制光源，即降低了光源发热强度，以利于系统散热，同时由于无机械切光运动器件，从而简化了仪器结构，提高了仪器可靠性。
3. 传感器信号处理采用锁相放大电路，提高了仪器信噪比和最低检出限。
4. 独特的比色池结构设计，适用 1 到 5 厘米任何比色皿。
5. 结构简单，仪器光学系统、电气系统自成一体，集成化程度高，从而提高了仪器的可靠性和可维护性。
6. 操作简单，只需点按一下鼠标即可完成一次油样的测定。
7. 测量速度快，测量一次样品仅需 1 分钟。
8. 软件功能强大，测量数据及谱图可以保存到硬盘，随时可以查询、打印谱图，并具有自动调零、回归方程计算等功能。

三、主要技术指标

1. 检出极限 $<0.06\text{mg/L}$ (水样，采用萃取比 100: 1, 4cm 石英比色皿)
2. 水样测量范围 $0.1\text{ mg/L}\sim 64000\text{mg/L}$ (4cm 比色皿)
3. 基本测量范围 $1\sim 100\text{mg/L}$ (4cm~5cm 比色皿)
4. 重复性 $\leq 1\%$ (对 20mg/L 油样)
5. 线性 $R > 0.999$
6. 波数范围 $3400\text{cm}^{-1}\sim 2400\text{cm}^{-1}$
7. 吸光度范围 $0.0000\sim 3.000\text{AU}$
8. 外型尺寸 $500\text{cm} \times 350\text{cm} \times 170\text{cm}$
9. 重量 15Kg
10. 电源 $(220\pm 22)\text{ V}$ $(50\pm 1)\text{ Hz}$

四、工作原理

当某单色光通过被测溶液时，其光能就会被吸收。光能被吸收的强弱与被测溶液的浓度成比例，符合比尔定律

$$A = \log (1/T) = \log(I_0 / I)$$

式中：T ----- 透过率

I_0 ----- 入射光强度

I ----- 透射光强度

A ----- 吸光度

石油类物质浓度计算公式为：

$$C = X \times A_{2930} + Y \times A_{2960} + Z \times (A_{3030} - A_{2930} / F)$$

式中：C为油分浓度

A_{2930} A_{2960} A_{3030} 为不同波长下的吸光度

X、Y、Z、F 为校正系数

先测总含油量 $C_{\text{总}}$ ，再将萃取液通过硅酸镁吸附，分离除去极性的动植物油类物质，以同样方法测量，得到石油类的浓度 $C_{\text{石油}}$ ，那么动植物的含量为：

$$C_{\text{动植物}} = C_{\text{总}} - C_{\text{石油}}$$

校正系数计算公式：

$$F = A_{2930} (H) / A_{3030} (H)$$

$$C (H) = X \times A_{2930} (H) + Y \times A_{2960} (H)$$

$$C (P) = X \times A_{2930} (P) + Y \times A_{2960} (P)$$

$$C (T) = X \times A_{2930} (T) + Y \times A_{2960} (T)$$

$$+ Z \times [A_{3030} (T) - A_{2930} (T) / F]$$

式中：H ----- 正十六烷

P ----- 异辛烷（或姥鲛烷）

T ----- 苯（或甲苯）

A ----- 各波数处的吸光度

以四氯乙烯为溶剂配置苯、异辛烷、正十六烷标准溶液，浓度分别为 80 mg/L、20 mg/L、20mg/L，用 4cm 比色皿测定红外光谱的吸收值，对正十六烷溶液，由于其芳香烃含量为零，即：

$$A_{3030}-A_{2930}/F=0$$

将正十六烷（H）及异辛烷（P）及苯（T）溶液在波数 2930cm^{-1} 、 2960cm^{-1} 、 3030cm^{-1} 处测得吸光度，带入上述公式可求得 X、Y、Z、F 值。

五、仪器结构

仪器由光学系统、电气系统、微机及数据处理系统组成。

光学系统由光源、准直物镜，反射镜、比色皿池、光栅、成像物镜、滤光片，热释电探测器等组成。

主机电气系统包括调制光源电路、步进电机驱动电路、波长定位电路、信号放大处理电路，模数转换电路，单片微机系统等。

微机控制数据处理系统包括控制软件、测量软件，数据处理软件，文件管理、打印报表等部分。

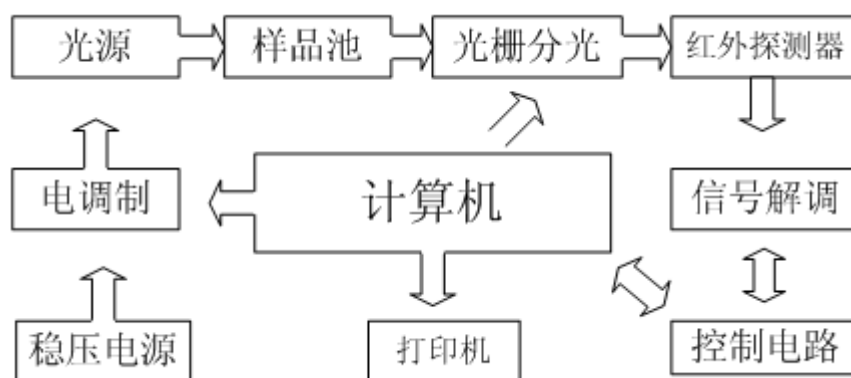


图 1 整机框图

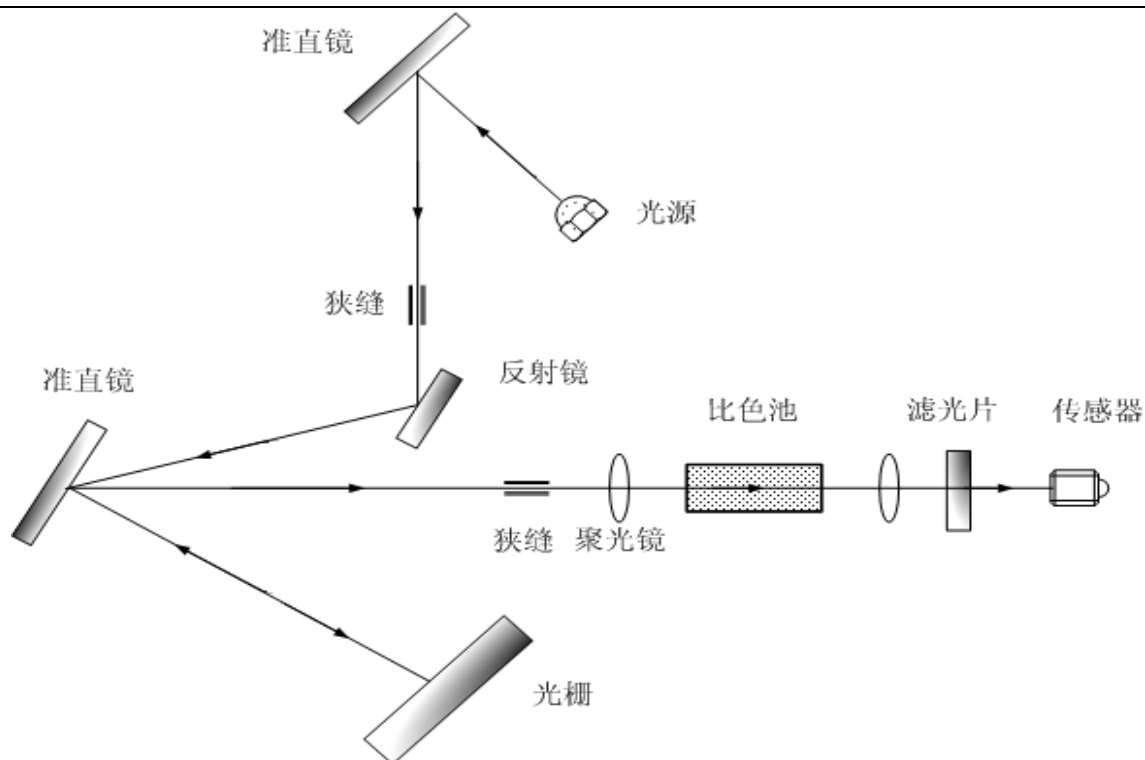


图 2 光学原理图

六、使用方法

6.1 仪器安装

打开包装纸箱，将仪器取出，放置在工作台上，有条件的实验室可放于通风橱内，或在仪器上方装一吸排油烟机。

取出比色皿盒，放置在安全位置。用随机带的 RS232 转 USB 信号线将仪器后面的通信接口和电脑连接。连好后，将电缆上的固定螺丝拧紧，取出电源线连接仪器和电源插座。

USB 转 RS232 电缆需要安装驱动程序，驱动程序在随机 U 盘中。

打开电源开关，则看到仪器后面有灯光闪烁，仪器开始调整光学系统，30 秒后可听到仪器内蜂鸣器“嘟”的一声长鸣，说明仪器已准备就绪，可以与电脑联机进行相关操作了。

工作站软件会自动查找通信接口，自动判断是否已连接测油仪。

每次开机需先开测油仪，待听到一声长鸣声后再打开工作站软件。



注意！严禁在仪器和电脑通电的情况下连接通信电缆，否则极易损坏设备。

6.2 工作站软件结构及安装

工作站基本配置是由一台 586 以上微机、Windows XP 或 win7 操作系统组成，win8 及更高版本可能不支持。从随机 U 盘上将 oil.exe，新版本是“测油仪安装.exe”文件拷贝到硬盘上，然后双击图标安装即可。

工作站软件主要由以下部分组成：

a. 测量样品

包括测量标样，测样品。

b. 数据查询

查询测油文件的吸光度、浓度、谱图，也可查询标准曲线。

c. 计算线性回归方程

根据测量的标样浓度，计算回归曲线，相关系数。

d. 常用功能。如基线测试，参数设定，文件管理，谱图、标

准曲线、基线等图像的保存及打印等。

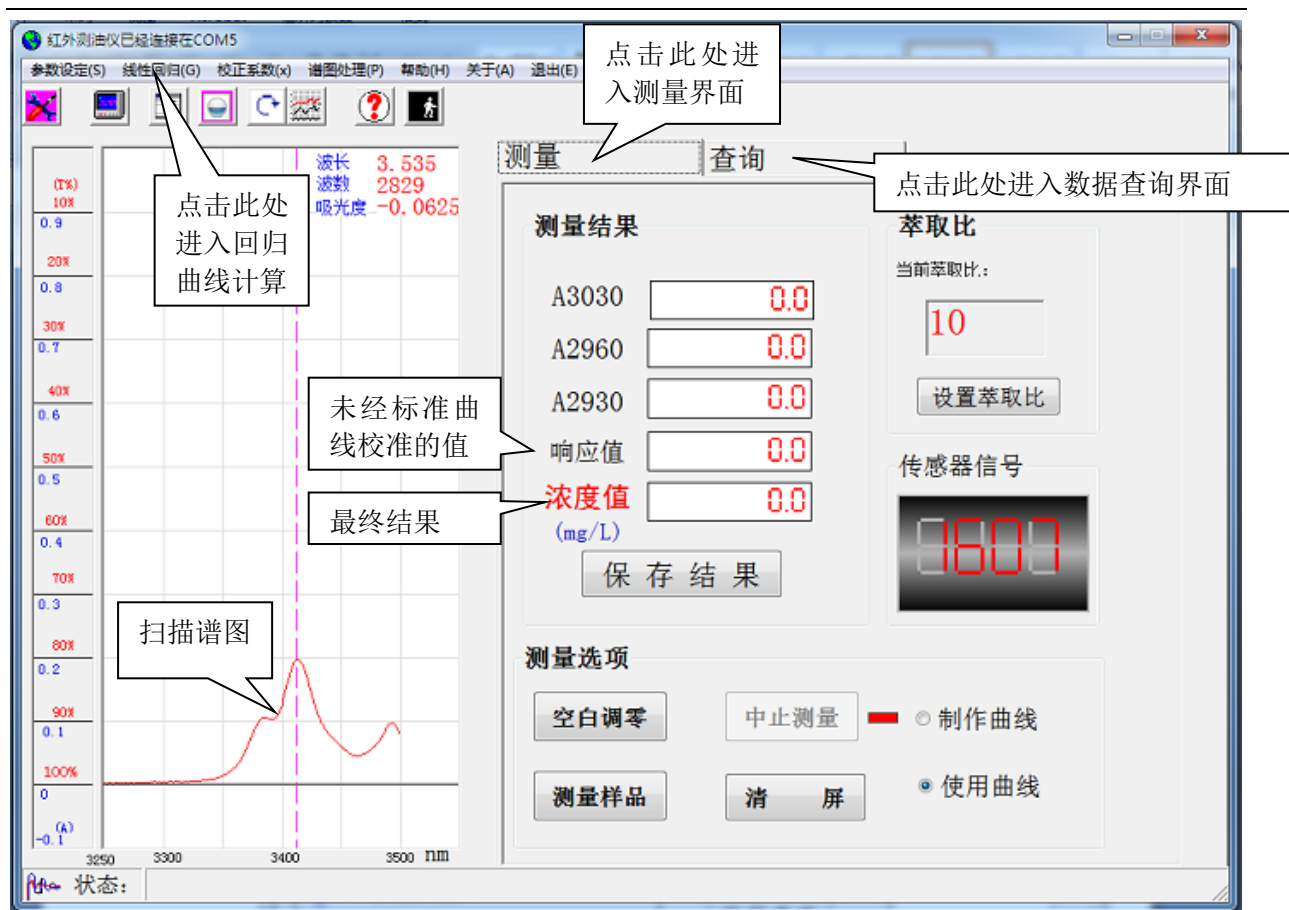


图 5 主操作界面

6.3 波长零点设置

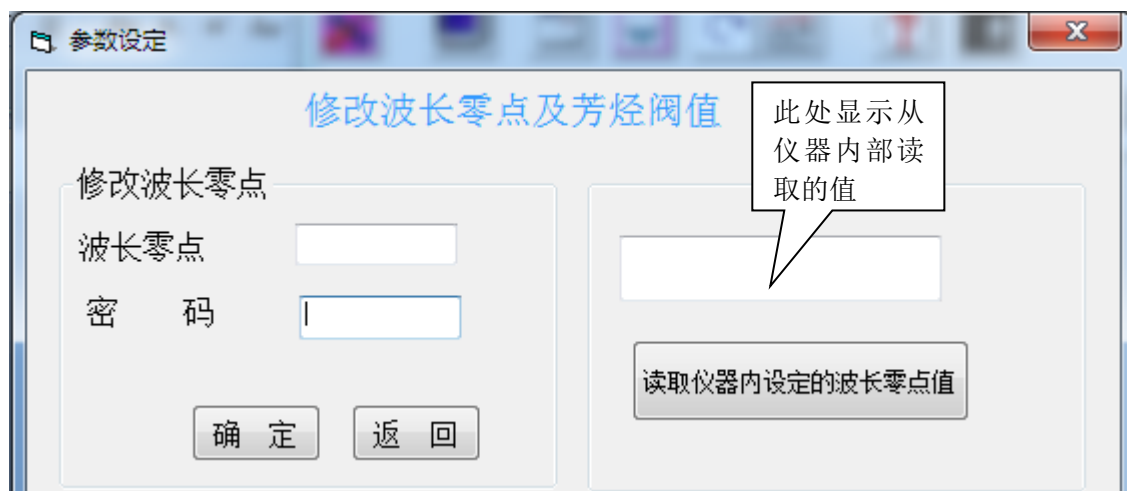


图 6 参数设定

当波长走偏时需重新设置波长零点，方法是测量浓度大于 20mg/L 的油标准样，然后用鼠标指在吸收峰的最高点，点击鼠标左键，则最高点的波长

λ 便显示在界面右上角，正常情况下此处的波长应该是 3413nm，如果显示 λ 的值大于 3413，则波长零点应加上 $(\lambda-3413)$ ，如果 λ 的值小于 3413，则波长零点应减去 $(3413-\lambda)$ 。例如：显示 λ 的值为 3420，仪器的波长往右跑偏了 7 个波长，如原来的波长零点值为 348，则应将其改为 $348+7=355$ ，将 355 输入到方框内，密码区内输入密码，点按确定按钮即修改完毕。



注意:

当调整了波长零点后，需重新测量空白才能进行测量样品，如波长调制幅度较大，则整个系统都需重新测量，包括校准零点和重做标准曲线。

6.4 芳烃阈值

当溶液浓度过低，或样品中芳烃含量较低时，芳烃的吸收值较难测量，但不计芳烃吸收对分析结果不会有太大影响，为了使测量低浓度样品时重复性好，当芳烃吸收低于设置的芳烃阈值时，芳烃将不参与计算。

6.5 清屏

在测量样品及查询时，屏幕上显示的谱图内容越来越多，点按此菜单可以将屏幕上的数据及谱图清除掉。

6.6 测量选项



图 7

6.7 制作曲线选项

当用系列标样做标准曲线时，使用此选项，测得的样品浓度是未经过回归方程修正的。测得的值用来计算回归方程。

6.8 测样品选项

此选项是测量样品实际浓度，测量结果经过了回归曲线的修正。

6.9 扫描参比

将“空白”比色皿中倒入四氯乙烯放入比色池中，作为参比，点按“空白调零”按钮，经过十秒钟的延时稳定后，计算机自动开始扫描参比，等进度条消失后，仪器发出“嘟”的一声长鸣，表示空白调零完成，可进行下一步的样品测量，测量过程中可点击“中止测量”按钮中止测量进程。

6.10 测量样品

测完空白后，将装有样品的比色皿放入比色池后点按“测量样品”按钮，经过十秒钟的延时稳定后，计算机自动开始扫描样品，谱图显示在屏幕上，测量完后，样品浓度及三波长上的吸光度便显示出来，若想保存可点击“保存结果”在文件名一栏中输入名称，点按“确认”按钮即可。

6.11 文件管理

数据查询：

测油文件全部显示在文件列表框中（如图 8），用鼠标单击文件名，则该文件的谱图、文件名称、各吸光度及油样浓度便显示在屏幕上，点按“清屏”菜单，可清除屏幕上的谱图及有关参数的显示。

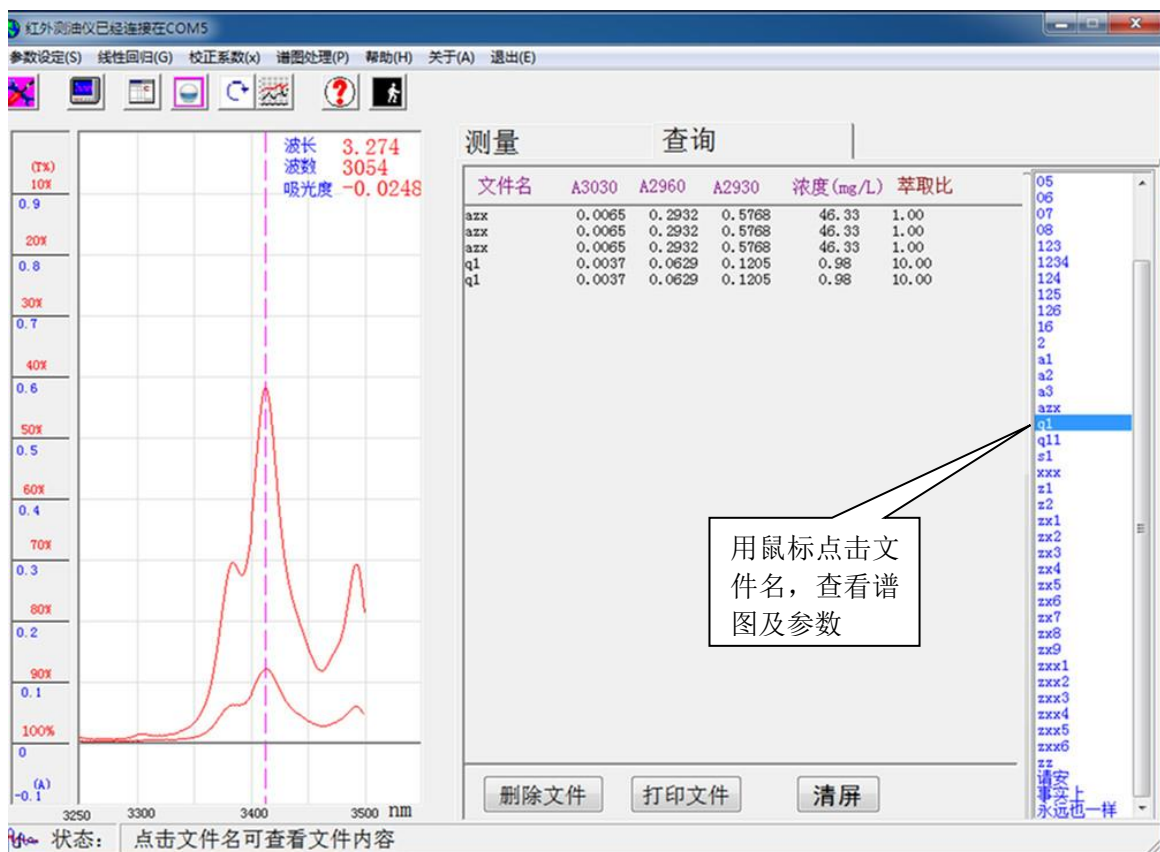


图 8 查询



图 9 文件打印

文件打印:

如图 9, 左边框内为所有测油文件, 在左面选中文件后, 点击“添加”按钮, 可将您想打印的文件传到右边的文件容器里, 如果有些文件已经选了, 但不想打印, 可在右边文件容器里选中它, 点击“减少”按钮。

“单文件打印”是将一个文件的全部内容, 包括谱图打印到一张 A4 纸上, 一个文件一张纸。“多文件打印”多个文件的内容打印到一张纸上, 不能打印谱图, 只打印文件名, 吸光度, 浓度参数。“其它选项”是为客户特殊定制而准备的, 用户可提出打印格式, 由我们的工程师为您特殊定制。

文件删除:

在查询界面下, 点击“删除文件”按钮, 进入文件管理界面, 所有保存过的测油文件都显示在左边的文件容器内, 点击待删除的文件, 然后点击“删除按钮”, 即可删除该文件。按住 Ctrl 键, 用鼠标点击文件名, 可一次选中多个文件。选中文件后点按“删除”按钮, 将永久删除文件, 不可恢复, 请谨慎! 其中名为“000”的文件为零点文件, 不会被删除。

6.12 计算回归方程

配制一系列标准样品, 标样数目应在 4 至 5 个以上, 比如: 0Mg/L, 4mg/L, 8mg/L, 16mg/L, 32mg/L 分别测量其浓度, 将标准浓度输入到 左边 C0 处如 (图 7), 将实测浓度输入到右边 Cx 处, 顺序是由小到大, 最多可输入 6 个样品, 如果不够 6 个, 则后面的空着。左右的 C0 和 Cx 要一一对应。输入完毕后, 点按“计算”按钮, 则可求出回归方程 $Y=ax+b$, 及线性相关系数 γ , 一般要求 $\gamma>0.999$, 若达不到应重新测量, 若要保存该曲线, 则点按保存按钮并输入文件名即可。

为了输入 Cx 方便, 每一个 Cx 框右边有一个“open”按钮, 点击它可打开已保存过的文件, 点击文件名和“确定”按钮, 则该文件的浓度值就会自动输

入到对应的框内。

为了使测量低浓度样品和测量高浓度样品时都具有良好线性，最好在低浓度和高浓度各做一条标准曲线，测样品时，先试测其浓度，然后按浓度高低，选用不同校准曲线。

只有文件 bzqx 为当前使用的标准曲线，如果想换用其他曲线，比如：“曲线 1”需先用鼠标点按“曲线 1”，然后点击使用该曲线，则“曲线 1”的内容替换 bzqx 的内容，当前使用的曲线文件仍然是 bzqx 但其内容变了。

如果想保存某条曲线，可先点按该曲线，然后点击“存入备份文件”，输入文件名，如“曲线 2”，点击保存即可。

如果要删除标准曲线文件，只需点击文件名后再点击“删除文件”按钮即可。

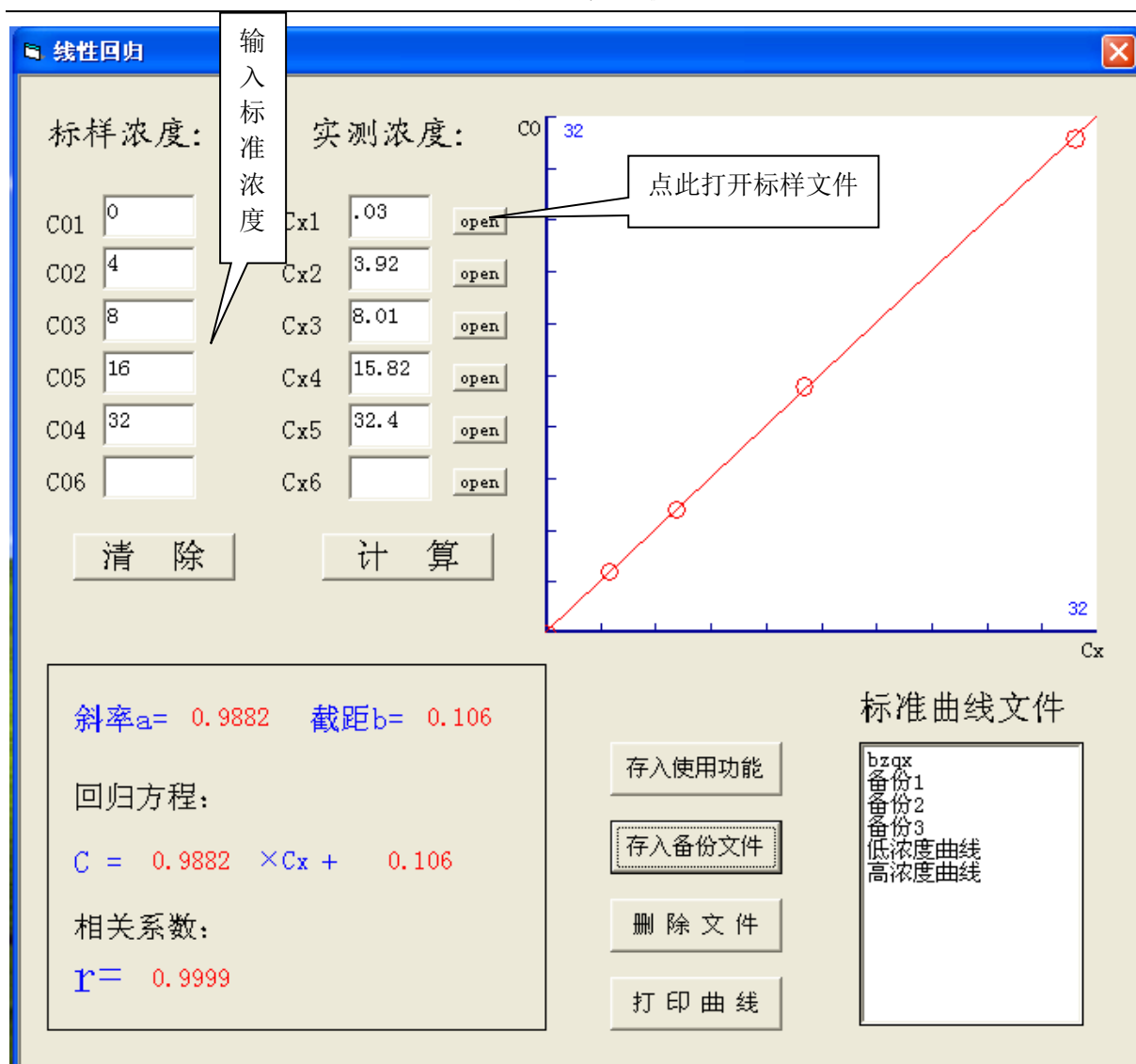


图 10 计算回归方程

6.13 四氯乙烯纯度检验

以空气作空白，空白四氯乙烯作样品进行波谱扫描，将得到该四氯乙烯相对于空气的吸收谱图。如图 11，观察谱图在3.4 μ m处是否有吸收峰，峰越高，说明四氯乙烯越差。

四氯乙烯提纯以活性炭吸附较方便,但有些质量较差的四氯乙烯用活性炭吸附之后也不能用，市售的活性炭仍然存在一定的有机杂质，需在250 $^{\circ}$ C高温加热2小时，冷却后装入吸附柱即可使用，未经高温处理的活性炭不能用，否则会反过来污染四氯乙烯。

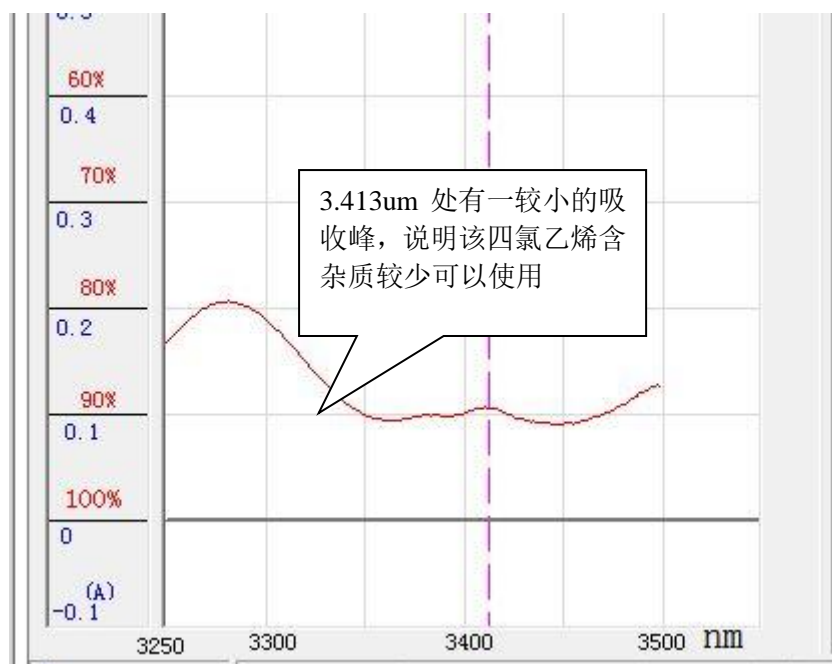


图 11

七、标准曲线制作实例

7.1 取 5mL 1000mg/L 的油标样，倒入 50mL 的容量瓶中，用四氯乙烯定容，得到浓度为 100mg/L 的中间液，然后分别量取中间液 2mL、4mL、8mL、10 mL、15 mL 分别倒入 50mL 的容量瓶中，定容后得到浓度分别为 4 mg/L、8 mg/L、16 mg/L、20mg/L、30mg/L 的标样，静置待测。

7.2 测量标样

点按“制作曲线”选项将 4mg/L 的标样倒入样品比色皿，先测空白，后测样品，测完样品后，在文件名一栏处输入文件名后保存。

按以上方法分别测量 8mg/L，16mg/L，20mg/L，30mg/L 标样，并保存。

7.3 计算回归方程

将 0，4，8，16，20，30 分别输入左边 C_0 处，将测得的浓度一一对应地输入到 C_x ，点按计算按钮，得到回归方程和相关系数 γ ，如果 $\gamma > 0.999$ 则可用，否则需重测，最后点按保存为使用文件，以后测样就使用这个方程修正测量结果。

八、水样测试实例

1、实验仪器

- (1) 红外分光测油仪，4cm 带盖石英比色皿。
- (2) 分液漏斗：1000ml，活塞上不得使用油性润滑剂。
- (3) 容量瓶：50ml 5 只。
- (4) 玻璃砂芯漏斗：40ml。
- (5) 采样瓶：500mL 玻璃瓶。
- (6) 内径 10mm、长约 200mm 的玻璃层析柱
- (7) 100ml 烧杯 2 只

2、实验试剂

- (1) 四氯乙烯：环保水质分析专用。四氯乙烯储存需常温干燥。
- (2) 硅酸镁 (Magnesium Silicate)：60~100 目。取硅酸镁于瓷蒸发皿中，置高温炉内 550℃加热 4h，在炉内冷至约 200℃后，移入干燥器中冷至室温，于磨口玻璃瓶中保存。使用时，称取适量的干燥硅酸镁于磨口玻璃瓶中，根据干燥硅酸镁的重量，按 6% (m/m) 的比例加适量的蒸馏水，密塞并充分振荡数分钟，放置约 12h 后使用。
- (3) 吸附柱：内径 10mm、长约 200mm 的玻璃层析柱。出口处填塞少量用萃取溶剂浸泡并晾干后的玻璃棉，将处理好的硅酸镁缓缓倒入玻璃层析柱中，边倒边轻轻敲打，填充高度为 80mm。
- (4) 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：在高温炉内 550℃加热 4h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，干燥器内保存。
- (5) 盐酸 (HCl)： $\rho=1.19\text{g/ml}$ 。
- (6) 盐酸溶液：1+5。

3、采样和样品保存

(1) 采样：油类物质要单独采样，不允许在试验室内再分样。采样时，应连同表层水一并采集，并在样品瓶上作一标记，用以确定样品体积。当只测定水中乳化状态和溶解性油类物质时，应避免漂浮在水体表面的油膜层，在水下 20~50cm 处取样。当需要报告一段时间内油类物质的平均浓度时，应在规定的时间间隔分别采样而后分别测定。

(2) 样品保存：样品如不能再 24h 内测定，采样后应加盐酸酸化至 $\text{pH} \leq 2$ ，并在 2~5℃ 下冷藏保存。

4、萃取

将一定体积的水样全部倒入分液漏斗中，加盐酸酸化至 $\text{pH} \leq 2$ ，用 50ml 四氯乙烯洗涤采样瓶后移入分液漏斗中，加约 20g 氯化钠，充分振荡 2min，并经常开启活塞排气。静置分层后，将萃取液经已放置约 10mm 厚度无水硫酸钠的玻璃砂芯漏斗流入容量瓶内。加四氯乙烯稀释至标线定容，并摇匀。

将萃取液分成两份，一份直接用于测定总萃取物，另一份经硅酸镁吸附后，用于测定石油类。

5、测定

① 设定萃取比

② 样品测定

将四氯乙烯倒入参比比色皿，点击扫描参比，待测量完成，将样品倒入样品比色皿，点击扫描样品，得到样品浓度值（总萃取物）。倒掉此溶液，清洗后倒入经硅酸镁吸附后滤出液，点击“测量样品”，得到石油类的含量。总萃取物和石油类的含量之差为动植物油类的含量。

九、仪器使用时应注意事项

9.1 仪器应预热 30 分钟后再进行测量。

9.2 测油仪所用四氯乙烯应为分析纯以上并经活性炭过滤提纯或蒸馏提

纯，经仪器验证合格后方可使用，验证方法可参考本说明书相关部分。

9.3 操作仪器的时候应带实验用手套，打开通风设施，保持空气流通，防止四氯乙烯挥发对人体造成损害，。

9.4 照明的光学器件应避免人手触摸，尽量避免灰尘的沾污。若光学镜面沾有手印或灰尘，可以在技术人员指导下用无水酒精或丙酮冲洗镜面，对于光栅不能这样清洗，需专业人员才能维护。

9.5 测油文件保存在 c:\oildata\dat\ 目录下，最好经常在其他盘上对 oildata 文件夹备份。

9.6 如果操作过程中发现异常现象，可以关闭仪器主机电源和微机，然后重新开机工作。

十、仪器保存及使用条件

10.1 仪器正常使用环境条件

10.1.1 环境温度：10℃～35℃

10.1.2 相对湿度不大于 80%

10.1.3 仪器应安放在无腐蚀性气体，无强电磁干扰，通风良好，无尘实验室中。

10.1.4 供电电源：(220±22)V AC 50Hz

10.1.5 电源不稳的地区应配备稳压电源。

10.1.6 电源应接地良好。

10.2 运输及存储：

10.2.1 产品在原包装条件下，保存温度为 5~35℃相对湿度不超过 80%。

10.2.2 仪器在运输时，应避免强烈振动、碰撞。

附录:

红外分光测油仪装箱单

序号	名 称	单 位	数 量	备 注
1	测油仪主机	台	1	
2	4cm 比色皿	只	2	1 盒
3	卤钨灯	个	1	12V 30W
4	主机电源线	根	1	
5	RS232 转 USB 数据通信线	根	1	
6	程序安装 U 盘	个	1	
7	说明书	份	1	
8	合格证	份	1	