

北京睿诚永创科技有限公司

红外分光测油仪 RC-SQ100 使用说明书



在使用仪器前，请仔细阅读仪器使用说明书中操作说明，以确保正确和安全的使用该仪器。在使用过程中，请严格遵守安全操作说明的规定。

目 录

一、 概述	3
二、 仪器特点	3
三、 主要技术指标	4
四、 工作原理.....	4
五、 仪器结构	5
六、 使用方法	
6.1 仪器安装.....	6
6.2 工作站软件结构及安装.....	7
6.3 波长零点设置.....	8
6.4 芳烃阈值.....	8
6.5 清屏.....	8
6.6 空白调零	9
6.7 测量样品.....	9
6.8 文件管理.....	9
6.9 计算回归方程.....	10
6.10 四氯化碳/四氯乙烯纯度检验.....	11
6.11 修改校正系数.....	13
七、 分析操作实例	13
八、 水样测试实例	14
九、 仪器使用时应注意事项.....	15
十、 仪器保存及使用条件.....	15
10.1 仪器正常使用环境条件.....	15
10.2 运输及存储.....	16
附录一 装箱单	16

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,用四氯乙烯或 CCl_4 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。

动植物的定义是:在标准“HJ637-2018”规定的条件下,用四氯乙烯或 CCl_4 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

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. 基本测量范围 | 0.00 ~ 800mg/L (4cm~0.5cm 比色皿) |
| 2. 水样测量范围 | 0.0012 mg/L ~ 64000mg/L (4cm 比色皿) |
| 3. 检出极限 | <0.0012mg/L(水样,采用萃取比100: 1, 4cm石英比色皿) |
| 4. 重复性 | ≤1% (对 40mg/L 油样) |
| 5. 线性 | R > 0.999 |
| 6. 波数范围 | 3400cm ⁻¹ ~ 2400cm ⁻¹ |
| 7. 吸光度范围 | 0.0000 ~ 2.000AU |
| 8. 基本测量范围 | 0.0012 mg/L ~ 100mg/L (4cm 比色皿) |
| 9. 外型尺寸 | 550cm × 380cm × 150cm |
| 10. 重量 | 15Kg |
| 11. 电源 | (220±22) V (50±1) Hz 35VA |

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

A₂₉₃₀ A₂₉₆₀ A₃₀₃₀ 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_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_{石油}，那么动植物的含量为：

$$C_{动植物} = C_{总} - C_{石油}$$

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 ----- 姥鲛烷（或异辛烷）

T ----- 甲苯（或苯）

A ----- 各波数处的吸光度

以四氯化碳或四氯乙烯为溶剂配置苯、异辛烷、正十六烷溶液，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、

2960 cm⁻¹、3030 cm⁻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。

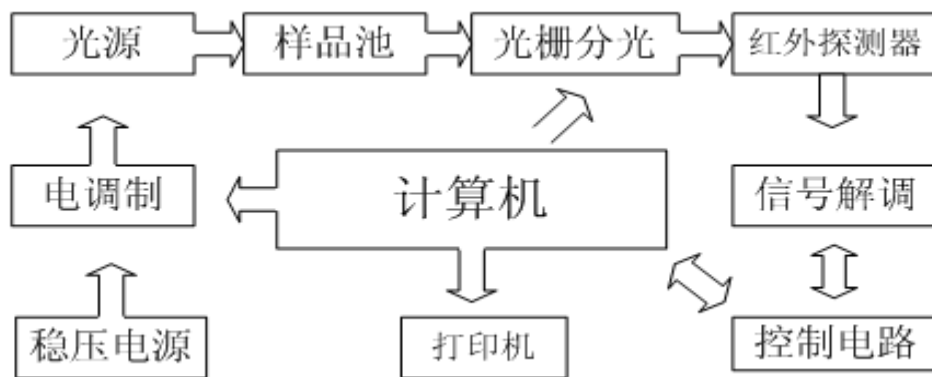


图 1 整机框图

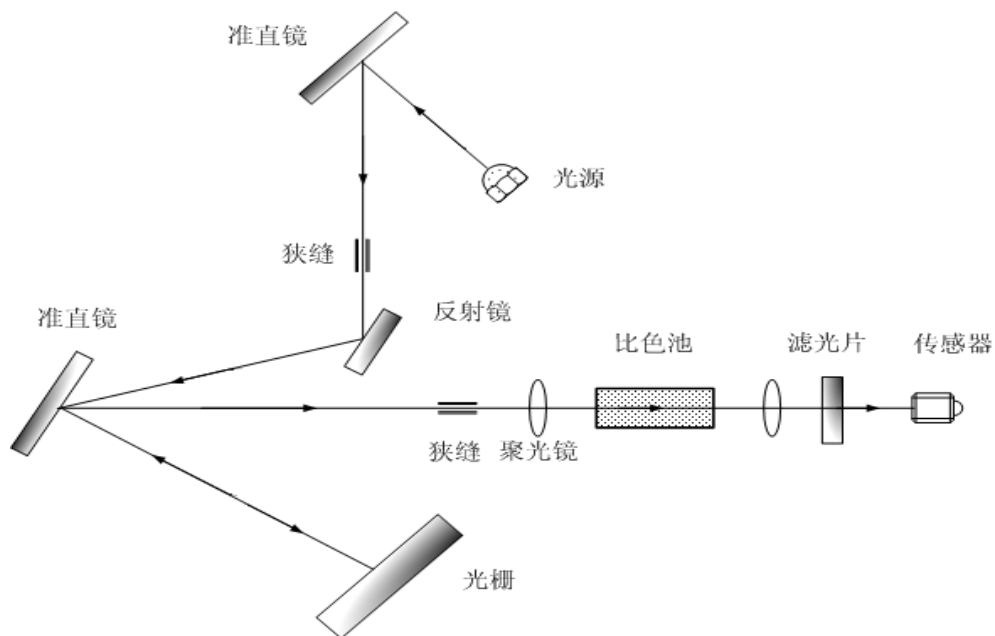


图 2 光学原理图

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。用随机带的通信电缆将仪器后面的通信接口和电脑连接，电脑端是连在 9 针的 RS232 接口上，如电脑没有 RS232 接口，需购买 USB 转 RS232 电缆(电脑城有售)。

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 电缆需要安装驱动软件，驱动程序在随机光盘上，

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，Win10 操作系统组成。从随机光盘上将“测油仪安装.exe”文件拷贝到硬盘上，然后双击图标安装即可。



图 5 主操作界面

6.3 波长零点设置

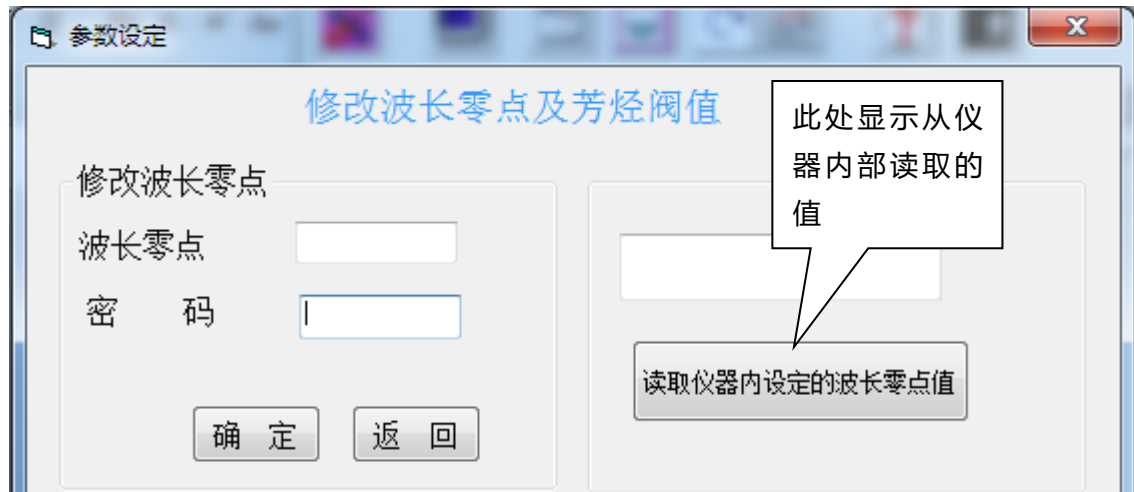


图 6 参数设定

当波长走偏时需重新设置波长零点,方法是测量浓度大于 30mg/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 3.413 μm ,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 50,则应将其改为 $50+7=57$,将 57 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: 您调整了波长零点后,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 空白调零

将“空白”比色皿中倒入纯四氯乙烯（或四氯化碳）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”按钮中止调零进程，调零过程没有谱图产生。

6.7 测量样品

空白调零完成后，将装有样品或标样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，结果自动保存到 C:\oil\目录下，文件名为当前时间。若想手动保存可点击“手动保存”按钮在文件名一栏中输入想要的名称，点按“保存”按钮即可。

6.8 文件管理

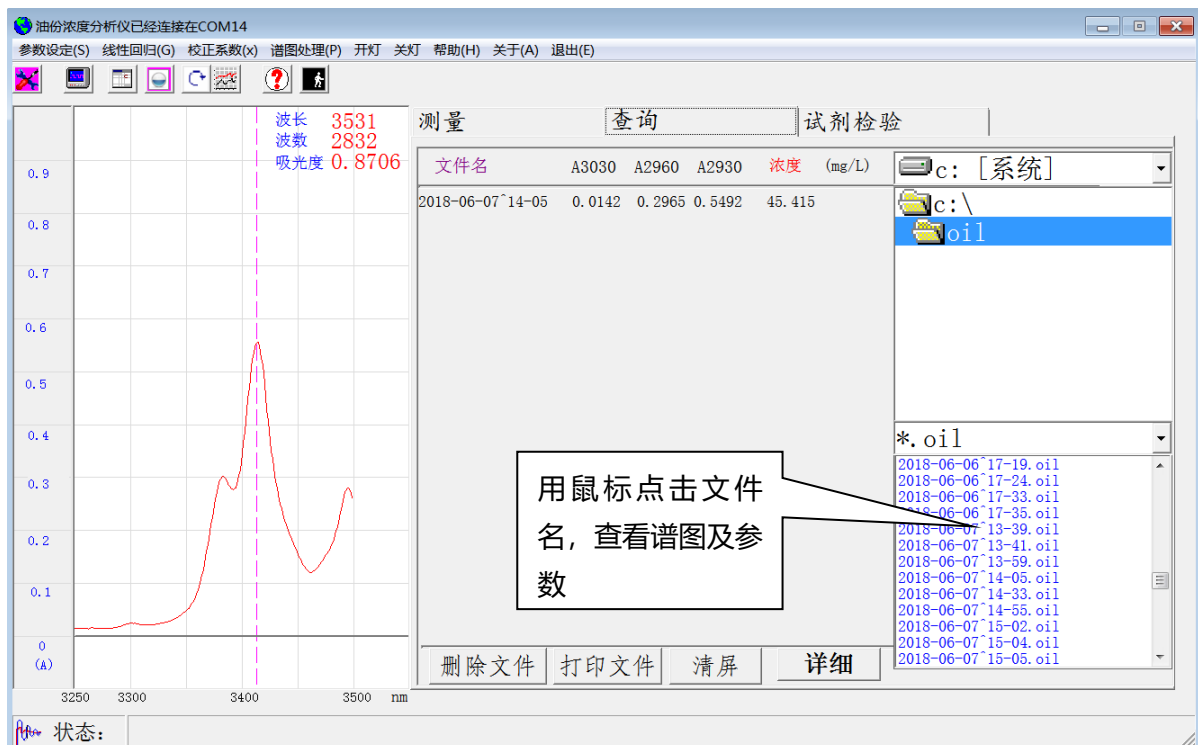


图 8 查询

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，再点击一次该文件名，其显示内容将从屏幕上清掉。这样便于有选择的打印文件。点按“清屏”菜单，可清除屏幕上的谱图及有关参数的显示。点击详细按钮可查看更多内容。

文件打印：点击图中“打印文件”按钮，屏幕上显示的所有数据和谱图打印到一张 A4 纸上。

文件删除：在查询界面下，点击待删除的文件，然后点击“删除文件”，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。

6.9 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：4mg/L, 8mg/L, 16mg/L, 30mg/L 分别测量其浓度，将标准浓度输入到 左边 C0 处如（图 10），将响应值输入到右边 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，则该文件的响应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。

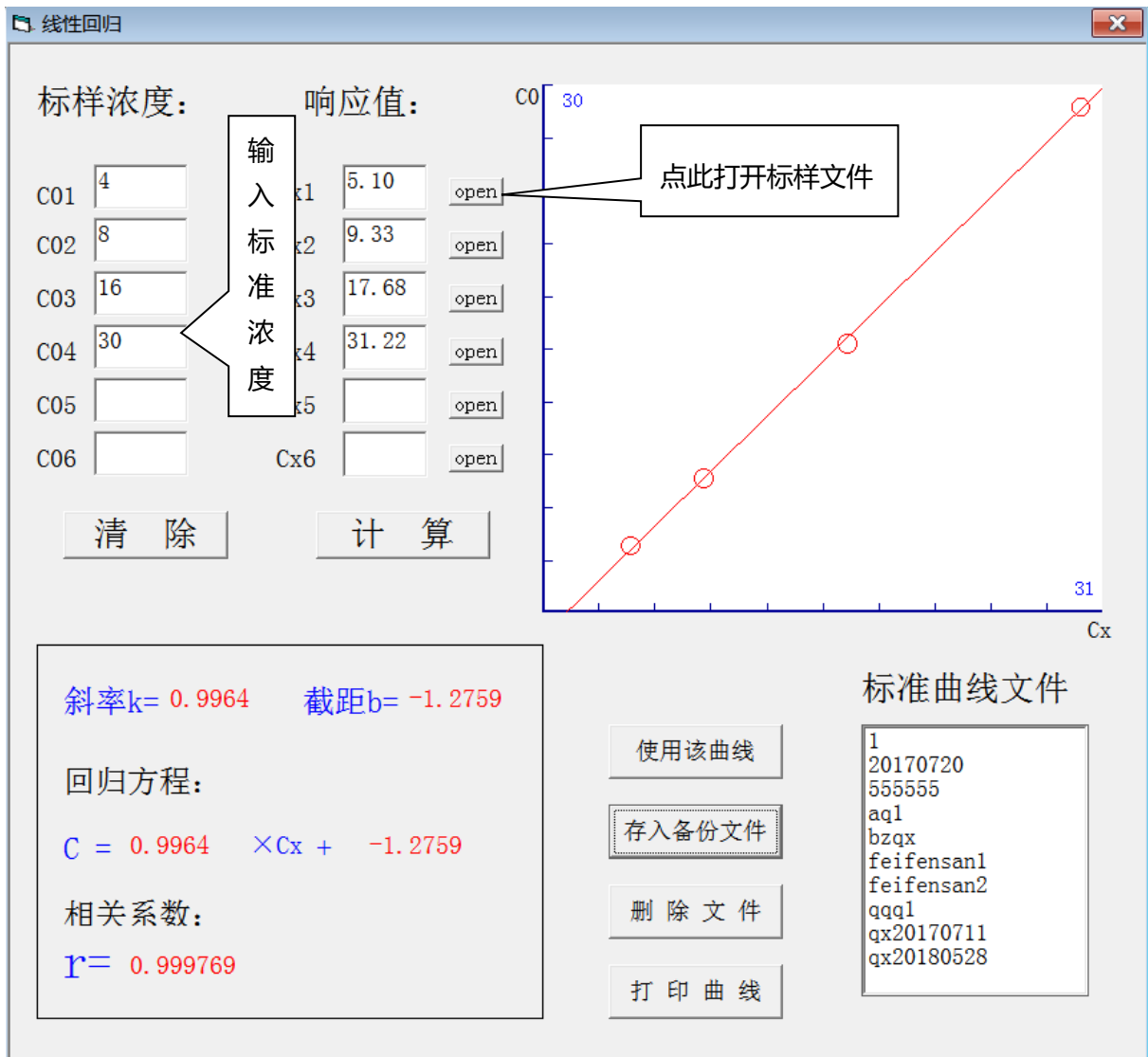
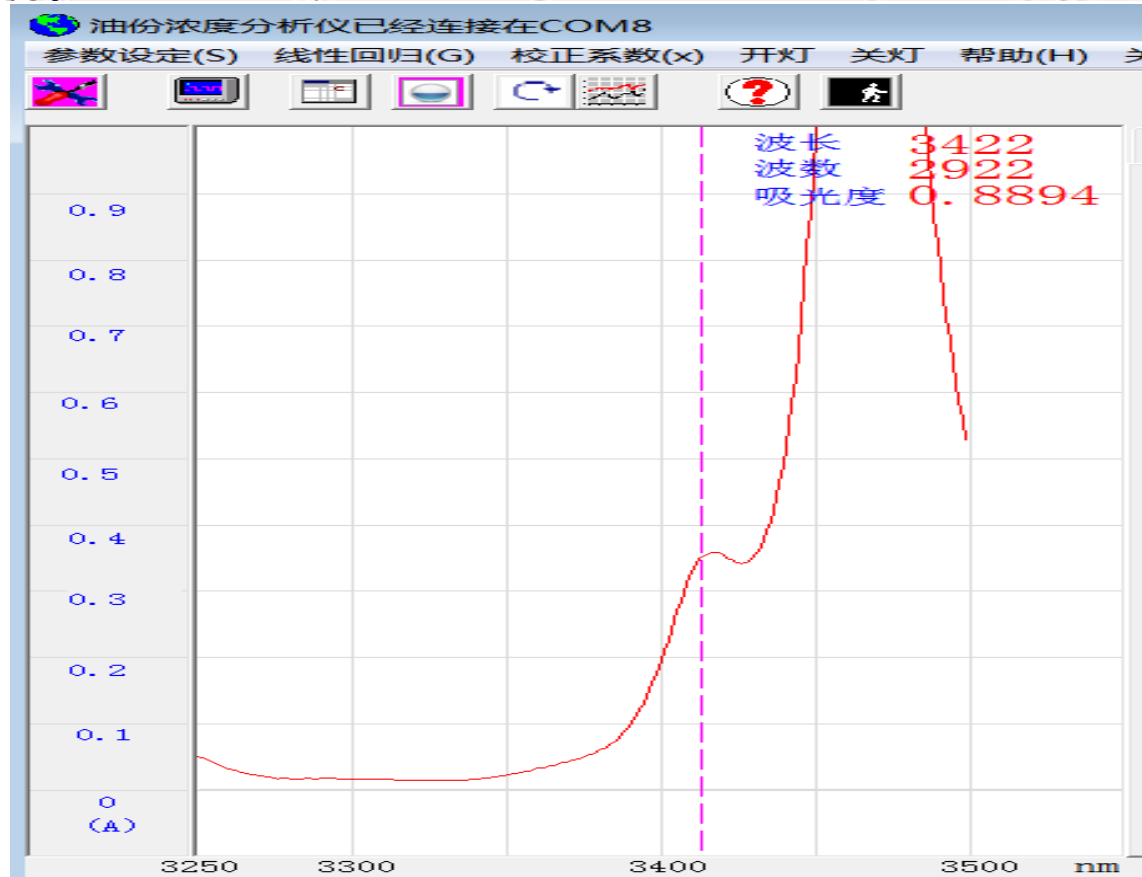
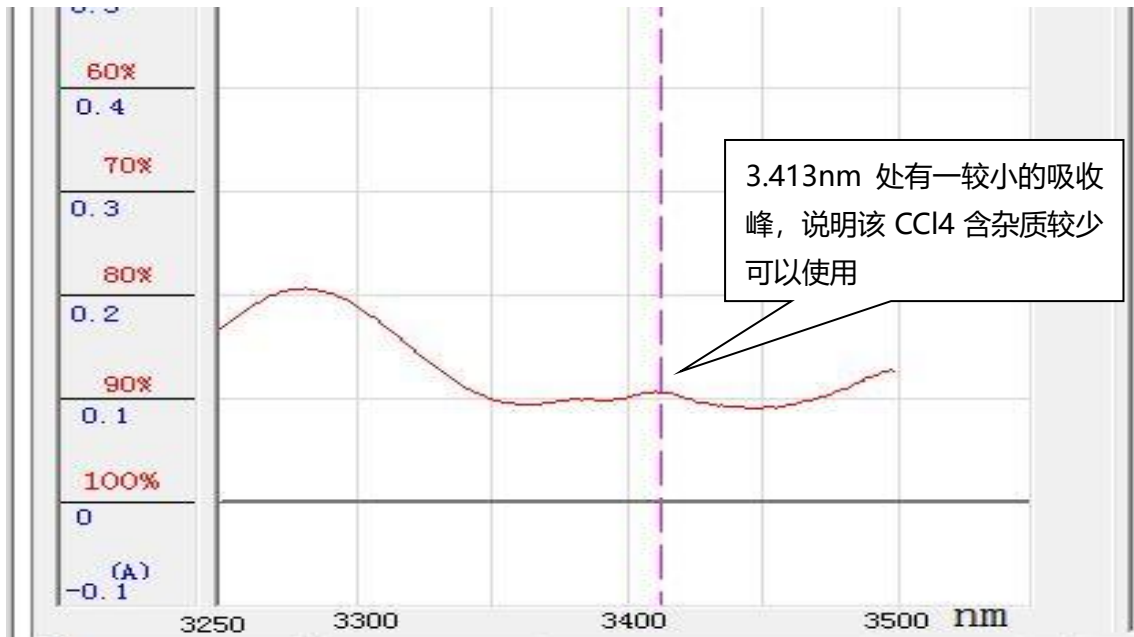


图 10 计算回归方程

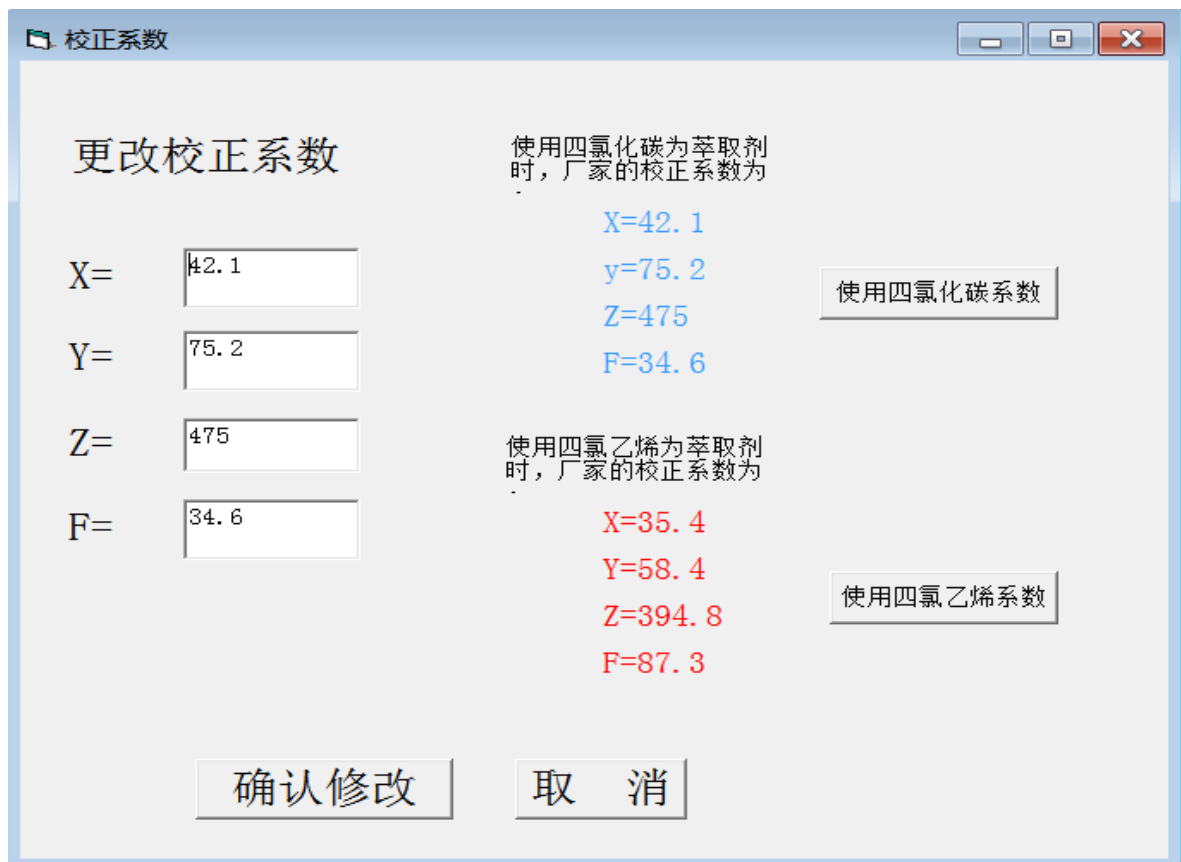
6.10 试剂纯度检验

以空气作空白，空白四氯乙烯（或四氯化碳）作样品进行波谱扫描，将得到该CCL₄相对于空气的吸收谱图。如图 11，观察谱图在3.4um处是否有吸收峰，峰越高，说明CCL₄越差。**试剂必须使用红外测油专用四氯乙烯（或四氯化碳）。**市售普通四氯乙烯（或四氯化碳）肯定不能用。

以我们的经验，利安隆博华（天津）医药化学有限公司生产的水质分析专用四氯乙烯（或四氯化碳），可以不用处理直接使用，另生产专用四氯乙烯（或四氯化碳）的厂家还有天津市化学试剂一厂，天津傲然精细化工研究所，天津市北联精细化学品有限公司等。以下是合格四氯乙烯谱图。



6.11 修改校正系数



七、标准曲线制作实例

所需器皿:

5mL 刻度移液管 2 只; 50mL 容量瓶 5 只; 100mL 烧杯一只; 废液桶一个。

器皿清洗:

将一定体积四氯乙烯 (或四氯化碳) 倒入以上容器, 清洗后将废液倒入比色皿作为样品测量, 吸收谱图上无吸收峰, 便认为洗干净了。

7.1

取 5mL 1000mg/L 的油标样, 倒入 50mL 的容量瓶中, 用 CCL₄ 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、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、30mg/L 的标样, 静置待测。

7.2 测量标样

将纯净四氯乙烯 (或四氯化碳) 倒入空白比色皿, 4mg/L 的标样倒入样品比色皿, 先空白调零,

后测量样品，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, 30mg/L 标样，并保存。

7.3 计算回归方程

将 4, 8, 16, 30 分别输入左边 C0 处，将测得的响应值——对应地输入到 CX，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) 采样瓶：500mL 玻璃瓶。
- (4) 100ml 烧杯 1 只

2、实验试剂

- (1) 四氯乙烯（或四氯化碳）：环保水质分析专用
- (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°C 加热 4h，在炉内冷至约 200°C 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。
- (3) 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：在高温炉内 550°C 加热 4h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，干燥器内保存。

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，应避开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°C 下冷藏保

存。

4、萃取

将 500mL 的水样全部倒入分液漏斗中，加入 50ml 四氯化碳，充分振荡 2min，并经常开启活塞排气。静置分层后，将下层四氯乙烯（或四氯化碳）放至 100mL 烧杯中，加入适量无水硫酸钠除水。对于含油量较少的水样，水样可取 1000mL 或更多，四氯化碳取 25mL。

5、测定

①输入所用水样和四氯乙烯（或四氯化碳）的体积并点击 **计算萃取比**

②样品测定

将四氯乙烯（或四氯化碳）倒入参比比色皿，点击“**空白调零**”，待测量完成，将萃取液倒入样品比色皿，点击“**测量样品**”，得到样品浓度值（总油）。如果还需要进一步测量矿物油含量，倒掉此溶液，清洗比色皿后倒入经硅酸镁吸附后的滤出液，点击“**测量样品**”，得到矿物油的含量。总油减去矿物油含量为动植物油的含量。

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（或四氯化碳）应为红外测油专用四氯乙烯（或四氯化碳），普通市售的几乎不能用。

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（或四氯化碳）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\ 和：c:\oil\ 目录下，最好经常在其他盘上对文件夹备份。

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，无尘的实验室中。

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 1

红外测油仪装箱单

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	主机电源线	根	1	
4	RS232 数据通信线	根	1	
5	RS232 转 USB 接口线	根	1	
6	油标样	支	1	
7	程序安装光盘	张	1	
8	说明书	份	1	
9	合格证	份	1	
10	保修卡	份	1	
11	备用光源	只	1	