中华人民共和国行业标准

油 的 测 定
（紫外分光光度法）

SL 93.2—1994

Determination of oil and grease
(Vltraviolet spectrophotometric method)

1 总则

1.1 主题内容

本标准规定了用紫外分光光度法测定水中的油。

1.2 适用范围

适用于测定 0.05～50mg/L 的含油水样。

2 方法原理

石油及其产品在紫外光区有特征吸收，带有苯环的芳香族化合物，主要吸收波长为 250～260nm；带有共轭双键的化合物主要吸收波长为 215～230nm。一般原油的两个吸收波长为 225nm 及 256nm。石油产品中，如燃料油、润滑油等的吸收峰与原油相近。因此，波长的选择应视实际情况而定，原油和重质油可选 256nm，而轻质油及炼油厂的油可选 225nm。

标准油采用受污染地点水样中的石油醚萃取物。

3 仪器

3.1 分光光度计。

3.2 10mm 石英比色皿。

3.3 分液漏斗：1000mL。

3.4 容量瓶：50mL。

3.5 G3 型玻璃砂芯漏斗：25mL。

3.6 常用实验设备。

4 试剂

4.1 标准油：用经脱芳烃并重蒸馏过的 30～60℃石油醚，从待测水样中萃取油品，经无水硫酸钠脱水后过滤。将滤液置于 65±5℃水浴上蒸出石油醚，然后置于 65±5℃恒温箱内赶尽残留的石油醚，即得标准油品。

4.2 标准油贮备溶液：准确称取标准油样品 0.100g 溶于石油醚中，移入 100mL 容量瓶内，用石油醚稀释至标线，贮于冰箱中。此溶液每毫升含 1.00mg 油。

4.3 标准油使用溶液：临用前把上述标准油贮备液(4.2)用石油醚稀释 10 倍，此液每毫升含 0.10mg 油。

4.4 无水硫酸钠：在 400℃下烘 2h，冷却后装瓶备用。

4.5 脱芳烃石油醚：将 60～100 目粗孔微球硅胶和 70～120 目中性层析氧化铝在 150～160℃活化 4h，

水利部 1995-05-01 批准　　1995-05-01 实施

在未完全冷却前装入内径 25mm(其它规格也可)高 750mm 玻璃柱中。下层硅胶高 600mm,上面覆盖 50mm 厚的氧化铝,将 60～90℃馏份的石油醚通过此柱以脱除芳烃。收集石油醚于细口瓶中,以纯水为参比,在 256nm 处测定处理过的石油醚,其透光率应大于 80%。

4.6 硫酸溶液:1+1。

4.7 氯化钠。

5 步骤

5.1 绘制标准曲线

向七个 50mL 容量瓶中,分别加入 0、2.00、4.00、8.00、12.00、20.00 和 25.00mL 标准油使用溶液(4.3),用石油醚(4.5)稀释至标线。在选定波长处,用 10mm 石英比色皿,以石油醚为参比测定吸光度,经空白校正后,绘制校准曲线。

5.2 样品的测定

5.2.1 将已测量体积的水样,仔细移入 1000mL 分液漏斗中,加入 5mL 硫酸溶液(4.6)酸化(若采样时已酸化,则不需加酸),加入氯化钠(4.7),其量约为水量的 2%(m/V)。用 20mL 石油醚(4.5)清洗采样瓶后,移入分液漏斗中。充分振摇 3min,静置使之分层,将水层移入采样瓶内。

5.2.2 将石油醚萃取液通过内铺约 5mm 厚度无水硫酸钠层的砂芯漏斗,滤入 50mL 容量瓶内。

5.2.3 将水层移回分液漏斗内,用 20mL 石油醚(4.5)重复萃取一次,然后用 10mL 石油醚(4.5)洗涤漏斗,其洗涤液和萃取液经 5.2.2 步骤操作后均收集于同一容量瓶内,并用石油醚(4.5)稀释至标线。

5.2.4 在选定的波长(与校准曲线选用的波长相同)处,用 10mm 石英比色皿以石油醚为参比,测量吸光度。

5.3 空白试验

取与水样相同体积的试剂水,与水样同样操作,测量吸光度。

5.4 由水样测得的吸光度,减去空白试验的吸光度后,从校准曲线上查出相应的油含量。

6 结果表示

采取下列公式进行计算:

$$C=\frac{m\times 1000}{V}$$

式中:C——所测水样的油含量,mg/L;

m——从校准曲线中查出相应油的量,mg;

V——水样体积,mL。

7 精密度和准确度

分析含 10.0mg/L 油的统一标准溶液,实验室内相对标准偏差为 1.7%;实验室间相对标准偏差为 3.0%;相对误差为—0.6%。

8 注意事项

8.1 不同油品的特征吸收峰不同,如难以确定测定的波长时,可向 50mL 容量瓶中移入 20～25mL 标准油使用溶液(4.3),用石油醚稀释至标线,在波长 215～300nm 间,用 10mm 石英比色皿测得吸收光谱图,得到最大吸收峰位置(一般在 220～225nm 间)。

8.2 使用的器皿应避免有机物的污染。

8.3 水样及空白测定所使用的石油醚应为同一批号,否则会由于空白值不同而产生误差。

8.4 如石油醚纯度较低，或缺乏脱芳烃条件，应采用已烷作萃取剂。将已烷进行重蒸馏后使用，或用水洗涤3次，以除去水溶性杂质，以水作参比，于波长225nm处测定，其透光率大于80%方可使用。