

# 紫外可见分光光度计测定水中石油类含量

UV-067

**摘要：**本文参考《水质石油类的测定 -- 紫外分光光度法（征求意见稿）》，使用岛津紫外可见分光光度法对水中石油类物质进行了含量测定，实验结果表明，该方法简单，操作方便，在 0~16 mg/L 范围内曲线线性良好， $r^2=0.99972$ ，测定结果准确，回收率在范围 94.8%~119%，对电镀废水样品进行 6 次测试，计算相对标准偏差小于 1.20%。

**关键词：**紫外可见分光光度计 水质 石油类 正己烷

随着工业的发展，油类物质对江河湖海的污染一直是重要的水污染源。石油化工、运输、轻工等工业企业，以及日常生活均可造成水体的油污染。油类物质漂浮于水体表面，将影响空气与水体界面氧的交换；分散于水中以及吸附于悬浮微粒上或以乳化状态存在于水中的油，被微生物氧化分解，将消耗水中的溶解氧，使水质恶化。矿物油是由烷烃、环烷烃及芳香烃组成的混合物。之前，我国水中油的测定方法以四氯化碳萃取加红外分光光度法为主。四氯化碳的使用对臭氧层形成极大破坏，

且对人体有一定毒害，世界各国已先后禁止使用四氯化碳。所以 2018 年出台了最新水中油标准，使用荧光和紫外可见分光光度计对水中石油类物质进行测试，溶剂用正己烷代替四氯化碳。

本文参考《水质石油类的测定 -- 紫外分光光度法（征求意见稿）》，建立了使用紫外分光光度法测定水中石油类含量的分析方法。

## 原理

在  $\text{pH} \leq 2$  的条件下，用正己烷萃取样品中的油类物质，经无水硫酸钠脱水后，再用硅酸镁吸附除去动植物油类等极性物质，于 225 nm 波长处测定吸光度，石油类含量与吸光度值符合朗伯 - 比尔定律。

## 实验部分

岛津 UV-2600，2 cm 石英比色皿

## 实验部分

### 3.1 试剂配制及处理

3.1.1 无水硫酸钠：于 550°C 下灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器内贮存。

3.1.2 硅酸镁：于 550°C 下灼烧 4 h，冷却后称取适量硅酸镁于磨口玻璃瓶中，根据硅酸镁的重量，按 6% (m/m) 的比例加入适量蒸馏水，密塞并充分振荡数分钟，放置 12 h，备用。

### 3.2 标准样品配制

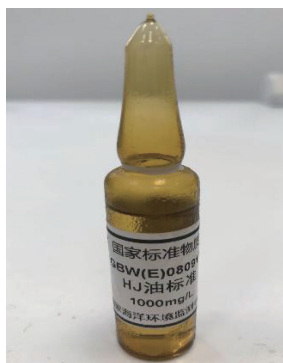


图1 市售的石油类标准物质

3.2.1 石油类标准标准贮备液 ( $\rho=1000$  mg/L) : 直接购买市售正己烷体系的有证标准物质

3.2.2 石油类标准使用液 ( $\rho=100$  mg/L) : 吸取 10.00 mL 石油类标准贮备液 ( $\rho=1000$  mg/L) 于 100 ml 容量瓶中, 用正己烷定容, 摇匀, 临用现配。

### 3.3 标准曲线建立

准确移取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 4.00 mL 石油类标准使用液于 6 支 25 mL 容量瓶中, 用正己烷稀释至标线, 摇匀。标准系列浓度分别为 0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、8.00 mg/L 和 16.0 mg/L。在波长 225 nm 处, 使用 2 cm 石英比色皿, 以正己烷作参比, 测定吸光度。以石油类浓度 (mg/L) 为横坐标, 以吸光度值为纵坐标, 建立标准曲线。

### 3.4 样品测定



图2 石油炼制废水和电镀废水样品

待测样品分别是石油炼制厂废水和电镀厂废水, 样品按照标准方法处理, 然后参照标准曲线测试方法测试。

3.4.1 萃取: 将样品全部转移至 1 000 mL 分液漏斗中, 量取 25.0 mL 正己烷洗涤样品瓶后, 全部转移至分液漏斗中。充分振摇 2 min, 期间经常开启旋塞排气, 静置分层后, 将下层水相全部转移至 1 000 mL 量筒内, 测量样品体积并记录。进行萃取之后, 参照标准曲线的建立相同步骤进行试样的测定。

3.4.2 脱水: 将萃取液转移至已加入 3 g 无水硫酸钠的锥形瓶中, 盖紧瓶塞, 振摇数次, 静置。若无水硫酸钠全部结块, 需补加无水硫酸钠直至不再结块。

3.4.3 吸附: 继续向萃取液中加入 3 g 硅酸镁, 置于水平振荡器上, 振荡 20 min, 静置沉淀。在玻璃漏斗底部垫上少量玻璃棉, 过滤, 待测。

### 3.5 加标回收实验

在两个样品中分别添加浓度为 10 mg/L 的标样, 测试水中石油类含量并计算回收率。

## 结果与讨论

### 4.1 标准曲线

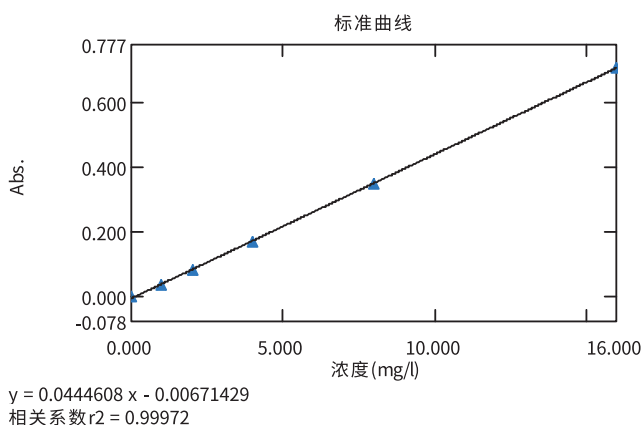


图3 标准曲线

## 4.2 试验结果

### 4.2.1 样品测试

测试了石油炼制厂废水和电镀废水，样品水中石油类含量分别为 26.7 mg/L 和 12.6 mg/L。

### 4.2.2 回收率试验

石油炼制厂废水，测得加标浓度为 34.8 mg/L，计算回收率测试结果是 94.8%；电镀液废水，测得加标浓度为 26.9 mg/L，计算回收率测试结果分别是 119.0%；

### 4.2.3 测定结果

表1 样品测定结果

样品名称	石油类含量 (mg/L)	回收率 (%)	精密度 (RSD%)
石油炼制厂废水	26.7	94.8	1.20
电镀废水	12.6	119	0.95

## ■ 结论

使用紫外可见分光光度计测定水中石油类物质，正己烷代替四氯化碳，既满足实验测定的要求，还符合环保理念，该方法简单方便，是测定水中石油类物质的理想分析方法。