

# 中华人民共和国城镇建设行业标准

## 城市污水 油的测定 重量法

CJ/T 57—1999

Municipal sewage—Determination of oil  
—Gravimetric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用重量法测定城市污水中的油。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中油的测定。

本方法适用于测定含油在 5 mg/L 以上的样品。不受油的品种限制,所测定的油不能区分矿物油、动、植物油。

### 2 方法提要

以硫酸酸化样品,用石油醚从样品提取油类,蒸发去除石油醚,再称其重量,此方法测定的是水中可被石油醚提取的物质的总量。

### 3 试剂和材料

均用分析纯试剂。

3.1 石油醚,沸程 30~60℃。

3.2 无水乙醇。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 50%(V/V)硫酸溶液

将硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ),缓慢倒入等体积水中。

### 4 仪器

4.1 分析天平。

4.2 干燥箱。

4.3 电热恒温水浴锅。

### 5 样品

定量采集 100~500 mL 样品于清洁干燥的玻璃瓶内,此瓶用洗涤剂清洗,勿用肥皂水洗,为了保存样品,采样前,可向瓶里加入硫酸(每 1 000 mL 样品加 2.5 mL 硫酸)使 pH 小于 2,低于 4℃保存,常温下,样品可保存 24 h。

### 6 分析步骤

6.1 将采集的样品全部作为试料倒入 500 或 1 000 mL 分液漏斗中,加硫酸溶液(3.4)5 mL,用 25 mL

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

石油醚洗采样瓶后,倾入分液漏斗中,充分振摇 2 min,并注意打开活塞放气,静置分层。水相用石油醚重复提取 2 次,每次用量 25 mL,合并 3 次石油醚(有机相)提取液于锥形瓶中。

6.2 向石油醚提取液中,加入无水硫酸钠(3.3)脱水,轻轻摇动,至不结块为止。加盖,放置 0.5~2 h。

6.3 用预先以石油醚洗涤过的滤纸过滤,收集滤液于经烘干恒重的 1 000 mL 蒸发皿中。

6.4 将蒸发皿置于  $65 \pm 1^\circ\text{C}$  水浴上蒸发至近干。将蒸发皿外壁水珠擦干,置于烘箱中,在  $65^\circ\text{C}$  烘 1 h,放干燥器内冷却 30 min,称量,直至恒重。

## 7 分析结果的表述

油的含量  $c(\text{mg/L})$ 按下式计算:

$$c = \frac{m_1 - m_2}{V} \times 1\,000 \times 1\,000$$

式中:  $m_1$ ——蒸发皿和油的总质量, g;

$m_2$ ——蒸发皿的质量, g;

$V$ ——试料体积, mL。

## 8 其他

8.1 石油醚必须纯净,取 100 mL 蒸干,残渣不得大于 0.2 g,否则需要重蒸馏。

8.2 分液漏斗活塞切勿涂任何油脂。

8.3 发现分层不好,可加少量无水乙醇。

8.4 确定矿物油可用紫外分光法。

附 录 A  
紫外分光光度法测定油  
(参考件)

本方法适用于测定含矿物油 0.05~50 mg/L 的样品。

### A1 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 250~260 nm;带有共轭双键的化合物主要吸收波长为 215~230 nm。一般原油的两个吸收波长为 225 及 254 nm。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 254 nm,而轻质油及炼油厂的油品可选 225 nm。

标准油采用受污染地点水样中的石油醚萃取物。

### A2 仪器

A2.1 分光光度计(具有 215~256 nm 波长),10 mm 石英比色皿。

A2.2 1 000 mL 分液漏斗。

A2.3 50 mL 容量瓶。

A2.4 G3 型 25 mL 玻璃砂芯漏斗。

### A3 试剂和材料

均用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。

A3.1 氯化钠。

A3.2 无水硫酸钠

在 300℃下烘 1 h,冷却后装瓶备用。

A3.3 50%(V/V)的硫酸溶液

把硫酸缓缓倒入等体积的水中。

A3.4 石油醚(60~90℃馏份)

石油醚必须脱芳烃,方法是将 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 4 h),在未完全冷却前装入内径 25 mm 高 750 mm 的玻璃柱中。下层硅胶高 600 mm,上面覆盖 50 mm 厚的氧化铝,将 60~90℃石油醚通过此柱以脱除芳烃。收集石油醚于细口瓶中,以水为参比,在 225 nm 处测定透光率,不应小于 80%。

A3.5 标准油

用经脱芳烃并重蒸馏过的 30~60℃石油醚,从待测样品中萃取油,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,然后于 65±5℃恒温箱内赶尽残留的石油醚,即得标准油品。

A3.6 标准油贮备溶液

称取标准油 0.100±0.001 g 溶于石油醚(A3.4)中,移入 100 mL 容量瓶内,稀释至标线,贮于冰箱中。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 油。

A3.7 标准油溶液

临用前把标准油贮备溶液(A3.6)用石油醚(A3.4)稀释 10 倍,此液 1 mL 含 0.10 mg 油。

### A4 分析步骤

A4.1 空白试验

取与试料相同体积的水,按(A4.2)步骤操作。

#### A4.2 测定

A4.2.1 将已测量体积的样品作为试料,全部倒入1 000 mL分液漏斗,加入50%的硫酸5 mL(若采样时已酸化,则不需加酸)。加入氯化钠,约为样品量的2%( $m/V$ )。用20 mL石油醚(A3.4)清洗采样瓶后,移入分液漏斗中,充分振摇3 min静置使之分层,将水相移入采样瓶内。

A4.2.2 将石油醚萃取液通过内铺约5 mm厚度无水硫酸钠的砂芯漏斗,滤入50 mL容量瓶。

A4.2.3 将水相移入分液漏斗,用20 mL石油醚(A3.4)重复萃取一次,然后用10 mL石油醚(A3.4)洗涤分液漏斗,收集于同一容量瓶内,并用石油醚(A3.4)稀释至标线。

A4.2.4 在选定的波长处,用10 mm比色皿,以石油醚(A3.4)为参比,测定吸光度。减去空白试验的吸光度,得到校正吸光度。

#### A5 工作曲线的绘制

取7只50 mL容量瓶,分别加入0、2.00、4.00、8.00、12.00、20.00和25.00 mL标准油溶液(A3.7),用石油醚(A3.4)稀释至标线。按(A4.2.4)操作,并绘制工作曲线。

#### A6 分析结果的表述

油的含量 $c$ (mg/L)由下式计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{V}$$

式中: $m$ ——用校正吸光度在工作曲线上查出油的量,mg;

$V$ ——试料体积,mL。

#### A7 精密度

三个实验室分析含10.0 mg/L油的统一发放标准溶液,室内相对偏差为1.7%;室间相对标准偏差为3.0%;相对误差为-0.6%。

#### 附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人严英华。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。