



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

水质 油类的测定 重量法

Water quality—Determination of oils—Gravimetric method

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

| | |
|-------------------|----|
| 前 言..... | ii |
| 1 适用范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 术语和定义..... | 1 |
| 4 方法原理..... | 2 |
| 5 试剂和材料..... | 2 |
| 6 仪器和设备..... | 3 |
| 7 样品..... | 3 |
| 8 分析步骤..... | 3 |
| 9 结果计算与表示..... | 4 |
| 10 精密度和准确度..... | 6 |
| 11 质量保证和质量控制..... | 6 |
| 12 废物处理..... | 6 |
| 13 注意事项..... | 6 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中石油类和动植物油类的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定污水中油类的重量法。

本标准为首次发布。

本标准由环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：天津市生态环境监测中心、环境保护部环境标准研究所。

本标准验证单位：北京华测北方检测技术有限公司、国家海洋局天津海水淡化与综合利用研究所、河北省秦皇岛环境监测中心、海南省环境监测中心站、广西壮族自治区海洋环境监测中心站。

本标准生态环境部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 油类的测定 重量法

警告：实验中所使用的正己烷和丙酮具有一定毒性，应在通风橱中进行操作，同时按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定污水中油类的重量法。

本标准适用于污水中油类（石油类和动植物油类）的测定。

当取样体积为 1000 ml 时，油类和石油类检出限为 3 mg/L；同时测定石油类和动植物油类时，石油类和动植物油类检出限为 5 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ 493 水样 样品的保存和管理技术规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

油类 oils

指在 $\text{pH} \leq 2$ 的条件下，能被正己烷萃取，且在测定过程中不随正己烷挥发的物质。

3.2

石油类 petroleum oils

指在 $\text{pH} \leq 2$ 的条件下，能被正己烷萃取且不被硅酸镁吸附的物质。

3.3

动植物油类 animal and vegetable oils

指在 $\text{pH} \leq 2$ 的条件下，能被正己烷萃取且被硅酸镁吸附的物质。

4 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，蒸除正己烷后，称重测定油类含量。

萃取液经硅酸镁吸附，除去动植物油类等极性物质，蒸除正己烷后，称重测定石油类含量。两者之差为动植物油类含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或去离子水。

5.1 盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.19\text{ g/ml}$ 。

5.2 正己烷 (C_6H_{14})。

5.3 十六烷 ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$)：纯度 $\geq 98\%$ 。

5.4 硬脂酸 ($\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$)：纯度 $\geq 98\%$ 。

5.5 丙酮 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)。

5.6 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

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。

5.7 硅酸镁 (MgSiO_3)：60 目~100 目。

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。

5.8 十六烷溶液： $\rho=10\text{ g/L}$ 。

称取 1 g (精确到 0.1 mg) 十六烷 (5.3)，用丙酮 (5.5) 溶解，转移至 100 ml 容量瓶中，定容。临用现配。

5.9 硬脂酸溶液： $\rho=10\text{ g/L}$ 。

称取 1 g (精确到 0.1 mg) 硬脂酸 (5.4)，用丙酮 (5.5) 溶解，转移至 100 ml 容量瓶中，定容。临用现配。

注：硬脂酸不易溶解，可于 50°C 水浴加热溶解。

5.10 玻璃棉。

用正己烷 (5.2) 浸洗并晾干，置于干燥玻璃瓶中，备用。

5.11 硅酸镁吸附柱。

将内径 10 mm、长约 200 mm 的玻璃层析柱出口处填塞少量玻璃棉 (5.10)，再将硅酸镁 (5.7) 缓缓倒入玻璃层析柱中，边倒边轻轻敲打，填充高度约为 80 mm。

6 仪器和设备

6.1 采样瓶：1 000 ml 棕色硬质玻璃瓶。

6.2 旋转蒸发仪：配备 150 ml 平底浓缩瓶。

6.3 分析天平：精度为 0.1 mg。

6.4 鼓风干燥箱。

- 6.5 分液漏斗：2 000 ml，聚四氟乙烯旋塞。
- 6.6 锥形瓶：150 ml，具塞磨口。
- 6.7 离心机：配备玻璃离心管。
- 6.8 马弗炉。
- 6.9 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集

参照 HJ/T 91 的相关规定进行样品的采集。用 1 000 ml 采样瓶（6.1）采集水样，采集好样品后，加入盐酸（5.1）酸化至 $\text{pH} \leq 2$ 。

7.2 样品的保存

参照 HJ/T 493 的相关规定，若样品不能在 24 h 内测定，应在 5℃ 以下冷藏保存，7 d 内测定。

8 分析步骤

8.1 试样的制备

8.1.1 油类试样的制备

将样品全部转移至 2000 ml 分液漏斗（6.5）中，量取 50 ml 正己烷（5.2）分 2~3 次洗涤样品瓶，并全部转移至分液漏斗（6.5）中。充分振摇 2 min，期间经常开启旋塞排气，静置。分层后，将下层水相转移至 2 000 ml 量筒内，测量样品体积并记录。

将上层萃取液转移至已加入 10 g 无水硫酸钠（5.6）的锥形瓶（6.6）中，盖紧瓶塞，振摇数次，静置。若无水硫酸钠（5.6）全部结块，需补加无水硫酸钠（5.6）直至不再结块。

注：若样品乳化严重，可将萃取液转移至玻璃离心管中，以转速 2000 r/min 离心 3 min。

用底部垫有少量玻璃棉（5.10）的玻璃漏斗将经无水硫酸钠脱水的萃取液过滤至预先在 105℃ 烘干的平底浓缩瓶（6.2）中，用少量正己烷洗涤锥形瓶（6.6）和玻璃漏斗，合并洗涤液于平底浓缩瓶（6.2）中。

8.1.2 石油类试样的制备

将经无水硫酸钠脱水的萃取液（8.1.1）过硅酸镁吸附柱（5.11），收集萃取液于预先在 105℃ 烘干至恒重的平底浓缩瓶（6.2）中。用少量正己烷洗涤锥形瓶，将洗涤液过硅酸镁吸附柱（5.11）后合并于平底浓缩瓶（6.2）中。

8.1.3 动植物油类试样的制备

将经无水硫酸钠脱水的萃取液（8.1.1）过滤至 100 ml 比色管中，用正己烷（5.2）定容，摇匀。取 50 ml 于预先在 105 °C 烘干至恒重的平底浓缩瓶（6.2）中，用于油类的测定。另外 50 ml 按照石油类试样的制备（8.1.2）步骤过硅酸镁吸附柱（5.11）后，用于石油类的测定。

8.2 空白试样的制备

以实验用水代替样品，按照试样的制备（8.1）相同的步骤进行空白试样的制备。

8.3 试样的测定

将装有试样的平底浓缩瓶（6.2）置于旋转蒸发仪（6.2）上，在水浴温度 25 °C、真空度约 85 kPa 下，蒸除正己烷。当正己烷剩余约 1 ml 时，停止旋蒸，取出平底浓缩瓶（6.2），擦干外壁水分，放入鼓风干燥箱（6.4）内。在 71 °C ± 2 °C 下烘干 1 h 后置于干燥器内，冷却 30 min，称重。

8.4 空白试验

按照试样的测定（8.3）相同的步骤进行空白试样（8.2）的测定。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

9.1.1 油类的质量浓度

样品中油类的质量浓度 ρ_1 (mg/L) 按照公式（1）计算：

$$\rho_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^6}{V} \quad (1)$$

式中： ρ_1 ——样品中油类的质量浓度，mg/L；

m_1 ——平底浓缩瓶和油类的质量，g；

m_0 ——平底浓缩瓶的质量，g；

V ——水样体积，ml。

9.1.2 石油类的质量浓度

样品中石油类的质量浓度 ρ_2 (mg/L) 按照公式（2）计算：

$$\rho_2 = \frac{(m_2 - m_0) \times 10^6}{V} \quad (2)$$

式中： ρ_2 ——样品中石油类的质量浓度，mg/L；

m_2 ——平底浓缩瓶和石油类的质量，g；

m_0 ——平底浓缩瓶的质量, g;

V ——水样体积, ml。

注: 同时测定石油类和动植物油类时, 样品中石油类的质量浓度应按照公式(2)计算后乘以2。

9.1.3 动植物油类的质量浓度

样品中动植物油类的质量浓度 ρ_3 (mg/L) 按照公式(3)计算:

$$\rho_3 = (\rho_1 - \rho_2) \times 2 \quad (3)$$

式中: ρ_3 ——样品中动植物油类的质量浓度, mg/L;

ρ_1 ——样品中油类的质量浓度, mg/L;

ρ_2 ——样品中石油类的质量浓度, mg/L。

9.2 结果表示

结果保留整数位, 最多保留3位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

将适量的十六烷溶液(5.8)和硬脂酸溶液(5.9)加入到1000 ml实验用水中, 配制成油类浓度为20 mg/L、60 mg/L和200 mg/L的样品。六家实验室分别对3个浓度的样品进行测定, 实验室内相对标准偏差范围分别为: 5.6%~10%、2.9%~6.7%和2.1%~3.1%; 实验室间相对标准偏差分别为: 7.0%、3.3%和1.7%; 重复性限分别为: 4 mg/L、8 mg/L和14 mg/L; 再现性限分别为: 6 mg/L、9 mg/L和16 mg/L。

将适量的十六烷溶液(5.8)加入到1000 ml实验用水中, 配制成石油类浓度为10 mg/L、30 mg/L和100 mg/L的样品。六家实验室分别对3个浓度的样品进行测定, 实验室内相对标准偏差范围分别为: 6.9%~11%、6.1%~11%和3.8%~7.4%; 实验室间相对标准偏差分别为: 5.8%、6.8%和4.0%; 重复性限分别为: 2 mg/L、6 mg/L和14 mg/L; 再现性限分别为: 2 mg/L、8 mg/L和17 mg/L。

将适量的硬脂酸溶液(5.9)加入到1000 ml实验用水中, 配制成动植物油类浓度为10 mg/L、30 mg/L和100 mg/L的样品。六家实验室分别对3个浓度的样品进行测定, 实验室内相对标准偏差范围分别为: 10%~14%、8.0%~14%和5.4%~10%; 实验室间相对标准偏差分别为: 8.9%、6.9%和4.0%; 重复性限分别为: 3 mg/L、9 mg/L和20 mg/L; 再现性限分别为: 4 mg/L、10 mg/L和21 mg/L。

10.2 准确度

六家实验室分别对配制浓度为 20 mg/L、60 mg/L 和 200 mg/L 的油类样品进行测定，相对误差范围分别为：-10%~10%、-5.0%~3.3%和-4.0%~1.0%；相对误差最终值分别为：(2.5±13.8)%、(-3.0±6.4)%和(-1.8±3.4)%。

六家实验室分别对配制浓度为 10 mg/L、30 mg/L 和 100 mg/L 的石油类样品进行测定，相对误差范围分别为：-10%~0、-10%~6.7%和-8.0%~3.0%；相对误差最终值分别为：(-6.7±10.4)%、(-5.6±12.4)%和(-3.5±7.6)%。

六家实验室分别对配制浓度为 10 mg/L、30 mg/L 和 100 mg/L 的动植物油类样品进行测定，相对误差范围分别为：-10%~10%、-13%~6.7%和-9.0%~2.0%；相对误差最终值分别为：(0±18)%、(-4.4±13.0)%和(-4.2±7.6)%。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批样品应至少做一个空白，其测定结果应低于方法检出限。

11.2 准确度控制

将适量的十六烷溶液（5.8）和硬脂酸溶液（5.9）加入到 1 000 ml 实验用水中，配制成与样品含量相近的油类（石油类、动植物油）样品。每批样品至少测定一个，测定结果的相对误差应在±30%之内。

12 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集并委托具有资质的单位处置。

13 注意事项

13.1 对于动植物油类含量较高的废水，可适当增加硅酸镁的填充质量或将萃取液稀释后过硅酸镁柱。

13.2 鼓风干燥箱房间内应有排风装置。

13.3 对于污染特别严重的水体，可酌情少采水样。