

目 录

一、概述	(1)
1.1 仪器的外形	(1)
1.2 适用标准及适用范围	(1)
二、工作原理	(3)
2.1 校正系数测量	(4)
2.2 校正系数检验	(5)
三、技术指标	(6)
四、仪器的安装	(7)
4.1 配件检查	(7)
4.2 仪器的安装	(7)
五、仪器的操作	(8)
5.1 显示说明	(8)
5.2 按键说明	(10)
5.3 功能菜单及设置	(11)
六、样品测试	(24)
6.1 四氯乙烯纯度检验	(24)
6.2 水中油测量	(25)

七、注意事项.....	(28)
附录一.....	(29)
附录二.....	(30)
附录三.....	(33)
附录四.....	(34)
附录五.....	(36)

一 概述

TP303 型红外光度测油仪适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和一、二级生活用水中石油类物质和动植物油含量的测定，也可用于土壤中油类物质的测定。该仪器主要用于环境监测部门和生产部门对环境水体和工业废水实施各种油份浓度含量的检测，同时还可完全国家饮食油烟排放标准（GB18483-2001）测量饮食业油烟排放浓度。

1.1 仪器的外形

仪器的外形如下图 1.1.1 所示：

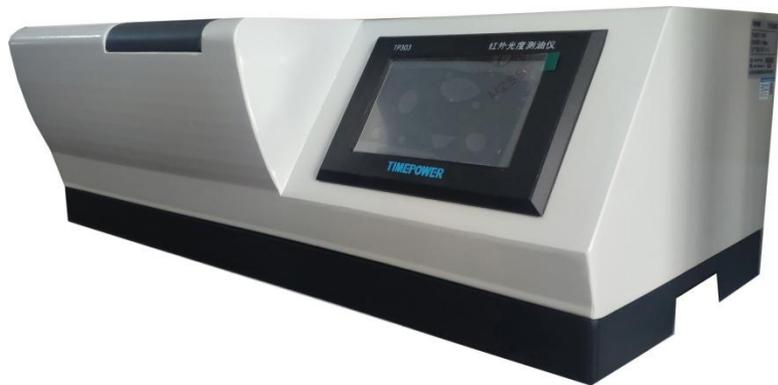


图 1.1.1

1.2 适用标准及适用范围

符合 HJ 637-2018 标准。该仪器主要用于环境监测部门和生产部门

对环境水体和工业废水实施各种油份浓度含量的检测。

主要应用领域如下：

环境监测站、生活污水和工业废水	GB8978-1996 污水综合排放标准
饮食业油烟监测	GB18483-2001 饮食业油烟排放标准
市政排水监测站、污水处理厂	GB18918-2002 城镇污水处理厂污染物排放标准
城镇供水公司、自来水公司	GB3838-2002 地表水环境质量标准
石油石化企业	GB3551-83 石油炼制工业水污染物排放标准
铁路环境监测站	GB5469-85 铁路货车洗刷废水排放标准
火力发电厂环境检测标准	GB8978-1996 污水综合排放标准
冶炼行业废水监测	GB13456-92 钢铁工业水污染物排放标准
海洋渔业水质监测	GB3097 海洋水质标准 GB11607 渔业水质标准
水文环境监测站	GB3838-2002 地表水环境质量标准

二 工作原理

油类物质通常含有的 CH₂, CH₃, CH 键分别在 2930, 2960, 3030 波数处具有一定的吸收, 当某单色光通过被测溶液时, 其光能就会被吸收。光能吸收的强弱与被测溶液的浓度成比例, 符合朗伯比尔定律

$$A = \log(1/T) = \log(I_0/I)$$

式中: T-----透过率

I₀-----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:

$$C = X \times A_{2930} + Y \times A_{2960} + Z \times (A_{3030} - A_{2930} / F)$$

(1)

式中: C-----四氯乙烯中总有含量, mg/L;

A₂₉₃₀, A₂₉₆₀, A₃₀₃₀-----各对应波数下的吸光度;

X, Y, Z-----与各种 C-H 键吸光度相对应的系数;

F-----脂肪烃对芳香烃影响的校正因子。

先测总油含量 C 总，再将萃取液通过硅酸镁吸附，分离除去动植物油类物质，以同样方法测量，得到石油类的浓度 C 石油，则动植物油含量为为：

$$C_{\text{动植物}} = C_{\text{总}} - C_{\text{石油}}$$

2.1 校正系数测量

校正系数计算公式为：

$$F = \frac{A_{2930}(H)}{A_{3030}(H)}$$

(2)

$$C(H) = X \times A_{2930}(H) + Y \times A_{2960}(H)$$

(3)

$$C(I) = X \times A_{2930}(I) + Y \times A_{2960}(I)$$

(4)

由（2）式可得 F 值，由（3）（4）式可得 X, Y 值。

对于苯，则有：

$$C(B) = X \times A_{2930}(B) + Y \times A_{2960}(B) + Z \times (A_{3030}(B) - A_{2930}(B)) / F$$

(5)

由公式 (5)，可得 Z 值。

C(H)-----正十六烷标准溶液的浓度，mg/L

C(I)-----异辛烷标准溶液的浓度，mg/L

C(B)-----苯标准溶液的浓度，mg/L

A2930 (H)，A2960 (H)，A3030 (H)-----正十六烷各波数下的吸光度

A2930 (I)，A2960 (I)，A3030 (I)-----异辛烷各波数下的吸光度

A2930 (B)，A2960 (B)，A3030 (B)-----苯各波数下的吸光度

备注：可用姥鲛烷代替异辛烷，甲苯代替苯，以相同方法测定校正系数

以四氯乙烯溶液配制苯（甲苯），异辛烷（姥鲛烷），正十六烷，浓度分别为 100mg/L，20mg/L，20mg/L，测量吸光度，计算 X，Y，Z，F。

2.2 校正系数检验

使用石油类标准物质溶液，用四氯乙烯为溶剂，配置成浓度为

2mg/L, 5mg/L, 20mg/L, 50mg/L, 100mg/L 的标准溶液, 以四氯乙烯为参比, 测量浓度值, 如果测量值与标准值的误差在 $\pm 10\%$ 以内, 则说明校正系数可用, 否则重新测定校正系数并检验, 直到合格为止。

仪器在出场前已经内置了校正系数, 正常情况下无需在重新做校正系数。当测量标液不在误差范围之内时, 需要重新做校正系数。

三 技术指标

浓度测量范围: 0.2~800mg/L (萃取液)

检出限 3SD: $<0.2\text{mg/L}$ (萃取剂)

水样检出限 3SD: $<0.002\text{mg/L}$ (富集)

准确度误差: 0.2~79.9 mg/L $\pm 2\text{ mg/L}$ (4 或 5cm 石英比色皿)

80~399.9 mg/L $\pm 4\text{ mg/L}$ (1cm 石英比色皿)

400~800 mg/L $\pm 8\text{ mg/L}$ (0.5cm 石英比色皿)

波数扫描范围: $2400\sim 3400\text{cm}^{-1}$

波数准确度: $\pm 1\text{cm}^{-1}$

波数重复性: 1cm^{-1}

基线平直度： $\pm 1\%$ ($3300\sim 2600\text{ cm}^{-1}$)

外型尺寸： $540\times 246\times 160\text{ (mm)}$

净重： 13kg

电源： $220\text{V}\pm 10\text{v}$ ， 50Hz

功率： 40w

四 仪器的安装

4.1 配件检查

开箱后, 请按装箱单核对仪器的型号、规格及配件数量。

4.2 仪器的安装

4.2.1 安装条件

(1) 把仪器放在一个稳定、水平的操作面上, 有条件的实验室可放于通风橱内, 或在仪器上方装一吸油烟机

(2) 无强电磁干扰

(3) 通风良好、无尘, 避免阳光直射, 相对湿度不大于 80%。

(4) 环境温度范围 $5\sim 35^{\circ}\text{C}$, 较理想的温度为 $15\sim 28^{\circ}\text{C}$ 。

(5) 附近应无高频辐射、加热炉、电焊机等电器设备, 以免引起干扰。也不允许与这类设备共用同一电源。

(6) 交流电源要求: $220\text{V}\pm 10\text{V}$, 频率: $50\sim 60\text{Hz}$ 。

4.2.2 安装

- (1) 在室内、外温差较大时，特别是冬季，开箱前应使包装箱在室内放置一昼夜，使箱内外温度平衡。
- (2) 打开包装箱后，按装箱单检查附件是否齐全。
- (3) 将仪器安放平稳。
- (4) 检查电源接地是否良好。
- (5) 取出比色皿，放置在安全位置。
- (6) 若配有打印机时，则将打印机电缆通过仪器后部的打印接口与打印机连接好。
- (7) 若选择配有计算机时，则将通讯电缆通过仪器后面的 RS232 接口与计算机相连接。
- (9) 将电源线插入电源插座上，仪器必须处于良好的接地状态。

五 仪器的操作

5.1 显示说明

接通仪器电源后，打开电源开关，首先出现一个欢迎界面，如下图5.1.1所示：



图 5.1.1

点击“欢迎使用……”，仪器进入预热界面，如图 5.2.2 所示。仪器需要预热 30min 才可稳定工作。



图 5.2.2

点击“SKIP”按钮，仪器进入主界面，如图 5.2.3 所示



图 5.2.3

5.2 按键说明

在图 5.2.3 中，功能触摸键分布在界面。

(1) **水中油测量**：点击“水中油测量”按钮，系统进入红外分光光度法测量水中油界面。在该界面可用红外分光光度法对样品进行定量测量以及四氯乙烯纯度检验。

(2) **餐饮油烟**：点击“餐饮油烟”按钮，系统进入餐饮油烟测量界面。在该界面可进行四氯乙烯纯度检验，对餐饮油烟样品进行定量测量，绘制标准曲线。

(3) **光谱扫描**：点击“光谱扫描”按钮，系统进入光谱扫描界面。在该界面可进行基线扫描以及样品扫描。

(4) **数据查询**：点击“数据查询”按钮，系统进入历史数据查询界面，在该界面可对历史测量数据进行查询，

包括检测时间，吸光度值，溶液浓度，样品浓度等。

(5) **仪器设置**：点击“仪器设置”按钮，系统进入密码界面。输入密码后，系统进入仪器设置界面，在该界面可对设备校正系数等参数进行设置。除非在专业的技术维护人员指导之下，否则不可自行修改仪器设置参数。

(6) **关于仪器**：点击“关于仪器”按钮，系统进入关于仪器界面，在该界面可查看时间，仪器编号，软件版本，设备功能等信息。

5.3 功能菜单及设置

1、水中油测量

(1) 在图5.2.3界面下，点击“水中油测量”进入“水中油测量”界面，如下图6.3.1所示：

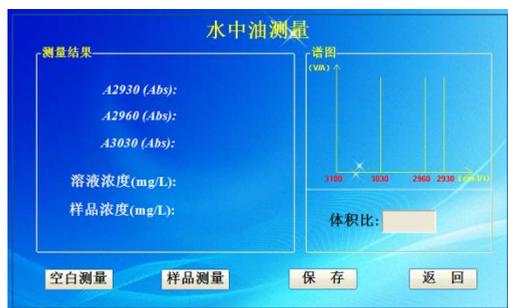


图 5.3.1

左侧为测量结果显示区域，右上方为实时谱图显示区域，右下方为

体积比输入区域，下方为命令按钮。

体积比：单击输入框，弹出输入键盘，输入体积比。

空白测量：取一个干净的石英比色皿，向比色皿中倒入 2/3 体积的四氯乙烯，用擦镜纸擦拭干净后放入比色池中。点击“空白测量”按钮，设备跳转至图 5.3.2 所示界面进行空白测量，下方四个按钮变成灰色，并在右上方谱图显示区域显示实时曲线，横坐标为波数，纵坐标为电压值。测量完成后，仪器自动跳转至图 5.3.1 所示界面。

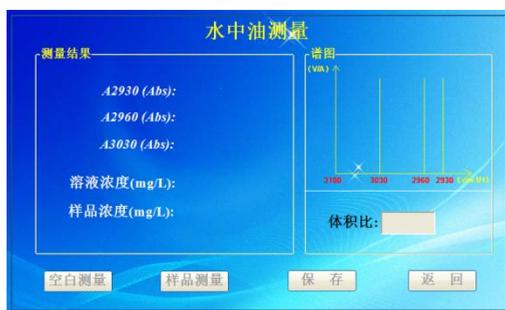


图5.3.2

样品测量：将比色池中的比色皿拿出并倒掉四氯乙烯溶液，倒入少量样品溶液润洗两次，再倒入 2/3 体积的样品溶液擦拭后放入比色池中测量。点击“样品测量”按钮，设备跳转至图 5.3.2 所示界面，右上方谱图显示区

域显示实时谱图，横坐标为波数，纵坐标为吸光度。样品测量完成后，跳转至图 5.3.1 界面显示样品测量结果。

保存：若想对测量结果进行保存，点击“保存”按钮，听见“滴”一声提示音，说明测量结果保存成功，结果可在“数据查询”界面查看。

返回：点击“返回”按钮，即可返回至主界面。

备注：若没有测量空白，直接进行样品测量，仪器会先跳转至图 5.3.2，听见“滴滴滴”三声提示声后跳转至图 5.3.1 界面。

2、光谱扫描

在图 5.2.3 界面下，点击“光谱扫描”进入“光谱扫描”界面，如下图 5.3.3 所示：

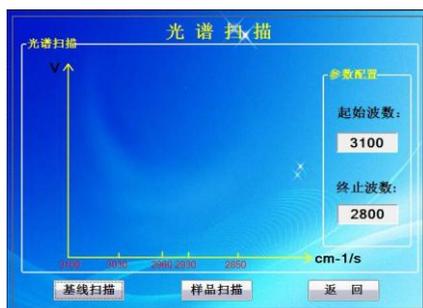


图5.3.3

光谱扫描界面右边为参数配置画面，左边为谱图显示区域，基线扫描即为单点（波数 2930）扫描，目的是检验仪器的稳定性。样品扫描为全谱扫描（起始波数为 3100，终止波数为 2800）。

基线扫描：将需要扫描的样品放入比色池，也可以什么都不放（扫描空气），点击“基线扫描”按钮，系统开始进行基线扫描，下方三个按钮变成灰色，不能动作，如图 5.3.4 所示，扫描结果会在谱图显示区域实时显示，横坐标为时间，纵坐标为电压值。扫描完成后，仪器自动跳转至图 5.3.3 所示界面，下方三个按钮变为黑色。单击不同按钮可重复执行相应动作。基线扫描结果正常情况下应为一比较平直的基线，若波动比较大或有其他现象，用户应与生产厂商取得联系。



图 5.3.4

样品扫描：将需要扫描的样品放入比色池，点击“样品扫描”按钮，系统开始进行样品扫描，下方三个按钮变成灰色，不能动作，如图 5.3.4 所示，扫描结果会在谱图显示区域实时显示，横坐标为波数，纵坐标为电压值。

扫描完成后，仪器自动跳转至图 5.3.3 所示界面，下方三个按钮变为黑色。单击不同按钮可重复执行相应动作。

返回：点击“返回”按钮，即可返回至主界面。

注：在扫描的过程中，弹出以下界面，如图 5.3.5，图 5.3.6 所示，点击“返回”按钮，重新扫描。



图5.3.5



图 5.3.6

3、餐饮油烟

在图 5.2.3 界面下，点击“餐饮油烟”进入“餐饮油烟”界面，如下图 5.3.7 所示：

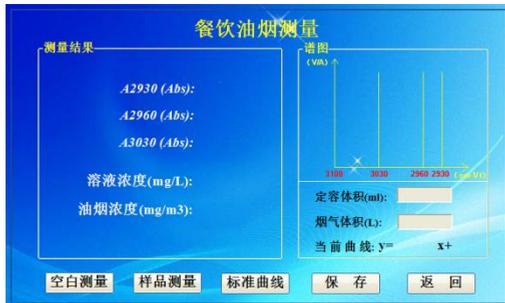


图 5.3.7

参数输入：

(1) 输入定容体积：单击定容体积输入框，输入定容体积；

(2) 输入烟气采集体积：单击烟气体积输入框，输入样品采集体积。

(3) 当前曲线显示可通过仪器设置界面进行手动输入，也可通过绘制标准曲线自动生成。

空白测量：取一个干净的石英比色皿，向比色皿中倒入2/3体积的四氯乙烯，用擦镜纸擦拭干净后放入比色池中。点击“空白测量”按钮，设备跳转至图 5.3.8 所示界面进行空白测量，下方四个按钮变成灰色，并在右上方谱图显示区域显示实时曲线，横坐标为波数，纵坐标为电压值。测量完成后，仪器自动跳转至图 5.3.7 所示界面。

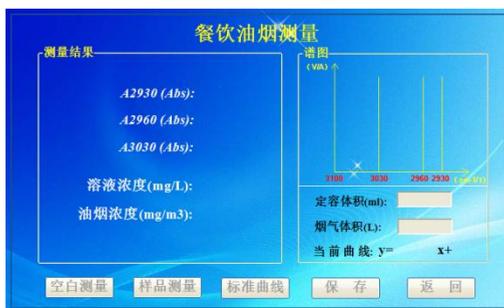


图 5.3.8

样品测量：将比色池中的比色皿拿出并倒掉四氯乙烯溶

液，倒入少量样品溶液润洗两次，再倒入 2/3 体积的样品溶液擦拭后放入比色池中测量。点击“样品测量”按钮，设备跳转至图 5.3.8 所示界面，右上方谱图显示区域显示实时谱图，横坐标为波数，纵坐标为吸光度。样品测量完成后，跳转至图 5.3.7 界面显示样品测量结果。

保存：若想对测量结果进行保存，点击“保存”按钮，听见“滴”一声提示音，说明测量结果保存成功，结果可在“历史数据查询”界面查看。

返回：点击“返回”按钮，即可返回至主界面。

备注：若没有测量空白，直接进行样品测量，仪器会先跳转至图 5.3.8，听见“滴滴滴”三声提示声后跳转至图 5.3.7 界面。

标准曲线绘制：单击“标准曲线”按钮，进入标准曲线绘制界面，如图 5.3.9 所示。左侧为标准曲线显示区域，右侧为标准溶液浓度的显示区域，下方为命令按钮。



图 5. 3. 9

- **键入标液浓度：**单击标准溶液浓度键入框，输入标准溶液浓度，依次为浓度 1，浓度 2，浓度 3，浓度 4，浓度 5，浓度 6。
- **测量空白：**取一个干净的石英比色皿，向比色皿中倒入 2/3 体积的四氯乙烯，用擦镜纸擦拭干净后放入比色池中。点击“空白测量”按钮，设备跳转至图 5. 3. 8 所示界面，并在右上方谱图显示区域显示实时曲线，横坐标为波数，纵坐标为电压值，空白测量完成后，设备又跳转至图 5. 3. 9 界面。
- **测量标液浓度：**将比色池中的比色皿拿出并倒掉四氯乙烯溶液，倒入少量浓度 1 标准溶液润洗两

次，再倒入 2/3 体积的浓度 1 标准溶液擦拭后放入比色池中测量。点击“下一点”按钮，设备跳转至图 5.3.8 所示界面，右上方谱图显示区域显示实时谱图，横坐标为波数，纵坐标为吸光度。样品测量完成后，跳转至图 5.3.9 界面并在浓度 1 测量值显示框显示测量结果。重复这一步骤直至 6 个标准溶液全部测量完成。

- **计算线性关系并显示：**标准溶液测量完成后，系统会自动计算线性关系以及绘制标准曲线并在标准曲线显示区域显示。
- **保存：**单击“保存”按钮，会听到“嘀”的一声提示音，线性关系保存成功，可在图 5.3.8 餐饮油烟测量界面以及仪器设置界面保存。

若对当前线性关系不满意，需要重新绘制标准曲线，重复“标准曲线”绘制步骤即可。标准曲线绘制完成后，单击“返回”按钮，系统跳转至图 5.3.8 餐饮油烟测量界面。

5、数据查询

在图 5.2.3 界面下，点击“数据查询”进入“数据查询”界面，如下图 5.3.10 所示：



序号	检测时间	检测项目	浓度	A2930 (Abs)	A2960(Abs)	A3030(Abs)

图 5.3.10

该界面可对历史检测数据进行查询，分别有检测时间，检测项目，浓度，吸光度 A2930 (Abs)，A2960 (Abs)，A3030 (Abs)。检测项目由 1, 3 表示，1 代表红外分光光度法，3 代表餐饮油烟。

点击“上页”，“下页”按钮，可翻页查询，到达数据尾部时会听见“滴滴滴”三声提示音。

返回：点击“返回”按钮，即可返回至主界面。

6、仪器设置

在图 5.2.3 界面下，点击“仪器设置”进入图 5.3.11 所

示界面。输入授权密码，进入图5.3.12所示界面。



图5.3.11



图5.3.12

仪器设置： K_x , K_y , K_z , K_f 为校正系数输入框，仪器出厂前，已设置好。若测量标液时，误差超过 10%，则需要重新做校正系数，直至校正系数检验合格为止。 PZ , F_x , DT 为仪器机械参数，不能修改，否则，由此引发的仪器不能正常使用由用户自行负责。 K_2 , B_2 为餐饮油烟标准曲线系数， K_2 为斜率， B_2 为截距。 K_1 , B_1 为预留参数。

返回：点击“返回”按钮，即可返回至主界面。

7、关于仪器

在图5.2.3界面下，点击“关于仪器”进入图5.3.13所示界面。



图5.3.13

仪器信息：可对仪器名称，型号，出厂编号，软件版本，是否支持打印，远程传输，是否连接计算机等功能进行查看。

时间显示更改：左下方白色方框为时间显示框，单击此处可对仪器时间进行修改。

返回：点击“返回”按钮，即可返回至主界面。

六 样品测试

6.1 四氯乙烯纯度检验

每次测量样品前，请先进行四氯乙烯纯度检验。

取一个 4cm 的干燥石英比色皿放入比色池中，点击“空白测量”按钮，仪器跳转至图 5.3.2 所示界面进行空白测量，下方四个按钮变成灰色，并在右上方谱图显示区域显示实时曲线，横坐标为波数，纵坐标为电压值。测量完成后，仪器自动跳转至图 5.3.1 所示界面。

向比色皿中到入 2/3 体积的四氯乙烯待测溶液，放入样品池中，注意比色皿的方向要与空白测量保持一致。单击“样品测量”按钮，仪器跳转至图 5.3.2 所示界面。右上方谱图显示区域显示实时谱图，横坐标为波数，纵坐标为吸光度。检测完成后，仪器自动跳转至图 4 所示界面。查看 A2930，A2960，A3030 处的吸光度是否分别小于 0.34，0.07，0.00。四氯乙烯纯度检验合格后，方可进行样品萃取，否则需要更换试剂后再检测，直到合格为止。

6.2 水中油测量

1、标准溶液配置

按照测量需要，取不同体积的红外测油仪用标准物质，用四氯乙烯定容，配置成不同浓度的标准油样。步骤如下：

(1) 取用1000mg/L的红外测油仪用标准物质的计算公式如下：

$$C_{\text{标}} \times V_{\text{mL}} = C_{\text{校}} \times V_{\text{水}} \dots \dots \dots \text{公}$$

式1

式中：

$C_{\text{标}}$ ——红外测油仪用标准物质的浓度

(1000mg/L)；

V_{mL} ——所要取红外测油仪用标准物质的体积；

$C_{\text{校}}$ ——所要配制标准溶液的浓度；

$V_{\text{水}}$ ——所取四氯乙烯的体积；

制备方法如下：

以制备浓度为10mg/L的标准溶液100mL为例说明如下：

注：由以上公式1可知，配制10mg/L的标准溶液100mL

需取 1000mg/L 的红外测油仪用标准物质 1mL。

<1>先向容积为 100mL 的容量瓶中注入少许四氯乙烯润洗 2-3 次，然后再向容量瓶中注入少许四氯乙烯，用移液管取 1000mg/L 的红外测油仪用标准物质 1mL 加入容量瓶四氯乙烯中，摇匀后用四氯乙烯稀释至 100mL。

2、样品制备

根据“水质 石油类和动植物油类的测定红外分光光度法 HJ637-2018”中规定制备样品。步骤如下

(1) 样品采集

1) 参照 HJ/T91 的相关规定用采样瓶采集约 500ml 水样后，加入盐酸溶液酸化至 $\text{pH} \leq 2$ 。

2) 样品的保存。如样品不能在 24h 内测定，应在 $0^{\circ}\text{C} \sim 4^{\circ}\text{C}$ 冷藏保存，3 天内测定。

(2) 油类试样制备

1) 将样品转移至 1000 ml 或 500mL，量取 50ml 的四氯乙烯洗涤样品瓶后，全部转移至分液漏斗中，充分振荡 2min，静置分层。

2) 用镊子取玻璃棉置于玻璃漏斗，取适量无水硫酸钠铺于上面。

3) 打开分液漏斗旋塞，将下层有机相萃取液通过装有无水硫酸钠的玻璃漏斗放至 50ml 比色管中，用适量四氯乙烯润洗玻璃漏斗，润

洗液合并至萃取液中,用四氯乙烯定容至刻度。

注:<1>用自动萃取替代手动萃取:可用硅酸铝过滤棉替代玻璃棉,硅酸铝过滤棉使用前应置于马弗内 550℃下加热 4 小时,冷却后使用。

<2>无水硫酸钠(Na_2SO_4):置于马弗炉内 550℃下加热 4 小时,稍冷后装入磨口玻璃瓶中,置于干燥器内贮存。

(3) 石油类试样制备

1) 根据上述步骤“2”取 25 ml 萃取液,倒入装有 5g 硅酸镁的 50 ml 三角瓶,置于水平振荡器上,连续振荡 20min,静置。

2) 将玻璃棉置于玻璃漏斗中,萃取液倒入玻璃漏斗过滤至 25ml 比色管,用于测定石油类。

注:可参考 HJ 637-2018 标准。

(4) 空白试样制备

1) 用实验用水加入盐酸溶液酸化至 $\text{pH} \leq 2$,按照上述“油类试样制备”的步骤进行空白试样的制备。

3、标准溶液或样品测试

(1) 打开仪器,预热 30min,进入到“分光光度法测量界面”,输入体积比。然后进行四氯乙烯纯度检验,取一个干燥的 4cm 石英比色皿放入样品池中,单击“空白测量”,空白测量结束后,向比色皿中倒入 2/3 体积的待测四氯乙烯溶液,单击“样品测量”按钮,开

始进行四氯乙烯纯度检验,右上方谱图显示区域会有实时谱图显示,横坐标为波数,纵坐标为吸光度。测量结束后,查看 A2930, A2960, A3030 处的吸光度是否分别小于 0.34, 0.07, 0.00。检验合格后,方可进行样品测量。

(2) 点击“空白测量”,空白测量完成后,倒掉四氯乙烯空白试剂,用待测标准溶液或样品润洗比色皿两次,到入 2/3 体积的样品溶液,放入比色池中,点击“样品测量”,这样即完成了一个样品的测量。若想对测量结果进行保存,点击“保存”按钮,保存后的数据可在“数据查询”界面查看。

七 注意事项

- 1、仪器应预热 30min 后再进行测量。
- 2、每次进行样品萃取前,先检测四氯乙烯纯度,合格后再进行样品萃取。
- 3、同一批次的样品使用的四氯乙烯应来自同一瓶试剂。若检测样品量比较大时,应计算好四氯乙烯用量混合后再使用。
- 4、非测量时溶液不得在比色皿中长时间存放。
- 5、萃取剂四氯乙烯应为光谱纯以上试剂。
- 6、试验过程中产生的废液应存放于密闭容器中,妥善处理。

7、光学器件应避免人手触摸，尽量避免灰尘玷污。

附录一

低浓度样品测量的注意事项

低浓度样品的测量是一项精细的工作，只有作好测量的各个环节，才能保证测量结果的精确、可靠。

- ①测试中所用萃取瓶、容量瓶、量筒、烧杯、石英比色皿等玻璃器皿必须清洁，必要时可用洗液进行清洗。
- ②测试所用的试剂、如四氯乙烯 (CCl_4)、氯化钠 (NaCl)、无水硫酸钠 (Na_2SO_4)、硅酸镁等应按国家标准规定的方法进行处理。
- ③建议在使用无水硫酸钠 (Na_2SO_4) 和硅酸镁前，用满足标准要求的四氯乙烯 (CCl_4) 进行冲洗，然后再用。
- ④萃取液 CCl_4 一定要满足国标规定的要求，吸光度应不超过 0.03。即透过率不小于 94%。
- ⑤空白测量用的四氯乙烯应通过蒸馏水萃取而得。
- ⑥ 仔细测量空白值，空白值测得好，可减小系统误差，建议按以下方法操作。

- a. 仪器予热不少于 30 分钟。
- b. 比色皿的放置直接影响浓度，因此一定要注意比色皿的方向和测量空白时保持一致，并使其紧靠显示屏一侧，并静止 1 分钟左右，再进行测量。低浓度样品应进行三次以上的测量，取其平均值。

附录二

样品的萃取（供参考）

1、对于溶剂的选择

依据 GB/T 16488-1996《水质 石油类和动植物油油的测定、红外光度法》标准的规定，样品萃取时，采用分析纯四氯乙烯为萃取溶剂并且在 $3300\sim 2600\text{cm}^{-1}$ 之间对溶剂进行扫描，A2930, A2960, A3030 处的吸光度是否分别小于 0.34, 0.07, 0.00，当前国内厂家生产的分析纯四氯乙烯多数达不到这个要求，建议使用科密欧的色谱纯四氯乙烯。对于四氯乙烯中的极性物质对测试的干扰可以扣出，可是在测量实际水样时，在萃取过程中除了四氯乙烯对水样中的油份进行萃取外，水样对四氯乙烯中的极性物质也能进行反萃取，如果水样中再含有其它杂质，更加强了反萃取作用，当样品含油浓度低时如江河水、海水在萃取过程中，由于四氯乙烯含极性物质较多，水

相反萃取出的极性物质有可能大于四氯乙烯相所萃取样品的油份含量时，测试结果就显示出负浓度值。所以在测试低浓度样品时，四氯乙烯纯度必须达到国家标准提出的要求。对于达不到要求的四氯乙烯必须提纯。蒸馏方法对环境有污染，对人毒害大，是人们不希望使用的方法，而吸附方法简单，基本上排除了对环境的污染和操作者的毒害。所以目前国外商品化处理四氯乙烯装置几乎都是采用吸附方法。

2、样品的萃取

在萃取前应清洗萃取器皿，萃取瓶旋塞上不允许涂有凡士林油，而要用四氯乙烯加以湿润旋紧。

实际测定油分时，于试样水里滴加盐酸，调节 $\text{PH} \leq 2$ ，然后倒入萃取瓶中，加少量氯化钠作为盐析剂，然后加入一定体积四氯乙烯进行萃取，约 2~3 分钟即可达到萃取平衡，分层后再静置 15 分钟左右，测定四氯乙烯中的油分。

在萃取样品时，根据萃取效率计算公式可知，溶剂已定，加大溶剂在水样中的体积比，能够提高萃取效率。溶剂总量不变，多次萃取比一次萃取的效率高得多。

3. 萃取分层

①机械萃取时间约为 2~3 分钟，二相分层后不要认为萃取已完成。应再放置 15 分钟，再打开旋塞，放出下部四氯乙烯溶液，当液层的分界线正好流到下部旋塞处，立即拧住旋塞以防水相流下。

② a. 当萃取液中混有悬浮物或污垢时，不可用滤纸进行过滤，滤纸会附着油份，浓度就要改变，当浓度低时，可采用下述操作方法：由于四氯乙烯比重大，轻的悬浮物质存于水相中，可取下部四氯乙烯液测定。

b. 存于四氯乙烯相中的重质灰尘等物质可静置一定时间使之沉淀，此时可取上部溶液进行测定。

c. 如浮游物质混进四氯乙烯里不能加以分离时，可用离心机采取四氯乙烯分层，再用 5000RPM 进行 5 分钟分离。然后再移入萃取瓶中进行提取。

③当萃取分层时，出现气泡或二相间的乳浊液时，通常由于在萃取过程中振荡剧烈，一相在另一相高度分散，形成乳化现象，这样可增加静止分层时间，即可消除（如无明显好转，可静止一夜）。若仍无效可采用分离机分离，或用石英玻璃纤维及玻璃纤维纸过滤。

④在萃取过程中，产生某些难溶的物质，既难溶于有机物又难溶于水相，致使两相界面上析出沉淀，产生乳浊液，这时调节水样的酸

度对消除乳化现象也有一定作用，适当加大萃取液体积也能收到一定效果。

⑤消除乳化的另一种方法是，把乳浊液连同萃取液一起放至一合适容器中，加适量无水 Na_2SO_4 即可消除乳化现象，定量结果要求高时，可用四氯乙烯定容。

附录三

影响测量的物质

除石油类和动植物油在波长 $3.3\sim 3.5\mu\text{m}$ ($3030\sim 2860\text{cm}^{-1}$) 有吸收外，脂肪酸及一部分有机溶剂及其碳氢化合物的衍生物，也在该波长处有强烈的吸收。醇类、醛、酮、醚等物质在红外也有吸收，当阳离子型与阴离子型的界面活性剂同时存在时，或与非离子型活性剂同时存在时，就会在四氯乙烯提取的油分上加算起来，给出过高的测定值，使测试结果受到干扰，在样品测试过程中应引起注意。

这里列出一些物质，在红外波段也有不同程度的吸收，在测定油分时应引起注意，以防干扰测试结果。

脂肪酸：油酸、硬脂酸、亚油酸、棕榈酸

醇：甲醇、乙醇、异丙醇、N-丙醇、正丁醇、三甲基醇

醛：甲醛、乙醛

酮：丙酮、丁酮

醚：乙醚、石油醚、醋酸乙醚

其他：四氢呋喃、二恶烷、环己酮、二甲亚砷、二氯化乙烯、聚苯乙烯、枯烯、O-甲烯、P-甲烯、M-甲烯、间二甲苯、甲苯

附录四

分析必备的试剂、材料

- 1、4cm 或者 5cm 带盖石英比色皿。
- 2、四氯乙烯 (CCl_4)：在 $2600\sim 3300\text{cm}^{-1}$ 之间扫描，其吸光度不应超过 0.03 (1cm 石英比色皿、空气池做参比)。
- 3、硅酸镁：60 目~100 目。取硅酸镁于瓷蒸发皿中，置高温炉内 550°C 下加热 4 小时，在炉内冷至 200°C 后，移入干燥器皿中冷至室温，于磨口玻璃瓶内保存。使用时称取适量的干燥硅酸镁于磨口玻璃瓶中，根据干燥硅酸镁的重量，按 6% (m/m) 的比例加适量的蒸馏水，密塞并充分振荡数分钟，放置约 12 小时后使用。
- 4、吸附柱：内径 10mm，长约 200mm 的玻璃层析柱，用于石油类与

动植物油的分离。

作法：在出口处填塞少量用萃取溶剂浸泡并晾干后的玻璃棉，将已处理好的硅酸镁缓缓到入玻璃层析柱中，边倒边轻轻敲打，填充高度为 80mm。

5、无水硫酸钠 (Na_2SO_4) 在高温炉内 550°C 下加热 4 小时，冷却后装入磨口玻璃瓶中，干燥器内保存。

6、氯化钠 (NaCl)

7、盐酸： ρ (HCL) = 1.19g/mL , 优级纯

9、氢氧化钠 (NaOH) 溶液： 50g/L

10、硫酸铝 ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$) 溶液： 130g/L

14、四氯乙烯萃取装置用萃取瓶和分液漏斗活塞上不得使用油性润滑剂。

15、容量瓶 50ml、100ml 和 1000ml

16、玻璃砂芯漏斗：G-1 型 40ml

17、采样瓶：玻璃瓶

附录五

玻璃器皿的洗涤

玻璃器皿的清洁与否直接影响实验结果的准确性，因此必须十分重视玻璃器皿的清洗工作。

实验室中常用肥皂、洗涤剂、洗衣粉、去污粉、洗液和有机溶剂等清洗形状简单，能用刷子直接清洗的玻璃器皿，如烧杯、试剂瓶、锥形瓶等。洗液主要用于清洗不易或不应直接刷洗的玻璃器皿及用刷子刷不掉的污垢，利用洗液与污垢起化学反应，氧化破坏有机物而除去污垢。

（1）常规洗涤

萃取瓶、试剂瓶、锥形瓶、烧杯等采用常规洗涤，首先用自来水冲洗两次，然后用毛刷蘸取肥皂液（洗涤剂或去污粉）仔细刷洗内外表面，尤其应注意容器的磨砂部分，用水冲刷洗至看不出有肥皂液时，用自来水冲洗 3~5 次，再用蒸馏水充分冲洗 3 次。洗净的清洁玻璃器皿壁上应能被水均匀润湿（不挂水珠）。玻璃器皿经蒸馏水冲净后残留的水分用指示剂检查为中性。

洗涤中应按少量多次的原则用水冲洗，每一次充分振荡后倾倒干净。凡能用刷子刷洗的玻璃器皿，都应尽量用刷子蘸取肥皂液洗刷。

上述器皿的清洁与否，直接影响样品的前处理与最终的检测结果，因此，它的清洗工作是至关重要的。

（2）特殊清洁要求

石英比色皿、容量瓶（或比色管）是用来做样品的器皿，它的清洁与否，直接影响测定结果，对低浓度样品的测定尤为重要。被污染了的石英比色皿、容量瓶等需用有机溶剂洗涤（萃取剂四氯乙烯）。必要时可用重铬酸钾洗液洗涤，浸洗时间为1~2分钟，不易过久，以防损坏石英比色皿。浸洗后先用水冲净，再用蒸馏水洗净晾干，不宜在较高温度的烘箱中烘干。应急使用时，可先用滤纸吸除大部分水分，然后用电吹风（手持比色皿）吹干即可使用。参比池也应做同样的处理。对洗涤的比色皿进行透光度检查，读数应该相等。

（3）玻璃器皿洗净的标准

①洗涤时观察：洗后的玻璃器皿内壁上附着的水不是个别水珠，而是一层极薄的水膜。

②干燥后观察：对照光亮处观看玻璃器皿，非常透明，内壁上不出现大片发白或白点，也无微小污点和粉末。

（4）配制重铬酸钾洗液

重铬酸钾洗液是强酸性氧化剂洗液，是由重铬酸钾与浓硫酸配

制而成的。其配法是：将 20g 重铬酸钾（工业纯）置于 40ml 水中加热溶解，冷却后缓慢加入 360ml 工业浓硫酸（注意不能将重铬酸钾洗液加入浓硫酸中）边加边用玻璃棒搅拌。因为二者混合时放出大量热故硫酸不要加得太快，注意因防止过热而飞溅。配好冷却后装入有盖的玻璃器皿中备用。

新配制的洗液呈暗红色，氧化能力很强，使用过后应随时盖紧瓶塞，以免洗液吸收空气中的水分而降低洗涤能力。