

# FHZDZHS0028 海水 油类的测定 环己烷萃取荧光分光光度法

## F-HZ-DZ-HS-0028

### 海水—油类的测定—环己烷萃取荧光分光光度法

#### 1 范围

本方法适用于大洋、近海、河口等水体中油类的测定。

本方法不适用于 pH 以下的环境操作。检出限：6.5 μg/L。

#### 2 原理

水样中油类的芳烃组分，经环己烷萃取后，在激发波长 310nm 的紫外光照射下，其 365nm 发射波长的相对荧光强度，与可萃取油类组分含量成正比。

#### 3 试剂

除非另有说明，本法中所用试剂为分析纯，所用水为蒸馏水或等效纯水。

##### 3.1 活性炭：市售层析用活性炭，60 目。

处理方法：先用 2mol/L 盐酸浸泡 2h，依次用自来水、去离子水或蒸馏水冲洗至中性。倾出水分后，再用 2mol/L 氢氧化钠溶液浸泡 2h，同上述步骤依次冲洗，直至中性为止，于 100 ℃ 烘干。

活化：将烘干的活性炭，转至瓷坩埚中，盖好盖子，于 500 ℃ 高温炉内活化 2h。

装柱：将玻璃层析柱清洗干净后，自然干燥。于柱头先装少许玻璃毛或脱脂棉，待用。

##### 3.2 环己烷：市售环己烷 (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>)，经层析柱脱芳后方可使用。

脱芳处理方法：将上述处理过的活性炭，先用环己烷充分浸泡（排除活性炭的空气），边搅拌边倒入玻璃层析柱中，避免出现气泡。将待脱芳的环己烷倾入柱中，初始流出的环己烷质量较差，注意荧光强度待达到要求时，再以每分钟 60~100 滴的流速，收集于清洁容器中。

判断环己烷的质量要求：经过脱芳处理的环己烷，按仪器条件测定，荧光强度与最大的瑞利散射峰强度比，不大于百分之二。

##### 3.3 盐酸，1+1：取盐酸（1.19g/mL，优级纯）一定体积与等体积水混合。

#### 3.4 油标准溶液

3.4.1 准确称取 0.1000g 统一提供指定油品于称量瓶中，加环己烷溶解后，移入 100mL 容量瓶中，并用环己烷稀释至刻度，摇匀。此溶液 1.00mL 含 1.00mg 油。

3.4.2 移取 5.00mL 油标准溶液 (1.00mg/mL) 于 50mL 容量瓶中，用环己烷稀释至刻度，摇匀。此溶液 1.00mL 含 0.100mg 油。

#### 4 仪器设备

##### 4.1 荧光分光光度计，双光束或单光束型号不限。

##### 4.2 玻璃层析柱：直径约为 25mm，长度 900mm。

注：玻璃器皿应及时用硝酸 (1+1) 浸泡，洗净，烘干。

#### 5 试样制备

5.1 海水样品用玻璃或金属采样器采集，采集后要在现场 4h 内萃取，用硬质玻璃瓶贮存，保

存于冰箱中，保存温度 4<sup>o</sup>C。保存时间 20 天，详见 GB17378.3。

## 5.2 试样量

测定水样用量 500mL。

## 6 操作步骤

## 6.1 工作曲线的绘制

6.1.1 分别取 0、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00mL 油标准溶液 (0.10mg/mL) 于 6 个 20mL 具塞比色管中, 加环己烷并稀释至刻度, 摆匀。此标准系列含油类浓度分别为 0、0.50、1.50、2.50、3.50、5.00mg/L。

6.1.2 调节仪器至最佳工作条件：激发波长 310nm，发射波长 360nm，激发和发射狭缝 10nm  $\pm 1\text{nm}$ ，仪器的负高压及仪器增益适度即可。

6.1.3 系列各点从低浓度向高浓度依次移入 1cm 石英吸收皿中，按仪器工作条件，以溶剂作参比测定 360nm 处的相对荧光强度  $I_0$  和  $I_i$ 。

6.1.4 以  $I_i - I_o$  为纵坐标, 相应的油类浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

## 6.2 水样测定

6.2.1 将约 500mL 水样置于 800mL 分液漏斗中，加入盐酸 (1+1) (通常为 5mL) 调至 pH4 以下。

6.2.2 准确加入 10.0mL 环己烷, 强烈振荡 2min (注意放气), 静置分层。

6.2.3 仔细地将下层水样放入原水样瓶中，将环己烷放入比色管中，同法再萃取一次，合并两次萃取液，充分振荡，混匀。

测量水样体积,减去盐酸(1+1)用量得水样实际体积 $V_2$ 。

如果不能进入下一步骤作，则将环己烷萃取液封严避光贮存于5±2℃冰箱中，有效期20天。

注：现场取样及实验室处理，应仔细，严防沾污。

6.2.4 将环己烷萃取液移入 1cm 石英吸收皿中。按第 6.1.2 条仪器工作条件测定 360nm 处的荧光强度  $I_w$ 。

同时取 500mL 脱油水代替海水样进行试样空白分析，测定试样空白荧光强度  $I_b$ 。

由  $I_w - I_b$  查标准曲线, 或用线性回归计算得油类浓度  $Q$ 。

## 7 结果计算

按公式(1)计算油类含量：

式(1)中：

oil——水样中油类浓度, mg/L;

$Q$ —由标准曲线查得环己烷萃取液的油类浓度, mg/L;

$V_1$ ——萃取剂环己烷的体积, mL;

$V_2$ ——实取水样体积，mL。

## 8 精密度

测定添加大庆原油浓度 0.21mg/L , 重复性相对标准偏差 1.2%。

## 9 参考文献

- [1] GB17378.4—1998 中华人民共和国国家标准 海洋监测规范 第4部分 海水分析[S]. 北京 : 中国标准出版社. 1999 , 65—66.