

F-HZ-HJ-SZ-ISO-008

水质—烃油指数的测定—溶剂萃取气相色谱法

1 适用范围

本方法适用于地表水、废水和污水处理厂的水中浓度大于 0.1mg/L 的烃油指数的测定。

2 原理概要

水样用萃取剂萃取。极性物质经佛罗里土的吸附被除去，纯化的部分用配有非极性柱和火焰离子化检测器的毛细管气相色谱分析。测量正癸烷和正四十烷之间的总峰面积。矿物油的浓度通过包含两种特定矿物油的外标法定量，烃油指数(hydrocarbon oil index)即可计算。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

常规实验室玻璃仪器。气相色谱装置，气相色谱柱（可用的固定相包括：非极性的固定化了的 100%的二甲基聚硅氧烷或 95%二甲基聚硅氧烷/5%二苯基聚硅氧烷或改良的硅氧烷聚合物），色谱数据处理系统，采样瓶，离心机，离心管，微分离器，吸收柱，Kuderna Danish 仪器，带棒的磁力搅拌器。

3.2 主要试剂

所有试剂为试剂纯。水是蒸馏过的水或用纯化水发生器的水，这种发生器能除去痕量的有机物。萃取剂，无水硫酸钠，七水硫酸镁，无机酸（如 12mol/L 盐酸），丙酮，佛罗里土，矿物油混合物，直链烷烃标准混合物，参比物质（正癸烷，正四十烷，正十二烯），含参比物质的萃取剂，硬脂酸盐。

4 过程简述

4.1 采样

样品的采集和保存参考 ISO 5667-3。

4.2 样品制备

将样品充入采样瓶的 90% 体积，密封，称重，使试样在 4℃ 下保存，尽快萃取。

4.3 测试

4.3.1 空白实验

4.3.2 测定回收率

4.3.3 萃取

将样品冷却到 10℃，加入无机酸酸化样品至 pH 值为 2，在每 900mL 样品中加入 80g 硫酸镁以防止乳化。加入 50mL 萃取剂标准溶液和一个磁力搅拌棒，盖好瓶子，在磁力搅拌器中剧烈搅拌 30min。拿掉塞子换上微分离器，加入足量的水以取出微分离器中的萃取剂层，把它转移到吸收柱中。

4.3.4 萃取

把萃取剂层转移到一个小柱子里，（柱子装填了 2g 佛罗里土，涂抹了一层 2g 的硫酸钠），经过柱子到一个浓缩装置中，用 10mL 萃取剂洗柱子。

4.3.5 浓缩

用浓缩装置将萃取物浓缩至 6mL，进一步浓缩至稍小于 1mL，用萃取剂补至体积为 1mL 或通过称重计算浓缩后的萃取物的确切体积。把最后的萃取物转移到一个隔膜上待气相色谱分析。

4.3.6 佛罗里土适用性的测试

4.3.7 气相色谱测定

气相色谱条件：

程序升温汽化进样，进样温度 50℃ ~ 300℃；进样体积 1μL；柱长 30m，柱内径 0.25μm；

液相 DB5MS；膜厚 0.25 μ m；前置柱：失活的熔化的二氧化硅毛细管柱；载气：氢气；载气压力：0.8bar；炉温：40 保持 5min，升到 300 每分钟 10 ，300 保持 20min；检测器：火焰离子化检测器；检测器温度：300 ；补充气体：氮气。

5 准确度及精密度

多个实验室的数据验证，回收率为 71.1% ~ 101.6%，重现性标准偏差 0.192 ~ 0.763mg/L，重现性变异系数 9.6% ~ 40.5%，重复性标准偏差 0.037 ~ 0.210mg/L，重复性变异系数 3.0% ~ 14.1%。

6 来源

国际标准化组织，ISO 9377-2：2000（E）