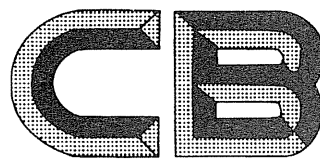


ICS 47.020
U 04
备案号: 45042-2014



中华人民共和国船舶行业标准

CB/T 3328.5—2013
代替 CB* 3328.5—1988

船舶污水处理排放水水质检验方法 第5部分：水中油含量检验法

Test method for waste water quality of ship sewage treatment
——Part5: Oil content in water

2013 - 12 - 31 发布

2014 - 07 - 01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

船舶污水处理排放水水质检验方法

第5部分：水中油含量检验法

1 范围

本部分规定了船舶污水处理排放水水中油含量检验方法的原理、采样和存储、试剂、仪器、操作步骤、计算和干扰。

本部分适用于船舶污水排放水水质中油含量的测定，最小检测浓度为0.1 mg/l。其他废水排放水中油含量检验亦可参考使用。

2 原理

水样用萃取剂萃取，极性物质经硅酸镁担体的吸收被除去，净化的部分用配有非极性管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，烃油指数即可通过公式（1）计算得出。

3 采样和存储

3.1 将水样注入样品瓶[表 2. 序号 6]，至样品瓶容量的约 90 %后加盖瓶塞并称重 (ml)。采集水样后应在 24 h 内进行分析。

3.2 若不能在 24 h 内分析，可使用盐酸[表 1. 序号 5]将水样酸化至 PH 值为 2 后，在 2℃~6℃下保存，且保存期限不超过 4 d。

4 试剂

检验所需试剂应符合表1的要求。

表1 检验所需试剂

序号	试剂名称	方法
1	蒸馏水	—
2	萃取剂	含一种烃类物质的烃类溶剂，或烃类工业混合剂，沸程为 36℃~69℃。
3	无水硫酸钠(Na ₂ SO ₄)	分析纯，使用前 300℃烘 4 h 备用。
4	七水硫酸镁(MgSO ₄ ·7H ₂ O)	分析纯。
5	盐酸溶液	浓度 12 mol/L，密度 1.19 g/mol。
6	丙酮(C ₃ H ₆ O)	分析纯。
7	硅酸镁担体	粒径 150 μm~250 μm(60目~100目)，140℃下加热 16 h 后置于干燥器内保存。
8	矿物油标准混合液	准确称取两份等量、不同类型(A类 ^a 和B类 ^b)的矿物油溶液，加入足量的萃取剂标准溶液[表 1. 序号 14]使烃类物质的总浓度达 10 mg/ml 左右。

表 1 (续)

序号	试剂名称	方法
9	矿物油校准混合液	将等量的矿物标准混合液[表 1. 序号 8]用萃取剂标准溶液[表 1. 序号 14]稀释, 配制 5 种以上不同浓度的校准溶液, 溶液可为: 0 (空白), 0.2 mg/ml, 0.4 mg/ml, 0.6 mg/ml, 0.8 mg/ml, 1.0 mg/ml。
10	矿物油质量控制标准溶液	按照序号 8 的步骤, 制备某一浓度(如: 1 mg/ml)的丙酮[表 1. 序号 6]标准溶液, 实际浓度约为预期应用范围的 1000 倍。
11	烷烃标准混合溶液	将碳原子数呈整数倍 (C_{20} , C_{40} 以及至少三倍烷基以上) 的直链烷烃物质溶于萃取剂[表 1. 序号 2], 使各组分的浓度均达 $50 \mu\text{g/ml}$ 左右。必要时可使用不同溶剂(如: 庚烷) 先将其溶解, 然后再用萃取剂[表 1. 序号 2]稀释该溶液。
12	色谱参考标准物	正癸烷($C_{10}H_{22}$), 正四十烷($C_{40}H_{82}$), 正二十烷($C_{20}H_{42}$)
13	萃取剂贮备溶液	取 20 mg 正四十烷($C_{40}H_{82}$) 溶于萃取剂[表 1. 序号 2], 再加入 $20 \mu\text{l}$ 正癸烷($C_{10}H_{22}$) 用萃取剂, 稀释至 1000 ml。
14	萃取剂标准溶液	使用之前, 用萃取剂将萃取剂贮备溶液[表 1. 序号 13]稀释 10 倍即可。
15	硬脂酸测试溶液($C_{36}H_{72}O_2$)	溶解 200 mg 硬脂酸溶于 100 ml 萃取剂标准溶液[表 1. 序号 14]。将溶液密封贮存于冰箱内, 可存放 6 个月。
<p>^a A 类矿物油在气相色谱图的波峰表现出离散型, 如: 不含任何添加剂的柴油。</p> <p>^b B 类矿物油的沸程要高于 A 类矿物油, 其气相色谱图输出信号不清晰, 如: 不含任何添加剂的润滑剂, 沸程 $325^\circ\text{C} \sim 460^\circ\text{C}$。</p>		

5 仪器

检验所需仪器应符合表 2 的要求。

表 2 检验所需仪器

序号	仪器名称	要求
1	气相色谱仪	配备无差别注射系统和火焰离子化检测器。
2	记录仪	与仪器匹配的记录仪。
3	色谱柱	涂有固定液的石英玻璃毛细管, 长 20 m, 内径 0.53 mm。
4	固定液	非极性的固定化的 100 % 二甲聚硅氧烷, 或 95 % 二甲聚硅氧烷+5 % 二苯聚硅氧烷, 或改良的硅氧烷聚合物。
5	数据处理系统	积分仪
6	样品瓶	容量为 250 ml~1000 ml 的玻璃瓶, 具磨口玻璃塞, 或具衬有聚四氟乙烯 (PTFE) 密封垫的旋盖。
7	离心分离器	—
8	具塞离心管	100 ml
9	微型分离器	—
10	净化柱	玻璃制, 配有烧结多孔玻璃滤层。
11	Kuderna Danish 浓缩器	内置 250 mL 的梨形瓶, 或其它相当型式的浓缩设备, 如回转式真空蒸发浓缩器。
12	磁性搅拌器	备有搅拌棒, 长度适中以达到充分混合。