

中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 950—2012

JJG 950—2012

水中油分浓度分析仪

Analyzers for Oil Content in Water

中华人民共和国
国家计量检定规程
水中油分浓度分析仪

JJG 950—2012

国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国质检出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 47 千字
2012年10月第一版 2012年10月第一次印刷

*

书号: 155026·J-2727 定价 27.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



JJG 950-2012

2012-06-18 发布

2012-12-18 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

碳 500 mL 置于 1 L 分液漏斗中，加入 50 mL 浓硫酸，摇荡几分钟，静置分层后，弃去下层硫酸，重复这一操作至摇荡过的硫酸层中呈现无色为止。然后用二次水洗涤四氯化碳 2 次，每次用水 200 mL。再用 0.5% 盐酸羟胺溶液（分析纯）50 mL 洗涤 2~3 次后，用二次水洗 2 次。将洗涤好的四氯化碳按上法干燥并蒸馏两次即得。

如果四氯化碳中杂质较多可在自来水洗涤后，预蒸馏一次除去大部分杂质，然后再按上法处理。这样可以节约试剂用量。对于蒸馏法仍不能除去的有机杂质可以用活性炭吸附纯化。

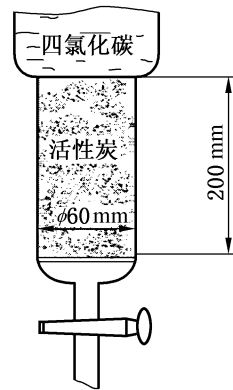


图 G.1 活性炭吸附装置及吸附过程

G.4 四氯化碳纯度检验方法

四氯化碳不含 C—H 键，在红外区域没有 C—H 振动。根据这一原理，用红外分光光度计，在 $3\ 400\ \text{cm}^{-1}$ ~ $2\ 400\ \text{cm}^{-1}$ 范围内，对四氯化碳进行红外扫描，在 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 、 $2\ 960\ \text{cm}^{-1}$ 和 $3\ 030\ \text{cm}^{-1}$ 附近应无特征吸收。图 G.2 和图 G.3 分别列出了在特征吸收区域没有吸收和有吸收的红外谱图。

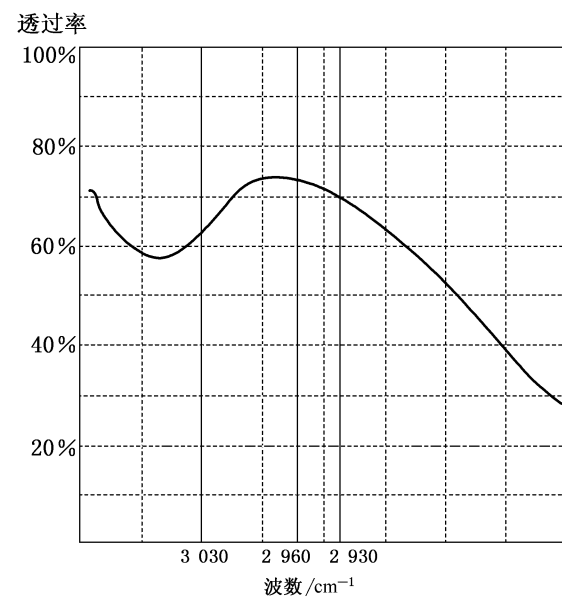


图 G.2 特征区域无吸收的四氯化碳红外谱图

水中油分浓度分析仪

检定规程

Verification Regulation of
Analyzers for Oil Content in Water

JJG 950—2012
代替 JJG 950—2000

归口单位：全国环境化学计量技术委员会

主要起草单位：北京市计量检测科学研究院

参加起草单位：北京华夏科创仪器技术有限公司

河南省计量科学研究院

佛山分析仪有限公司

本规程委托全国环境化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

沈正生（北京市计量检测科学研究院）

张宝珠（北京市计量检测科学研究院）

参加起草人：

李孜琮（北京市计量检测科学研究院）

张新民（北京华夏科创仪器技术有限公司）

朱 茜（河南省计量科学研究院）

叶千均（佛山分析仪有限公司）

附录 G**四氯化碳纯化及检验方法****G.1 四氯化碳纯度要求**

用红外光度法测定水中油分时，四氯化碳是作为萃取剂使用的。计量检定时，四氯化碳又作为稀释剂。因此要求四氯化碳在 $3\ 400\ \text{cm}^{-1}\sim 2\ 400\ \text{cm}^{-1}$ 范围内应无特征吸收。由于市售四氯化碳中往往带有少量的含有甲基、亚甲基或苯环等官能团的有机物杂质，在特征区域有不同程度的吸收，因此，四氯化碳的优劣直接影响测量结果。

本规程规定所使用四氯化碳在 $3\ 400\ \text{cm}^{-1}\sim 2\ 400\ \text{cm}^{-1}$ 范围内，对其进行红外扫描时在 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 、 $2\ 960\ \text{cm}^{-1}$ 和 $3\ 030\ \text{cm}^{-1}$ 应无特征吸收。否则溶剂需经过精馏或吸附剂吸附等方法进行纯化，经红外分光光度计扫描后，确认在特征区无特征吸收后方可使用。

G.2 四氯化碳的纯化**G.2.1 四氯化碳的一般性质**

四氯化碳是无色的带有微弱水果香味的重液体，密度为 $1.594\ \text{g}/\text{cm}^3$ ，沸点为 $76.8\ ^\circ\text{C}$ 。它不燃烧，同火焰接触时生成光气。四氯化碳同无水乙醇、乙醚、氯仿、苯、汽油和二硫化碳相混溶，在 $100\ \text{mL}$ 水中溶解 $0.08\ \text{g}$ 。

G.2.2 提纯方法

G.2.2.1 蒸馏法：试剂四氯化碳可用直接蒸馏，或经盐酸羟胺洗涤后蒸馏的方法提纯，收集沸程为 $76\ ^\circ\text{C}\sim 77.5\ ^\circ\text{C}$ 的馏出物。对于蒸馏法仍不能除去的杂质可用活性炭吸附纯化。

G.2.2.2 活性炭吸附法

取 60 目层析用粒状活性炭 $500\ \text{g}$ 于烧杯中，用 $2\ \text{mol}/\text{L}$ 盐酸溶液浸泡 $2\ \text{h}$ ，依次用自来水、蒸馏水冲洗至中性。倾出水分后，用 $2\ \text{mol}/\text{L}$ 氢氧化钠溶液浸泡 $2\ \text{h}$ ，依次用自来水、蒸馏水冲洗至中性，于 $100\ ^\circ\text{C}$ 烘干。将烘干的活性炭放入瓷坩埚中，于 $500\ ^\circ\text{C}$ 高温炉内活化 $2\ \text{h}$ 。炉温降至 $50\ ^\circ\text{C}$ 左右时，取出放入干燥器中，备用。

制备吸附柱：将经活化处理的活性炭颗粒装在层析柱中，边装边轻轻敲打层析柱。活性炭厚度约 $20\ \text{cm}$ 。

吸附处理：将待处理的四氯化碳倒入吸附柱中，打开吸附柱活塞，让四氯化碳流出，流速控制在约 $100\ \text{mL}/\text{min}$ ，收集流出液备用。

活性炭吸附装置及吸附过程如图 G.1 所示。

G.3 四氯化碳的回收

将废四氯化碳分别用水、浓硫酸、盐酸羟胺溶液在分液漏斗中洗涤后，经无水氯化钙脱水并蒸馏 2 次。将废四氯化碳用自来水冲洗，除去水溶性杂质。取水洗过的四氯化