

ICS 13.060.99
Z 23
备案号: 2685—1999



中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 806—1999

煤矿水中微量油的测定方法

Determination of trace oil in groundwater from coal mines

1999-03-24 发布

1999-08-01 实施

国家煤炭工业局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 方法提要	1
3 试剂	1
4 仪器	1
5 水样采样和贮存	1
6 测定步骤	2
7 结果计算	2

前 言

本标准在 GB 3838—1988 有关水中油测定方法的基础上,根据煤矿水的特点经改进而制定,可满足煤炭行业日常测定的需要。

本标准为首次制定。

本标准由国家煤炭工业局行业管理司提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院杭州环境保护研究所起草。

本标准由煤炭科学研究总院杭州环境保护研究所负责解释。

本标准主要起草人:缪旭光、袁武建、徐楚良、卜貽孙。

中华人民共和国煤炭行业标准

煤矿水中微量油的测定方法

MT/T 806—1999

Determination of trace oil in groundwater from coal mines

1 范围

本标准规定了煤矿水中微量油测定方法是紫外分光光度法。

本标准适用于煤矿矿井水、深井水中浓度为 0.05~10 mg/L 油含量的测定。

2 方法提要

将水样酸化到 pH 值小于 2,并以氯化钠破乳,用正己烷萃取,比较样品萃取物和标准油品的紫外吸光度,可求得油含量。

3 试剂

3.1 无水硫酸钠(GB 9853—1988):400℃干燥 1 h,冷却后装瓶备用。

3.2 正己烷(Q/HL 14—1996)。

3.3 硫酸(GB 625—1989):配成 1+1 溶液。

3.4 氯化钠(GB 1266—1986)。

3.5 无油蒸馏水:于每升蒸馏水中加 2 g 活性炭,充分振摇。放置过夜后用中速滤纸过滤,贮于硬质玻璃瓶中。

3.6 标准油品:取本矿区矿用液压支架乳化液 40 mL 加到 100 mL 分液漏斗中,加(1+1)硫酸 4 mL、氯化钠 10 g、正己烷 20 mL,剧烈振摇 3 min,及时放气,静置分层后弃去水相,再重复上述步骤提纯有机相 2 次;将提纯后的有机相经无水硫酸钠 20 g 脱水后用中速滤纸过滤,滤液置于 100 mL 烧杯中,在(70±1)℃水浴上蒸 2 h;然后置于(70±1)℃恒温箱内 2 h 赶尽残留正己烷,即得标准油品,贮于棕色瓶中备用。

3.7 油标准贮备溶液:称取 100 mg 标准油品于 50 mL 干燥烧杯中,用正己烷溶解、冲洗并转移到 100 mL 容量瓶至刻度处。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 油,贮于冰箱中。

3.8 油标准品溶液:取油标准贮备溶液,用正己烷稀释至每毫升含油 250 μg。

4 仪器

4.1 紫外分光光度计(具有 1 cm 石英比色皿)。

4.2 分液漏斗:100 mL;500 mL。

4.3 具塞比色管:25 mL。

4.4 移液管:1 mL;5 mL;10 mL。

5 水样采样和贮存

测定水中微量油用玻璃瓶(禁止使用塑料瓶)单独采样,取 400 mL 有代表性的样品,将水样的水面

作一记号于瓶上。

如需保存,可加硫酸调节到 pH 值小于 2,此水样允许在 4℃左右保存 3 d。

6 测定步骤

6.1 工作曲线的绘制:于 6 个已分别加入无油蒸馏水 400 mL,氯化钠 20 g,(1+1)硫酸 4.0 mL 的 500 mL 分液漏斗中再分别加入 250 μg/mL 的油标准溶液 0.00、0.50、1.0、2.0、5.0、10.0 mL,再相应加入正己烷使有机相总量为 15.0 mL,剧烈振摇 3 min,及时放气。静置分层后,取上层有机相放入 25 mL 比色管中,水相用 10 mL 正己烷再次萃取。将两次所得有机相合并后,加正己烷到标线,摇匀。若比色管里有水珠或混浊,可加入少量无水硫酸钠至不结块为止,放置 5~10 min。于 225 nm 波长^①、用 1 cm 石英比色皿、以正己烷为参比,测定标准系列的吸光度,减去试剂空白的吸光度后,得到标准系列的吸光度校正值,绘制工作曲线。

6.2 水样分析:将水样 400 mL 倾入 500 mL 分液漏斗中,加入 4.0 mL(1+1)硫酸(若水样取样时已酸化,可不加)及 20 g 氯化钠,加塞摇匀。用 15 mL 正己烷洗涤采样瓶,把洗涤液并入分液漏斗中。剧烈振摇 3 min,及时放气。以下操作同 6.1 工作曲线的绘制。

7 结果计算

7.1 油含量计算

油含量按式(1)计算:

$$C = \frac{A}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- C——水样中的油浓度,mg/L;
- A——从工作曲线上查得的油含量,μg;
- V——水样体积,mL。

7.2 数字修约和报出

测定结果以单次测定值修约到小数点后 3 位报出。

① 有条件时,可以通过紫外分光光度计扫描确定 λ_{max}。