

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 545—2023

海水 石油类的现场快速测定 紫外分光 光度法

Seawater—Rapid determination of petroleum on site—Ultraviolet
spectrophotometric method

2023-08-07 发布

2023-08-13 实施

广西标准化协会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 1

7 样品制备 1

8 分析步骤 2

9 结果计算及表示 2

10 准确度 3

11 质量保证和质量控制 3

12 废物处理 3

13 注意事项 3

14 补充说明 3

参考文献 4

前 言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西环境科学学会提出、归口并宣贯。

本文件主要起草单位：广西壮族自治区海洋环境监测中心站、广东海洋大学、广西壮族自治区防城港生态环境监测中心、广州德骏仪器有限公司。

本文件主要起草人：任朝兴、郭梅修、杨爽、王其春、赵利容、贺亮、廖丽、张鹏、柯盛、韦升双、廖康全、张际标、陈立伟。

海水 石油类的现场快速测定 紫外分光光度法

警示：实验操作过程使用的正己烷具有一定毒性，分析人员在溶液配制和样品预处理过程时应按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 范围

本文件规定了海水中石油类的现场快速测定的紫外分光光度法。

本文件适用于海水中石油类的现场快速测定。

当取样体积为100 mL，萃取液体积为10 mL，使用1 cm石英比色皿时，方法检出限为0.02 mg/L，测定下限为0.08 mg/L。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

海水中石油类组分，在紫外光区有特征吸收，其吸收强度与其含量成正比。样品经正己烷萃取后，于225 nm波长处测定吸光度，油类含量与吸光度值遵循朗伯-比尔定律。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。

5.1 实验用水：蒸馏水或去离子水。

5.2 正己烷[CH₃(CH₂)₄CH₃]，色谱纯。

5.3 无水乙醇（CH₃CH₂OH）。

5.4 石油类标准贮备液： $\rho=1\ 000\text{ mg/L}$ 。直接购买市售正己烷体系适用于紫外分光光度法的有证标准物质。

5.5 石油类标准使用液： $\rho=100\text{ mg/L}$ 。吸取 5.00 mL 石油类标准贮备液（5.4）于 50 mL 容量瓶中，用正己烷（5.2）定容，摇匀，使用时现配。

6 仪器和设备

6.1 紫外分光光度计或一体化的紫外便携式测油仪。

6.2 石英比色皿：1 cm。

6.3 采样瓶：150 mL 经检定合格的带刻度的硬质玻璃瓶，配有聚四氟乙烯材质螺旋盖或内衬有聚四氟乙烯垫片的螺旋盖。

6.4 巴斯特滴管。

6.5 一般实验室常用器皿和设备。

7 样品制备

7.1 样品采集和保存

用采样瓶(6.3)采集约 100 mL 海水样品。采样前采样瓶除按照常规清洗外，还应用少量正己烷(5.2)

充分荡洗，晾干备用。

7.2 试样制备

读取记录样品体积。量取10.00 mL正己烷（5.2）加入采样瓶（6.3）中，盖紧瓶盖，上下振摇2 min，排气，静置分层后，用巴斯特滴管（6.4）将上层正己烷萃取液转移至比色皿（6.2）中，待测。

注：乳化较严重时，可向萃取液中加入1-2滴无水乙醇（5.3）破乳。

7.3 空白试样的制备

以实验用水（5.1）代替样品，按照试样制备（7.2）相同操作步骤，制备空白试样。

8 分析步骤

8.1 绘制标准曲线

分别准确移取0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL石油类标准使用液（5.5）于盛有少量正己烷（5.2）的10 mL容量瓶中，用正己烷（5.2）稀释至标线，混匀。标准系列浓度分别为0.00 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L、20.0 mg/L、25.0 mg/L和30.0 mg/L。在波长225 nm处，使用1 cm石英比色皿（6.2），以正己烷（5.2）为参比，测定吸光度。以石油类浓度（mg/L）为横坐标，以相应的吸光度值为纵坐标，建立标准曲线。

注：可根据实际情况选择或调整合适的标准系列浓度。

8.2 样品测定

在波长225 nm处，使用1 cm石英比色皿（6.2），以正己烷（5.2）为参比，测定吸光度值。

8.3 空白试验

按照试样的测定（8.2）相同步骤进行空白试样（7.3）的测定。

9 结果计算及表示

9.1 结果计算

海水中石油类浓度按照公式（1）计算：

$$\rho = \frac{(A - A_0 - a) \times V_1}{b \times V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——海水中石油类浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A ——试样的吸光度值；

A_0 ——空白试样的吸光度值；

a ——标准曲线的截距；

b ——标准曲线的斜率；

V ——试样体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——萃取液体积，单位为毫升（mL）。

9.2 结果表示

结果保留小数位数与检出限一致，最多保留三位有效数字。

10 准确度

10.1 精密度

六家实验室分别对低（0.25 mg/L）、中（1.00 mg/L）、高（2.50 mg/L）三种不同浓度的样品进行6次重复测定，相对标准偏差（RSD）范围分别为 0.21%~5.7%、0.85%~1.1%、0.47%~4.1%。

10.2 正确度

10.2.1 六家实验室分别对低（1.36 mg/L $\pm$ 0.30 mg/L）、中（7.48 mg/L $\pm$ 0.62 mg/L）、高（13.5 mg/L $\pm$ 0.70 mg/L）三种不同浓度的有证标准物质进行 6 次测定，浓度值均在有证标准物质浓度范围内。

10.2.2 六家实验室分别对低（0.25 mg/L）、中（1.00 mg/L）、高（2.50 mg/L）三种不同浓度的样品进行测定，加标回收率范围分别为 85.2%~102%、92.8%~110%、96.4%~110%。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批样品（ ≤ 20 个样品）应至少做一个空白试验，测定结果应低于方法测定下限。

11.2 标准曲线

校准曲线应至少包含 6 个浓度点（含零浓度点），标准曲线相关系数应 ≥ 0.999 。

11.3 准确度

每批样品（ ≤ 20 个样品）至少分析一个有证标准物质，浓度值应在有证标准物质浓度范围内。

12 废物处理

现场试验中产生的废液和废物应集中收集，密封保存，带回实验室，委托有资质的单位处理。

13 注意事项

13.1 现场分析环境应满足仪器的稳定性和可操作性。

13.2 石英比色皿壁上的沾污会影响测定结果。每次使用前，应检查石英比色皿的洁净度，必要时用少许正己烷清洗晾干后备用。

13.3 样品和空白试样制备所使用的正己烷应为同一批号。

13.4 正己烷使用前应做透光率实验，透光率大于90%方可使用，检查方法：于波长225 nm处，用1 cm比色皿以水做参比测定透光率。

14 补充说明

有条件时，可从污染源或事故现场获得标准油，用于该类海水中石油类的测定。

参 考 文 献

- [1] GB 17378.3—2007 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输
 - [2] HJ 442.9—2020 近岸海域环境监测技术规范 第九部分 近岸海域应急与专题监测
-

中华人民共和国团体标准
海水 石油类的现场快速测定 紫外分光光度法
T/GXAS 545—2023
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究