

锅炉用水和冷却水分析方法
油的测定 紫外分光光度法

GB 12153—89

Analysis of water used in boiler and cooling
system—Determination of mineral oil—Ultraviolet
spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

本标准规定了火力发电厂锅炉给水、生产返回水及化工设备冷却水油含量的测定方法。
本标准适用于锅炉用水及冷却水分析。油含量0.1~4.0mg/L。

2 引用标准

GB 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

3 方法概要

矿物油组成中的共轭体系物质。在紫外光区有较强吸收。在一定条件下，可借助于测定其吸光度来确定相应油的含量。由于紫外光度法对于油种的敏感性较强，本法的标准物质采用从水样中萃取获得的油。

4 试剂

4.1 正庚烷：以加有高锰酸钾-硫酸再蒸馏制备的二次蒸馏水作参比。正庚烷在225nm和254nm波长处的吸光度应小于0.15，否则应使用硅胶除去芳香烃。

4.2 硅胶：60~120目，在温度150~160℃下，烘4~5h活化后使用。

4.3 重蒸馏水：取普通蒸馏水，按1L水加0.2g高锰酸钾和5mL浓硫酸的比例，加入玻璃蒸馏器或石英蒸馏器，重蒸馏制得。

4.4 无水硫酸钠。

4.5 硫酸溶液（1+3）。

4.6 标准油：取含水水样若干升，加脱芳香烃石油醚或乙醚抽提（按1L水样加入25~30mL），将抽提液用无水硫酸钠脱水，并过滤于蒸馏瓶中，蒸馏回收大部分石油醚或乙醚，将剩余少量抽提液转入已恒重的蒸发皿中，并用10~20mL石油醚或乙醚洗涤蒸馏瓶，洗液也一并转入蒸发皿中，移至70℃水浴上将其蒸干后，放入70℃烘箱烘至恒重，以此油作为标准油。

4.7 油标准溶液的配制：

4.7.1 贮备溶液（1mL含1mg油）：于称量瓶中准确称取0.1g标准油（称准至0.2mg），用脱芳香烃的正庚烷溶解，转入100mL容量瓶中，用正庚烷稀释至刻度。

4.7.2 工作溶液（1mL含0.2mg油）：吸取油贮备溶液20.00mL，注入100mL容量瓶中，用脱芳香烃正庚烷稀释至刻度。

5 仪器

- 5.1 紫外-可见分光光度计，具10、50mm石英皿。
 5.2 分液漏斗：1 000mL或500mL。
 5.3 容量瓶：25mL。

6 分析步骤

6.1 绘制工作曲线

6.1.1 按下表吸取油工作溶液，分别注入一组25mL容量瓶中，以脱芳香烃正庚烷稀释至刻度。

编 号	0	1	2	3	4	5	6	7	8
工作溶液体积, mL	0	0.25	0.5	1.0	1.5	2.5	5.0	7.5	10
油含量, mg	0	0.05	0.1	0.2	0.3	0.5	1.0	1.5	2.0

6.1.2 将油标准溶液注入10或50mL石英比色皿中，于分光光度计上以0号作参比，根据油种的不同，用预选的工作波长（225~254nm）测吸光度，以油含量（mg）为横坐标，以对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线，或用小型电子计算器算出线性回归方程。

6.2 水样的测定

6.2.1 用玻璃取样瓶准确地采集500mL水样，摇匀后注入500mL分液漏斗中，加2mL硫酸溶液（1+3）。

6.2.2 取25mL脱芳香烃正庚烷，加入原取样瓶中，摇动使其与瓶壁充分接触，然后倒入分液漏斗中，剧烈摇荡2min，静置分层后，排出水层，将正庚烷层转入25mL容量瓶或其他带塞的玻璃容器中。

6.2.3 将抽提液注入10或50mm石英比色皿中，在与工作曲线制作相同的条件下测定其吸光度。

6.2.4 根据吸光度值，从工作曲线或线性回归方程求取水样中油的量 μ （mg）。

7 计算

水样中油含量 X （mg/L）按下式计算：

$$X = \mu \times \frac{1000}{V}$$

式中： V ——水样的体积，mL；

μ ——从工作曲线或线性回归方程中求得的 V mL水样中油的量，mg。

附加说明：

本标准由中华人民共和国水利电力部提出。

本标准由水利电力部西安热工研究所技术归口。

本标准由甘肃省电力试验研究所起草。

本标准主要起草人雷兆春。