



# 中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 950—2012

## 水中油分浓度分析仪

Analyzers for Oil Content in Water

2012-06-18 发布

2012-12-18 实施

国家质量监督检验检疫总局发布



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）

## 目 录

引言 .....	( II )
1 范围 .....	( 1 )
2 概述 .....	( 1 )
3 计量性能要求 .....	( 1 )
3.1 A 类仪器 .....	( 1 )
3.2 B 类仪器 .....	( 1 )
4 通用技术要求 .....	( 2 )
4.1 外观 .....	( 2 )
4.2 绝缘电阻 .....	( 2 )
5 计量器具控制 .....	( 2 )
5.1 检定条件 .....	( 2 )
5.2 检定项目 .....	( 3 )
5.3 检定方法 .....	( 3 )
5.4 检定结果的处理 .....	( 6 )
5.5 检定周期 .....	( 6 )
附录 A 检定记录格式 (A 类仪器) .....	( 7 )
附录 B 检定记录格式 (B 类仪器) .....	( 9 )
附录 C 检定证书内页格式 (A 类仪器) .....	( 11 )
附录 D 检定证书内页格式 (B 类仪器) .....	( 13 )
附录 E 检定结果通知书内页格式 (A 类仪器) .....	( 15 )
附录 F 检定结果通知书内页格式 (B 类仪器) .....	( 17 )
附录 G 四氯化碳纯化及检验方法 .....	( 19 )

## 引 言

JJG 950—2012 是对 JJG 950—2000 版本进行修订的。与 JJG 950—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了引言部分；
- 本规程是按照 GB/T 16488—1996《水质 石油类和动植物油的测定 红外光度法》中水中油分浓度分析仪的分析方法进行制定的；
- 增加了红外分光光度法仪器的检定内容；
- 增加了附录四氯化碳纯化及检验方法；
- 本规程引用了 ASTM D 3921—96《石油、润滑脂及水中石油烃的标准试验方法》(Standard Test Method for Oil and Grease and Petroleum Hydrocarbons in Water)。

## 水中油分浓度分析仪检定规程

### 1 范围

本规程适用于红外光度法原理的水中油分浓度分析仪的首次检定、后续检定和使用中检查。

### 2 概述

红外光度法水中油分浓度分析仪（以下简称测油仪）是依据物质分子在红外区域的特征吸收光谱及朗伯-比尔定律，测量经萃取后的水中油分的仪器。水中油脂经过四氯化碳萃取，在波数为 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ （ $\text{CH}_2$  基团中 C—H 键的伸缩振动）、 $2\ 960\ \text{cm}^{-1}$ （ $\text{CH}_3$  基团中 C—H 键的伸缩振动）和 $3\ 030\ \text{cm}^{-1}$ （芳香烃中 C—H 键的伸缩振动）的全部或部分谱带处有特征吸收，萃取剂四氯化碳在特征区无吸收峰，有特征吸收的物质主要是石油类和动植物油，其含量由特征谱带处的吸光度进行计算。

测油仪分为红外分光光度法测油仪（以下称为 A 类仪器）和非分散红外光度法测油仪（以下称为 B 类仪器）两类。

A 类仪器，可以进行波数扫描，定量测量油类在红外区的多处特征吸收，如波数为 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 、 $2\ 960\ \text{cm}^{-1}$ 和 $3\ 030\ \text{cm}^{-1}$ 处的特征峰。该类仪器按使用方式又分为实验室、便携式和在线式 3 种。

B 类仪器固定波数，通常只对 $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ 或 $3.4\ \mu\text{m}$ 处的特征吸收进行测定。

### 3 计量性能要求

#### 3.1 A 类仪器

##### 3.1.1 示值误差

测量范围 $\leqslant 10\ \text{mg/L}$ 时，示值误差不超过 $\pm 0.8\ \text{mg/L}$ ；

测量范围 $>10\ \text{mg/L}$ 时，示值误差不超过 $\pm 8\%$ 。

##### 3.1.2 重复性

重复性不大于 2%。

##### 3.1.3 漂移

实验室仪器、便携式仪器连续运行 30 min，在线仪器连续运行 3 h，零点漂移不超过 $\pm 0.5\ \text{mg/L}$ ，示值漂移不超过 $\pm 5\%$ 。

##### 3.1.4 最小检出浓度

最小检出浓度不大于 $0.5\ \text{mg/L}$ 。

##### 3.1.5 电源电压的影响

使用交流电的仪器，当电源电压在额定电压的 $\pm 10\%$ 范围内变化时，仪器的示值误差应符合 3.1.1 的要求。

#### 3.2 B 类仪器

### 3.2.1 示值误差

示值误差不超过±8%。

### 3.2.2 重复性

重复性不大于2%。

### 3.2.3 漂移

仪器连续运行30 min，零点漂移不超过±0.5 mg/L，示值漂移不超过±5%。

### 3.2.4 电源电压的影响

使用交流电的仪器，当电源电压在额定电压的±10%范围内变化时，仪器的示值误差应符合3.2.1的要求。

## 4 通用技术要求

### 4.1 外观

4.1.1 仪器应有名称、型号、出厂编号、制造日期、制造厂名、工作电压及频率等标识，国产仪器应有制造生产许可标志及编号。

4.1.2 仪器不应有妨碍正常工作的机械损伤；各调节器转动灵活，定位准确；各固定件应无松动；样品池及液路无泄漏；通电后，数字显示完整清晰。

### 4.2 绝缘电阻

使用交流电源的仪器，绝缘电阻应不小于20 MΩ。

## 5 计量器具控制

计量器具控制包括：首次检定、后续检定和使用中检查。

### 5.1 检定条件

#### 5.1.1 环境条件

环境温度：10 ℃～30 ℃。

相对湿度：≤85%。

供电电源：电压220 V±22 V；频率50 Hz±1 Hz。

应具备良好的通风设施，并配备必要的个人防护器具，以防四氯化碳经过皮肤吸收或呼吸道吸入。

#### 5.1.2 检定用仪器及设备

5.1.2.1 绝缘电阻表：输出电压500 V，准确度级别不低于10级。

5.1.2.2 调压变压器：调压范围0 V～250 V，功率大于仪器额定功率的20%。

5.1.2.3 玻璃量器：A级常用玻璃量器。

#### 5.1.2.4 标准物质

国家二级或二级以上测油仪用溶液标准物质，不确定度为3%（ $k=2$ ）。

用稀释剂四氯化碳将溶液标准物质稀释成系列浓度。检定A类仪器，用5 mg/L和满量程40%、80%的溶液；检定B类仪器，用满量程20%、40%、80%的溶液。

#### 5.1.2.5 稀释用溶剂

分析纯四氯化碳，在 $3400\text{ cm}^{-1}\sim2400\text{ cm}^{-1}$ 范围内应无特征吸收，否则需经过精

馏或吸附剂吸附等方法进行纯化，纯化后经检验合格后方可使用。具体方法见附录 G 四氯化碳纯化及检验方法。

## 5.2 检定项目

检定项目如表 1 和表 2 所示。

表 1 A 类仪器检定项目一览表

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
1	外观	+	+	+
2	绝缘电阻	+	-	-
3	示值误差	+	+	+
4	重复性	+	+	+
5	漂移	+	+	+
6	最小检出浓度	+	-	-
7	电源电压的影响	+	-	-

表 2 B 类仪器检定项目一览表

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
1	外观	+	+	+
2	绝缘电阻	+	-	-
3	示值误差	+	+	+
4	重复性	+	+	+
5	漂移	+	+	+
6	电源电压的影响	+	-	-

## 5.3 检定方法

### 5.3.1 通用技术要求的检查

#### 5.3.1.1 外观

按 4.1 的要求，目视、手动检查。

#### 5.3.1.2 绝缘电阻

仪器不接入供电电源，电源开关置于接通位置，将绝缘电阻表的接线端分别接在仪器的交流输入端及机壳上，施加 500V 直流试验电压，稳定后读取绝缘电阻表的示值。

#### 5.3.2 A 类仪器检定方法

##### 5.3.2.1 示值误差

仪器开机，经预热稳定后，用四氯化碳和相应浓度的测油仪用溶液标准物质按仪器说明书中规定的操作方法对仪器进行校准。

经校准后的仪器，在样品池注入 5 mg/L 的标准物质。重复测量 3 次，取其算术平均值作为仪器的测量值，按公式（1）计算测量值不大于 10 mg/L 时的示值误差  $\Delta\rho$ 。

$$\Delta\rho = \bar{\rho} - \rho_s \quad (1)$$

式中：

$\Delta\rho$ ——测量值不大于 10 mg/L 时的示值误差, mg/L;

$\bar{\rho}$ ——3 次测量值的平均值, mg/L;

$\rho_s$ ——标准物质浓度, mg/L。

按操作说明书要求, 在样品池注入满量程 40%、80% 的标准物质。重复测量 3 次, 取其算术平均值作为仪器的测量值, 按公式(2)计算测量值大于 10 mg/L 时的示值误差  $\Delta\rho_{\text{rel}}$ 。

$$\Delta\rho_{\text{rel}} = \frac{\bar{\rho} - \rho_s}{\rho_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$\Delta\rho_{\text{rel}}$ ——测量值大于 10 mg/L 时的示值误差, %;

$\bar{\rho}$ ——3 次测量值的平均值, mg/L;

$\rho_s$ ——标准物质浓度, mg/L。

### 5.3.2.2 重复性

经校准后的仪器, 按操作说明书要求在其样品池注入满量程 40% 的标准物质, 稳定后读取示值, 重复测量 6 次。按公式(3)和公式(4)计算相对标准偏差。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})^2}{n-1}} \quad (3)$$

$$s_r = \frac{s}{\bar{\rho}} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

$s$ ——标准偏差, mg/L;

$s_r$ ——相对标准偏差, %;

$n$ ——测量次数,  $n=6$ ;

$\rho_i$ ——第  $i$  次测量值, mg/L;

$\bar{\rho}$ ——6 次测量值的平均值, mg/L。

### 5.3.2.3 漂移

经校准后的仪器, 注入 5 mg/L 的标准物质测定仪器的零点漂移。

仪器稳定后读取初始示值, 实验室仪器和便携式仪器连续运行 30 min, 每隔 5 min 读取 1 次示值, 共 6 次; 在线仪器连续运行 3 h, 每隔 30 min 读取 1 次示值, 共 6 次。单次测量结束, 比色皿应从仪器中取出, 下次测量重新将比色皿放入仪器。

零点漂移按公式(5)计算。

$$D_z = \pm \max |\rho_i - \rho_0| \quad (5)$$

式中：

$D_z$ ——零点漂移, mg/L;

$\rho_i$ ——第  $i$  次测量值, mg/L;

$\rho_0$ ——仪器初始示值, mg/L。

当  $\rho_i \geq \rho_0$  时取正值，当  $\rho_i < \rho_0$  时取负值。

经校准后的仪器，注入满量程 80% 的标准物质测定仪器的示值漂移。方法同零点漂移，按公式（6）计算。

$$D_{\text{Srel}} = \frac{\pm \max |\rho_i - \rho_0|}{\rho_s} \times 100\% \quad (6)$$

式中：

$D_{\text{Srel}}$ ——示值漂移，%；

$\rho_i$ ——第  $i$  次测量值，mg/L；

$\rho_0$ ——仪器初始示值，mg/L；

$\rho_s$ ——溶液标准物质浓度值，mg/L。

当  $\rho_i \geq \rho_0$  时取正值，当  $\rho_i < \rho_0$  时取负值。

#### 5.3.2.4 最小检出浓度

经校准后的仪器，按操作说明书要求在其样品池注入 5 mg/L 的标准物质，稳定后读取示值，重复测量 6 次。按公式（3）和公式（7）计算最小检出浓度。

$$\rho_L = 3s \quad (7)$$

式中：

$\rho_L$ ——最小检出浓度，mg/L；

$s$ ——标准偏差，mg/L。

#### 5.3.2.5 电源电压的影响

调整调压变压器使其输出电压为 220 V，然后将仪器电源连接到调压电源上，仪器开机稳定后，按仪器使用说明书对仪器进行校准。

调整调压变压器使其输出电压为 198 V，按 5.3.2.1 方法进行示值误差检定。

调整调压变压器使其输出电压为 242 V，按 5.3.2.1 方法进行示值误差检定。

#### 5.3.3 B 类仪器检定方法

##### 5.3.3.1 示值误差

仪器开机，经预热稳定后，用四氯化碳和相应浓度测油仪用溶液标准物质按仪器说明书中规定的操作方法对仪器进行校准。对于多量程仪器应首先在低量程挡进行校准。

经校准后的仪器，按操作说明书要求在其样品入口分别注入满量程 20%、40%、80% 的标准物质。重复测量 3 次，取其算术平均值作为仪器的测量值，按公式（2）计算仪器的示值误差  $\Delta\rho_{\text{rel}}$ 。

##### 5.3.3.2 重复性

经校准后的仪器，按操作说明书要求在其样品入口注入满量程 40% 的标准物质。重复测量 6 次，按公式（3）、公式（4）计算相对标准偏差。

##### 5.3.3.3 漂移

经校准后的仪器，注入四氯化碳测定仪器的零点漂移。

仪器稳定后读取初始示值，仪器连续运行 30 min，每隔 5 min 读取 1 次示值，共 6 次。零点漂移按公式（5）计算。

经校准后的仪器，注入浓度约为满量程 80% 的溶液标准物质，测定仪器的示值漂

移。仪器稳定后读取示值，仪器连续运行 30 min，每隔 5 min 读取 1 次示值，共 6 次；单次测量结束后，放空标准溶液，下次测量重新注入新的标准溶液。示值漂移按公式(6)计算。

#### 5.3.3.4 电源电压的影响

调整调压变压器使其输出电压为 220 V，然后将仪器电源连接到调压电源上，仪器开机稳定后，按仪器使用说明书对仪器进行校准。

调整调压变压器使其输出电压为 198 V，按 5.3.3.1 方法进行示值误差检定。

调整调压变压器使其输出电压为 242 V，按 5.3.3.1 方法进行示值误差检定。

#### 5.4 检定结果的处理

按本检定规程的规定和要求，检定合格的仪器发给检定证书；检定不合格的仪器发给检定结果通知书，并注明不合格项目。

#### 5.5 检定周期

检定周期一般不超过 1 年。

## 附录 A

## 检定记录格式 (A 类仪器)

检定日期 \_\_\_\_\_ 年 \_\_\_\_\_ 月 \_\_\_\_\_ 日 检定证书号：\_\_\_\_\_

送检单位			
仪器名称		型 号	
制造厂		出厂编号	
环境温度	℃	环境湿度	%RH
检定依据		标准物质	
检 定 员		核 验 员	

A. 1 外观 \_\_\_\_\_

A. 2 绝缘电阻 \_\_\_\_\_

A. 3 示值误差

测量范围	溶液浓度 mg/L	仪器示值/(mg/L)				示值误差	
		1	2	3	平均	mg/L	%
≤10 mg/L							
>10 mg/L							

A. 4 重复性

溶液浓度 mg/L	仪器示值/(mg/L)						平均值 mg/L
	1	2	3	4	5	6	
标准偏差/(mg/L)				相对标准偏差/%			

A. 5 最小检出浓度

溶液浓度 mg/L	仪器示值/(mg/L)						平均值 mg/L
	1	2	3	4	5	6	
标准偏差/(mg/L)				最小检出浓度/(mg/L)			

## A.6 零点漂移

仪器类型				连续运行时间			
测量次数	初始	1	2	3	4	5	6
示值/(mg/L)							
零点漂移/(mg/L)							

## A.7 示值漂移

溶液浓度/(mg/L)		仪器类型			连续运行时间		
测量次数	初始	1	2	3	4	5	6
示值/(mg/L)							
示值漂移/%							

## A.8 电源电压的影响

电压值 V	测量范围 mg/L	溶液浓度 mg/L	仪器示值/(mg/L)				示值误差	
			1	2	3	平均	mg/L	%
198	≤10							
	>10							
242	≤10							
	>10							

**附录 B****检定记录格式 (B类仪器)**

检定日期 \_\_\_\_\_ 年 \_\_\_\_\_ 月 \_\_\_\_\_ 日 检定证书号：\_\_\_\_\_

送检单位			
仪器名称		型 号	
制造厂		出厂编号	
环境温度	℃	环境湿度	%RH
检定依据		标准物质	
检 定 员		核 验 员	

B. 1 外观 \_\_\_\_\_

B. 2 绝缘电阻 \_\_\_\_\_

B. 3 示值误差

溶液浓度 mg/L	仪器示值/(mg/L)				示值误差 %
	1	2	3	平均值	

B. 4 重复性

溶液浓度 mg/L	仪器示值/(mg/L)						平均值 mg/L
	1	2	3	4	5	6	

标准偏差/(mg/L)			相对标准偏差/%			
-------------	--	--	----------	--	--	--

B. 5 零点漂移

仪器类型				连续运行时间			
测量次数	初始	1	2	3	4	5	6
示值/(mg/L)							
零点漂移/(mg/L)							

## B. 6 示值漂移

溶液浓度/(mg/L)	仪器类型	连续运行时间					
		1	2	3	4	5	6
示值/(mg/L)							
示值漂移/%							

## B. 7 电源电压的影响

电压值 V	溶液浓度 mg/L	仪器示值/(mg/L)				示值误差 %
		1	2	3	平均值	
198						
242						

## 附录 C

## 检定证书内页格式（A类仪器）

证书编号：××××××-×××				
检定机构授权说明：				
检定环境条件及地点：				
温度		地点		
相对湿度		其他		
检定使用的计量（基）标准装置				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	计量（基） 标准证书编号	有效期至
检定使用的标准器				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	检定/校准 证书编号	有效期至

证书编号××××××-×××  
检定结果

检定项目	要求	检定结果
外观		
绝缘电阻		
示值误差		
重复性		
漂移	零点漂移：	
	示值漂移：	
最小检出浓度		
电源电压的影响		

以下空白

第×页 共×页

## 附录 D

## 检定证书内页格式 (B 类仪器)

证书编号：×××××××-××××				
检定机构授权说明：				
检定环境条件及地点：				
温度		地点		
相对湿度		其他		
检定使用的计量（基）标准装置				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	计量（基） 标准证书编号	有效期至
检定使用的标准器				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	检定/校准 证书编号	有效期至

证书编号××××××-×××  
检定结果

检定项目	要求	检定结果
外观		
绝缘电阻		
示值误差		
重复性		
漂移	零点漂移：	
	示值漂移：	
电源电压的影响		

以下空白

第×页 共×页

## 附录 E

## 检定结果通知书内页格式（A类仪器）

证书编号：×××××××-××××				
检定机构授权说明：				
检定环境条件及地点：				
温度		地点		
相对湿度		其他		
检定使用的计量（基）标准装置				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	计量（基） 标准证书编号	有效期至
检定使用的标准器				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	检定/校准 证书编号	有效期至

**证书编号××××××-×××**  
**检定结果**

检定项目	要求	检定结果
外观		
绝缘电阻		
示值误差		
重复性		
漂移	零点漂移：	
	示值漂移：	
最小检出浓度		
电源电压的影响		
结论：		

附加说明

说明检定结果不合格

以下空白

## 附录 F

## 检定结果通知书内页格式（B类仪器）

证书编号：×××××××-×××				
检定机构授权说明：				
检定环境条件及地点：				
温度		地点		
相对湿度		其他		
检定使用的计量（基）标准装置				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	计量（基） 标准证书编号	有效期至
检定使用的标准器				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	检定/校准 证书编号	有效期至

证书编号××××××-×××  
检定结果

检定项目	要求	检定结果
外观		
绝缘电阻		
示值误差		
重复性		
漂移	零点漂移：	
	示值漂移：	
电源电压的影响		
结论：		

附加说明

说明检定结果不合格

以下空白

## 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 $1.594\text{ g/cm}^3$ ，沸点为 $76.8\text{ }^\circ\text{C}$ 。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 $76\text{ }^\circ\text{C}\sim 77.5\text{ }^\circ\text{C}$ 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 $2\text{ mol/L}$ 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 $2\text{ mol/L}$ 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 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 烘干。将烘干的活性碳放入瓷坩埚中，于 $500\text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉内活化 $2\text{ h}$ 。炉温降至 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 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 $100\text{ mL/min}$ ，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

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。

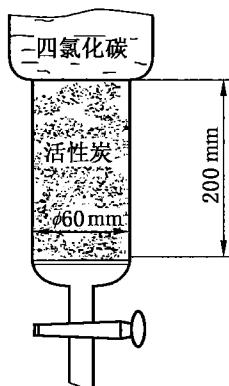


图 G.1 活性炭吸附装置及吸附过程

#### 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 $3\ 400\text{ cm}^{-1}\sim2\ 400\text{ cm}^{-1}$  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。

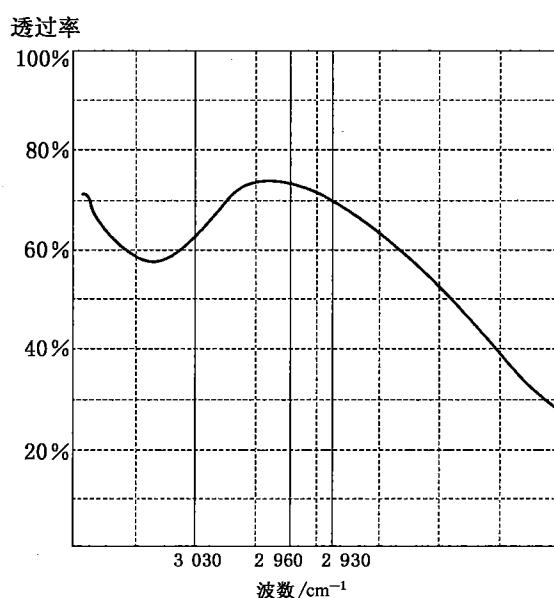


图 G.2 特征区域无吸收的四氯化碳红外谱图

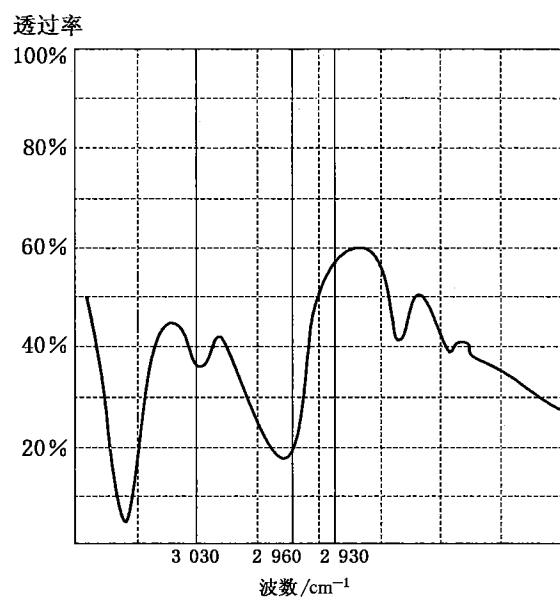


图 G. 3 特征区域有吸收的四氯化碳红外谱图

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](http://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