



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

代替 HJ 637-2012

水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法

**Water quality—Determination of petroleum oils and animal and
vegetable oils—Infrared spectrophotometry**

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	4
9 结果计算与表示.....	6
10 精密度和准确度.....	6
11 质量保证和质量控制.....	7
12 废物处理.....	8
13 注意事项.....	8
附录 A（资料性附录） 四氯乙烯提纯工艺与保存方法.....	9

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中石油类和动植物油类的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、工业废水和生活污水中石油类和动植物油类的红外分光光度法。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准是对《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》（HJ 637-2012）的修订，原起草单位为：长春市环境监测中心站。修订的主要内容如下：

- 修改萃取剂为四氯乙烯；
- 增加了自动萃取方式；
- 增加了线性校正方法。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位：广东省环境监测中心。

本标准验证单位：广州市环境监测中心站、清远市环境监测站、肇庆市环境监测站、湖南省环境监测中心站、广东省水文水资源监测中心和济南市环境监测中心站。

本标准环境保护部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法

警告：四氯乙烯具有刺激性和挥发性，所有操作应在通风橱内进行。

1 适用范围

本标准规定了测定水中石油类和动植物油类的红外分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、工业废水和生活污水中的石油类和动植物油类的测定。

当取样体积为 1000 ml，萃取液体积为 50 ml，使用 4 cm 比色皿时，检出限为 0.03 mg/L，测定下限为 0.12 mg/L；当取样体积为 500 ml，萃取液体积为 50 ml，使用 4 cm 比色皿时，检出限为 0.06 mg/L，测定下限为 0.24 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款，凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

油类 oils

指在本标准规定的条件下，能够被四氯乙烯萃取且在波数为 2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 和 3030 cm^{-1} 处有特征吸收的物质，主要包括石油类和动植物油类。

3.2

石油类 petroleum oils

指在本标准规定的条件下，能够被四氯乙烯萃取且不被硅酸镁吸附的物质。

3.3

动植物油类 animal and vegetable oils

指在本标准规定的条件下，能够被四氯乙烯萃取且被硅酸镁吸附的物质。

4 方法原理

在酸性条件下，用四氯乙烯萃取水中的油类物质，测定油类，然后将萃取液用硅酸镁吸附，去除动植物油类等极性物质后，测定石油类。油类和石油类的含量均由波数分别为 2930 cm^{-1} (CH_2 基团中 C—H 键的伸缩振动)、2960 cm^{-1} (CH_3 基团中 C—H 键的伸缩振动)

和 3030 cm^{-1} (芳香环中 C—H 键的伸缩振动) 处的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 和 A_{3030} , 根据校正系数或标准曲线进行计算, 动植物油类的含量为油类与石油类含量之差。

5 试剂和材料

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准分析纯化学试剂, 实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 盐酸 (HCl): $\rho=1.19\text{ g/ml}$, 优级纯。

5.2 盐酸溶液: 1+1, 用盐酸 (5.1) 配制。

5.3 四氯乙烯 (C_2Cl_4): 以空气为背景, 使用 4 cm 比色皿测定, 在 $2800\text{ cm}^{-1}\sim 3100\text{ cm}^{-1}$ 之间扫描, 2930 cm^{-1} 、 2960 cm^{-1} 、 3030 cm^{-1} 处吸光度应分别不超过 0.40、0.13、0.07。

5.4 正十六烷 ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$): 色谱纯。

5.5 异辛烷 (C_8H_{18}): 色谱纯。

5.6 苯 (C_6H_6): 色谱纯。

5.7 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)。

在约 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 下加热 4 h, 稍冷后装入磨口玻璃瓶中, 置于干燥器内贮存。

5.8 硅酸镁 (MgSiO_3): $150\text{ }\mu\text{m}\sim 250\text{ }\mu\text{m}$ (100 目 \sim 60 目)。

取硅酸镁于瓷蒸发皿中, 置于马弗炉内约 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 加热 4 h, 稍冷后移入干燥器中冷却至室温, 于磨口玻璃瓶内保存。使用时, 称取适量的硅酸镁于磨口玻璃瓶中, 根据硅酸镁的重量, 按 6% (m/m) 比例加入适量的蒸馏水, 密塞并充分振荡数分钟, 放置约 12 h 后使用。

5.9 硅酸铝过滤棉: 厚度 1 mm, 厚度 2 mm, 耐温 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 。

将硅酸铝过滤棉平铺于铝箔纸上, 放入马弗炉于约 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 加热 4 h, 稍冷后取出, 用铝箔纸密封后放干燥器中保存, 待用。

5.10 正十六烷标准贮备液: $\rho\approx 10000\text{ mg/L}$

称取 1.0 g (准确至 0.1 mg) 正十六烷 (5.4) 于 100 ml 容量瓶中, 用四氯乙烯 (5.3) 定容, 摇匀。4 $^\circ\text{C}$ 冷藏、避光可保存 1 年。或购买市售有证标准物质。

5.11 正十六烷标准使用液: $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

将正十六烷标准贮备液 (5.10) 用四氯乙烯 (5.3) 稀释定容于 100 ml 容量瓶中。临用现配。

5.12 异辛烷标准贮备液: $\rho\approx 10000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g (准确至 0.1 mg) 异辛烷 (5.5) 于 100 ml 容量瓶中, 用四氯乙烯 (5.3) 定容, 摇匀。4 $^\circ\text{C}$ 冷藏、避光可保存 1 年。或购买市售有证标准物质。

5.13 异辛烷标准使用液: $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

将异辛烷标准贮备液 (5.12) 用四氯乙烯 (5.3) 稀释定容于 100 ml 容量瓶中。临用现配。

5.14 苯标准贮备液: $\rho\approx 10000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g (准确至 0.1 mg) 苯 (5.6) 于 100 ml 容量瓶中, 用四氯乙烯 (5.3) 定容, 摇匀。4 $^\circ\text{C}$ 冷藏、避光可保存 1 年。或购买市售有证标准物质。

5.15 苯标准使用液: $\rho=1000\text{ mg/L}$ 。

将苯标准贮备液（5.14）用四氯乙烯（5.3）稀释定容于 100 ml 容量瓶中。临用现配。

5.16 石油类标准贮备液： $\rho \approx 10000 \text{ mg/L}$ 。

使用正十六烷（5.4）、异辛烷（5.5）和苯（5.6），按 65:25:10（V/V）的比例配制混合烃标准物质，称取 1.0 g（准确至 0.1 mg）混合烃标准物质于 100 ml 容量瓶中，用四氯乙烯（5.3）定容，摇匀。4℃冷藏、避光可保存 1 年。或购买市售有证标准物质。

5.17 石油类标准使用液： $\rho = 1000 \text{ mg/L}$ 。

将石油类标准贮备液（5.16）用四氯乙烯（5.3）稀释定容于 100 ml 容量瓶中。临用现配。

5.18 吸附柱：内径 10 mm，长约 200 mm 的玻璃柱。

出口处填塞少量用四氯乙烯（5.3）浸泡并晾干后的玻璃棉，将硅酸镁（5.8）缓缓倒入玻璃柱中，边倒边轻轻敲打，填充高度约为 80 mm。

6 仪器和设备

6.1 红外分光光度计：能在 3400 cm^{-1} 至 2400 cm^{-1} 之间进行扫描，并配有 1 cm 和 4 cm 带盖石英比色皿。

6.2 振荡器：振荡频率可在 150~250 次/min 范围内可调。

6.3 采样瓶：500 ml、1000 ml 广口玻璃瓶；或 500 ml、1000 ml，带刻度广口玻璃瓶。

6.4 六孔漏斗：玻璃材质，40 ml。

6.5 三角瓶：50 ml，具塞磨口。

6.6 比色管：25 ml、50 ml，具塞磨口。

6.7 分液漏斗：1000 ml、2000 ml，具聚四氟乙烯旋塞。

6.8 量筒：1000 ml、2000 ml。

6.9 玻璃砂芯漏斗：40 ml，G-1 型。

6.10 一般实验室常用器皿和设备。

7 样品

7.1 样品的采集

参照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行样品的采集。采集好样品后，加入盐酸溶液（5.2）酸化至 $\text{pH} \leq 2$ 。

7.2 样品的保存

如样品不能在 24 h 内测定，应在 2℃~5℃冷藏保存，3 d 内测定。

7.3 全程序空白

按照样品采集（7.1）与样品保存（7.2）方法，用实验室用水代替实际水样配制全程序空白样品，以实际样品同时送入实验室。

7.4 试样的制备

7.4.1 萃取

7.4.1.1 手动萃取

根据样品量,将样品转移至 1000 ml 或 2000 ml 分液漏斗中,量取 50 ml 的四氯乙烯(5.3)洗涤样品瓶后,全部转移至分液漏斗中,充分振荡 2 min,并经常开启旋塞排气,静置分层,用镊子取 1 mm 硅酸铝过滤棉(5.9)置于六孔漏斗(6.4)中压平,取适量的无水硫酸钠(5.7)平铺于上面,打开分液漏斗旋塞,将下层有机相萃取液经装有无水硫酸钠的六孔漏斗至 50 ml 比色管中,用适量四氯乙烯(5.3)润洗六孔漏斗,润洗液合并至萃取液中,用四氯乙烯(5.3)定容至刻度。

7.4.1.2 自动萃取

利用样品瓶中的刻度,读取和记录样品体积,量取50 ml四氯乙烯(5.3)加入样品瓶中;使用鼓气的方式使四氯乙烯与样品充分混合萃取2 min,用镊子取1 mm硅酸铝过滤棉(5.8)置于六孔漏斗(6.4)中压平,取适量的无水硫酸钠(5.6)平铺于上面,将下层有机相萃取液经无水硫酸钠流至50 ml比色管中,用适量四氯乙烯(5.3)润洗六孔漏斗,润洗液合并至萃取液中,最后用四氯乙烯(5.3)定容至刻度。

注1: 其它自动萃取方式,需经与手动萃取方法比对,确认无显著差异后亦可使用。

注2: 经10%盐酸浸泡24 h,在约400°C加热2 h的砂芯漏斗(6.9)与内置硅酸铝过滤棉的六孔漏斗效果等同。

7.4.2 吸附

7.4.2.1 将萃取液分为两份,一份直接用于测定油类;另一份倒入装有3 g硅酸镁(5.8)的50 ml三角瓶(6.5)中,置于振荡器上,以150次/min ~220次/min的频率,连续振荡20 min,静置,将2 mm硅酸铝过滤棉(5.9)置于六孔漏斗(6.4)中,萃取液倒入六孔漏斗过滤至25 ml比色管中,用于测定石油类。

7.4.2.2 也可采用吸附柱法,即取适量的萃取液过硅酸镁吸附柱(5.18),弃去前5 ml滤出液,余下部分接入25 ml比色管中,用于测定石油类。

注: 所有使用完的器皿置于通风橱内挥发完后清洗,过滤棉挥发干净后可作一般垃圾处理。

7.5 空白试样的制备

以实验室用水代替样品,按照试样的制备步骤(7.4)制备空白试样。

8 分析步骤

8.1 校准选择

根据仪器校准方式选择相应的校正方法。

8.1.1 校正系数法

分别量取2.00 ml正十六烷标准使用液(5.11)、2.00 ml异辛烷标准使用液(5.13)和10.00 ml苯标准使用液(5.15)于3个100 ml容量瓶中,用四氯乙烯定容至标线,摇匀。正十六烷、异辛烷和苯标准溶液的浓度分别为20.0 mg/L、20.0 mg/L和100 mg/L。

用4 cm比色皿,四氯乙烯为参比,分别测量正十六烷、异辛烷和苯标准溶液在2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 、3030 cm^{-1} 处的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 、 A_{3030} 。正十六烷、异辛烷和苯标准溶液在上述波数处的吸光度均符合公式(1),由此得出的联立方程式经求解后,可分别得到相应的校正系数 X 、 Y 、 Z 和 F 。

$$\rho = X \cdot A_{2930} + Y \cdot A_{2960} + Z \cdot \left(A_{3030} - \frac{A_{2930}}{F} \right) \quad (1)$$

式中： ρ ——四氯乙烯中油类的含量，mg/L；

A_{2930} 、 A_{2960} 、 A_{3030} ——各对应波数下测得的吸光度；

X 、 Y 、 Z ——与各种C-H键吸光度相对应的系数；

F ——脂肪烃对芳香烃影响的校正因子，即正十六烷在 2930 cm^{-1} 与 3030 cm^{-1} 处的吸光度之比。

对于正十六烷和异辛烷，由于其芳香烃含量为零，即 $A_{3030} - \frac{A_{2930}}{F} = 0$ ，则有：

$$F = A_{2930}(H)/A_{3030}(H) \quad (2)$$

$$\rho(H) = X \cdot A_{2930}(H) + Y \cdot A_{2960}(H) \quad (3)$$

$$\rho(I) = X \cdot A_{2930}(I) + Y \cdot A_{2960}(I) \quad (4)$$

由公式(2)可得 F 值，由公式(3)和(4)可得 X 和 Y 值。对于苯，则有：

$$\rho(B) = X \cdot A_{2930}(B) + Y \cdot A_{2960}(B) + Z \cdot \left(A_{3030}(B) - \frac{A_{2930}(B)}{F} \right) \quad (5)$$

由公式(5)可得 Z 值。

式中： $\rho(H)$ ——正十六烷标准溶液的浓度，mg/L；

$\rho(I)$ ——异辛烷标准溶液的浓度，mg/L；

$\rho(B)$ ——苯标准溶液的浓度，mg/L；

$A_{2930}(H)$ 、 $A_{2960}(H)$ 、 $A_{3030}(H)$ ——各对应波数下测得正十六烷标准溶液的吸光度；

$A_{2930}(I)$ 、 $A_{2960}(I)$ 、 $A_{3030}(I)$ ——各对应波数下测得异辛烷标准溶液的吸光度；

$A_{2930}(B)$ 、 $A_{2960}(B)$ 、 $A_{3030}(B)$ ——各对应波数下测得苯标准溶液的吸光度。

8.1.2 标准曲线校正法

8.1.2.1 标准曲线的配制

取一定量石油类标准使用液(5.17)，用四氯乙烯逐级稀释定容至100 ml，制备6个浓度点的标准系列。高浓度标准曲线浓度分别为2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L；低浓度标准曲线浓度分别为0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、8.00 mg/L、10.0 mg/L。

注：标准系列浓度点可根据实际样品的浓度作适当调整。

8.1.2.2 标准曲线的绘制

用4 cm比色皿，四氯乙烯(5.3)做参比溶液，分别测定各系列浓度在 2930 cm^{-1} 、 2960 cm^{-1} 、 3030 cm^{-1} 处的吸光度 A_{2930} 、 A_{2960} 、 A_{3030} ，以校正系数计算的结果为纵坐标，标准系列浓度为横坐标，绘制标准曲线。

8.2 试样的测定

8.2.1 油类浓度的测定

将萃取液(7.4.1)转移至4 cm石英比色皿中,以四氯乙烯作参比,于2930 cm⁻¹、2960 cm⁻¹、3030 cm⁻¹处测量其吸光度A₂₉₃₀、A₂₉₆₀、A₃₀₃₀。

8.2.2 石油类浓度的测定

将经硅酸镁吸附后的萃取液(7.4.2)转移至4 cm石英比色皿中,以四氯乙烯作参比溶液,于2930 cm⁻¹、2960 cm⁻¹、3030 cm⁻¹处测量其吸光度A₂₉₃₀、A₂₉₆₀、A₃₀₃₀。

8.3 空白试验测定

将空白试样(7.5)转移至4 cm石英比色皿中,按与试样测定(8.2)相同的步骤,进行空白试样的测定。

9 结果计算与表示

9.1 计算

使用校正系数法校准,样品中油类或石油类浓度按公式(6)计算:

$$\rho = [X \cdot A_{2930} + Y \cdot A_{2960} + Z \cdot (A_{3030} - \frac{A_{2930}}{F})] \cdot \frac{V_0 \cdot D}{V_W} \quad (6)$$

式中: ρ ——样品中油类或石油类的浓度, mg/L;

X 、 Y 、 Z 、 F ——校正系数;

A_{2930} 、 A_{2960} 、 A_{3030} ——各对应波数下测得的吸光度;

V_0 ——萃取溶剂的体积, ml;

V_W ——样品体积, ml;

D ——萃取液稀释倍数。

使用标准曲线法校准,样品中油类或石油类浓度按公式(7)计算:

$$\rho = \frac{(X \cdot A_{2930} + Y \cdot A_{2960} + Z \cdot (A_{3030} - \frac{A_{2930}}{F}) - a)}{b} \cdot \frac{V_0 \cdot D}{V_W} \quad (7)$$

式中: a ——标准曲线的截距;

b ——标准曲线的斜率。

样品中动植物油类公式(8)计算:

$$\rho(\text{动植物油类}) = \rho(\text{油类}) - \rho(\text{石油类}) \quad (8)$$

9.2 结果表示

当测定结果小于10 mg/L时,保留小数点后两位;当测定结果大于或等于10 mg/L时,保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六家实验室分别对样品量为500 ml,石油类加标浓度为0.20 mg/L、1.00 mg/L、4.00 mg/L的空白加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为:2.4%~13.0%,

0.8%~4.7%和 0.8%~3.6%；实验室间相对标准偏差分别为：20.0%、9.7%和 5.9%；重复性限 r 分别为：0.05 mg/L、0.08 mg/L 和 0.26 mg/L；再现性限 R 分别为：0.13 mg/L、0.26 mg/L 和 0.65 mg/L。

六家实验室分别对样品量为 1000 ml，石油类加标浓度为 0.10 mg/L、0.50 mg/L、2.00 mg/L 的空白加标样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为：4.5%~9.3%，2.1%~10.2%和 0.4%~4.6%；实验室间相对标准偏差分别为：20.4%、7.6%和 6.2%；重复性限 r 分别为：0.02 mg/L、0.08 mg/L 和 0.13 mg/L；再现性限 R 分别为：0.07 mg/L、0.12 mg/L 和 0.34 mg/L。

六家实验室分别对石油类浓度为 0.23 mg/L、0.94mg/L、1.84 mg/L 的地表水、化工废水以及生活废水三种不同类型的样品进行 6 次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为：4.2%~13.3%，1.1%~4.7%和 1.0%~5.2%；实验室间相对标准偏差分别为：19.2%、6.2%和 9.1%，重复性限 r 分别为：0.04 mg/L、0.09 mg/L 和 0.17 mg/L；再现性限 R 分别为：0.13 mg/L、0.18 mg/L 和 0.50 mg/L。

10.2 准确度

六家实验室分别对样品量为 500 ml，石油类加标浓度为 0.20 mg/L、1.00 mg/L、4.00 mg/L 的空白加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率范围分别为：75%~138%，78%~104%，81%~95%；加标回收率最终值分别为：(111%±43.6%)，(94%±18.4%)，(91%±10.8%)。

六家实验室分别对样品量为 1000 ml，石油类加标浓度为 0.10 mg/L、0.50 mg/L、2.00 mg/L 的空白加标样品进行了 6 次重复测定。加标回收率范围分别为：80%~140%，82%~102%，83%~99%；加标回收率最终值分别为：(112%±45.8%)，(94%±14.2%)，(92%±11.6%)。

六家实验室分别对地表水、化工废水以及生活废水三种不同类型的实际水样进行石油类加标回收率测定，加标量分别为 0.25 mg、0.50 mg、1.00 mg，重复测定 6 次。加标回收率范围分别为：56%~100%，84%~98%，81%~100%；加标回收率最终值分别是：(85%±30.6%)、(92%±10.6%) 和 (91%±14.6%)。

11 质量保证和质量控制

11.1 四氯乙烯品质检验

四氯乙烯须避光保存。使用前须按照 5.3 进行四氯乙烯品质检验和判定，确认符合要求后方可使用。

11.2 空白试验

每分析一批 (≤20 个) 样品至少做一个实验室空白试验，空白试验结果应低于检出限。否则应查明原因，重新进行空白试验分析合格后才能测定样品。

11.3 校准检验

11.3.1 校正系数的检验

使用校正系数法校准，每批样品均应进行校正系数的检验，使用时根据所需浓度，取适量石油类标准使用液(5.17)，以四氯乙烯为溶剂配制适当浓度范围(如 2.00 mg/L、5.00 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L) 的石油类标准溶液，与试样测定(8.2) 相同的步骤进行

测定，按照公式（1）计算石油类标准溶液的浓度。如果测定值与标准值的相对误差在±10%以内，则校正系数可采用，否则重新测定校正系数并检验，直至符合条件为止。

11.3.2 标准曲线的检验

使用标准曲线校正法校准，每批样品均应绘制校准曲线，校准曲线的相关系数应大于0.999，否则应查找原因重新绘制校准曲线。每20个样品应测定一个标准曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应≤5%，否则应重新绘制标准曲线。

12 废物处理

四氯乙烯废液应存放于密闭容器中，按危险废物管理规定处理。

13 注意事项

13.1 同一批样品测定所使用的四氯乙烯应来自同一瓶，如样品数量多，可将多瓶四氯乙烯混合均匀后使用。

13.2 每批样品测定必须用同一瓶萃取用的四氯乙烯扣除空白。

附录 A

(资料性附录)

四氯乙烯提纯工艺与保存方法

A.1 提纯工艺

四氯乙烯的精制和提纯工艺路线为：第一步精馏；第二步脱水；第三步过滤。

A.1.1 精馏

采用精馏设备进行精馏。

精馏条件为精馏塔塔板数约为 50 块，弹簧玻璃填料，电加热套加热功率 70%，金属镀膜加热功率 50%，回流比为 4:1，塔顶温度 122℃。

合格指标：经精馏的四氯乙烯在 GC-MS 上检测不出三氯乙酸、三氯乙酰氯、三氯乙烯、1,1,2,2-四氯乙烷、1,1,1,2-四氯乙烷等在波数 3030 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 、2930 cm^{-1} 处有红外吸收的杂质。

A.1.2 脱水

向精馏后的四氯乙烯中加入适量的脱水剂（例如，500 ml 四氯乙烯加约 200 g 经 120℃ 加热后的变色硅胶或者 4A 分子筛），在氮气下，加热回流 1 h，使脱水剂与四氯乙烯中含有的微量水分充分反应，回流温度 122℃。然后蒸馏收集脱水后的四氯乙烯，得到合格产品。

合格指标：经卡尔费休法测定，试剂含水量 $\leq 0.005\%$ ；经钴铂比色法测定，试剂色度 ≤ 5 ；经红外分光光度计测定，以空气为背景，使用 4 cm 比色皿测定，在 2800 cm^{-1} ~3100 cm^{-1} 之间扫描，3030 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 、2930 cm^{-1} 处吸光度应分别不超过 0.07、0.13、0.40。

A.1.3 过滤

经脱水后，有少量的黑色微粒颗粒物被带入四氯乙烯产品中，沉淀于试剂瓶底部，影响试剂的使用。选择经 550℃ 煅烧的硅酸铝过滤棉作为过滤材质，对脱水后的四氯乙烯进行过滤。

A.2 保存方法

提纯后的四氯乙烯应封装于棕色玻璃瓶，盖子为聚四氟乙烯材质，避光保存。