

水利电力部技术改进局編

水汽試驗方法試行規程

水利电力出版社

目

水全分析的步驟.....	5
水分析用的儀器和試劑.....	6
水—01—56	
全固形物之測定重量法.....	6
水—02—56	
懸浮物之測定重量法.....	8
水—03—56	
溶解固形物和灼燒減量之測定重量法.....	9
水—04—56	
二氧化矽的測定重量法.....	11
水—05—56	
鐵鋁氧化物重量法.....	12
水—06—56	
鈣之測定容量法.....	14
水—07—56	
鎂之測定 甲、容量法(18) 乙、比色法.....	20
水—08—56	
氯離子之測定 甲、硝酸銀容量法(23) 乙、二苯卡貝沙法.....	26
水—09—56	
硫酸根之測定 甲、容量法(H ⁺ 離子交換)(29) 乙、重量法(32)	
丙、鉻酸銀法.....	34
水—10—56	
磷酸根之測定 甲、比色法(36) 乙、捷尼斯改良法.....	36
水—11—56	
鹼度之測定 甲、一般法(44) 乙、濃縮法.....	50
水—12—56	
硬度之測定 甲、油酸鉀法測小硬度(51) 乙、蘇打試劑法(54)	

丙、特利隆 B 法(复盐法)(56) 丁、用钙、

镁計算法..... 61

水—13—56

溶解氧之測定 甲、比色法(62) 乙、兩瓶法..... 71

水—14—56

游离二氧化碳之測定容量法..... 75

水—15—56

pH 值之測定比色法或电位計..... 78

水—16—56

耗氧量之測定高錳酸鉀法..... 80

水—17—56

硅酸根之測定 甲、比色法(83) 乙、溶劑抽出比色法..... 86

水—18—56

硫化氫之測定比色法..... 88

水—19—56

氮之測定比色法(碘化汞)..... 91

水—20—56

亚硫酸根之測定碘滴定法..... 93

水—21—56

活性氯之測定比色法..... 95

水—22—56

偏磷酸根之測定比色法(捷尼斯改良法)..... 97

水—23—56

硝酸根之測定苯酚磺酸法..... 98

水—24—56

炉水中硝酸盐之快速測定..... 102

水—25—56

亚硝酸根之測定比色法..... 105

水—26—56

矿物残渣計算法..... 106

水—27—56

硫酸盐殘渣之測定 甲、适用于一般的水(108)	
乙、适用于蒸汽凝結水	111
水—28—56	
油之測定溶劑抽出法	116
水—29—56	
銅之測定比色法(二乙基二硫氨基甲酸鈉法)	118
水—30—56	
鋁之測定比色法(鋁試劑)	120
水—31—56	
鉄之測定比色法(硫氰化法)	122
水—32—56	
安定度之測定快速法	124
水—33—56	
含盐量之測定 甲、經H ⁺ 阳离子交換的蒸汽凝結水导电度之測定(126)	
乙、阳离子及阴离子濃縮測定法(128)	
丙、濃縮器法測蒸汽含盐量	139
附录1. 水垢的分析	143
01. 灼燒減量之測定	144
02. 水垢的溶解	145
03. 硅酸之測定	147
04. 磷酸之測定	150
05. 硫酸盐之測定	152
06. 鉄之測定	152
07. 鉄鋁氧化物	154
08. 鈣之測定	156
09. 鎂之測定	156
010. 銅之測定	157
011. 碳酸盐測定	159
甲、重量法	159
乙、容量法	163

012. 水分之測定.....	165
013. 油之測定.....	166
附录 2. 盐类附着物分析法.....	167
附录 3. 实验室用的离子交换器.....	170
附录 4. 滴定用的溶液.....	178
附录 5. 无砷水蒸馏器的尺寸.....	199
参考用表.....	200
附表 1. 将分析结果换算为毫克当量的乘数.....	200
附表 2. 常用的分子量、离子量当量及其对数.....	201
附表 3. 几种元素的原子量.....	203
附表 4. 几种物质和离子的当量.....	204
附表 5. 分析换算乘数.....	205
附表 6. 不同的无机物质在水中的溶解度.....	206
附表 7. 与1°德国度相当的几种物质的含量.....	212
附表 8. 各种温度时水的比重.....	213
附表 9. 不同物质(在18°C)水溶液的比重.....	214
附表10. 钾碱溶液的比重.....	216
附表11. 火碱溶液的比重.....	216
附表12. 石灰乳的比重.....	217
附表13. 56°酒精的配制.....	217
附表14. 不同沉淀物的灼烧温度和时间.....	217
附表15. 含钠量计算表.....	219
附表16. 强酸的比重(插页)	
附表17. 15°C时氨水的比重(插页)	
附表18. 0.1N溶液的毫升数与度数的关系对照表(插页)	
附表19. 15°C时醋酸的比重(插页)	
附表20. 在不同压力下蒸馏水中氧的溶解度(插页)	
附表21. 天然水和碱性软化水中氧的溶解度(插页)	

水汽全分析及控制试验方法一览表(插页)

水全分析的步驟

一、觀察并記錄水樣的顏色、透明度及沉淀物的情况(量的多少及其特征等)。

二、启开水样并且注意瓶的质量及其封闭的情形，辨别水样的气味，然后分析。

三、如果要求测定水中之溶解气体时（如溶解氧或二氧化碳时），需另有专用的水样。

四、如果水样的量足够时，将所有水样分为两部分，一部分用来测定悬浮物，一部分用作其他分析。将水样摇匀后，迅速用100，250或500毫升容量瓶取样做悬浮物（其量根据水样中悬浮物含量多寡而定）。但如水样的量不充足时，可整个拿来测定悬浮物。初滤出的水样用以洗涤接受器而后弃去，然后滤过的水样立即进行如下的分析：

1. 根据水中溶解物的多少而取样100~1,000毫升，立即进行蒸发残渣试验。

2. 按分析水样目的之不同，测定硬度、碱度、耗氧量、硝酸根、氨、硅酸或铁等项目。

3. 取样测定钙及镁：在进行分析时，有许多试验是可以同时进行的，另一方面，有许多所需时间比较长的操作，如镁、蒸发残渣与硫酸盐残渣应先进行。

水分析用的仪器和试剂

一、进行试验的全部仪器都应经过仔细洗涤，然后用蒸馏水淋洗3~4次。

二、进行试验的全部试剂应使用化学纯的试剂；配制标准溶液的试剂应使用经过精制的或最纯的试剂。

水	全固形物之测定
01—56	重量法

一、概述：

水中的全固形物包括溶解固形物和悬浮物，其含量可以用蒸发的方法测定，它的量通常以每公升水中所含的毫克数表示。

二、仪器：

白金蒸发皿(或瓷蒸发皿)；

容量瓶——100、250、500或1,000毫升。

三、试验方法：

量取一定量、充分摇匀的水样注入已知重量的蒸发皿中，在蒸发皿上放置一玻璃三角架，在三角架上盖上表面皿，置于水浴上蒸干，然后于110~120°C烘箱内干燥1小时，取出，放入干燥器内，待冷却后称量。

将蒸发皿放入110~120°C烘箱内继续烘干半小时，冷却后再称其重量，如此反复操作，直至恒重。

四、计算：

全固形物含量按下式計算：

$$\text{全固形物} = \frac{1000}{V} (B - A) \text{ 毫克/公升}$$

式中 V ——水样毫升数；

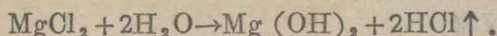
A ——蒸发皿重量，毫克；

B ——全固形物与蒸发皿的总重量，毫克。

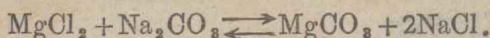
五、注意事項：

1. 称量时瓷皿或白金皿須冷至室温，否則重量不易准确。

2. 如水中含大量氯化鎂时(如海水)，在蒸发过程中将由它的水解作用产生氯化氢，影响結果，其反应为：



因此可于蒸发前加入一定量的固体化学純碳酸鈉，使氯化鎂变成稳定的碳酸鎂：



有时即使完全烘干了，但在称量过程中由于它們有强烈的吸水性，会吸收空气中的水分，亦不能得到滿意的結果。故在蒸发以前应加入一定量的碳酸鈉，使生成非潮解性和不含結晶水的碳酸鈣、碳酸鎂、碳酸鈉等，这样易于得到正确的結果。

3. 实际上，上述的測定結果不能完全代表水中实际的全固形物。因为在 $110 \sim 120^\circ\text{C}$ 的情况下，許多具有吸湿性的物质所含的水分和結晶水不能完全去掉。而另外部分的有机物則在 $110 \sim 120^\circ\text{C}$ 下就开始氧化。其結果开始时重量增加，以后它的重量又减少(炉水做全固形物时的中和問題)。

4. 采取水样的数量应使其全固形物在 $5 \sim 100$ 毫克之間，以保証有足够的代表性和正确性。

5. 炉水和含有砷金属、氢氧化物和碳酸盐的水作全固形物时,需进行中和,其方法为在水样中加入 0.1H 盐酸溶液, 其所需毫升数要比测定碱度时所需的酸量多加 1~2 毫升, 然后按上法进行测定。

水	悬浮物之测定
02—56	重量法

一、概述:

悬浮物的含量表示水被不溶解杂质所沾污的程度, 它的数量通常以每公升水中所含之毫克数表示。

二、仪器:

1. 称量瓶——直径 50 毫米;

2. 漏斗。

三、试验方法:

取两张致密的定量滤纸, 折迭后放入称量瓶中, 置于 105~110°C 烘箱中, 干燥 2~3 小时后称至恒重。而后在称量瓶中滴入数滴蒸馏水, 将滤纸润湿移置漏斗中, 适量混合均匀的水样, 通过此双层滤纸过滤, 最初的滤液返回过滤一次。

过滤完了后, 用冷蒸馏水洗滌滤纸 3~5 次, 将带有悬浮物的滤纸, 放入原来的称量瓶中, 在 105~110°C 的烘箱中干燥至恒重。带有悬浮物的滤纸的干燥时间, 因悬浮物量的多少而不同, 约需要 3~5 小时。

四、计算:

1. 悬浮物的含量按下式计算:

$$B = \frac{1000}{V}(a-b) \text{ 毫克/公升,}$$

式中 B ——悬浮物含量，毫克/公升；

V ——水样毫升数；

a ——滤纸、悬浮物和称量瓶总重量，毫克；

b ——洁净滤纸和称量瓶的总重量，毫克。

2. 悬浮物含量也可通过全固形物和溶解固形物的分析结果差求得。

$$B = \text{全固形物} - \text{溶解固形物}.$$

五、注意事项：

1. 滤纸的吸湿性很强，故移出烘箱后应立即放于干燥器中，以防吸收水分。

2. 水样经过滤后应完全透明，否则应重新过滤。

3. 滤纸从称量瓶中取出移至漏斗中，务须小心，以防破损。

水	溶解固形物和灼烧减量之测定
03—56	重量法

一、概述：

能溶解于水中，并在 $110 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重时不挥发的固体物质称为溶解固形物。

溶解固形物内有許多物质是吸水性的，即使在 $110 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 干燥期间，亦不能将水分或结晶水完全逸出。另外，有些有机物在此温度时开始氧化，所以测定的结果与水中实际所含的溶解性杂质稍有出入。

还有在特殊的情况下，溶解固形物中会含有不易干燥的物质：如炉水的溶解固体中包括了硫酸钠、氢氧化钠、磷酸钠等，又如海水中有吸湿性的氯化镁，在蒸发过程中由于氯

化鎂的水解而放出的氯化氫大部分逸去。

灼燒減量是將溶解固形物在 800 °C，灼燒至殘渣顏色變白時，即有機物灼燒完后所損失的重量。

灼燒減量不僅包括水中含有的有機物，而且在灼燒時尚有微量的水分揮發。此外，還有部分氯化物的揮發，硫酸鹽的還原及部分碳酸鹽的分解等，所以灼燒殘渣亦不能代表陽離子與陰離子的總和。

二、儀器：

白金蒸发皿(或瓷蒸发皿)。

三、試驗方法：

1. 溶解固形物：將一定量的濾過水樣注于已灼燒稱量的白金蒸发皿或瓷蒸发皿中，放在水浴上蒸干，于 110~120 °C 的烘箱內干燥至恆重。

2. 灼燒減量：將以上測定溶解固形物后的蒸发皿在 700~800 °C 時灼燒。在開始灼燒的一分鐘內蒸发皿中的殘渣常因有機物碳化而發黑，以後碳即燒去，約等數分鐘，當顏色變白時，即取出冷卻稱量。

四、計算：

溶解固形物和灼燒減量可用下列公式算出：

$$\text{溶解固形物} = \frac{1000}{V}(B-A) \text{ 毫克/公升}$$

$$\text{灼燒減量} = \frac{1000(B-B_1)}{V} \text{ 毫克/公升,}$$

式中 V ——水樣，毫升；

A ——蒸发皿重量，毫克；

B ——溶解固形物與蒸发皿的總量，毫克；

B_1 ——灼燒后殘渣與蒸发皿的總量，毫克。

五、注意事項：

1. 炉水的溶解固形物中常含有碳酸鈉、磷酸鈉等，其吸湿性很大，应迅速称量。

2. 当进行灼烧减量的测定时，应随时注意，待残渣由黑变白后，应立即取出。

3. 采取水样的数量应使其溶解固形物在 50~100 毫克之間，以保证有足够的代表性及正确性。

水	二氧化硅的測定 重 量 法
04—56	

一、概述：

用重量法測定二氧化硅，可以測得水中溶解的及胶状的硅酸盐量。其所依据的原理为用盐酸将水中的硅酸盐轉变成带水的胶状二氧化硅($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)，然后将此胶状二氧化硅于 110°C 的温度下脱水，使轉变成不溶性的二氧化硅。

二、仪器：

1. 燒杯；

2. 漏斗。

三、試剂：

1. 濃盐酸比重 1.19；

2. 5 % 硝酸銀溶液；

3. 1:100 盐酸溶液(体积比)。

四、試驗方法：

于測定蒸发残渣或灼烧减量后的蒸发皿中加入濃盐酸(比重 1.19) 5~10 毫升，使蒸发皿內之沉淀物尽量溶解。然后在水浴上蒸发至干，置残渣于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 之烘箱內烘一

小时，再用濃盐酸潤湿之，然后加約 5 倍于盐酸的蒸餾水煮沸 5 分鐘，用无灰滤紙过滤沉淀物，先用稀盐酸 (1:100) 洗滌两次，然后用热蒸餾水洗至不含氯离子 (用 5 % 硝酸銀試驗至不生白色沉淀时为止)。将帶有沉淀物的滤紙置于已知重量之坩堝中，干燥，灰化后将滤紙置于 800°C 以上之高温炉中灼燒，取出，冷却，称量至恆重。

五、計算：

$$\text{SiO}_2 = \frac{(w - A) \times 1000}{V} \text{ 毫克/公升,}$$

式中 w ——灼燒后沉淀物与坩堝之重量，毫克；

A ——空坩堝之重量，毫克；

V ——所取水样之毫升数。

六、注意事項：

1. 当水样中硅酸盐含量較多时，須进行二次或二次以上的脫水。

2. 每次加酸时，在蒸发皿上要盖表面皿，以防殘渣濺失。

3. 烘箱温度不可过高或过低，当过高时碱金属与脫水硅酸重行化合，过低时胶状二氧化硅不易脫水。

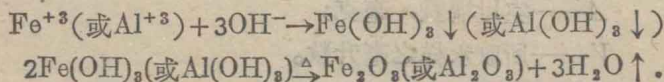
4. 滤紙灼燒之前必須先經過碳化，但勿使着火，然后置于高温电炉內灼燒。

5. 灼燒至“恆重”表示灼燒，冷却及称量之手續須反复进行至最后两次称量的重量差不大于 0.0004 克。

水	鉄鋁氧化物
05—56	重量法

一、概述：

鉄鋁之重量測定法是基于高价鉄盐和鋁盐在弱碱性溶液中生成溶解度很小的鉄鋁氢氧化合物沉淀，然后再灼燒成鉄鋁氧化物，其反应如下：



二、仪器：

1. 燒杯——250毫升；
2. 漏斗；
3. 坩堝。

三、試剂：

1. 濃硝酸——比重1.42；
2. 10%氯化銨溶液；
3. 0.1%甲基橙溶液；
4. 1%硝酸銨溶液；
5. 濃氢氧化銨——比重0.90；
6. 5%硝酸根溶液。

四、試驗方法：

于分离二氧化硅后的滤液中，加数滴濃硝酸，使二价鉄氧化成三价鉄。加热煮沸驅除氮的氧化物，趁热加10%氯化銨溶液10毫升及2滴甲基橙溶液，然后加氢氧化銨，使呈微碱性(甲基橙变黄)，繼續加热，使鉄鋁之氢氧化物凝聚，并加热至氨味消失为止。以无灰滤紙过滤沉淀物，以1%热硝酸銨溶液洗滌至不含氯离子(用5% AgNO_3 来試驗)。

将帶沉淀物的滤紙移于已知重量之坩堝內烘干碳化，在高温炉內灰化滤紙，然后，在850~900℃的情况下灼燒30分鐘，取出，冷却后称量之。

五、計算：

$$R_2O_3 = \frac{(w-A) \times 1000}{V} \text{ 毫克/公升,}$$

w ——灼燒后沉淀物与坩埚之重量, 毫克;

A ——空坩埚重, 毫克;

V ——所取水样之毫升数。

六、注意事項:

1. $Al(OH)_3$ 及 $Fe(OH)_3$ 皆系胶状沉淀, 能吸附和夹带杂质, 如 SO_4^{2-} 能被共沉淀成 $Fe(OH)SO_4$, 故鉄鋁含量甚多时, 最好沉淀两次(沉淀洗净后用稀盐酸溶解, 再沉淀)以减少因吸附所引起之誤差。

2. $Fe(OH)_3$ 灼燒时易被滤紙还原成 Fe_3O_4 , 所以在灼燒时应使空气流通。

3. 經煅燒之鉄鋁氧化物易吸收水分, 故称量时应迅速。

4. 过量的 NH_4OH 要加热除去, 因为鋁的氢氧化物在 NH_4OH 中的溶解度較大(在 $pH=9$ 时 $Al(OH)_3$ 会重新溶解)。

5. 碱性太强时鎂即成 $Mg(OH)_2$ 沉淀 (在 $pH=9.5 \sim 10$ 时产生沉淀)。

6. $Al(OH)_3$ 及 $Fe(OH)_3$ 都是胶体沉淀, 这些沉淀必須用电解质(NH_4NO_3)的水溶液洗滌, 以防沉淀之胶体顆粒再溶解。

7. 碳化与称量之手續与 SiO_2 重量法測定相同。

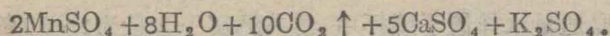
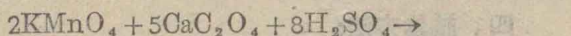
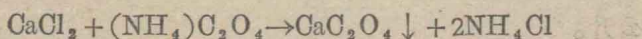
水	鈣之測定
06—56	容量法

一、概述:

用容量法測定鈣, 是基于鈣离子与草酸根化合成溶解度

甚小的草酸鈣沉淀，然后用酸將草酸鈣溶解，以標準高錳酸鉀溶液滴定生成的草酸。由高錳酸鉀溶液的消耗量，可計算水樣中鈣的含量。

其反應如下：



二、儀器：

1. 燒杯；
2. 容量瓶；
3. 漏斗；
4. 滴定管——5~10毫升。

三、試劑：

1. 飽和草酸銨溶液；
2. 濃鹽酸——比重1.19；
3. 10%氨溶液；
4. 0.1N 高錳酸鉀標準液；
5. 1:10的硫酸溶液(體積比)；
6. 0.5%的氨液或飽和草酸鈣溶液。

飽和草酸鈣溶液之配制：于1公升的燒杯中用蒸餾水溶解5克硝酸鈣，并稀釋至約為500毫升。將此透明溶液煮沸，緩緩加入含有10克草酸的沸騰溶液，劇烈攪拌，保持沸騰狀態。然後一面繼續攪拌有白色草酸鈣生成的沸騰溶液，一面滴入30~40毫升10%的氨溶液，此時沉淀物增多。再放在沸騰之水浴內保持1~2小時，并時常劇烈攪拌。將沉淀濾過，以熱蒸餾水洗至無草酸根（用硝酸鈣溶液試濾液至無渾濁現象），將沉淀物洗入5公升玻璃瓶中，然後注入煮沸過的蒸

餾水，并經常劇烈搖動，如此數小時后，靜置澄清。然后将此澄清的飽和草酸鈣溶液濾至另一瓶中备用，于原来的5公升瓶中重新加入蒸餾水再行配制，因草酸鈣溶解度很小(为6.8毫克/公升)，故所得沉淀物至少可配制飽和草酸鈣溶液400公升。

四、試驗方法：

取適量水樣置于燒杯中，使其鈣離子含量為1~50毫克，用鹽酸酸化，濃縮至100~150毫升(如原取水樣量不足100毫升時，則應以蒸餾水稀釋至指定的上述體積)。加入5毫升濃鹽酸(比重1.19)，加熱至沸，并于此沸騰情況下，一面攪拌，一面緩緩加入10毫升飽和草酸銨沸騰溶液。繼續攪拌與煮沸，加入10%氨溶液，待甲基橙變黃時，再加2~3滴氨溶液，或加至溶液微有氨味為止。

如草酸鈣沉淀很多，則在其澄清液內再加入1毫升飽和草酸銨溶液，試驗有無渾濁現象，以判斷沉淀是否完全。若有渾濁現象，則應將溶液加熱至沸，再滴加10毫升飽和草酸銨沸騰液，重新沉淀，然后再試驗沉淀是否完全，待確証沉淀已經完全后，將沉淀物以小濾紙過濾，用冷的飽和草酸鈣溶液洗滌至濾液中無氯離子，并将最初沉淀草酸鈣用的燒杯亦洗至無草酸銨。至于粘附在燒杯上之沉淀，則不必完全移至漏斗中。

如果不用飽和草酸鈣洗滌而是用0.5%的氨液時，為了試驗其是否洗滌完全，可用硝酸酸化后的硝酸銀溶液試氯離子。

沉淀洗滌完畢后，于漏斗下放置沉淀草酸鈣用的燒杯，在漏斗內加入1:10的熱硫酸溶液，將草酸鈣完全溶解于燒杯中。加酸的方法為將其充滿漏斗，經3~4次加酸后，再以