



中国地质大学(武汉)实验教学系列教材

水分析实验教程

SHUIFENXI SHIYAN JIAOCHENG

曹李靖
潘欢迎

◎ 主 编



中国地质大学出版社有限责任公司
CHONGGUO DIZHI DAXUE CHUBANSHE YOUXIAN ZEREN GONGSI

水分析实验教程

SHUIFENXI SHIYAN JIAOCHENG

曹李靖 潘欢迎 主编



中国地质大学出版社有限责任公司

ZHONGGUO DIZHI DAXUE CHUBANSHE YOUXIAN ZEREN GONGSI

图书在版编目(CIP)数据

水分析实验教程/曹李靖,潘欢迎主编. —武汉:中国地质大学出版社有限责任公司,2013.9

中国地质大学(武汉)实验教学系列教材

ISBN 7-5625-3262-0

I. 水…

II. ①曹…②潘…

III. 水质分析-实验-高等学校-教材

IV. O661.1-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 207600 号



水分析实验教程

曹李靖 潘欢迎 主编

责任编辑:王凤林

责任校对:戴莹

出版发行:中国地质大学出版社有限责任公司(武汉市洪山区鲁磨路388号)

邮编:430074

电话:(027)67883511

传真:67883580

E-mail: cbb@cug.edu.cn

经 销:全国新华书店

<http://www.cugp.cug.edu.cn>

开本:787毫米×1092毫米 1/16

字数:170千字 印张:6.625

版次:2013年9月第1版

印次:2013年9月第1次印刷

印刷:武汉市珞南印务有限公司

印数:1—1000册

ISBN 7-5625-3262-0

定价:16.00

如有印装质量问题请与印刷厂联系调换

中国地质大学(武汉)实验教学系列教材

编委会名单

主 任 唐辉明

副主任 徐四平 殷坤龙

编委会委员:(以姓氏笔画顺序)

马 腾	王 莉	牛瑞卿	石万忠	毕克成
李鹏飞	吴 立	何明中	杨明星	杨坤光
卓成刚	罗忠文	罗新建	饶建华	程永进
董元兴	曾健龙	蓝 翔	戴光明	

前言

水分析实验教程是《水文地球化学》和《地下水污染与防治》课程的重要实践环节,而这两门课分别是水文及水资源专业和环境工程专业的专业基础课和专业骨干课程,特别是《地下水污染与防治》课程在新教学计划中,增加了 20 学时的实验课,但目前尚无一本专门的实验指导书,因此针对上述两门课程的实验内容编写一本符合形势发展需要的实验指导书是必要的、及时的。

自 92 级本科实行新的教学计划后,原有的《水分析》实验教学课程并入《水文地球化学基础》的课程中,由王焰新教授领衔编写了《水文地球化学基础》实习实验讲义,随后 2005 年又在原讲义的基础上编写了《水分析实验讲义》。在以后十几年的教学实践中我们取得了很好的教学效果并积累了丰富的实验教学经验。《水文地球化学基础》是实践性很强的课程,因而单靠课堂教学学生很难掌握,实践教学环节是不容忽视的,其目的是为了培养和提高学生的动手能力和分析问题解决问题的能力,使书本知识与实践知识真正的有机结合起来。

随着实验教学内容的不断更新、增加及新方法的引进,因此《水分析实验讲义》还需在原来的基础上作进一步的修改、补充和完善。

本实验讲义内容介绍了样品的采集与处理、分析方法的准确选择、分析测试(包括常量分析和仪器分析),力求实验内容的实用性、适用性、简便性和先进性。从学生亲自采集水样到水样分析,及水分析资料的整理的全过程,对学生的能力进行综合训练。结合本专业的特点及将来本专业学生参加工作需要,附录二、附录四为学生提供了《生活饮用水水质规范》及《水、土腐蚀性调查、测试与评价》的标准及常用的常数,以供学生参考。附录五为学生提供了综合设计及研究性实验是为了配合教学改革的需要而编写的,这些实验将很好地训练学生的自主实验能力,为培养学生的科技创新能力打下良好的基础。

本实验教程是承担的湖北省教学研究项目“环境工程专业优质课程建设与实践”的部分成果。在编写过程中得到了王焰新教授、马腾教授、李义连教授、罗朝晖博士的指导和帮助,此外还得到了博士生杜金龙、硕士生黄征同学和本科生郭琦同学的帮助,在此表示感谢。

由于编者水平有限,实验指导书中缺点在所难免,恳请老师和同学批评指正,以便今后改正。

编者

2003 年 9 月

目 录

第一章 水样的采集与保存	(1)
第一节 水样的采集	(1)
第二节 水样的保存	(2)
第二章 水样分析与测试	(6)
实验一 水中 pH 值、电导率、游离二氧化碳的现场测定	(6)
实验二 水中酸度、碱度、碳酸根离子、重碳酸根离子、侵蚀性 CO_2 的测定	(11)
实验三 水中氯离子的测定	(15)
实验四 水中总硬度、钙离子的测定	(17)
实验五 水中硫酸根的测定(EDTA 法)	(20)
实验六 高锰酸盐指数的测定	(22)
实验七 化学需氧量(COD_{Cr})的测定	(25)
实验八 溶解氧(DO)的测定	(30)
实验九 五日生化需氧量(BOD_5)的测定	(33)
实验十 水中氨氮的测定	(36)
实验十一 水中亚硝酸盐氮、硝酸盐氮的测定	(39)
实验十二 水中氟离子的测定	(42)
实验十三 水中酚的测定	(44)
实验十四 水中铬的测定	(46)
实验十五 金属污染物的测定	(49)
实验十六 高效液相色谱法测定环境样品中的多环芳烃	(58)
实验十七 离子色谱法测定水样中常见阴离子含量	(61)
实验十八 水中大肠菌群数的测定	(66)
第三章 地下水分析结果的整理、审查及化学分类	(73)
第一节 地下水分析结果的整理、审查及化学分类	(73)
第二节 水分析结果的审查	(74)
第三节 水分析计算	(75)
附 录	(81)
附录一 水环境监测新技术开发简介	(81)
附录二 我国《生活饮用水水质规范》	(85)
附录三 饮用天然矿泉水标准	(89)
附录四 水、土腐蚀性调查、测试与评价	(91)
附录五 校园水环境监测方案	(93)
参考文献	(97)

第一章 水样的采集与保存

目的:了解并掌握不同水样的采集与保存方法。

水样的采集与保存是水质分析工作的重要环节,使用正确的采样和保存方法并及时送检是分析结果正确反应水中被测组分真实含量的必要条件,因此,在任何情况下,都必须严格遵守取样规则,以保证分析取得可靠结果。所以说水样的采集与保存是地下水污染与防治工作的重要基础之一,也是水文与水资源,环境工程专业技术人员必备的基本功之一。

第一节 水样的采集

一、不同种类水体的采样要求

由于水体性质不同,水样采集的方法也不相同。水体性质,一般可按其成分分为:洁净的或稍受污染的水、污染水、工业废水和生活污水等四种,各种水样的采集均需具有代表性。

(1)洁净的或稍受污染的水,多指地下水与洁净的或稍受污染的地表水,它们的水质一般变化不大。为了保证水样的代表性,对地下水来说,应在经常出流的泉水或经常开采的井中采取,对地表水来说,则应取水体经常流动的部分。由于地下水一般流动极缓,在抽取地下水样时,一般应将抽水开始的一段时间内的水排除,以清除管内、井内的积水。采样点如系停用井、回灌井,一般需在开泵 15~30min 后,待水清后,再进行采取,以保证抽取的真是含水层中的地下水水样,在不得已情况下,由不经常出流的泉水或不经常开采的井中取样时,应在整理分析成果时,注意分辨其代表性。地表水的取样一般应在水流最汇集的地方采集,取样一般应在水面以下 20~50cm 进行抽取。对于过水断面大的地表水体,应在断面的不同部位和不同深度选择固定点分别取样。

(2)污染水,一般指污染地表水体,或严重污染的地下水,其中后者一般水质变化较慢,可按洁净的或稍受污染的地下水采样要求采集水样,同时查明污染质种类、来源、排放位置及排放特点等。对污染地表水,则应首先查明以上各点,然后按工作目的选择适宜的取样点,采取平均混合水样或平均比例混合水样或与高峰排放有关的瞬时水样等。

(3)工业废水,由于生产工艺过程不同,其成分经常发生变化,因此必须首先研究生产工艺过程、生产情况,然后按工作目的与具体情况确立采集方法、次数、时间,分别采取平均混合水样、平均比例混合水样或高峰排放水样,以保证水样具有代表性。

平均混合水样和平均比例混合水样的采集是根据废水的生产情况,前者是一昼夜或几昼夜中每隔相同时间取等量废水充分混合后,从中倒出 2L 装入另一清洁瓶中,以备检验。后者是按照水流量不同,大时多取,小时少取,按比例取样,充分混合后以备检验。

(4)生活污水与人们的作息时间、季节性的食物种类有关。一天中不同时间的水质不完全一样,其采集方法也可参照工业废水的采样方法,分别采取平均混合水样、平均比例混合水样等。

二、采样容器的准备

采集水样的容器一般应使用具磨口塞的硬质细口玻璃瓶或聚乙烯塑料瓶,当水样中含多量油类或其他有机物时,以玻璃瓶为宜,当测定微量金属离子时,塑料瓶吸附较小,测定二氧化碳必须用塑料瓶取样。测某些特殊项目的水样,可另用取样瓶取样,必要时需添加化学试剂保存。

玻璃瓶可用洗液浸泡,再用自来水和蒸馏水洗净。也可先用碱性高锰酸钾溶液洗,再用草酸水溶液洗,通常可用肥皂、洗涤剂、稀酸等洗器皿,但要注意它们对分析对象的干扰。聚乙烯容器可用 10% 盐酸或硝酸浸泡,再用自来水洗去酸,所用容器最后都用蒸馏水冲洗干净。

在使用新的聚乙烯塑料容器时,先用肥皂水或洗涤剂刷洗干净后,再依次用 1:1 盐酸、1:1 硝酸和蒸馏水分别充满容器浸泡 2~3d,最后用蒸馏水洗涤备用。

三、采样的基本要求

(1)采样前都要用欲采集的水样洗涮容器至少三次,然后正式取样。

(2)取样时使水缓缓流入容器,并从瓶口溢出,直至塞瓶塞为止。避免故意搅动水源,勿使泥沙、植物或浮游生物进入瓶内。

(3)水样不要装满水样瓶,应留 10~20ml 空间,以防温度变化时,瓶塞被挤掉。

(4)取好水样,盖严瓶塞后,瓶口不应漏水,然后用石蜡或火漆封好瓶口。如样品运送较远,则先用纱布或细绳将瓶口缠紧,再用石蜡或火漆封住。

(5)当从一个取样点采集多瓶样品时,则应先将水样注入一个大的容器中,再用大容器迅速分装到各个瓶中。

(6)采集高温水样时,水样注满后,在瓶塞上插入一内径极细的玻璃管,待冷至常温,拔去玻璃管,再密封瓶口。

(7)水样取好后,立即贴上标签,标签上应写明:水温、气温、取样地点及深度、取样时间、要求分析的项目,名称以及其他地质描述。如样品经过化学处理,则应注明加入化学试剂的名称、浓度和数量。并同时在野簿上做好采样记录。

(8)尽量避免过滤样品,但当水样浑浊时,金属元素可能被悬浮微粒吸附,也可能在酸化后从悬浮微粒中溶出。因此,应在采样时立即用 $0.45\mu\text{m}$ 滤器过滤,若条件不具备,也可以采取其他适当方式处理。

第二节 水样的保存

一、水样保存的要求和保存措施

适当的保护措施虽然能够降低变化的程度或减缓变化的速度,但并不能完全抑制这种变

化。有些测定项目的组分特别容易发生变化,必须在采样现场进行测定,有些项目在采样现场采取一些简单的预处理措施后,能够保存一段时间。水样允许保存的时间与水样的性质、分析的项目、溶液的酸度、贮存容器以及存放温度等多种因素有关。

1. 保存水样的基本要求

- (1)减缓生物作用。
- (2)减缓化合物或络合物的水解及氧化—还原作用。
- (3)减少组分的挥发和吸附损失。

2. 常采用的保存措施

- (1)选择适当材料的容器。
- (2)控制溶液的 pH 值。
- (3)加入化学试剂抑制氧化还原反应和生化作用。
- (4)冷藏或冷冻以降低细菌的活动性和化学反应速度。

针对不同的测定项目,需采取不同的保存方法,详见表 1-1。

表 1-1 水样的保存技术

序号	测定项目	容器材质	保存方法	最长保存时间	备注
1	温度	P、G			现场测定
2	悬浮物	P、G	2~5℃冷藏		尽快测定
3	色度	P、G	2~5℃冷藏	24h	现场测定
4	嗅	G		6h	最好现场测定
5	浊度	P、G			最好现场测定
6	pH	P、G	低于水体温度(2~5℃冷藏)	6h	最好现场测定
7	电导率	P、G	2~5℃冷藏	24h	最好现场测定
8	Ag	P、G	加 HNO ₃ 酸化至 pH<2 将水样调成或用浓氨水碱性,然后每 100ml 水样中加入 1ml 碘化氰(CNI),混匀,静置 1h 后分析	数月	尽快测定碘化氰(CNI),将 6.5g 氰化钾、5.0ml 浓度为 1mol/L 碘溶液和 4.0mol/L 浓氨水加到 50ml 水中,混匀后稀释至 100ml,可稳定两周
9	As	P、G	加 H ₂ SO ₄ 酸化至 pH<2	7d	
10	Al	可溶态	P、G 现场过滤加 HNO ₃ 酸化至 pH<2	6 个月	
		总量	P、G 加 HNO ₃ 酸化至 pH<2		
11	Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cu、Fe、Mg、Ni、Pb、Sb、Se、Sn、Zn、Mn	P、G	同 Al	6 个月	
12	Th、U	P	加 HNO ₃ 至 HNO ₃ 的浓度为 1mol/L	6 个月	
13	Cr	六价	P 加 NaOH 至 pH 值为 8~9		当天测定
		总量	P、G 加 HNO ₃ 酸化至 pH<2		

续表 1-1

序号	测定项目	容器材质	保存方法	最长保存时间	备注
14	Hg	G	加 HNO ₃ 酸化至 pH<2, 并加入 K ₂ Cr ₂ O ₇ 使其浓度为 0.05%	半个月 数月	
15	硬度	P、G	2~5℃ 冷藏	7d	
16	酸度及碱度	P、G	2~5℃ 冷藏	24h	最好现场测定
17	二氧化碳	P、G			现场测定
18	溶解氧	电极法	加硫酸锰和碱性碘化钾试剂	4~8h	现场测定
		碘量法			
19	氨氮、凯式氮、硝酸盐氮	P、G	加 H ₂ SO ₄ 酸化至 pH<2, 温度在 2~5℃ 冷藏	24h	
20	亚硝酸盐氮	P、G	2~5℃ 冷藏		立即分析
21	总氮	P、G	加 H ₂ SO ₄ 酸化至 pH<2	24h	
22	可溶性磷酸盐	G	采样后立即过滤, 温度在 2~5℃ 冷藏	48h	
23	总磷	P、G	加 H ₂ SO ₄ 酸化至 pH<2, 温度在 2~5℃ 冷藏	数月	
24	氟化物、氯化物	P	温度在 2~5℃ 冷藏	28d	
25	总氰化物	P、G	加 NaOH 至 pH>12	24h	
26	游离氰化物	P、G	保存方法取决于分析测定方法		
27	溴化物	P、G		28d	
28	碘化物	P、G	温度在 2~5℃ 冷藏	24h	
29	余氯	P、G		6h	最好现场测定
30	硫酸盐	P、G	温度在 2~5℃ 冷藏	28d	
31	硫化物	P、G	用 NaOH 调至中性, 每升水样加 2ml 浓度为 1mol/L 乙酸锌和 1ml 浓度为 1mol/L NaOH	7d	
32	硼	P		28d	
33	COD	P、G	加 H ₂ SO ₄ 酸化至 pH<2, 在 2~5℃ 冷藏	7d 24h	最好尽早测定
34	BOD ₅	P、G	冷冻 pH<2	一个月 4d	
35	总有机碳(TOC)	G	加 H ₂ SO ₄ 酸化至 pH<2, 冷冻	7d	
36	油、脂	G	加 H ₂ SO ₄ 酸化至 pH<2, 在 2~5℃ 冷藏	24h	
37	有机磷农药	G	在 2~5℃ 冷藏		现场萃取
38	有机氯农药	G	在 2~5℃ 冷藏	24h	
39	挥发酚	P、G	每升加 1g CuSO ₄ 抑制生化作用, 用 H ₃ PO ₄ 酸化至 pH<2	24h	
40	离子型表面活性剂	G	加入氯仿, 在 2~5℃ 冷藏	7d	
41	非离子型表面活性剂	G	加入 40%(V/V) 的甲醛, 使样品含 1%(V/V) 的甲醛, 并使采样容器完全充满, 在 2~5℃ 冷藏	一个月	
42	细菌总数		冷藏	6h	
43	大肠菌群		冷藏	6h	

注: G 为硼硅玻璃; P 为塑料

二、样品的管理

对采集的每一个水样都要做好记录,并在每一个瓶子上做上相应的标记。要记录足够的资料为日后提供肯定的水样鉴别,同时记录水样采集者的姓名、气候条件等。

在现场观测时,现场测量值及备注等资料可直接记录在预先准备的记录表格上。

不在现场进行测定的样品也可用其他形式做好标记。

装有样品的容器必须妥善保护和密封。在运输中除应防震、避免日光照射和低温运输外,还要防止新的污染物进入容器和沾污瓶口。在转交样品时,转交人和接受人必须清点和检查并注明时间,要在记录卡上签字。样品送至实验室时,首先要核对样品,验明标志,确切无误时方能签字验收。

样品验收后,如果不能立即进行分析,则应妥当保存,防止样品组分的挥发或发生变化,以及被污染的可能性。

第二章 水样分析与测试

实验一 水中 pH 值、电导率、游离二氧化碳的现场测定

一、pH 值的测定

(一)目的

- (1)了解 pH 值的含义。
- (2)掌握玻璃电极法测定水样 pH 值的原理及方法。

(二)原理

pH 值为水中氢离子活度的负对数。

$$\text{pH} = \log \frac{1}{[\text{H}^+]} = -\log[\text{H}^+]$$

pH 值可间接地表示水的酸碱度。天然水的 pH 值一般在 6~9 范围内。由于 pH 值随水温变化而变化,测定时应在规定的温度下进行,或者校正温度。

玻璃电极法是以玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极组成的工作电极,此电池可用下式表示:

$\text{Ag}, \text{AgCl}/\text{HCl}/\text{玻璃膜}/\text{水样} // (\text{饱和})\text{KCl} / \text{Hg}_2\text{Cl}_2, \text{Hg}$

在一定条件下,上述电池的电动势与水样的 pH 值成直线关系,可表示为:

$$E = K + 0.059\text{pH}(25^\circ\text{C})$$

在实际工作中,不可能用上式直接计算 pH 值,而是用一个确定的标准缓冲液作为基准,并比较包含水样和包含标准缓冲溶液的两个工作电池的电动势来确定水样的 pH 值。

(三)仪器

- (1)玻璃电极。
- (2)饱和甘汞电极。
- (3)复合电极。
- (4)便携式酸度计、酸度计。
- (5)磁力搅拌器。
- (6)聚乙烯或聚四氟乙烯烧杯。

(四)试剂

标准缓冲溶液分别为 pH=4.01、6.86、9.18 的标准液。

(五)实验步骤

测定 pH 值的方法最常用的有试纸法、电位法和比色法。

1. pH 试纸法

在要求不太精确的情况下,利用市售的 pH 试纸测定水的 pH 值是简便而快速的方法。

首先用 $\text{pH}=1\sim 14$ 的广泛试纸测定水样的大致 pH 值范围,然后用精密 pH 试纸进行测定。测定时,将试纸浸入欲测的水样中,半秒钟后取出,与色版比较,读取相应的 pH 值。

2. pH 电位计法

(1)测定步骤按照所用仪器的使用说明书测试。

(2)将水样与标准溶液调到同一温度,记录测定温度,把仪器温度补偿旋钮调至该温度处。选用与水样 pH 值相差不超过 2 个 pH 值单位的标准溶液校准仪器。从第一个标准溶液中取出电极,彻底冲洗,并用滤纸吸干,再浸入第二个标准溶液中,其 pH 值约与前一个相差 3 个 pH 值单位。如测定值与第二个标准溶液 pH 值之差大于 0.1pH 值时,应该检查仪器、电极或标准溶液是否有问题,当三者均无异常情况时方可测定水样。

先用水仔细冲洗电极,再用水样冲洗,然后将电极浸入水样中,小心搅拌或摇动使其均匀,待读数稳定后记录 pH 值。

3. 注意事项

(1)玻璃电极在使用前应在蒸馏水中浸泡 24h 以上,用毕后要冲洗干净,并浸泡在水中。

(2)测定前不宜提前打开水样瓶塞,以防止空气中的二氧化碳溶入瓶中或水样中的二氧化碳逸失。

(3)测定时复合电极的球泡应全部浸入溶液中,在测定时应小心操作,以免玻璃球泡碰撞碰破。

(4)复合电极球泡受污染时先用稀盐酸溶解无机盐结垢,再用丙酮除去油污(但不能用乙醇)。

二、电导率的测定

(一)目的

(1)了解电导率的含义。

(2)掌握电导率的测定方法。

(二)原理

电导率是以数字表示溶液传导电流的能力。纯水的电导率很小,当水中含无机酸、碱或盐时,电导率就增加。电导率常用于间接推测水中离子成分的总浓度。水溶液的电导率取决于离子的性质和浓度、溶液的温度和黏度等。

电导率的标准单位是 S/m (即西门子/米),此单位与 Ω/m 相当。一般实际使用单位为 mS/m ,此单位与 $10\mu\Omega/\text{cm}$ 相当($\mu\text{S}/\text{cm}$ =微西门子/厘米)。

单位间的互换为:

$$1\text{mS}/\text{m}=0.01\text{mS}/\text{cm}=10\mu\Omega/\text{cm}=10\mu\text{S}/\text{cm}$$

新蒸馏水电导率为 $0.05\sim 0.2\text{mS}/\text{m}$,存放一段时间后,由于空气中的二氧化碳或氨的溶入,电导率可上升至 $0.2\sim 0.4\text{mS}/\text{m}$,饮用水电导率随温度变化而变化,温度每升高 1°C ,电导率增加约 2%,通常规定 25°C 为测定电导率的标准温度。

由于电导是电阻的倒数,因此,当两个电极(通常为铂电极或铂黑电极)插入溶液中,可以测出两电极间的电阻 R 。根据欧姆定律,温度一定时,这个电阻值与电极的间距 $L(\text{cm})$ 成正比,与电极的截面积 $A(\text{cm}^2)$ 成反比,即:

$$R = \rho \frac{L}{A}$$

由于电极面积 A 与间距 L 都是固定不变的,故 $\frac{L}{A}$ 是一个常数,称电导池常数(以 Q 表示)。

比例常数 ρ 叫作电阻率。其倒数 $\frac{1}{\rho}$ 为电导率,以 K 表示。

$$S = \frac{1}{R} = \frac{1}{\rho Q}$$

S 表示电导度,反映导电能力的强弱。

所以, $K = QS$ 或 $K = Q/R$

当已知电导池常数,并测出电阻后,即可求出电导率。

(三)步骤

注意阅读各种型号的电导率仪使用说明书。

三、水温

水温是主要的水质物理指标,水的物理、化学性质与水温密切相关。水温主要受气温和来源等因素的影响。

因此,水温应在采样现场进行测定。若水层较浅,可只测表层水温,深水(如大的江河、湖泊及海水等)应分层次测温。常用的测量仪器有水温度计、深水温度计、颠倒温度计和热敏电阻温度计。

四、颜色

颜色是反映水体外观的指标。水的颜色可分为“真色”和“表色”。水中悬浮物质完全移去后呈现的颜色称为“真色”,没有除去悬浮物时所呈现的颜色称为“表色”。水质分析中所表示的颜色是指水的“真色”,因此在测定前需先用澄清或离心沉降的方法除去水中的悬浮物,但不能用滤纸过滤,因为滤纸能吸收部分颜色。有些水样含有颗粒太细的有机物或无机物质,不能用离心机分离,只能测定水样的“表色”,这时需要在结果报告上注明。

五、浊度

浊度是表示水中悬浮物对光线透过时所发生的阻碍程度。水中含有泥土、粉砂、有机物、无机物、浮游生物和其他微生物等悬浮物和胶体物质都可使水质呈现浊度。水的浊度是反映水质优劣的一个十分重要的指标,它既反映水的感官的质量,也反映水的内在质量。水的浊度不仅和水中存在颗粒物质含量有关,而且和其粒径大小、形状及颗粒表面对光的散射特性等有密切关系。中国规定采用 1L 蒸馏水中含 1mg 二氧化硅作为一个浊度单位。

测定浊度的方法有分光光度法、目视比浊法、浊度计法。

现在实验室采用的 TDT-2 型浊度仪是用于液体浊度测量的精密仪器。广泛用于自来水行业、石油化工行业、水质处理监测、食品加工及饮料等行业,对水质浊度进行快速、简便、准确

的测量,为各行业生产用水、生活用水的浊度指标提供依据。

六、色度

色度是水样颜色深浅的度量。某些可溶性有机物、部分无机离子和有色悬浮微粒均可使水着色。水样的色度应以除去悬浮物后为准。色度通常采用铂钴比色法确定,即把氯铂酸钾和氯化钴配成标准色列,与被测水样的颜色进行比较,并规定浓度为 1mg/L 的铂所产生的颜色为 1 度。

七、水中游离二氧化碳的测定

(一)目的

- (1)了解游离二氧化碳的含义。
- (2)掌握滴定法测定水中游离二氧化碳的原理及方法。

(二)原理

溶于水的二氧化碳称为游离二氧化碳。天然水中二氧化碳主要来源于吸收大气中的二氧化碳以及土壤中的有机物、矿物盐类、微生物分解、岩石变质作用等。地下水中游离二氧化碳的含量一般为 15~40mg/L,某些矿泉水中含有大量二氧化碳,饮用时甘甜可口,对人体具有医疗作用。

由于水中二氧化碳极易逸出,因而含量变化范围很大,它影响水中 pH 值以及其他化学成分的变化,故在水分析中游离二氧化碳的测定是一个主要项目,其测定方法有容量法、重量法、气量法和计量法,其中容量法较为简便,应用较广。

游离二氧化碳能定量与氢氧化钠作用,其反应如下:



化学计量点 pH 值约为 8.4,可选用酚酞作指示剂。

(三)仪器

- (1)锥形瓶。
- (2)移液管。
- (3)滴定管。

(四)试剂

- (1)0.1%酚酞指示剂。称 0.10g 酚酞溶于 100ml90%乙醇中。
- (2)氢氧化钠标准溶液 $C(\text{NaOH})=0.050\text{mol/L}$ 。

称 2g 分析纯氢氧化钠迅速加少量煮沸放冷的蒸馏水溶液,并稀释到 1L,转入磨口瓶中,改用橡皮塞塞口,此溶液准确浓度用邻苯二甲酸氢钾标定,步骤为:准确称取 0.2g(准确至 0.0002g)在 120℃烘干的分析纯邻苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$),放在 250ml 三角瓶中,加入 50ml 煮沸过的蒸馏水,溶解后加入 4 滴酚酞溶液,立即用氢氧化钠溶液滴定到不褪的淡红色,记下消耗氢氧化钠溶液的体积(V),氢氧化钠溶液的标准浓度按下式计算:

$$C(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1000}{V \times M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)}$$

式中: m 为邻苯二甲酸氢钾的质量(g); V 为滴定消耗的氢氧化钠标准溶液的体积(ml);
 $M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=204.20\text{g/mol}$ 。

(五)实验步骤

用移液管吸取 50ml 水样,小心沿瓶壁注入 250ml 锥形瓶中,加 4 滴酚酞指示剂,立即用氢氧化钠标准溶液滴定到浅红色不消失为止,记录氢氧化钠标准溶液的体积 V_1 。

(六)数据及计算

(1)NaOH 标准溶液的浓度 _____ mol/L。

(2)吸取水样的体积 $V_{\text{水}}$ = _____ (ml)。

用酚酞作指示剂消耗 NaOH 标准溶液体积 V_1 (ml)	
第一次	
第二次	
第三次	
平 均	

(七)计算

游离二氧化碳(mg/L)= $\frac{C(\text{NaOH}) \times V_{\text{NaOH}} \times 44.01}{V_{\text{水}}} \times 1\,000$

(八)注意事项

- (1)二氧化碳极易逸出,取样后应首先测定,在吸取和放入三角瓶时一定要小心沿瓶壁流下。
- (2)水样中加入酚酞后显红色,表明无游离二氧化碳。
- (3)滴定中溶液如果出现浑浊,说明重金属离子含量较高,可加 5ml 50%的酒石酸钾钠溶液掩蔽后,再进行滴定。

八、思考题

- 1. 电导率、pH 值、水温为什么要现场测定? 水样保存时间长,对电导率、pH 值、水温测定有何影响?
- 2. 在一处地下水中,起初 CO_2 与 HCO_3^- 之间维持平衡状态,以后由于 CO_2 的增加, CaCO_3 被溶解,又出现一个新平衡,在这种情况下,第二次平衡 CO_2 的含量比第一次平衡 CO_2 的含量是增加? 减少? 还是相等? 为什么?

实验二 水中酸度、碱度、碳酸根离子、重碳酸根离子、侵蚀性 CO_2 的测定

一、目的

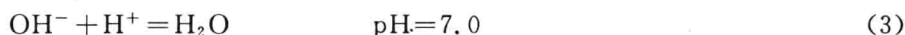
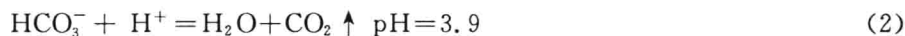
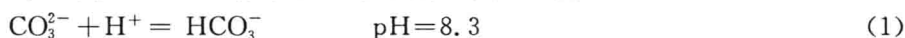
- (1) 了解酸度和碱度的基本概念。
- (2) 掌握酸碱指示剂滴定法测定酸度和碱度的原理和方法。

二、原理

酸度和碱度是衡量水体变化的重要指标,它们是水的综合性特征指标。

酸度是指水中含有能与强碱发生中和作用的物质的总量,主要来自水样中存在的强酸、弱酸和强酸弱碱盐等物质。在水中由于溶质的离解或水解而产生氢离子,它们与碱标准溶液作用至一定值所消耗的量,称为酸度。酸度数值的大小,随所用指示剂指示终点 pH 值的不同而异。滴定终点的 pH 值有两种规定:用氢氧化钠溶液滴定到 $\text{pH}=8.3$ (以酚酞作指示剂) 的酸度,称为“酚酞酸度”,又称总酸度,用氢氧化钠溶液滴定到 $\text{pH}=3.9$ (以甲基橙为指示剂) 的酸度,称为“甲基橙酸度”。

碱度是指水中含有能与强酸发生中和作用的物质的总量,主要来自水样中存在的碳酸盐、重碳酸盐及氢氧化物。碱度可用盐酸标准溶液进行滴定,其反应为:

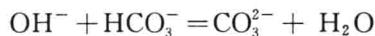


这 3 个反应达到等当点时,具有不同的 pH 值,(1)式为 8.3,(2)式为 3.9,(3)式为 7.0,应该用不同的指示剂,如(1)式用酚酞作为指示剂,(2)式用甲基橙作为指示剂,(3)式用酚酞或甲基橙均可。如用酚酞作为指示剂,用酸标准溶液测定水中的酸碱度,即当酚酞变为无色时,水中的 OH^- 全部被酸中和,而 HCO_3^- 仅被中和了一半(即 $\text{CO}_3^{2-} + \text{H}^+ = \text{HCO}_3^-$),因此溶液仍呈碱性(酚酞在 $\text{pH}=8$ 时变为无色)。如用甲基橙作为指示剂,用酸标准溶液滴定,甲基橙变为橙色时,不仅水中的 OH^- 被酸中和成为 H_2O , CO_3^{2-} 被酸中和成 HCO_3^- ,而且此新生成的 HCO_3^- 和原来的水中的 HCO_3^- 进一步被中和成 CO_2 和水。所以当水中含有上述成分时,由于所用的指示剂不同,测定结果也就不同,因此酸碱度可分为两种:

(1) 酚酞碱度:它是利用酚酞作为指示剂时测定出的结果。它代表水中含有的全部 OH^- 和 CO_3^{2-} 的一半。设此时所消耗的 HCl 的体积为 Pml。

(2) 甲基橙碱度:它是利用甲基橙作为指示剂所测定出的结果。它代表水中所有碱性成分的含量。因此甲基橙碱度又称为总碱度,设此时用去 HCl 的总体积为 Mml(图 2-1 为测定碱度消耗 HCl 体积示意图)。

但水中不可能有以上 3 种碱度成分同时存在的情况,因为 OH^- 和 HCO_3^- 有如下的反应:



因此它们在水中存在的情况有以下 5 种:① HCO_3^- 单独存在;② OH^- 单独存在;③ CO_3^{2-}