

工业废水的化学分析法

Ю.Ю. 卢里耶 А.И. 雷布尼科娃 著

化学工业出版社

81.13
885
C2

工业废水的化学分析法

Ю.Ю.卢里耶 А.И.雷布尼科娃 著

沈阳药学院药物化学教研室 译

化学工业出版社

本书叙述了工业企业废水的化学分析法，特别着重在工业废水中最常遇到的无机和有机物质的测定。

本书可供化学、化学制药、冶金等企业和其他工业部门化验室的化学分析工作者，以及净水设施工作者参考之用。

本书是根据1958年莫斯科化学科技图书出版局出版的“Химический Анализ производственных сточных вод”一书翻译的，参加翻译工作的有徐效勉、蔡庆参，校对工作有孙泽人、施一鸣、严济群等同志。

Ю. Ю. ЛУРЬЕ А. И. РЫБНИКОВА
ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ
СТОЧНЫХ ВОД

ГОСХИМИЗДАТ (МОСКВА·1958)

工业废水的化学分析法

沈阳药学院药物化学教研室 译

化学工业出版社出版 北京安定门外和平街

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店科技发行所发行 各地新华书店经售

开本：787 × 1092毫米1/32 1960年10月第1版

印张：5 $\frac{13}{32}$

1960年10月第1版第1次印刷

字数：126千字

印数：1—10,500

定价：(10)0.89元

书号：1563·0756

序 言

天然水区可能由于工业废水的排入而污染，如居民在此沐浴或饮用时，污水中的某些物质即可引起疾病。同时污水也是鱼类死亡的原因。

这些都说明工业企业所排出的废水有必要进行净化。此外，污水净化时还可以提炼和利用污水中的有用物质。

不论净化是为了哪一个目的，都需要对工业企业的废水成分进行经常性的化学分析和考察该企业的净化设施有无毛病。

由于工业的飞跃发展以及居民公共生活福利设施的改善，必须对工业企业废水的净化予以更大的重视。

政府关于禁止排放未经净化的工业企业废水的决议，要求我们创造一种可靠的方法对工业企业废水的净化设施进行监督，并拟定简单而准确的污水分析方法。

工业废水的分析是现代分析化学中最复杂的部分之一。工业废水中所有被测物质的浓度都是很低的，因此必须先用各种方式加以分离和浓缩，而且还要用最灵敏的方法进行测定。

污水中的各种混杂物，给每种成分的分析 and 测定造成很大的困难；常常不仅要检验同一工厂的不同车间的污水，而且还要检验来自不同企业污水沟的污水。

工业废水的另一特点是它的不安定性，这就给检验工作增添了困难。在污水汇合时，某些污水里的物质常常互相发生化学作用；但由于这些物质的浓度都很低，它们之间的化学作用进行得也就比较缓慢，污水的成分也就不断地改变。因此，对此种污水的分析必须每隔一定时间反复地进行，然后根据污水成分的变化情况来判断其中所发生的化学过程；不考虑此种化

学过程，就不可能設計沉淀池和各种淨化設施。

根据这些原因，每一种污水的分析，在某种程度上都各不相同。不論我們如何仔細地拟定任何一种污水成分的一般測定方法，也难以估計到分析人員可能遇到的污水的各种組成和所有的困难。因此，分析人員在进行工业废水的定量分析时，必須先熟悉生产工艺过程，掌握各个污水沟所有成分的定性（和概略定量）材料，考虑并估計污水中各种成分的相互影响以及混合物的化学反应等。在許多情况下，要在分析污水之前，人工配制一种近于污水水样成分的混合液来进行試驗。

本书中記載了工业废水中最常见的无机物以及某些有机物的測定方法。有机物的測定是很复杂的，而且有关这一部分的污水化学分析研究还很少。然而在許多情况下，只要間接得到有机物总量和部分性质的材料就够了；此种材料是将污水的耗氧量（碘酸鉀法和高錳酸鉀法）、生化需氧量和需氮量的測定結果加以对比得出的。

关于淨水中經常存在的某些物质（鈣盐、鎂盐、碱金属盐等）的測定方法，本书則未加記載，因这些方法已詳載于国定全苏标准和天然水与飲用水的分析参考书中。

目 录

序言	5
工业废水的采样及其保存上的若干注意事项	7
感官检查	10
A. 水的颜色	10
B. 水的气味	10
氢离子浓度的测定	11
干燥的和灼烧的悬浮物质	12
悬浮物质的测定	14
A. 用过滤膜过滤法测定	14
B. 用古氏坩埚过滤法测定	16
B. 用无灰滤纸过滤法测定	17
悬浮物质的沉降和浮升动力学	17
A. 静置中污水悬浮物质浓度的定时测定	18
B. 沉降(或浮升)的悬浮物质所占体积的测定	19
干燥残渣	20
碱度	21
次氯酸盐工厂废水碱度的测定	26
酸度	27
耗氧量	30
A. 碘酸钾法	31
B. 高锰酸钾法(在酸性介质中的反应)	35
B. 高锰酸钾法(在碱性介质中反应)	38
生化需氧量(BHK)	39
需氧量(曲线图测定法)	45
含氮物质	50
A. 不含硝酸盐和亚硝酸盐时的测定	50
B. 含有硝酸盐和亚硝酸盐时的测定	52
氨和铵盐	53

04615

A. 容量法	53
B. 比色法	53
总硫量	55
A. 含硫物质的氧化	55
B. 重量法测定	56
B. 碘量法测定	57
Г. 络量法测定	59
硫化物、硫氢化物和硫化氢	62
硫化物、亚硫酸盐和硫代硫酸盐共存时的测定	64
硫酸盐	68
氯化物	69
A. 容量法	69
B. 双苯胺基脲比色法	72
“活性氯”	74
次氯酸离子、氯酸离子和氯离子共存时的测定 (次氯酸盐工 厂废水的分析)	76
A. 次氯酸离子的测定	77
B. 氯酸离子的测定	77
B. 总氯量及氯离子的含量测定	79
氟化物	80
A. Ю. Ю. 卢里耶和З. В. 尼古拉耶娃法	81
B. 吡啶联苯胺法	86
硫氟化物	88
A. 吡啶联苯胺法	89
B. Ю. Ю. 卢里耶法	90
氟化物	92
A. 用钛和过氧化氢的络合物测定	92
B. 用茜素锆试剂测定	94
B. 以氟硅酸状态蒸出的比色法测定	96
铝	98
铁	100

A. 磺基水楊酸鈉的比色法測定	100
B. 絡量法測定	102
銅	103
A. 預處理	104
B. 用內電解法使銅析出后的重量法測定	105
B. 吡啶硫氰酸鹽比色法測定	105
Г. 二乙基萘羧酸鈉比色法測定	107
Д. 碘量法測定	108
鉛	109
A. 雙硫脲法	110
B. 鉻酸鉀法	113
汞	115
鋅	117
A. 亞鐵氰化鉀溶液滴定法測定	118
B. 羥基喹啉比色法測定	120
B. 羥基喹啉容量法測定	122
Г. 若丹明法	124
鎳	125
A. 二甲基乙二脲的重量法或容量法測定	125
B. 比色法	127
鈷	129
鉻	130
A. 少量鉻的測定	131
三價鉻的測定	132
三價鉻和六價鉻总量的測定	134
分析手續的可能簡化	134
懸浮物質沉淀中鉻的測定	135
B. 多量鉻的測定	135
總鉻的測定	135
六價鉻的測定	137
鉍	137

A. 次磷酸盐法测定	137
B. 以 AsH_3 状态蒸馏法测定	139
石油产品及松树油	141
A. 少量石油产品的比浊法测定	41
B. 松树油的测定	143
B. 较多量的石油烃和环烷酸 (和磺基环烷酸) 的重量法 测定	144
挥发性(随蒸汽)酚	145
A. 碘量法测定	145
B. 重氮化对硝基苯胺比色法测定	148
B. 4-氨基安替比林比色法测定	151
不挥发性酚	153
可溴化物质	153
甲醛	154
A. 羟胺的容量法	154
B. 变色酸比色法	157
B. 盐酸苯肼比色法	159
甲醇	160
丙酮	162
脂肪系挥发酸	163
甲酸	165
吡啶碱类	166
黄原酸盐	169
二硫代磷酸盐	172
脂肪和肥皂	174
附录1. 水区水中有害物质的最大允许浓度	175
附录2. 公共水区的污水放流卫生条例	176

目 录

序言	5
工业废水的采样及其保存上的若干注意事项	7
感官检查	10
A. 水的颜色	10
B. 水的气味	10
氢离子浓度的测定	11
干燥的和灼烧的悬浮物质	12
悬浮物质的测定	14
A. 用过滤膜过滤法测定	14
B. 用古氏坩埚过滤法测定	16
B. 用无灰滤纸过滤法测定	17
悬浮物质的沉降和浮升动力学	17
A. 静置中污水悬浮物质浓度的定时测定	18
B. 沉降(或浮升)的悬浮物质所占体积的测定	19
干燥残渣	20
碱度	21
次氯酸盐工厂废水碱度的测定	26
酸度	27
耗氧量	30
A. 碘酸钾法	31
B. 高锰酸钾法(在酸性介质中的反应)	35
B. 高锰酸钾法(在碱性介质中反应)	38
生化需氧量(BHK)	39
需氧量(曲线图测定法)	45
含氮物质	50
A. 不含硝酸盐和亚硝酸盐时的测定	50
B. 含有硝酸盐和亚硝酸盐时的测定	52
氨和铵盐	53

04615

A. 容量法	53
B. 比色法	53
总硫量	55
A. 含硫物质的氧化	55
B. 重量法测定	56
B. 碘量法测定	57
Г. 络量法测定	59
硫化物、硫氢化物和硫化氢	62
硫化物、亚硫酸盐和硫代硫酸盐共存时的测定	64
硫酸盐	68
氯化物	69
A. 容量法	69
B. 双苯胺基脲比色法	72
“活性氯”	74
次氯酸离子、氯酸离子和氯离子共存时的测定 (次氯酸盐工 厂废水的分析)	76
A. 次氯酸离子的测定	77
B. 氯酸离子的测定	77
B. 总氯量及氯离子的含量测定	79
氟化物	80
A. Ю. Ю. 卢里耶和З. В. 尼古拉耶娃法	81
B. 吡啶联苯胺法	86
硫氟化物	88
A. 吡啶联苯胺法	89
B. Ю. Ю. 卢里耶法	90
氟化物	92
A. 用钛和过氧化氢的络合物测定	92
B. 用茜素锆试剂测定	94
B. 以氟硅酸状态蒸出的比色法测定	96
铝	98
铁	100

A. 磺基水楊酸鈉的比色法測定	100
B. 絡量法測定	102
銅	103
A. 預處理	104
B. 用內電解法使銅析出后的重量法測定	105
B. 吡啶硫氰酸鹽比色法測定	105
Г. 二乙基萘羧酸鈉比色法測定	107
Д. 碘量法測定	108
鉛	109
A. 雙硫脲法	110
B. 鉻酸鉀法	113
汞	115
鋅	117
A. 亞鐵氰化鉀溶液滴定法測定	118
B. 羥基喹啉比色法測定	120
B. 羥基喹啉容量法測定	122
Г. 若丹明法	124
鎳	125
A. 二甲基乙二脲的重量法或容量法測定	125
B. 比色法	127
鈷	129
鉻	130
A. 少量鉻的測定	131
三價鉻的測定	132
三價鉻和六價鉻总量的測定	134
分析手續的可能簡化	134
懸浮物質沉淀中鉻的測定	135
B. 多量鉻的測定	135
總鉻的測定	135
六價鉻的測定	137
鉍	137

A. 次磷酸盐法测定	137
B. 以 AsH_3 状态蒸馏法测定	139
石油产品及松树油	141
A. 少量石油产品的比浊法测定	41
B. 松树油的测定	143
B. 较多量的石油烃和环烷酸 (和磺基环烷酸) 的重量法 测定	144
挥发性(随蒸汽)酚	145
A. 碘量法测定	145
B. 重氮化对硝基苯胺比色法测定	148
B. 4-氨基安替比林比色法测定	151
不挥发性酚	153
可溴化物质	153
甲醛	154
A. 羟胺的容量法	154
B. 变色酸比色法	157
B. 盐酸苯肼比色法	159
甲醇	160
丙酮	162
脂肪系挥发酸	163
甲酸	165
吡啶碱类	166
黄原酸盐	169
二硫代磷酸盐	172
脂肪和肥皂	174
附录1. 水区水中有害物质的最大允许浓度	175
附录2. 公共水区的污水放流卫生条例	176

序 言

天然水区可能由于工业废水的排入而污染，如居民在此沐浴或饮用时，污水中的某些物质即可引起疾病。同时污水也是鱼类死亡的原因。

这些都说明工业企业所排出的废水有必要进行净化。此外，污水净化时还可以提炼和利用污水中的有用物质。

不论净化是为了哪一个目的，都需要对工业企业的废水成分进行经常性的化学分析和考察该企业的净化设施有无毛病。

由于工业的飞跃发展以及居民公共生活福利设施的改善，必须对工业企业废水的净化予以更大的重视。

政府关于禁止排放未经净化的工业企业废水的决议，要求我们创造一种可靠的方法对工业企业废水的净化设施进行监督，并拟定简单而准确的污水分析方法。

工业废水的分析是现代分析化学中最复杂的部分之一。工业废水中所有被测物质的浓度都是很低的，因此必须先通过各种方式加以分离和浓缩，而且还要用最灵敏的方法进行测定。

污水中的各种混杂物，给每种成分的分析 and 测定造成很大的困难；常常不仅要检验同一工厂的不同车间的污水，而且还要检验来自不同企业污水沟的污水。

工业废水的另一特点是它的不安定性，这就给检验工作增添了困难。在污水汇合时，某些污水里的物质常常互相发生化学作用；但由于这些物质的浓度都很低，它们之间的化学作用进行得也就比较缓慢，污水的成分也就不断地改变。因此，对此种污水的分析必须每隔一定时间反复地进行，然后根据污水成分的变化情况来判断其中所发生的化学过程；不考虑此种化

学过程，就不可能設計沉淀池和各种淨化設施。

根据这些原因，每一种污水的分析，在某种程度上都各不相同。不論我們如何仔細地拟定任何一种污水成分的一般測定方法，也难以估計到分析人員可能遇到的污水的各种組成和所有的困难。因此，分析人員在进行工业废水的定量分析时，必須先熟悉生产工艺过程，掌握各个污水沟所有成分的定性（和概略定量）材料，考虑并估計污水中各种成分的相互影响以及混合物的化学反应等。在許多情況下，要在分析污水之前，人工配制一种近于污水水样成分的混合液来进行試驗。

本书中記載了工业废水中最常见的无机物以及某些有机物的測定方法。有机物的測定是很复杂的，而且有关这一部分的污水化学分析研究还很少。然而在許多情況下，只要間接得到有机物总量和部分性質的材料就够了；此种材料是将污水的耗氧量（碘酸鉀法和高錳酸鉀法）、生化需氧量和需氮量的測定結果加以对比得出的。

关于淨水中經常存在的某些物質（鈣盐、鎂盐、碱金属盐等）的測定方法，本书則未加記載，因这些方法已詳載于国定全苏标准和天然水与飲用水的分析参考书中。

工业廢水的采样及其保存上的 若干注意事項

要想得到正确的污水分析結果，就要合理地采样。污水的采样方法要根据檢驗目的而定。要經常注意采来的水样不应具有偶然性。污水成分通常变动很大，并且完全取决于生产的工艺过程；因此在采样之前必須深入考察工艺过程，然后根据污水排放情况采一昼夜或数昼夜的平均試样或平均比例試样，这是因为某些車間并不是每天經常地排放污水。采总污水沟的比例試样时必须測定污水量^①。

如果污水的排放量較为恒定，那么只要采平均試样就够了。平均試样是将每隔相同時間采来的等量試样混合而成。无论平均試样或平均比例試样，通常均采一昼夜的，并将每份試样倒在一个干淨的大瓶里。一昼夜后把大瓶里的污水仔細地混合，然后再将一部分（1~3升）污水倒在干淨容器中，供做分析之用。

如果污水的排放量并不恒定，而是每隔一定時間排放的，則必須仔細考虑使采样時間和采样方法与工艺过程相适应。假如需要检查淨化設施的效能，則必須注意，采来的污浊水样（进入淨化設施的污水）和淨化过的污水（从淨化設施出来的水），要尽可能采自同一份水，为此，就需要估計到污水通过淨化設

^① 有关污水量的測量問題可參閱“Инструкция По обследованию действующих систем производственной канализации предприятий нефтяной промышленности” (А.И. Жуков教授著, “Методы определения расхода сточных вод” Гостоптехиздат, 1953)。

施的时间。

为了表示出每一污水沟里污水成分在一天中不同时间的变化情况，可以采单一试样，对其中能表明污水特性的个别成分进行分析。单一试样应采自每隔相同时间，如1小时，2小时，有的甚至几分钟（依检验目的而定），然后立即进行分析。

污水排入水区时，不应只限于污水沟本身的检验，也要分析污水沟排出口上游和下游的水，分析结果即说明水区被污水污染的程度。水区水样的采取最好用深水测定器（如果水区深度在1米以上）；如果水区不很深，可以用1~1.5升的玻璃瓶采样。玻璃瓶要放在带铅底的金属框中，用专用的夹子夹住瓶颈将玻璃瓶固定好，瓶口用系有绳子的橡皮塞塞住，利用此绳即可取出所需深度的水样。从水区中采水样的仪器，在天然水的分析参考书^①中已有叙述。

在夏天从不深的水区采水样时，如果没有特制的采水器，可用手拿着瓶子将胳膊伸入水中采样。

如水中含有游离的硫化氢，则要特别注意如何合理采样。在这种情况下，应该在现场只采供测定硫化氢用的专用水样。采样时，每份水样都要分别采在250毫升的容器里，容器中事先注入6~10毫升醋酸镉溶液（参阅“硫化氢”第62页）或1~2毫升50%的氢氧化钠溶液。为了尽量使容器内不残存气泡，要把水样灌至瓶塞处^②。

采样用的仪器和塞子要先洗干净。容器要先用热水，后用

① 請參閱А. В. Евланова и Л. А. Штуковская, Технический и санитарный анализ воды в условиях экспедиций, Госстройиздат, 1952, (中譯本, 野外勘测时水的工业和卫生分析, 1955, 建筑出版社); С. М. Драчев, А. С. Рагунов, С. В. Бруевич, Б. А. Скопинцев и М. Т. Голубева, Методы химического и бактериологического анализа воды, Медгиз, 1953.

② 关于测定氧、游离二氧化碳用试样的采取方法請參閱上記参考书。