

水质监测技术丛书

水质分析方法

鲁光四
周怀东 主编
李怡庭



学术书刊出版社

水质监测技术丛书

水质分析方法

鲁光四 周怀东 李怡庭 主编

水利部水利出版社

内 容 简 介

本书内容包括：水质分析方法的一般规定与要求，《水质监测规范》（SD127—84）规定的36个项目的分析方法及水质分析中有关的主要参考资料和附录。

本书适用于江河、湖泊、水库等地表水及部分污水项目的水质监测，可供从事水质监测的管理、科研、教学等有关人员参考。

水质监测技术丛书

水质分析方法

鲁光四 周怀东 李怡庭 主编

责任编辑 姜 伟

学术书刊出版社出版（北京海淀区学院南路86号）

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

华勘五一七队印刷厂印刷

开本：787×1092毫米1/32 印张：11.125

1989年9月第1版 1989年9月第1次印刷

印数：0001—5000 字数：230千字

ISBN 7-80045-436-3/X·3

定价：5.00元

水质监测技术丛书

水质分析方法

编写单位 水利部水文司水质处
水利部水质试验研究中心
水利部黄河水质监测中心
水利部长江水资源保护局
水利部淮河水质监测中心
安徽省水文总站
浙江省水文总站

主 编 鲁光四 周怀东 李怡庭
编 写 鲁光四 周怀东 李怡庭 冯荣周 邓英春
余道龙 戴蕊芳 王茂坚 冯惠华
审 稿 陈昌杰 冯建章

41064

前 言

随着国民经济的发展、城乡人口的增长和人民生活水平的提高，水资源的数量和质量已经成为许多地方制约或影响经济发展的主要因素之一。据有关部门估计，全国因水污染造成的经济损失，每年在300亿元以上。近年来，由于乡镇企业的迅猛发展，如不加强环境保护工作，水污染将会进一步扩散，对人们健康的危害将日趋严重。因此，加强水资源的管理和保护，已成为国民经济和社会发展的重要问题。

贯彻执行《中华人民共和国水法》及其配套法规，加强水文水质的监测、调查、评价、预测、规划和科研等工作，是管理和保护水资源的基础。在健全法制建设的同时，还应完善技术标准和 management 方法等措施。为普及水质科技知识，提高现有水质工作人员的素质，我们组织编写了《水质监测技术丛书》，并将陆续同读者见面。

《水质监测技术丛书》是一套中级科普读物，内容包括：水质技术工作、站网规划与设计、采样技术、分析方法、质量控制和保证、水质分析实验室管理基础、数理统计、资料整理、汇编以及水质评价、规划与预测和水污染物允许排放量的计算方法等。《丛书》共分六册。读者对象为具有高中以上文化程度，从事水资源开发利用、管理和保护工作，进行监测、调查、评价、规划、预测、设计、管理、生态环境保护及有关科研、教学的广大科技和管理人员。读者通过这套《丛书》的学习，可以对水质监测和保护工作“做什么？”和“怎么做？”的问题，获得基本知识。《丛书》也是学习和执行《水质监测规范》（SD127-84）的配套参考

书。我们希望这套《丛书》将有助于贯彻执行《水法》和推进水资源管理和保护工作。

在这套《丛书》的编写过程中，得到有关单位和人员的大力支持，特此一并致谢。由于是初次编写这样的《丛书》，缺乏经验，不足之处在所难免，殷切期望广大读者批评指正。

水利部水文司

1989年1月29日

编写说明

本书是根据当前标准化工作的要求及水利部门水质监测的实际情况编写的。编写时,依据《水质监测规范》(SD127-84)的规定,参考了熊椿懋、毛韵卓编写的《水质分析方法》(试行本)并根据近年来分析方法的发展趋势,已颁布的国家标准和国际标准化组织推荐的标准方法,对其中内容作了较大的增补或删减,力求达到稳、准、新的要求。

本书内容包括:一般规定与要求,《水质监测规范》规定的36个项目的分析方法,主要参考文献,附录。

本书适用于江河、湖泊、水库等地表水及部分污水项目的水质监测,可供从事水质监测的管理、科研、教学等有关人员参考。

在编写过程中,毛韵卓同志参加了初审工作,给予热情的帮助,在此我们表示衷心的感谢。

目 录

前言

编写说明

一般规定与要求

一 分析用水	(1)
(一) 纯水的制备	(1)
(二) 特殊分析用水的制备	(2)
(三) 本书对分析用水的要求与规定	(5)
二 化学试剂	(5)
(一) 化学试剂的规格	(5)
(二) 化学试剂的保存	(6)
三 标准溶液	(8)
(一) 基准物质	(8)
(二) 标准溶液的配制	(9)
(三) 标准溶液的标定	(10)
四 水样保存	(11)
(一) 水样保存的一般方法	(11)
(二) 采样量及保存方法	(12)

分析方法

一 水温	(15)
(一) 表层水温观测法	(15)
(二) 深水水温观测法	(17)
二 悬浮物——重量法	(18)
三 pH 值	(20)
(一) pH计法	(20)
(二) 比色法	(23)

四 电导率——电导仪测定法	(24)
五 氧化还原电位——电位测定法	(29)
六 游离二氧化碳——碱滴定法	(34)
七 侵蚀性二氧化碳	(38)
(一) 酸滴定法	(39)
(二) 计算法	(41)
八 阴离子(F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-})	
——离子色谱法	(48)
九 总碱度、重碳酸根和碳酸根	(57)
(一) 酸碱指示剂滴定法	(58)
(二) 电位滴定法	(65)
十 氯化物	(68)
(一) 硝酸银滴定法	(69)
(二) 硝酸汞滴定法	(74)
(三) 离子色谱法	(79)
十一 硫酸盐	(79)
(一) EDTA滴定法	(80)
(二) 离子色谱法	(84)
(三) 铬酸钡分光光度法	(84)
十二 钾和钠	(87)
(一) 原子吸收分光光度法	(88)
(二) 火焰原子发射光谱法	(92)
十三 总硬度——EDTA滴定法	(96)
十四 钙和镁	(102)
(一) 原子吸收分光光度法	(103)
(二) EDTA滴定法	(107)
十五 矿化度——重量法	(110)
十六 铵氮	(114)
(一) 纳氏试剂比色法	(115)
(二) 蒸馏和滴定法	(118)
(三) 水杨酸分光光度法	(122)

(四) 电位测定法	(127)
十七 亚硝酸盐氮	(130)
(一) N-(1-萘基)-乙二胺盐酸盐比色法	(130)
(二) 离子色谱法	(137)
十八 硝酸盐氮	(137)
(一) 酚二磺酸比色法	(138)
(二) 离子色谱法	(144)
(三) 紫外分光光度法(试行)	(144)
(四) 离子选择性电极法(试行)	(148)
十九 总磷——钼酸铵分光光度法	(150)
二十 氰化物	(156)
(一) 预蒸馏	(156)
(二) 异烟酸—吡唑啉酮比色法	(161)
(三) 吡啶—巴比妥酸比色法	(165)
(四) 硝酸银滴定法	(168)
二十一 砷化物——DDC-银盐比色法	(171)
二十二 溶解氧	(178)
(一) 碘量法	(179)
(二) 膜电极法	(187)
二十三 五日生化需氧量——稀释与接种法	(190)
二十四 化学需氧量重——重铬酸钾法	(198)
二十五 高锰酸盐指数	(204)
二十六 挥发酚	(210)
(一) 4-氨基安替比林分光光度法	(210)
(二) 溴化容量法	(218)
二十七 铜、铅、锌、镉——原子吸收分光光度法	(221)
二十八 铜、铅、锌、镉——阳极溶出伏安法(试行)	(227)
二十九 铜	(234)
(一) 原子吸收分光光度法	(235)
(二) 2, 9-二甲基-1, 10-菲啰啉分光光度法	(235)
(三) 阳极溶出伏安法	(240)

三十	铅	(240)
(一)	原子吸收分光光度法	(240)
(二)	双硫腙分光光度法	(240)
(三)	阳极溶出伏安法	(246)
三十一	锌	(246)
(一)	原子吸收分光光度法	(246)
(二)	双硫腙分光光度法	(247)
(三)	阳极溶出伏安法	(251)
三十二	镉	(251)
(一)	原子吸收分光光度法	(252)
(二)	双硫腙分光光度法	(252)
(三)	阳极溶出伏安法	(257)
三十三	铬	(257)
(一)	二苯碳酰二肼分光光度法	(258)
(二)	硫酸亚铁铵容量法	(266)
三十四	总铁	(270)
(一)	1,10-二氮杂菲分光光度法	(271)
(二)	原子吸收分光光度法	(276)
三十五	总汞	(279)
(一)	冷原子吸收分光光度法	(280)
(二)	双硫腙分光光度法	(289)
三十六	水的细菌学检验	(296)
(一)	水样的采集	(296)
(二)	细菌总数测定	(297)
(三)	大肠菌群测定	(301)
主要参考文献		(315)
附录一 样品保存与管理指导		(318)

附录二	国际原子量表(1985)	(335)
附录三	国际单位制摩尔的定义	(338)
附录四	化学试剂的分类储存	(340)

一般规定与要求

一 分析用水

水质分析中，大量使用纯水（蒸馏水，去离子水或特殊制备的纯水）来配制试剂，稀释水样和冲洗器皿等，其纯度直接影响到分析结果。蒸馏水或去离子水的电导率应 $\leq 2\mu\text{s}/\text{cm}$ 。

（一）纯水的制备

纯水的制备，有蒸馏法、离子交换树脂法、反渗透和电渗析等方法。这里仅介绍最常用的蒸馏法和离子交换树脂法。

1 蒸馏法

蒸馏法制备的纯水，其质量与蒸馏器材有关。金属蒸馏器蒸馏出的水常含有微量的金属杂质，如铜、锡等，所制得的蒸馏水不适用于痕量元素的分析。

全玻璃蒸馏器制备的纯水，含有痕量杂质和微量的玻璃溶出物，适于一般用途。经过二次蒸馏的蒸馏水质量较好，可满足分析要求。石英玻璃蒸馏器蒸馏所得蒸馏水较为纯净，适用于痕量元素的测定工作。

2 离子交换树脂法

系原水通过组合式的阴阳离子交换树脂柱制成去离子水。该法的优点是操作简便，所需设备少，出水量大，成本低，且水中金属杂质极低，电导率低于 $2.0\mu\text{s}/\text{cm}$ (25°C)。但含有微量有机物质、胶体物质和微生物等，不宜存放过久。

当单一制水工艺的出水质量不能满足分析要求时，可采用重蒸馏的方法来制备纯水。也可将蒸馏工艺与离子交换工艺串连起来制备。几种纯水制备法出水水质参考值列于表1-1。

表1-1 几种纯水制备法出水水质
电导率参考值 (25°C)

纯 化 方 法	纯化的电导率 $\mu\text{s}/\text{cm}$
蒸馏水 (商品)	10.00
玻璃蒸馏器一次蒸馏	2.0
玻璃蒸馏器二次蒸馏	1.0
复床式离子交换	1.0
混合床式离子交换	0.06

(二) 特殊分析用水的制备

1 无二氧化碳水

将蒸馏水或去离子水煮沸15min，水多时可使水量蒸发10%以上后加盖冷却。制得的无二氧化碳水应贮于橡皮塞盖上配有碱石灰管的瓶中。

2 无氨水

1L水中加入2ml浓硫酸及少量高锰酸钾使水呈紫红色后重蒸馏制得。(用具有缓冲球的全玻璃蒸馏器蒸馏。以下各项的蒸馏水均用此种蒸馏器)。

3 无亚硝酸根离子水

3.1 蒸馏水中加少量高锰酸钾晶体,搅拌溶解呈红色,再加氢氧化钡(或氢氧化钙)晶体使水呈碱性后进行重蒸馏,弃去50ml初馏液,收集中间70%的无锰部分备用。

3.2 1L蒸馏水中加1ml浓硫酸和0.2ml硫酸锰液(每100ml含36.4g的 $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$),再加1~3ml0.04% (m/V)高锰酸钾溶液使呈红色,经重蒸馏制得。

4 无硝酸根离子水

蒸馏水加高锰酸钾溶液,使呈红色,重蒸馏即得。

5 无酚水

5.1 加碱蒸馏法:将普通蒸馏水置全玻璃蒸馏器中,加氢氧化钠溶液呈强碱性,再滴加高锰酸钾溶液至深红色,加热蒸馏,馏出的无酚水贮于硬质玻璃瓶中。

5.2 活性炭吸附法:将粒状活性炭在150~170℃至少活化2h,放置干燥器内冷却后,装入预先盛有少量水(避免炭粒间存留气泡)的层析柱中,使蒸馏水或去离子水缓慢通过该柱。其速度以不超过100ml/min为宜。收集前弃去最新流出的水(其量约等于柱容量)。这种柱净化水量一般约为活性炭表观容积的1000倍。

6 无氯水

将亚硫酸钠加入蒸馏水中，重蒸馏即得。

7 无碘水

蒸馏水中加入氢氧化钠使 $\text{pH} > 11$ ，重蒸馏即得。

8 无氟水

每升蒸馏水中加入0.1g三氯化铝和1g氢氧化钠，重蒸馏即得。

9 无汞蒸馏水

二次重蒸馏水可达到此要求，也可将蒸馏水加盐酸酸化到 pH 为3，然后通过巯基棉纤维管除汞。

10 不含有机物的蒸馏水

去离子水或一次蒸馏水中加入少量高锰酸钾碱性溶液，重蒸馏即得（蒸馏器内的水在整个蒸馏过程中保持红色，否则需及时补加高锰酸钾）。

(三) 本书对分析用水的要

求与规定

在不同项目测定中，要正确选用不同纯度的纯水，以保证试液质量，降低干扰物质和空白值，提高分析质量。为此，作如下规定：

配制金属标准溶液与试液和试验用水，宜选用去离子水。

配制非金属和有机物的标准溶液与试液和实验用水，宜按用途选用各级蒸馏水。

除特别注明者外，本书所列测定项目中，配制试剂和分析操作所用之水，一律按上述规定进行。

二 化学试剂

(一) 化学试剂的规格

国产化学试剂规定为三级（如表2-1）。

表2-1 化学试剂的规格

级 别	名 称	代号	标志颜色
一级品	保证试剂，优级纯	G.R.	绿色
二级品	分析试剂，分析纯	A.R.	红色
三级品	化学纯	C.R.	蓝色

此外还生产各种特别规格的化学试剂，供特殊需要时选