



高职高专“十二五”规划教材

工业分析与检测技术

王亚宇 主编

马金才 主审

GONGYE FENXI YU JIANCE JISHU



化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

工业分析与检测技术

王亚宇 主编
马金才 主审



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是按项目编写的,通俗易懂,注重“实际、实践、实用”的原则,采用了尽可能新的标准方法,融入一些现代的教学方法和理念。

全书共分八个项目,内容包括水质分析、气体分析和工业废气的测定、煤和焦炭的分析、石油产品分析、工业酸碱分析、有机化工产品分析、硅酸盐分析、化学肥料分析。

本书利用综合实验的一系列要求培养学生的综合素质,使学生的思想道德、理论知识、心理素质、实践能力等素质得到全面提高,有利于提高学生抓住机遇,迎接挑战的能力。为今后高职专业改革和发展指明了方向。

本书可作为应用化工技术类专业及相关专业的教材,也可作为中级工、高级工及技师分析检验技能的培训教材,还可供从事化工技术的工作人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

工业分析与检测技术/王亚宇主编. —北京:化学工业出版社, 2013.8

高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-17949-4

I. ①工… II. ①王… III. ①化学工业-工业分析-高等职业教育-教材 ②化工产品-检验-高等职业教育-教材 IV. ①TQ014 ②TQ075

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 159955 号

责任编辑:张双进

文字编辑:孙凤英

责任校对:蒋 宇

装帧设计:王晓宇

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张 14 字数 331 千字 2013 年 10 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价: 32.00 元

版权所有 违者必究

前 言

以工作过程为导向的职业教育，其指导思想是培养学生参与建构工作实践的能力。

目前，项目化课程改革正逐渐成为高职教育课程改革的重要探索领域。这种“以典型任务为载体，项目驱动为主”的形式，将实践项目贯穿于教学的始终，用实践项目进行新知识的引入，以达到激发学生学习原动力为目的。

本书精心选择典型项目，挖掘化学检验技术在工业分析中的典型应用，强调化学分析技能，具有实用性和可操作性，涵盖了较为广泛的化学分析方法。

本教材努力体现如下特点。

职业院校培养的学生是应用型人才，本书的编写注重培养学生的实践能力，内容以项目设置为引导，包括职业岗位所需的专业知识、技术技能。将有利于推动以职业实际工作为导向（职业本位）的高职教学内容与课程的改革。

本书由王亚宇担任主编，编写分工为：王亚宇编写项目一、项目五、项目八；李春香编写项目二、项目六、项目七；龙燕编写项目三、项目四。全书由王亚宇统稿，马金才担任主审。

由于编者水平有限，时间仓促，不妥和疏漏之处在所难免，敬请广大同行及读者不吝赐教。

编 者

2013 年 3 月

目 录

项目一 水质分析	1
【基础知识】 水的分类及水质测定、水样的采集和保存	1
任务一 水的物理指标的测定	8
任务二 金属化合物的测定	13
任务三 非金属无机物的测定	19
任务四 有机化合物的测定	24
任务五 微生物的测定	31
项目二 气体分析和工业废气的测定	36
【基础知识】 大气污染及监测	36
任务一 氯化氢气体的测定	41
任务二 氧化氮气体的测定	42
任务三 二氧化硫气体的测定	44
任务四 硫化氢气体的测定	46
任务五 总悬浮颗粒物的测定	47
任务六 硫酸盐化速率的测定	50
任务七 甲醛的测定（酚试剂分光光度法）	51
任务八 混合气体分析	54
项目三 煤和焦炭的分析	59
【基础知识】 煤及煤的分析	59
任务一 煤试样的采取和制备	60
任务二 煤样水分的测定	64
任务三 煤中灰分的测定	68
任务四 挥发分的测定	71
任务五 固定碳含量的计算	73
任务六 煤中碳和氢分析	75
任务七 氮的测定	80
任务八 烟煤胶质层指数的测定	82

任务九 烟煤黏结指数的测定	90
任务十 烟煤的奥亚膨胀度测定	92
任务十一 煤中全硫含量的测定	95
任务十二 煤的发热量的测定	99
项目四 石油产品分析	105
【基础知识】 石油及其分析	105
任务一 水分的测定	107
任务二 石油馏程的测定	109
任务三 石油产品黏度的测定	114
任务四 石油产品闪点与燃点的测定	117
任务五 石油产品腐蚀性能的测定	121
任务六 石油产品碘值、溴值（溴价）及溴指数的测定	130
任务七 石油产品密度的测定	133
任务八 石油倾点的测定	136
任务九 石油浊点的测定	139
项目五 工业酸、碱分析	143
【基础知识】 工业浓硝酸、氢氧化钠的性质、组成及分析	143
任务一 工业浓硝酸中硫酸含量的测定	147
任务二 工业浓硝酸灼烧残渣的测定	148
任务三 工业浓硝酸中亚硝酸含量的测定	148
任务四 工业用氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	151
任务五 工业用氢氧化钠中氯化钠含量的测定	153
任务六 工业用氢氧化钠中三氧化二铁含量的测定	155
项目六 有机化工产品分析	159
【基础知识】 化工产品的物理性质	159
任务一 熔点及其测定	160
任务二 沸点和沸程及其测定	163
任务三 密度的测定	166
任务四 有机化工产品酸值的测定	170
任务五 有机化工产品皂化值和酯含量的测定	172
任务六 旋光度的测定	173
任务七 折射率的测定	176

项目七 硅酸盐分析	179
【基础知识】 硅酸盐的分类及分析	179
任务一 硅酸盐试样的准备和分解	180
任务二 二氧化硅的测定	185
任务三 氧化铁的测定	186
任务四 氧化铝的测定	188
任务五 二氧化钛的测定	188
任务六 氧化钙和氧化镁含量的测定	190
任务七 五氧化二磷的测定	192
任务八 氧化钾和氧化钠的测定	193
项目八 化学肥料分析	195
【基础知识】 化学肥料及其分析	195
任务一 水分的测定	196
任务二 磷肥分析	198
任务三 氮肥分析	206
任务四 钾肥分析	211
参考文献	217

项目一 水质分析

【知识目标】

1. 掌握工业用水分析项目及各项的测定原理。
2. 了解水的分类及其所含杂质、水质指标和水质标准、水试样的采取方法。

【能力目标】

1. 能选择适当容器和方法采集水样。
2. 能准确测定水中物理指标、金属化合物、非金属无机物及有机化合物的含量。
3. 能对水中的微生物进行测定。



基础知识

水的分类及水质测定、水样的采集和保存

第一节 概述

一、水的分类与其所含杂质

水是分布最广的自然资源，也是人类环境的重要组成部分，它以气、液、固三种聚集状态存在，遍布于海洋、地面、地下和大气中。水在整个自然界和人类社会中发挥着不可估量的作用。

自然界的水分为地下水、地面水和大气水等，地面水又可分为江河水、湖水、海水和冰山水等。从应用角度出发，有生活用水、农业用水（灌溉用水、渔业用水等）、工业用水（原料水、锅炉用水、冷却水等）和各种废水（即污染水）等。

水在自然的或人工的循环过程中，在与环境的接触过程中不仅自身的状态可能发生变化，而且作为溶剂还可能溶解或载带各种无机的、有机的甚至是生命的物质，使其表现特性和应用受到影响。因此，分析测定水中存在的各种组分时，作为研究、考察、评价和开发水资源的信息显得十分重要。水质分析主要是对水中的杂质进行测定。

水是一种良好的溶剂，在自然界的循环过程中与一些物质相接触时，或多或少地溶解了这些物质，所以，天然水往往含有许多杂质。水及其所含的杂质共同表现的综合特性称为水质。

天然水中的杂质主要分为两大类，即悬浮杂质和溶解杂质。悬浮在水中的无机物包括少量沙土和煤灰；有机悬浮物包括有机物的残渣及各种微生物。溶解在水中的气体包括来自空气中的氧气、二氧化碳、氮气和工业排放的气体污染物如氨、硫氧化物、氮氧化物、硫化氢、氯气等；溶解在水中的无机盐类主要有碳酸钙、碳酸氢钙、硫酸钙、氯化钙以及相应的镁盐、钠盐、钾盐、铁盐、锰盐和其他金属盐，溶解的有机物，主要是动植物分解的产物。

二、水中杂质的危害

1. 水中溶解的气体

水中溶解的气体对水质影响较大的是氧气、二氧化碳、氨、二氧化硫和硫化氢等。

(1) 氧气 水中溶解的氧气不仅会引起金属的化学腐蚀,还会导致危害更大的电化学腐蚀,是造成工业生产中锅炉等金属设备腐蚀的主要原因。

(2) 二氧化碳 溶于水的二氧化碳对水的 pH 产生影响,含 CO_2 多的水显酸性,会导致金属设备的腐蚀。解离产生的 CO_3^{2-} 和 Ca^{2+} 浓度过高是水垢产生的原因。

(3) 氨气 氨气是易溶于水的碱性物质,通常水中含氨量很少,不会对水质造成影响。但当水中蛋白质等含氮有机物含量较高时,在微生物作用下可分解产生氨。氨在潮湿空气中或含氧水中会引起铜和铜合金的腐蚀。氨与铜离子能形成稳定的配合物而降低铜的氧化还原电极电位,使铜易被氧化腐蚀,导致铜质工业设备的损坏。

(4) 硫化氢和二氧化硫 溶于水的二氧化硫和硫化氢都使水显酸性,硫离子能强烈地促进金属的腐蚀,其危害更大。工业生产设备中与水接触的碳钢表面出现“鼓泡”等腐蚀现象,主要是硫化氢作用的结果。硫化氢有强还原性,会与水中的氧化性杀菌剂或铬酸盐等强氧化性缓蚀剂反应而使它们失效。另外许多金属硫化物在水中溶解度很小,所以硫化氢是金属离子的沉淀剂,会使含锌等金属离子缓蚀剂形成硫化物沉淀而失效。

2. 水中溶解的无机盐类

(1) 无机盐在水中的溶解性规律 无机盐在水中的溶解度随温度变化的规律是:绝大多数盐的溶解度都随温度的升高而增加;有些盐溶解度受温度变化的影响不显著(如食盐);还有些盐类的溶解度随温度的升高而降低,如碳酸钙、硫酸钙、碳酸镁等微溶和难溶性盐类,在受热过程中特别容易形成水垢。

(2) 总溶固量和电导率 溶于水的总固体物质包括盐类和可溶性有机物,但后者在水中含量一般很低。所以,总溶固量实际是指水中溶解盐的数量。根据水中的总溶固量的不同,可将水质分为淡水、咸水、高盐水三类。

测定水中总溶固含量需把水蒸至干,很费时间。由于水中溶解的盐有导电能力,含盐量高导电能力强。溶液的电导率与其总溶固含量呈线性关系,直接测定溶液的电导率即可换算成总溶固含量。

(3) 钙、镁离子 一般从自然界得到的水都溶有一定量的可溶性钙盐和镁盐,含可溶性钙盐、镁盐较多的水称为硬水。根据所含钙盐、镁盐种类的不同,又分为暂时硬水和永久硬水。硬水中的碳酸氢钙和碳酸氢镁,在煮沸过程中会转变成碳酸盐沉淀析出,此硬水称为暂时硬水。硬水中钙、镁的硫酸盐、氯化物,在煮沸时不会沉淀析出,故称该硬水为永久硬水。含钙、镁离子较少或不含钙、镁离子水称为软水。

硬水对肥皂和合成洗涤剂的洗涤性能影响很大。水中的钙、镁离子会与肥皂中的高脂肪酸根(如硬脂肪酸根)反应,生成不溶性的硬脂酸钙(俗称钙皂)或硬脂酸镁,而使肥皂失去洗涤去污的能力。同时生成的钙皂沉淀物会牢固地附着在洗涤对象的表面,不易去除,严重影响洗涤质量。合成洗涤剂中可溶性的烷基苯磺酸钠也会与钙、镁离子发生反应,形成难溶于水的十二烷基苯磺酸盐,只能在一定程度上分散在水中,影响洗涤效果。

硬水不仅不适合做洗涤用水,也不适合做锅炉用水,它容易产生水垢,使锅炉热效率降低,甚至引起锅炉爆炸。

(4) 铁离子的危害 水中铁含量过高, 饮用时有发腥发涩的感觉, 用于洗涤衣物和瓷器会染上黄色。水中铁离子包括 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 两种形式。由于 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶度积很小, 所以在中性水中 Fe^{3+} 都是以氢氧化铁胶体形式悬浮于水中, 会相互作用凝聚沉积在锅炉金属表面形成难以去除的锈垢, 并引发金属进一步腐蚀。而溶在水中 Fe^{2+} 的危害作用在于它是水中铁细菌的营养源, Fe^{2+} 含量过多会引起铁细菌的滋生。 Fe^{2+} 与磷酸根离子结合形成的磷酸亚铁是黏着性很强的污垢。而且 Fe^{2+} 在碳酸钙过饱和溶液中起晶核作用, 能加快碳酸钙沉淀的结晶速度。

(5) 铜离子的危害 虽然铜离子在水中含量一般不高, 但它对金属腐蚀有明显影响。由于铜离子易被铁、锌、铝等活泼金属还原为金属铜, 而在金属表面形成以铜为阴极的微生物电池, 引发金属电化学腐蚀, 造成金属的点蚀而穿孔。

(6) 有害金属 水体中对人体有害的金属离子主要有汞、镉、铬、铅、砷等重金属离子。

(7) 水中的阴离子 水中含有的阴离子主要有 OH^- 、 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SiO_3^{2-} 、 Cl^- 和 SO_4^{2-} 等, 其中能引起金属腐蚀的通常是在水中含量较高的 Cl^- 。研究表明, Cl^- 虽然并没有直接参与电极反应, 但能明显加速腐蚀速度。这可能是因为 Cl^- 容易变形极化, 极化后的 Cl^- 具有较强极性和穿透性。 Cl^- 的强极性和穿透性使其易于吸附在金属表面, 并渗入金属表面氧化膜保护层内部, 而导致腐蚀。此外, OH^- 、 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 等与钙、镁离子一样都是成垢离子。

3. 水中其他杂质的危害

(1) 油污 水中的油污, 一方面会黏附在金属表面, 影响金属的传热效率, 也阻止缓蚀剂与金属表面充分接触, 使金属不能受到很好的保护而腐蚀。还会对水中各种污垢起黏结剂作用, 加速污垢的形成和聚积。油污还是微生物的营养源, 会加快微生物的滋生和形成微生物黏泥。

(2) 二氧化硅 水中溶解少量以硅酸或可溶性硅酸盐形式存在的二氧化硅, 对金属的腐蚀有一定的缓蚀作用。但其含量过高会形成钙、镁的硅酸盐水垢或二氧化硅水垢。此水垢热阻大、难去除, 对锅炉危害特别大。

综上所述, 杂质的存在对水质的影响很大, 必须严格测定和控制水中杂质的量。

三、水质分析

1. 水质分析

水质的优劣, 直接影响工业产品的质量和设备的使用, 直接影响农作物的生长及质量, 关系到人类的健康和整个生态的平衡等。因此, 对生活饮用水、工农业用水等各种用途的水都必须进行水质分析。水质分析是根据水质指标和水质标准, 用其要求的分析技术对水中杂质进行的分析。水质分析是工业分析和环境分析等的重要组成部分。

2. 水质指标

水质指标是表示水的质量好坏的技术指标, 主要有水的物理指标、化学指标及微生物指标, 根据用水要求和杂质的特性而定。

3. 水质标准

水质标准是水质指标要求达到的合格范围, 是对生活饮用水、工农业用水等各种用途的水中污染物质的最高容许浓度或限量阈值的具体限制和要求, 是水的物理、化学和生物学的质量标准。

不同的用途对水质有不同的要求。对饮用水主要考虑对人体健康的影响,其水质标准中除有物理、化学指标外,还有微生物指标;对工业用水则应考虑是否影响产品质量或易于损害容器及管道,其水质标准中多数无微生物限制。工业用水的要求也还因行业特点或用途的不同而不同。例如,锅炉用水要求悬浮物、氧气、二氧化碳含量要少,硬度要低;纺织工业用水要求硬度要低,铁离子、锰离子含量要极少;化学工业中氯乙烯的聚合反应要在不含任何杂质的水中进行。

为了保护环境 and 利用水为人类服务,国内外都有各种各类水质标准。主要有地表水环境质量标准、地下水质量标准、海水水质标准、农田灌溉水质标准、渔业水质标准、生活饮用水水质标准、各种工业用水水质标准及各种废水排放标准等。例如,我国蒸汽锅炉和汽水两用锅炉的给水,一般应采用锅外化学处理,其水质应符合表 1-1 的规定。

表 1-1 蒸汽锅炉和汽水两用锅炉的给水、锅水对水质指标的规定 (GB 1576—2001)

项 目		给 水			锅 水		
额定蒸汽压力/MPa		≤1.0	>1.0 ≤1.6	>1.6 ≤2.5	≤1.0	>1.0 ≤1.6	>1.6 ≤2.5
悬浮物浓度/(mg/L)		≤5	≤5	≤5			
总硬度/(mmol/L)		≤0.03	≤0.03	≤0.03			
总碱度/(mmol/L)	无过热器				6~26	6~24	6~16
	有过热器					≤14	≤12
pH (25℃)		≥7	≥7	≥7	10~12	10~12	10~12
溶解氧浓度/(mg/L)		≤0.1	≤0.1	≤0.05			
溶解固形物浓度/(mg/L)	无过热器				<4000	<3500	<3000
	有过热器					<3000	<2500
SO ₄ ²⁻ 浓度/(mg/L)						10~30	10~30
PO ₄ ³⁻ 浓度/(mg/L)						10~30	10~30
相对碱度(游离 NaOH/溶解固形物)						<0.2	<0.2
含油量/(mg/L)		≤2	≤2	≤2			
含铁量/(mg/L)		≤0.3	≤0.3	≤0.3			

注: 1. 硬度 mmol/L 的基本单元为 $c(1/2\text{Ca}^{2+}, 1/2\text{Mg}^{2+})$ 。

2. 碱度 mmol/L 的基本单元为 $c(\text{OH}^-, 1/2\text{CO}_3^{2-}, \text{HCO}_3^-)$ 。

3. 当锅炉额定蒸发量 ≥6t/h 时应除氧, 额定蒸发量 <6t/h 的锅炉如发现局部腐蚀时, 给水应采取除氧措施, 对于供汽轮机用汽的锅炉给水含氧量应 ≤0.05mg/L。

4. 如测定溶解固形物有困难时, 可采用测定电导率或氯离子 (Cl^-) 的方法来间接控制, 但溶解固形物与电导率或与氯离子 (Cl^-) 的比值关系应根据试验确定, 并应定期复试和修正此比值关系。

第二节 水样的采集和保存

一、水样的采集

1. 采样量

水样量根据欲测项目的多少而不同,采集 2~3L 即可满足通常水质理化分析的需要。若测定苯并(a)芘等项目,则需采集 10L 水样。

2. 采样器和采样方法

(1) 硬质玻璃瓶、聚乙烯瓶(或桶) 玻璃瓶的优点是内表面易清洗,在采集微生物样品时,采样前可以灭菌。当玻璃容器对水样中某种组分有影响时,最好选用聚乙烯容器。采样前先将容器洗净,采样时用水样冲洗 3 次,再将水样采集于瓶中。采集自来水及具有抽水设备的井水时,应先放水数分钟,使积留于水管中的杂质流去,然后将水样收集于瓶中。采集无抽水设备的井水或江、河、水库等地面水的水样时,可将采样器浸入水中,使采样瓶口位于水面以下 20~30cm,然后打开瓶塞,使水进入瓶中。

(2) 单层采样器 单层采样器适用于采集水流平稳的深层水样,其结构如图 1-1 所示。是一个装在金属框内用绳子吊起的玻璃采样瓶,框底有一铅锤,以增加质量,瓶口配有橡皮塞,以软绳系牢,绳上标有高度。采样时,将其沉降至所需深度(可从提绳上的标度看出),上提提绳打开瓶塞,待水充满采样瓶后提出。

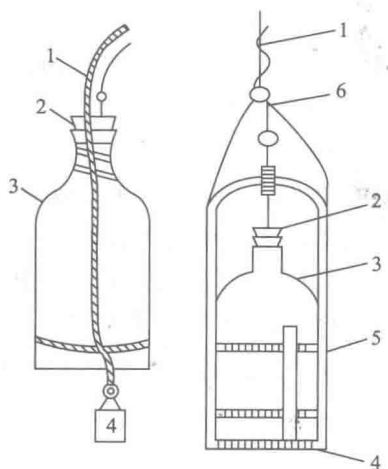


图 1-1 单层采样器

1—绳子; 2—带有软绳的橡皮塞; 3—采样瓶;
4—铅锤; 5—铁框; 6—挂钩

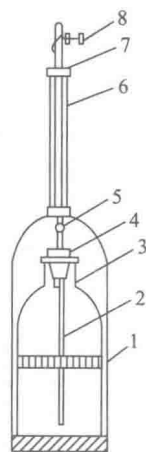


图 1-2 急流采样器

1—铁框; 2—长玻璃管; 3—采样瓶; 4—橡胶塞;
5—短玻璃管; 6—钢管; 7—橡胶管; 8—夹子

(3) 急流采样器 急流采样器适用于采集水流急、流量较大的水样,其结构如图 1-2 所示。是将一根长钢管固定在铁框上,管内装一根橡胶管,橡胶管上部用夹子夹紧,下部与瓶塞上的短玻璃管相连,瓶塞上另有一长玻璃管通至采样瓶近底处。采样前塞紧橡胶塞,然后将采样器垂直沉至要求的水深处,打开上部橡胶管夹,水样即沿长玻璃管流入样品瓶中,瓶内空气由短玻璃管沿橡胶管排出。所采集的水样也可用于测定水中溶解性气体,因为它是与空气隔绝的。

(4) 双层采样器 双层采样器适用于采集溶解性气体的水样,其结构如图 1-3 所示。采样时,将采样器沉至要求的水深处,打开上部的橡皮管夹,水样进入小瓶并将空气驱入大瓶,从连接大瓶短玻璃管排出,直到大瓶中充满水样,提出水面后迅速密封。

此外,还有直立式采水器、塑料手摇采样器、电动采样器及自动采样器等。

3. 采样点的布设

(1) 从排放口采样 当废水从排放口直接排放到公共水域时,采样点布设在厂、矿的总排污口、车间或工段排污口。在评价污水处理设施时,要在设施前后都布设采样点。

(2) 从水路中采样 当废水以水路形式排到公共水域时,为不使公共水域的水倒流进入排放口,应设适当的堰,从堰溢流中采样。对于用暗渠排放废水的地方,也要在排放日内公共水域的水不能倒流到的地点采样。在排污管或渠道中采样时,应在具有湍流状况的部位采集,并防止第一节水质分析异物进入水样。

(3) 利用自动采水器采样 利用自动采水器采样时,应把自动采水器的采水用配管沉至采样点的适当深度(一般在中心部分),配管的尖端附近装上 2mm 筛孔的耐腐蚀的筛网,以防止杂质进入配管及泵内。

4. 水样采集的时间和频率

各种工业废水都含有特殊的污染物质,其排放量、浓度等因工艺、操作时间及开工率不同而有很大的差异。采样时间和采样频率主要取决于排污情况和分析要求。一般,工业废水的采样时间应尽可能选择在开工率、运转时间及设备等正常状况时,并且至少以调查一个操作口作为一个变化单位。在生产和废水排放的周期内,应根据废水排放的具体情况,确定采样的时间间隔。工业废水采集的基本类型可分为瞬时水样和混合水样。

(1) 瞬时水样 废水的化学组成和浓度强烈地依赖于生产工艺流程和管理状况。对于生产工艺和过程连续、恒定,废水中组分及浓度随时间变化不大的工业废水,一般采用瞬时取样的方法。瞬时采样也适用于采集有特定要求的废水样。例如,某些平均浓度合格,但排放高峰浓度超标的废水,可隔一定时间瞬时采样。

(2) 混合水样

① 等时混合水样。等时混合水样是在某一时段内,于同一采样点按等时间间隔所采等体积水样的混合水样。生产的周期性影响着排污的规律性。不同的工厂和车间生产周期时间长短差别很大,排污的周期也不尽相同。一般应在一个或几个生产或排放周期内,按一定的时间间隔分别采样。对于性质稳定的污染物,可对分别采集的样品进行混合后一次测定;对于不稳定的污染物,可分别采样、分别测定,用其平均值确定水质的优劣。

② 等比例混合水样。等比例混合水样是在某一时段内,在同一采样点所采水样量随时间或流量成比例的混合水样。生产的周期性会影响废水的排放量,若排放流量不恒定,在一个排污口采集不同时间的废水样,以流量的大小,按比例混合,则得平均比例混合废水样,测其浓度即为平均浓度,用以衡量该排污口的水质。

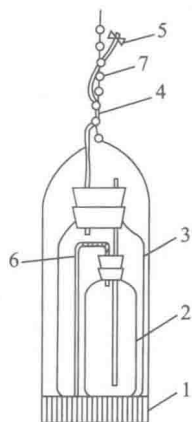


图 1-3 双层采样器

1—带重锤的铁框; 2—小瓶;
3—大瓶; 4—橡胶管; 5—夹子;
6—塑料管; 7—绳子

5. 采样记录

采样时要现场认真填写采样记录，污水样品采集的记录内容如表 1-2 所示。

表 1-2 污水采样记录表

监测站名		年度							
序号	企业名称	行业名称	采样	采样口位置 车间或出厂口	采样口流量 / (m ³ /s)	采样时间 月 日	颜色	嗅	备注

现场情况描述： 治理设施运行状况：
采样人员： 企业接待人员： 记录人员：

二、水样的保存

各种废水水样，从采集到分析这段时间内，由于物理、化学和生物作用会发生各种变化。因此，采样和分析间隔的时间应尽可能缩短。某些项目的测定，应现场进行。不能尽快分析的水样，则应根据不同监测项目的要求，采取适宜的保存方法。常用的水样保存方法有冷藏法、冷冻法和化学试剂加入法。

1. 冷藏法和冷冻法

冷藏温度一般是 2~5℃，冷冻温度为 -20℃，以抑制微生物活动，减缓物理挥发和化学反应速率。

2. 加入化学试剂法

根据待测水样的测定项目，在水样中加入适当的试剂，如生物抑制剂、酸、碱、氧化剂或还原剂等，以避免待测组分在存放过程中发生变化。例如，在测定化学需氧量的水样中加入 HgCl₂，可抑制生物的氧化还原作用。加酸保存，可防止重金属离子水解沉淀和抑制细菌对一些测定项目的影响。加碱可防止氰化物等组分的挥发。当水样的 pH 低时，六价铬易被还原，不应在酸性溶液而应在接近中性或弱碱性 (pH=7~9) 溶液中保存。加入氧化剂或还原剂，可抑制氧化还原反应和生化作用。可见，在实际中应根据水样的组成、物理性质、化学性质等合理选择其保存方法。常见水质分析项目对存放水样容器的要求和水样保存方法见表 1-3。

表 1-3 常见水质分析项目对存放水样容器的要求和保存方法

项 目	采样容器	保存方法
色、嗅、味	玻璃瓶	4℃ 保存，24h 内测定
浑浊度	玻璃瓶或聚乙烯瓶	4℃ 保存
pH	玻璃瓶或聚乙烯瓶	最好现场测定，必要时 4℃ 保存，6h 测定
总硬度	聚乙烯瓶或玻璃瓶	必要时加硝酸至 pH<2
金属（铁、锰、铜、锌、镉、铅）	聚乙烯瓶或玻璃瓶	加硝酸至 pH<2
挥发酚类	玻璃瓶	加氢氧化钠至 pH≥12，4℃ 保存，24h 内测定

续表

项 目	采样容器	保存方法
阴离子合成洗涤剂	玻璃瓶或聚乙烯瓶	4℃保存, 24h测定
氟化物	聚乙烯瓶	4℃保存
氰化物	玻璃瓶或聚乙烯瓶	加氢氧化钠至 pH≥12, 4℃保存, 24h内测定
砷、硒	玻璃瓶或聚乙烯瓶	
汞	聚乙烯瓶	加 1+9 硝酸 (内含 0.01% $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) pH<2, 10 天内测定
铬 (VI)	内壁无磨损的玻璃瓶	加氢氧化钠至 pH7~9, 尽快测定
细菌总数	消毒玻璃瓶	在 4h 内检验
总大肠菌群	消毒玻璃瓶	在 4h 内检验
余氯	玻璃瓶	现场测定
氨氮	玻璃瓶或聚乙烯瓶	每升水样加 0.8mL 硫酸, 4℃保存, 24h 内测定
亚硝酸盐氮	玻璃瓶或聚乙烯瓶	4℃保存, 尽快分析
硝酸盐氮	玻璃瓶或聚乙烯瓶	每升水样加 0.8mL 硫酸, 4℃保存, 24h 内测定
耗氧量	玻璃瓶	每升水样加 0.8mL 硫酸, 4℃保存, 24h 内测定
氯化物	玻璃瓶或聚乙烯瓶	
硫酸盐	玻璃瓶或聚乙烯瓶	
碘化物	玻璃瓶或聚乙烯瓶	24h 测定
滴滴涕	玻璃瓶	
六六六	玻璃瓶	现场处理后送回实验室, 于冰箱内保存不得超过 4h
氯仿	玻璃瓶	现场处理后送回实验室, 于冰箱内保存不得超过 4h
四氯化碳	玻璃瓶	阴凉的暗处放置不超过 4h
苯并 (a) 芘	玻璃瓶 (棕色)	

注: 1. 未注明保存方法的项目表示水样不需要特殊处理。

2. 测硒用的聚乙烯瓶必须用盐酸 (1+1) 或硝酸 (1+1) 溶液浸泡 4h 以上, 再用纯水清洗干净。

任务一 水的物理指标的测定

一、水样色度的测定

1. 测定原理

浊度是表现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、微细有机物、无机物、浮游动物和其他微生物等悬浮物和胶体物都可使水样呈现浊度。水的浊度大小不仅和水中存在颗粒物含量有关, 而且和其粒径大小、形状、颗粒表面对光散射特性有密切关系。将水样和硅藻土 (或白陶土) 配制的浊度标准液进行比较。相当于 1mg 一定黏度的硅藻土 (白陶土) 在 1000mL 水中所产生的浊度, 称为 1 度。

2. 仪器与试剂

(1) 仪器

①100mL 具塞比色管。

②1L 容量瓶。

③750mL 具塞无色玻璃瓶，玻璃质量和直径均需一致。

④1L 量筒。

(2) 试剂 浊度标准液。

①称取 10g 通过 0.1mm 筛孔 (150 目) 的硅藻土，于研钵中加入少许蒸馏水调成糊状并研细，移至 1000mL 量筒中，加水至刻度。充分搅拌，静置 24h，用虹吸法仔细将上层 800mL 悬浮液移至第二个 1000mL 量筒中。向第二个量筒内加水至 1000mL，充分搅拌后再静置 24h。

虹吸出上层含较细颗粒的 800mL 悬浮液，弃去。下部沉积物加水稀释至 1000mL。充分搅拌后贮于具塞玻璃瓶中，作为浑浊度原液。其中含硅藻土颗粒直径大约为 400 μ m。

取上述悬浊液 50mL 置于已恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干。于 105℃ 烘箱内烘 2h，置干燥器中冷却 30min，称重。重复以上操作，即，烘 1h，冷却，称重，直至恒重。求出每毫升悬浊液中含硅藻土的重量 (mg)。

②吸取含 250mg 硅藻土的悬浊液，置于 1000mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此溶液浊度为 250 度。

③吸取浊度为 250 度的标准液 100mL 置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至标线，此溶液浊度为 100 度的标准液。于上述原液和各标准液中加入 1g 氯化汞，以防菌类生长。

3. 测定步骤

(1) 浊度低于 10 度的水样

①吸取浊度为 100 度的标准液 0mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL、6.0mL、7.0mL、8.0mL、9.0mL 及 10.0mL 于 100mL 比色管中，加水稀释至标线，混匀。其浊度依次为 0 度、1.0 度、2.0 度、3.0 度、4.0 度、5.0 度、6.0 度、7.0 度、8.0 度、9.0 度、10.0 度的标准液。

②取 100mL 摇匀水样置于 100mL 比色管中，与浊度标准液进行比较。可在黑色底板上，由上往下垂直观察。

(2) 浊度为 10 度以上的水样

①吸取浊度为 250 度的标准液 0mL、10mL、20mL、30mL、40mL、50mL、60mL、70mL、80mL、90mL 及 100mL 置于 250mL 的容量瓶中，加水稀释至标线，混匀。即得浊度为 0 度、10 度、20 度、30 度、40 度、50 度、60 度、70 度、80 度、90 度和 100 度的标准液，移入成套的 250mL 具塞玻璃瓶中，每瓶加入 1g 氯化汞，以防菌类生长，密塞保存。

②取 250mL 摇匀水样，置于成套的 250mL 具塞玻璃瓶中，瓶后放一有黑线的白纸作为判别标志，从瓶前向后观察，根据目标清晰程度，选出与水样产生视觉效果相近的标准液，记下其浊度值。

③水样浊度超过 100 度时，用水稀释后测定。

4. 计算

$$\text{色度 (度)} = A \times \frac{50}{B}$$

式中 A——稀释后水样相当于铂钴标准色列的色度；

B——水样的体积。

二、水样浊度的测定

1. 测定原理

浊度是由于水中含有泥沙、黏土、有机物、无机物、浮游生物和微生物等悬浮物质所造成的,可使光散射或吸收。天然水经过混凝、过滤和沉淀处理,使水变得清澈。

样品收集于具塞玻璃瓶内,应在取样后尽快测定。如需保存,可在4℃冷藏、暗处保存24h,测试前要激烈振摇水样并恢复到室温。

浊度的测定可采用分光光度法或目视比色法。

分光光度法的基本原理是:在适当的温度下,硫酸肼与六亚甲胺四胺聚合,形成白色高分子聚合物。以此作为浊度标准液,在一定条件下与水样浊度相比较。

水样应无碎屑及易沉降的颗粒。器皿不清洁及水中溶解的空气泡会影响测定结果。如在680nm波长下测定,天然水中存在的淡黄色、淡绿色无干扰。

该法适应于测定天然水、饮用水的浊度,最低检测浊度为3度。

2. 仪器及试剂

①50mL比色管。

②分光光度计。

③无浊度水:将蒸馏水通过0.2μm滤膜过滤,收集于用过滤水荡洗两次的玻璃瓶中。

④浊度制备液

a. 硫酸肼溶液:称取1.000g硫酸肼 $[(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 溶于水中,定容至100mL。

b. 六亚甲基四胺溶液:吸取5.0mL硫酸肼溶液与5.0mL六亚甲基四胺溶液于100mL容量瓶中,混匀。于 $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ 静置反应24h。冷却后用水稀释至标线,混匀。此溶液浊度为400度,可保存一个月。

3. 测定步骤

(1) 水样采集与保存 样品采集于具塞玻璃瓶内,取样后应尽快测定。如需保存,可在4℃冷藏、暗处保存24h,测试前要激烈振荡水样并恢复到室温。

(2) 标准曲线绘制 吸取浊度标准溶液0mL、0.50mL、1.25mL、2.50mL、5.00mL、10.00mL和12.50mL,置于50mL比色管中,加无浊度水至标线。摇匀后即得浊度为0度、4度、10度、20度、40度、80度、100度的标准系列。于680nm波长处,用3cm比色皿测定吸光度,绘制标准曲线。

(3) 水样的测定 吸取50mL摇匀水样(无气泡,如浊度超过100度可酌情少取,用无浊度水稀释至50.0mL),于50mL比色管中,按绘制标准曲线的条件和步骤定水样吸光度,由标准曲线查水样浊度。

4. 计算

$$\text{浊度(度)} = \frac{A(B+C)}{C}$$

式中 A——稀释后水样的浊度,度;

B——稀释水体积, mL;

C——原样水体积, mL。

不同浊度范围测试结果的精度要求不同,具体见表1-4。