

水质理化检验方法

天津市卫生防疫站

1975年12月

前 言

为适应环境保护监测工作的需要，进一步提高水质分析水平，我们在吸收兄弟单位先进经验和总结自己工作的基础上，编写成此书，供从事水分析工作者参考。

由于我们的政治和业务水平有限，错误和不当之处请同志们批评指正。

目 录

一、水样的采集与保存	(1)
二、分析项目的确定和分析结果的表示法	(2)
三、温度	(3)
四、色度	(8)
五、臭	(5)
六、味	(7)
七、混浊度	(7)
八、总固体	(8)
九、总固体灼烧减重及总固体的固定残渣	(9)
十、溶解性固体	(10)
十一、溶解性固体灼烧减重及溶解性固体的固定残渣	(11)
十二、悬浮性固体	(11)
十三、悬浮性固体灼烧减重及悬浮性固体的固定残渣	(12)
十四、氢离子浓度 (pH 值)	(13)
十五、酸度	(16)
十六、碱度	(17)
十七、硬度	(20)
十八、钙	(23)
十九、镁	(24)
二十、氨氮	(25)
二十一、蛋白性氮	(27)
二十二、有机氮	(28)
二十三、亚硝酸盐氮	(29)
二十四、硝酸盐氮	(31)
二十五、总氮	(34)
二十六、耗氧量	(36)
二十七、溶解氧	(40)
二十八、生物化学需氧量	(45)
二十九、氯化物	(47)
三十、硫酸盐	(49)
三十一、氟化物	(51)
三十二、碘化物	(54)

三十三、磷酸盐	(56)
三十四、硫化氢及硫化物	(57)
三十五、二氧化硅	(61)
三十六、铁	(62)
三十七、锰	(64)
三十八、铝	(66)
三十九、镍	(67)
四十、钴	(68)
四十一、铅	(69)
四十二、铜	(72)
四十三、锌	(74)
四十四、铬	(75)
四十五、砷	(78)
四十六、氰化物	(81)
四十七、酚类	(84)
四十八、汞	(89)
四十九、镉	(93)
五十、硒	(95)
五十一、二硫化碳	(96)
五十二、甲醛	(97)
五十三、吡啶碱	(99)
五十四、芳香伯胺类	(100)
五十五、丹宁与木质素	(102)
五十六、合成洗涤剂(烷基苯磺酸钠)	(103)
五十七、油	(105)
五十八、有机磷农药	(109)
五十九、有机氯农药	(117)
六十、余氯	(122)
六十一、需氯量	(126)
六十二、漂白粉(或漂粉精)有效氯测定	(127)

附录:

一、试剂规格	(128)
二、基准物质	(128)
三、常用酸碱溶液的配制	(130)
四、原子量表(1969年)	(131)
五、主要试剂分子量及当量表	(132)
六、主要离子毫克数换算成毫克当量数的乘数表	(134)

一、水样的采集与保存

正确地采集水样是水质分析的一个重要环节。如果采样时出现错误，则使分析工作失效，因而不能对水质作出正确的评价。水样的采集方法、次数、深度、时间等，都是由采样分析的目的来决定的。在水样采集时须注意下列各点。

1、采样容器：使用采样容器应不影响水样为原则，须用硬质玻璃或塑料制成的容器，以2—5升容量、无色、具有磨口玻璃塞的细口瓶为佳。切不可用金属容器，不可使用木塞，纸团等类似的塞子。

盛水样的容器应在使用前充分洗涤，可先用肥皂水去器壁上附着的污物，然后再用重铬酸钾洗涤液浸洗，最后用蒸馏水冲洗2—3次，晾干备用。在取水样时再以水样充分洗涤水样瓶。

2、水样的采集：根据调查化验项目的不同，水样的采集的方法也不同。

如欲调查河流的一般污染和对水源的污染程度，可在不同河段、断面、深度和季节（枯水、丰水期）进行采样；

如欲调查个别工厂废水对河流的污染自净状况，则应在工厂排放总管及排放下游不同距离选点采样；

对于工业废水的化验，则不仅在排污口采水，还要在排放有害废水的车间污水管取样，取样的时间、次数要依据废水排放情况而定；

采集自来水或具有抽水机设备的井水时，应先放水数分钟，使积留在水管中的杂质冲洗出去，然后在收集水样。

水样的体积：供一般理化分析用水样2升左右即可。如果测定项目很多，则水样体积要酌情增加。对有特殊要求的测定项目，应按要求分别用不同容器采集。

由于水样成分受到多种因素的影响，造成在空间和时间上的高度不均匀性。为获得可靠的检验结果，必须充分考虑到各种影响因素（如潮汐、风向、扩散紊流、气象、水文、气温等条件）和人工因素（生产工艺过程、排放制度等）。

采样的技术细节要根据具体情况而定。以致很难推荐详细的规则。

采水器械根据测定对象的特点与分析项目的要求，使用各种规格和结构的采水器。如各种深水直立式采水器，横式采水器（采水瓶在水面下横放），颠倒采水器，负压抽气采水器等。

采样后应注明采样地点、时间、样号、水温、气温、水源周围卫生状况（可能造成污染因素）、送样单位、检验目的、采样者等。

水样采集后，应尽快送交实验室进行分析，如放置过久，水中含某些成分会受微生物等作用而有所改变；如水的耗氧量、氢离子浓度（pH值）及各种氮化物等均易变化。因此水样采集与测定时间相隔愈近，分析结果则愈可靠。有些化学成份和物理性状需要在现场测定，水样保存的期限取决于水样性质、测定项目的要求和保存条件。一般水质理化测定的允

许保存时间：

清洁水.....72小时；
轻污染水.....48小时；
重污染水.....12小时。

水样在运输中应在暗处和低温保存，瓶口要封闭严密。

水温的变化很快，水PH值也能在数分钟内显著变化；溶解性气体($\text{CO}_2, \text{O}_2, \text{H}_2\text{S}, \text{Cl}_2$)也可逸出或溶入。因此，水温、pH值、溶解氧、 CO_2 等项目应在现场测定或加药固定。如pH-碱度- CO_2 平衡变动时，使 CaCO_3 沉淀，引起水的硬度和钙量的降低。

Fe、Mn在低价(还原态)时，生成易溶性化合物；高价(氧化态)时，呈难溶性；根据水的氧化还原电势的不同，它或被沉淀，或自沉淀解离析出。

水的色、嗅、味和浊度也可增强或减弱。钠、矽酸和硼可自玻璃容器溶出而增加。一些金属离子极易被玻璃壁吸附和产生离子交换作用而减少，如铝、铬、镉、铜、铁、铅、锰、银、锌、汞等。

细菌的活动可改变硝酸-亚硝酸-氮的氧化还原过程，它可分介酚、减少生化需氧量、将 SO_4 还原成 SO_3 盐。此外，游离氯可转化为氯离子，六价铬还原成三价铬， SO_3 盐，二价铁、碘化物、氰化物也由于氧化作用而损失。

不可能在此一一列举防止水质变化的规定。具体的要求将在各个测定项目中加以讨论。一般可推荐下列的保存方法：

氰化物：加入NaOH，使pH值升至11.0以上，并在冰箱保存，尽快分析。

重金属：加盐酸或硝酸酸化，pH值3.5左右，以减少沉淀和吸附，使用新的塑料瓶或硬质玻璃瓶最好。

氮化合物：每升水加0.8毫升浓硫酸，以保持氮的平衡。在分析测定前，用碱中和。

酚：每升水加1克NaOH保存。

硫化物：向250~500毫升瓶内加入1毫升1M醋酸锌，立即加入1毫升1N NaOH，振荡1~2分，以便使硫化物沉淀。

溶解氧：采水样应减少曝气，用虹吸法较好。可在溶解氧瓶中加入1毫升硫酸锰溶液和1毫升硷性碘化钾溶液。

二、分析项目的确定和分析结果的表示法

水质分析的项目应根据实际需要或水源的用途来决定，不同类型的水样分析时，可参考以下项目。

天然水、地面水的一般卫生理化分析：水温，色，混浊度，总固体，溶解性固体，氯化物，硫酸盐，耗氧量，氨氮，亚硝酸盐氮，硝酸盐氮，溶解氧，pH值，各种碱度，总硬度等及有关毒物项目。

公共饮用水，自来水的卫生理化分析：可按国家生活饮用水卫生规程规定的项目测定，

增加各种碱度，氯化物，硫酸盐，耗氧量，氨氮，亚硝酸盐，硝酸盐氮等。

为了介水源受工业废水的污染状况：除上述一般分析项目外，还应有针对性地考虑分析某些可能存在的污染物，如洗涤剂、农药、酚、氰化物、铬、砷、汞、镉、石油、硫化物、苯，氟化物等。

水分析结果表示形式采用最广泛的为离子形式。在这种情况下，各种离子的含量是以每升中含某离子多少毫克来表示。除离子式以外，还利用毫克当量式，这种表示方法，能完整地反映水中溶解物质的内部化学本性，以及反映出水的重要性质。此时，离子表现为化学的等价单位，它与参加反应的离子本身成正比，并且与溶于水中盐类的离子有关。从离子式（毫克/升）换算成毫克当量式表示分析结果，可用离子的当量除该离子的毫克/升而得。

溶于水中之气体，可用氧（ O_2 ）、（ H_2S ）等表示。

但水中除了分解成离子的化合物以外，还含有不解或离解极微而通常呈胶体状态存在的化合物，如三价铁，铝和硅等化合物。这些化合物亦用氧化物每升中若干毫克来表示，如三氧化二铁（ Fe_2O_3 ）、三氧化二铝（ Al_2O_3 ）及二氧化硅（ SiO_2 ）等等。

水中的硬度用度表示一度即在1升水中含10毫克氧化钙，也就是一升水中如含一个毫克当量的氧化钙，即相当于2.8度。

三、温 度

由于供水条件及地下水在各种不同深度进行循环时热动力及自然地质条件的不同，地下水温度变化的范围很大，往往有 $100^{\circ}C$ 以上的出入。在终年冻结地带及终年积雪的高山，地下水的温度最低，而由很深的地下升上来或循环在幼年火山区域的地下水温度最高。有时地下水温度低于 $0^{\circ}C$ 也有的高出 $100^{\circ}C$ 。

地面水的温度随着地表的水文、气象等变化，以及周围环境的转变而不同，但一般地下水的温度比较稳定。就卫生学的观点论，饮用水最适宜的温度为 $12-20^{\circ}C$ 。

测定水温并同时测定大气温度、都应在水样采集过程中进行。

温度测定时，是将温度计插入水中，时间不得少于3分钟，如果必须将水样取出测定时，则水样体积不得少于1升、应当时记录结果，在一般情况下，温度记录应准确至 $\pm 0.5^{\circ}C$ 而当要求计算水中溶解氧时，则要准确到 $\pm 0.1^{\circ}C$ ，测定深层水时可采用深水温度计。

四、色 度

纯洁的水在水层浅时为无色，深时为兰绿色，水中如含有杂质，则成淡黄色甚至棕黄色。水的颜色常常是由于有机物质溶入水中而造成的。有时悬浮在水中的泥砂或矿物质等也带有颜色。

地面水大都带有颜色，地下水一般都是清亮无色的，但某些浅井水也带有颜色。

色度系指真正处于溶液状态的物质所造成的颜色，应该是以除去悬浮物后的色度为标准，称为“真色”；是把水样放置数小时后吸取上层澄清水样加以测定的。如果水中所含悬浮物不易下沉时，可用离心机分出悬浮物，因为滤纸能吸附溶解水中的部分颜色，所以如用滤纸过滤处理，应作出说明。

没有除去悬浮物的水样所产生的色度称为“表色”。因为有些水样含有颗粒太细的有机物质或无机物质，不易用离心机分离，只能测定水样的“表色”，但在比色时很难与真色标准比色列一起比较。

在清洁的或混浊度很低的水样中，水的“表色”与“真色”几乎完全相符。

测定色度是用铂钴比色法，此法为测定色度的标准方法；如用重铬酸钾与硫酸钴以适当比例配制，亦能得到同样颜色，作为比色标准。这两种方法都只适用于具有黄色色调的水质测定。

工业废水，污水的物质极为复杂，常常带有各种特殊颜色，以致不能用铂钴比色法等测定。通常用定性法；有时用稀释比法。

甲 铂 钴 比 色 法

一、原理：

用氯铂酸钾与氯化钴配成与天然水黄色色调相同的标准比色列，用于水样目视比色测定。规定1毫克/升铂所具有的颜色称为1度，作为色度单位。

二、试剂：

精确称取1.2456克氯铂酸钾(K_2PtCl_6) (含0.5克铂)及1.000克氯化钴($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) (含0.2480克钴)溶于100毫升蒸馏水中、加100毫升浓盐酸，倾入1升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。此时所配成的铂钴标准溶液的色度为500度。

三、测定方法：

1. 铂钴标准比色列配制：取11支100毫升纳氏比色管，分别加入0，1.0，2.0，3.0，4.0，5.0，6.0，7.0，8.0，9.0，10毫升铂钴标准溶液，用蒸馏水稀释至刻度，混合均匀，则各管色度为0，5，10，15，20，25，30，35，40，50度的标准比色管。将管口用显微镜盖片及树脂类物质密封，防止溶液蒸发及灰尘进入，以供长期使用。

2. 取清洁透明的水样（如水样混浊，应施行离心：如没有离心机时可改用滤纸过滤，这样将会除去部分真色而使测定结果偏低，应在报告中注明）于100毫升纳氏比色管中至刻度。

3. 将水样与铂钴标准比色列，放在白磁板或白纸上比色。比色要在接近光线的地方进行。使光源能透过纳氏比色管向上折射，眼睛自管口向下垂直观察。

4. 记录与水样色度最相近的色度。必要时可按实际需要，可配成更接近于水样色度的标准比色列进行比色。

5. 如水样的色度大于标准比色列，应用蒸馏水将水样稀释后再行比较，并将比色结果乘以稀释倍数。

四、计算：

$$1. \text{水样色度} = \frac{\text{铂钴标准溶液用量 (毫升)} \times 500}{\text{纳氏比色管容积 (毫升)}}$$

$$2. \text{水样色度} = \text{相当于标准管的色度} \times \text{水样稀释倍数}$$

铬 钴 比 色 法

一、原理：

重铬酸钾和硫酸钴配成与天然水黄色色调相同的标准比色列，用于目视比色测定，单位与铂钴比色法同。

二、试剂：

1. 铬钴标准溶液：称取0.0438克分析纯重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)及1.00克分析纯硫酸钴($CoSO_4 \cdot 7H_2O$)溶于少量蒸馏水中，加入0.50毫升浓硫酸，倾入500毫升容量瓶中，再用蒸馏水稀释至刻度。此溶液的色度为500度。

2. 稀硫酸溶液：将1毫升浓硫酸加入少量蒸馏水中，再用蒸馏水稀释至1升。

三、测定方法：

1. 铬钴标准比色列配制：取13支50毫升纳氏比色管，分别加入0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0, 6.0, 7.0毫升铬钴标准溶液，用稀硫酸溶液稀释至刻度，则各管色度为0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70度。

2. 水样测定同甲法，用铬钴标准比色列进行比色。

四、计算：同甲法。

受污染水的测定

由于污水的色度可以判断污染物质的情况，新鲜的生活污水外观混浊。工业废水根据生产性质不同，所呈现的颜色种类很多，因此颜色的测定只能是定性地用文字叙述，有时废水的颜色被其中所含大量悬浮物所掩盖或完全改变，故此测定也是采用定性法。

五、 臭

清洁的水不具任何气味，而被污染的水往往产生一些不正常的气味。天然水中如含有绿色藻类、原生动物类等，均会发生腥气。水中含有分解的有机体或矿物质(如铁或硫黄的化合物)，以及工业废水进入饮用水源后，都能产生各种不同的气味。所以可以根据臭的测定结果，推测污染的性质和污染程度。臭气的来源大致如下：

1. 微生物(死的或活的)。

2. 溶解于水中的气体，如硫化氢，沼气，或氧与有机物结合所造成的气体。

3. 矿物质，如铁盐。

4. 酚类化合物或煤焦油产品，特别是用氯化法消毒后所生成的特殊气味。

水的气味与水温有很大关系，水温高与水温低时的气味表现各不相同。

一、臭气的种类：

正常(不具任何气味)，芳香气(花香，水果味等)，甜气味(蜜甜气味)。

化学药品气味可分下列各类：(1)氯气味；(2)石油气味(汽油，煤油，煤焦油等)；(3)药气味(酚，碘仿等)；(4)硫化物气味(硫化氢)。

不愉快气味可分为下列各类：(1)鱼腥气味；(2)家畜气味；(3)污物气味(如污水等)；(4)泥土气味；(5)草气味；(6)霉烂气味(如稻草发霉)；(7)霉臭气味(产生臭气的腐烂物)；(8)植物气味(植物根茎气味)。

二、臭气的强度

强度数值	意义	说明
0	无臭气	不发生任何臭气。
1	极微弱臭气	一般饮用者，甚难感觉臭气，但有经验的水分析工作者能区别出来。
2	弱臭气	此种气味，饮用者不易感觉，但是加以指出后，就可发觉。
3	显著臭气	易于察觉，此种水不加处理，不能饮用。
4	强臭气	此种水使人嗅了后，就发生不愉快的感觉，不适于饮用。
5	甚强气臭	此种情形甚少，大致限于池塘中的水及严重污染过的水，不能饮用。

利用感官方法检查水样在冷时(20℃)，热时(60℃)及煮沸后(100℃)的臭气，根据臭气的种类和强度，以描述方法记录。

三、测定方法：

1. 冷时(20℃)：

(1)于250毫升锥形瓶中加入100毫升水样，水温过高或过低时，设法用温水或冷水在瓶外调节温度，使水温达到20℃(最好温度相差不超出2℃)。

(2)振荡瓶内水样，从瓶口嗅出水的气味。

(3)用恰当的性质及强度表示所得的结果。

2. 热时(60℃)：

(1)将上面的锥形瓶，盖一片表面玻璃，放在石棉铁丝网上徐徐加热，用温度计测水温到60℃(最好温度相差不超过2℃)。

(2)振荡瓶内水样，按上法记录所得结果。

3. 煮沸法：同上法，嗅出水在煮沸后的气味。

四、附注：

1. 测定时室内或附近不得有特殊气味。

2. 应在采样后尽速进行此项测定。

3. 测定结果中要注明测定温度。

4. 最好有二人相互检查判定。

六、味

纯净的水是无味的。天然水中溶解有杂质时，便可使水有味。干燥地区的强矿化地下水、含盐地层的地下水和矿泉水都具有各种不同的特殊味道。味道和人们味觉敏感性、水温以及溶解于水中物质的量都有关系。

各种不同的化合物引起不同的味觉，它们的浓度不同时，味觉也不同。例如，含有大量有机质的水有时带甜味，氯化钠带咸味，硫酸镁及硫酸钠具有苦味，铁盐造成涩味，经过氯化法处理的水有时有氯味。

味觉从性质上讲可以用正常、酸、甜、苦、咸、涩等字形容，从程度上讲可以分无、极微、微、明显、强、极强描述。

测定方法：水味检定只可用于没有被污染的水和肯定无毒的水；用20℃、60℃和煮沸冷却至60℃的水等三种方式加以检定。即取少量的水样放入口中、仔细尝尝水的味道，用适当的词句描述。

七、混浊度

地面水含有悬浮物质(泥土、砂质、有机物、微生物及无机物等)可产生混浊现象。天然水的混浊，在正常情况下并没有什么害处，但是经过生活污水或工业废水的污染而生成浑浊的水，往往具有害处。颗粒较粗的悬浮物在水中易于下沉，但分散极细的颗粒在水中就产生胶体状，不容易沉淀出来。

烛光浊度计法

一、原理：

浑浊度的意义是表示水中悬浮物对光源透过时所发生阻碍的程度。测定浊度的单位以1升蒸馏水含有1毫克二氧化硅(一般以白陶土为标准)称为一个浊度单位。饮用水浑浊度不得超过5°。

二、仪器：

1. 烛光浑浊度计：由玻璃刻度的标准浑浊度管，管架，与标准蜡烛架组成。
2. 标准蜡烛：最好是由鲸蜡及蜂蜡制成。但一般蜡烛只要每小时燃烧量为7.4—8.2g即可适用。

三、测定方法：

- 1 将标准浑浊度管放在管架上。

2. 燃点蜡烛，立刻自管口徐徐倒入振荡均匀的水样，防止产生气泡，并应防止标准浑浊度管底烧得过热，倒入水样易于碎裂。眼睛自管口垂直向下观察，继续加入水样、直到烛光的火头刚刚不见为止。

3. 立刻吹灭烛光，记录标准浑浊度管所示的浑浊度。

四、附注

1. 在测定过程中应保持蜡烛光焰的均匀，烛光火焰与标准混浊度管的距离尽可能保持恒定。

2. 每次点燃前应将烛芯烧焦部分用手轻轻弹去，点燃时间不宜过长，否则火焰变大，最好不超过2—3分钟。

3. 水样应混合均匀后倒入管内立刻进行测定。

4. 不要将水样倒在管外，以防熄灭蜡烛和烧炸玻璃管。

浑浊度小于25度的水样，采用浑浊度标准比浊溶液比浊，

测定方法：

1. 用河泥配制标准浑浊度液，取河泥10克加入5%氢氧化钠溶液约50毫升，搅拌后，放置2—3小时，加入自来水洗去碱性，再加入5%盐酸溶液约50毫升，搅拌均匀，放置2—3小时，用自来水洗去酸性，再用蒸馏水洗至不含氯化物为止。（用5%硝酸银溶液检验），滤去水份，放置干燥箱内，在105℃烘2—3时，使完全干燥，加2升蒸馏水充分搅拌后，放置24小时，倾出上层极细浑悬液，再加蒸馏水搅拌均匀，放置24小时，再取上层极细浑悬液用烛光浊度计法测其浓度，再稀释至所需浓度，于标准浊度液内加入二氯化汞保存。

2 取振荡均匀的水样，放入与浑浊度标准液同样的玻璃瓶内。将河泥浑浊度标准液充分振荡。

3. 在光线明亮的地方，在瓶后放报纸或划有一系列黑线的白纸作为观察目标。眼睛从瓶的前面看去，记录与水样相同浑浊度的标准液的度数。或二个接近的度数。

八、总 固 体

水中的总固体是水样在一定温度下蒸发至干时所余留的固体物的总量，是溶解性固体与悬浮性固体（包括胶状体）的总称；它的组成包括着有机化合物，无机化合物及各种生物体。

测定总固体时，蒸干水样所用的温度，对于测定结果有显著的影响，为了适合一般情况，这里以105—110℃为标准。

一、原理：

将一定量的水样，置于已知恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸发至干。于105—110℃烘箱干燥后，置干燥器中冷却至室温，称量到恒重，减去蒸发皿重即为水样中的总固体含量。

在特殊情况下，如果水样含有大量硫酸钙、硫酸镁时，因为在105—110℃的温度下，并不能彻底赶走此种化合物中所含的结晶水，所以就得不到固定不变的重量。因此需用较高的温度（180℃）干燥。又如水样中含有大量氯化钙，硝酸钙，氯化镁、硝酸镁时，此种

化合物有强烈的潮解性，极易吸收空气中的水份。所以即使用180℃干燥，也不能得到最满意的结果。遇到这种水样，可以在水样中加入适量的碳酸钠，使上列化合物生成碳酸钙和碳酸镁沉淀和氯化钠及硝酸钠等。这些新化合物中，除硝酸钠略具潮解性外，其他各物极易干燥。当然这样处理后的水样，所得结果也不能绝对理想。因为有时可能生成碱性碳酸镁而带来一定误差。因此，测定总固体时，应该注明在什么温度下干燥，以便于了解。

二、试剂：

1%碳酸钠溶液：称取10克化学纯无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）溶于蒸馏水中，再稀释成1升。

三、测定方法：

（一）在105—110℃时测定总固体：

1. 将蒸发皿洗净，放在105—110℃烘箱内，30分钟后用坩埚钳子取出，放在干燥器内冷却。30分钟后取出蒸发皿，放在分析天平上称重，再烘烤称重至恒重（两次称重相差不超过0.0004克以内即作为恒重）。

2. 用吸管取振荡均匀水样100毫升，放在蒸发皿内，（如果水样总固体极少时，可增加水样体积，将蒸发皿置水浴上蒸干，移入105—110℃烘箱内。1小时后取出，放在干燥器内冷却30分钟，称重。

3. 再将蒸发皿放入105—110℃烘箱内，30分钟后取出，放入干燥器内冷却30分钟，再称重，直至恒重为止。

若继续测定灼烧减重，则保存此蒸发皿。

（二）在180℃时烘干总固体：

1. 按上法将蒸发皿在180℃烘箱内烘干称至恒重。

2. 用吸管分别精确加入25毫升1%碳酸钠溶液。加入碳酸钠的重量应该大于总固体重量的1—2倍。因此在测定矿化度很高的水样时应适当多加入碳酸钠溶液。

3. 于二个蒸发皿内，用吸管精确加入100毫升水样（必要时用100—250毫升水样）。

4. 放在水浴或沙浴上蒸干后放入180℃烘箱内干燥至恒重。

5. 计算水样总固体时，应减去碳酸钠溶液空白测定的重量。

四、计算：

$$\text{总固体 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_1) \times 1000 \times 1000}{V}$$

W_1 ：蒸发皿重量（克）

W_2 ：蒸发皿和总固体重量（克）

V ：水样体积（毫升）。

九、总固体灼烧减重及总固体的固定残渣

一、原理：

水样经测定总固体后，可将蒸发皿用高温加热灼烧。总固体当中的有机物全部分解而挥发；其中的碳酸盐分解放出二氧化碳，硝酸盐分解放出氧，铵盐也将分解。根据这些变化，可以知道水样的灼烧减重并不完全代表有机物，同时还包括易于分解及挥发的无机物。所以从灼烧减重的变化可初步了解水样所含有有机物的情况；要彻底知道水样所含有有机物情况，主要靠各种氮素化合物及耗氧量等分析决定。

二、测定方法：

1. 取上面测定总固体完毕的蒸发皿放在高温炉中加热灼烧至600℃，要使蒸发皿内各部灼烧的均匀。

2. 蒸发皿经过40分钟左右灼烧如果发现残渣的颜色不再改变即停止加热，等完全冷却后用吸管加入2毫升蒸馏水使残渣湿润。

3. 取下蒸发皿放在105-110℃烘箱内。1小时后取出放入干燥器内冷却，称其重量至恒重。此时所减少的重量代表灼烧减重。

三、计算：

$$1. \text{总固体灼烧减重 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_3) \times 1000 \times 1000}{V}$$

W_2 : 蒸发皿和总固体重量(克)，

W_3 : 蒸发皿和总固体灼烧后重量(克)，

V : 水样体积(毫升)。

$$2. \text{总固体固定残渣 (毫克/升)} = \text{总固体 (毫克/升)} - \text{总固体灼烧减重 (毫克/升)}。$$

十、溶解性固体

一、原理：

水样所含溶解性固体的测定，可取测定悬浮物过滤后的透明水样，放在蒸发皿内蒸干。它包括有机物，无机化合物及生物体等。

二、测定方法：

1. 用吸管取测定悬浮物过滤后的水样100毫升于已知恒重的蒸发皿内，按测定总固体的方法进行处理。

2. 如继续测定溶解性固体灼烧减重，应保存蒸发皿内容物。

三、计算：

$$\text{溶解性固体 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_1) \times 1000 \times 1000}{V}$$

W_1 : 蒸发皿重量(克)，

W_2 : 蒸发皿和溶解性固体重量(克)，

V : 水样体积(毫升)。

十一、溶解性固体灼烧减重及溶解性固体的固定残渣

一、原理：

与总固体灼烧减重一样。溶解性固体经600℃高温灼烧，有机物分解而挥发，而碳酸盐、硝酸盐、铵盐也均能分解。

二、测定方法：

1. 取测定溶解性固体完毕的蒸发皿（内含溶解性固体）放在600℃高温炉内，灼烧30分钟后，取出冷却后，加入2毫升蒸馏水使残渣湿润。

2. 将蒸发皿放在105-110℃烘箱1小时，取出，放在干燥器内冷却称重，直至恒重。

三、计算：

$$\text{溶解性固体灼烧减重 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_3) \times 1000 \times 1000}{V}$$

W_2 ：蒸发皿和溶解性固体重（克），

W_3 ：蒸发皿和溶解性固体灼烧后重量（克），

V ：水样体积（毫升）。

溶解性固体的固定残渣（毫克/升）= 溶解性固体（毫克/升）- 溶解性固体的灼烧减重（毫克/升）。

十二、悬浮性固体

一、原理：

悬浮性固体是指水中不能通过过滤器的固体物；可用两种方法测定，一种是根据总固体和溶解性固体减差计算，即：

$$\text{悬浮性固体 (毫克/升)} = \text{总固体 (毫克/升)} - \text{溶解性固体 (毫克/升)}$$

另一种是直接测定法，将古氏坩埚（滤纸、滤膜、玻璃砂芯坩埚均可，前两种还可作为灼烧减重）滤渣烘干而得。

二、仪器：

1. 古氏坩埚和抽滤瓶。

2. 抽气机或水抽气泵。

古氏坩埚滤器制备方法

1. 石棉悬液：取3克石棉，用剪刀将纤维剪短成0.5厘米左右。加入60~70毫升浓盐酸，搅拌后放置48小时。然后加少量自来水，用古氏坩埚过滤，用自来水洗涤10余次，再用蒸馏水冲洗多次，直到冲洗后的蒸馏水不含氟化物为止（用数滴硝酸银检验）。然后将石棉取出，

加蒸馏水稀释至1升。每次使用前充分振荡。

2.取古氏坩埚(直径为40毫米左右),安装于吸滤瓶及漏斗上,加入石棉悬浮液,并慢慢用抽气机或用安装在自来水龙头的抽气管抽气,使石棉在古氏坩埚内铺成薄层,每一石棉层厚约1毫米左右。

3.用蒸馏水冲洗古氏坩埚数次,直到滤出的水液不再含有微小的石棉颗粒为止。

4.将古氏坩埚放在105-110℃烘箱内。1小时后取出,放在干燥器内冷却30分钟后称重直至恒重。

三、测定方法:

1.取振荡均匀的水样1升(如水样混浊度低于50毫克/升时用1升,高于50毫克/升时应相对减少水样量,使悬浮性固体沉积在坩埚内近于50—100毫克重),徐徐倾入古氏坩埚过滤。并用蒸馏水冲洗3次。

2.将古氏坩埚放入105-110℃烘箱内,1小时后取出,放于干燥器内冷却30分钟后称重直至恒重。

3.保存古氏坩埚(及悬浮性固体)以便测定悬浮性固体灼烧减重用。

四、计算:

$$1. \text{悬浮性固体 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_1) \times 1000 \times 1000}{V}$$

W_1 : 铺过石棉的古氏坩埚重量(克),

W_2 : 铺过石棉的古氏坩埚和悬浮性固体重量(克),

V : 水样体积(毫升)。

$$2. \text{悬浮性固体 (毫克/升)} = \text{总固体 (毫克/升)} - \text{溶解性固体 (毫克/升)}$$

十三、悬浮性固体灼烧减重及悬浮性固体的固定残渣

一、原理:

悬浮性固体经600℃高温灼烧,则有机物分解而挥发;而碳酸盐、硝酸盐、铵盐等也均可分解。

二、测定方法:

取测定悬浮性固体完毕的古氏坩埚(内含悬浮性固体)置高温炉内600℃灼烧30分钟后于干燥器内冷却30分钟称重。

三、计算:

$$\text{悬浮性固体灼烧减重 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_3) \times 1000 \times 1000}{V}$$

W_2 : 铺石棉古氏坩埚和悬浮性固体重量(克)

W_3 : 铺石棉古氏坩埚和悬浮性固体的灼烧后重量(克)

V : 水样体积。

悬浮性固体的固定残渣 (毫克/升) = 悬浮性固体 (毫克/升) - 悬浮性固体灼烧减重 (毫克/升)

悬浮性固体的固定残渣 (毫克/升) = 总固体的固定残渣 (毫克/升) - 溶解性固体的固定残渣 (毫克/升)

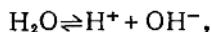
十四、氢离子浓度 (pH值)

pH值的测定, 对水处理的控制很有关系。而pH值是代表一时的氢离子浓度。天然水中氢离子浓度主要决定于其中二氧化碳、重碳酸根离子、碳酸根离子之间的相对含量, 同时, 也稍受其它离子的影响。多数天然水pH值均在7.2-8.6之间。天然水若受到工业废水的污染, 则其pH值根据排入废水的pH而定。水中酸碱度过大, 是水源受污染的主要指标之一。饮用水pH值应在6.5-9.5之间。

pH值为氢离子浓度倒数的对数

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

水的解离反应如下:



纯的蒸馏水在25°C时游离度为 10^{-7} 克分子, 水中氢离子浓度 $[\text{H}^+]$ 和羟离子浓度 $[\text{OH}^-]$ 均为 10^{-7} 克离子。

$$\frac{[\text{H}^+] \times [\text{OH}^-]}{[\text{H}_2\text{O}]} = \frac{10^{-7} \times 10^{-7}}{1} = 10^{-14}$$

即: $[\text{H}^+] \times [\text{OH}^-] = 10^{-14}$

蒸馏水的 $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 10^{-7}$, 所以蒸馏水的pH值为:

$$\text{pH} = \log \frac{1}{[\text{H}^+]} = \log \frac{1}{10^{-7}} = 7。$$

在任何水溶液中必须保持 $[\text{H}^+] \times [\text{OH}^-] = 10^{-14}$ 不变关系。如果 $[\text{H}^+]$ 增加至 10^{-4} 时, $[\text{OH}^-]$ 必定降低到 10^{-10} , 在这种情况下, $\text{pH} = 4.0$ 。凡 $[\text{H}^+]$ 增加而使pH值低于7.0时溶液带酸性; 而pH值高于7.0时, 表示溶液中含有多量羟离子, 则溶液为硷性。

由于水中二氧化碳的变化等原因, 水样的pH值常在改变, 所以应在水样采集时测定, 或于水样送到实验室后立即进行测定, 不宜久贮。

测定水样的pH值可用比色测定法及电位测定法。

电位测定法用电pH计测定, 所得结果准确, 尤其是对于某些混浊度太高或被工业废水污染而带色的水样不能用比色测定时, 只有用电位测定法才能得到较精确的结果。国产雷磁25型酸度计为最常用。