

赵孝莲

农村饮用水水质 速测箱的研制

中国医学科学院卫生研究所
环卫研究室

农村饮用水水质速测箱的研制

中国医学科学院卫生研究所 环卫研究室

在毛主席关于“把医疗卫生工作的重点放到农村去”的光辉指示指引下，为了搞好农村环境卫生工作。我们近年研究了一套适应农村使用的水质快速测定方法，并把测定项目全部试剂用品组装在一个小木箱中，方法力争能够满足简便、准确、快速、试剂稳定、经济适用等要求。曾在一些农村现场进行使用，发现了一些问题，1976年作了修改和补充。修改后的水质速测方法可以测定18个水质的主要理化指标。全部试剂用品仍组装在一个 $27 \times 15 \times 17$ 厘米（外径）的木箱中，便于携带。箱内试剂一般可供测定水样100余次。试剂用完可自行配制补充。

本方法以我所编著之《水质分析法》为基础，兹将18个分析项目测定方法叙述如下：

1. 温度

水的温度是进行水质处理的重要依据。

温度测量采用长为12厘米， 50°C 的水银温度计。测定时将温度计浸入水中，2~3分钟后记录读数。

2. 嗅味

水的嗅味能指示污染的性质和程度。

嗅味的检定采用文字描述的方法，即取水样，振荡后用鼻闻，记录气味种类，例如霉臭、泥土味、鱼腥味等等。气味的强弱分成六级记录，即无嗅，极微弱，弱，明显，强和极强。

嗅的检定和水温有关，在快速测定时可以按当时水温记录。

水味也是重要的感观指标，检定时（只有肯定无毒的水样中才检定水味），取少量水样于口中，不要咽下，尝水味，注明无味，甜，苦，咸，涩等味道。

水味强弱也分六级，即无味，极微弱，弱，明显，强，极强等。

如果当地居民有喝开水习惯，也可以检定开水的嗅和味。

3. 色

清洁的水无色，所以色度能表示水被污染的性质与程度，一般天然水多被有机物污染成黄色，所以用铂钴溶液作为标准，以1毫克/升铂作为色度1度。

取水样于10毫升比色玻管中，加至10毫升刻度处以蒸馏水作空白，自上向下观察，与标准比色卡片比色，在卡片上直接读出水样之色度。

4. 混浊度

混浊度能表明水的污染程度，用二氧化硅作为标准，即1毫克/升二氧化硅所产生的混浊度定为1度。

比浊管采用50毫升比色管，取水样至10厘米高度，从上向下观察，观察时，管底距卡片约1寸，以刚能辨认符号为

度。在浊度标符号卡片上直接读出水样的混浊度数。卡片用“标准近视力表”先用标准混浊液（见《水质分析法》一书30页）标定各符号的混浊度数。

5. PH（氢离子浓度）

PH值能反映水质的污染物性状与水质情况，是进行水质处理的重要依据。

PH值测定最简易的方法是采用的精密PH试纸（北京化工厂产品）。但是试纸的灵敏度较低。

6. 硬度

硬度是表示水中钙、镁等含量，过高的硬度可能引起腹泻，对饮、用均不适宜。硬度以每升水中含10毫克CaO作为1度，一般而言， $<8^{\circ}$ 者为软水， $8^{\circ}\sim 16^{\circ}$ 为中硬水， $16^{\circ}\sim 30^{\circ}$ 为硬水， $>30^{\circ}$ 为很硬水。

硬度速测以采用EDTA（乙二胺四乙酸二钠）法比较适宜，可以制成固体片剂。

EDTA法片剂的配方如下：

铬黑T	0.25%
EDTA = 钠盐（分析纯）	3.72%
无水LiOH（氢氧化锂）	5.43%
NaCl	75.1%
硼酸	15.5%

将NaCl与LiOH在 180°C 烘干2小时，按比例称取磨细、通过100目筛的硼酸、NaCl、LiOH、与EDTA = 钠盐，混合均匀。称取铬黑T，溶于乙醇：甲醇 = 2：1的混合液中（每500克粉末约用混合液120毫升），洒于混合粉上，搅拌均匀，通过1毫米筛，将此小颗粒在 50°C 烘干，压成片剂，

每片重100毫克。

硬度测定时吸取水样2~5毫升于刻度试管中，加入一片片剂，振摇至溶解（也可用玻璃棒将药片压碎以加速溶化）。溶解后水样若呈兰色，再慢慢滴加入水样摇匀，至溶液刚变成兰紫色为止。记录加入水样的总体积。若加1片溶解后呈红色，说明该水硬度较高，需再加一片至呈兰色，然后再加水样到刚呈兰紫色为止。记录加入水样的总体积。

水样硬度(德国硬度，度数)

$$= \frac{56}{\text{水样总体积(毫升)}} \times \text{片数}$$

7. 硫酸盐(SO₄²⁻)

硫酸盐过高可能引起水有涩味和致腹泻。

硫酸盐测定：

①采用硅胶管法。原理是四羟基醌与钙盐及BaCl₂作用生成鲜红色的钡化合物，当有硫酸根离子进入时，由于产生BaSO₄沉淀而使鲜红色退去，如用硅胶作为载体，则硅胶柱退色高度与水样中硫酸盐浓度成正比关系。

硅胶管制备法：

(1)取80~100目筛的硅胶(上海五四农场化学试剂厂)于600°C烘烤2小时。

(2)称取BaCl₂与NaCl各0.1克溶于5毫升蒸馏水中，另取四羟基醌0.01克溶于10毫升乙醇中，待完全溶解后，两液相混，搅动约5分钟，倒入37.5克已处理的硅胶中，搅拌，储于带塞的棕色玻璃瓶中。

(3)将制备后的硅胶装入内径为2毫米、长约80毫米的

细玻璃管内，蹲实，两端塞以脱脂棉，管内硅胶柱需调整正到67毫米。

使用时取水样约10毫升于小坩埚中，将硅胶管垂直插入，15分钟后，根据胶管退色高度，从标准曲线中检出 SO_4^{2-} 含量。

标准曲线是用同一批制备的硅胶，以一系列 SO_4^{2-} 的标准溶液（配法见《水质分析法》91页）测出退色高度，以 SO_4^{2-} 标准液浓度和退色高度为座标，作出标准曲线。

本法测定结果，与硅胶的处理方法及硅胶管之内径粗细硅胶松紧度有关与取样体积无关。本法能直接测出100~800毫克/升以内的 SO_4^{2-} ，但 SO_4^{2-} 低于100毫克/升时，可能使结果偏低。

本法不受下列浓度的离子干扰： F^- ，10； Fe ，5 Cl^- ，1000； NO_3^- ，89； NH_4^+-N ，10毫克/升；硬度50度。

②若水样中 SO_4^{2-} 含量在100毫克/升以下，可采用比浊法，能得到较好的结果。

比浊法粉剂配方：

BaCl_2	90%
柠檬酸	2%
葡萄糖	8%

将上列试剂磨细混匀。测定时取水样5毫升于比色管中，加入试剂10~20毫克，摇匀。10分钟后，置比浊卡片上，管底与卡片接触，记录尚能辨认符号的那个读数，比浊卡片和混浊度测定卡片合用。卡片需用标准 SO_4^{2-} 溶液标定符号。

本法不受下列离子的干扰： F^- ，4； Ca^{++} ，200； NO_3^- ，30； PO_4^{3-} ，5毫克/升； Fe ， Mg 大量测定各种水样时，回

收率为75~95%。本法测定范围为5~100毫克/升 SO_4^{2-} 。

8. 氯化物 (Cl^-)

氯化物可以作为水源被污染的参考指示。

氯化物测定通常采用硝酸银滴定法，比浊法和铬酸钾试纸法。这几种方法适用范围都比较小，误差比较大。不适宜测定500毫克/升以下的 Cl^- 的需要。本文采用硅胶管法，结果比较稳定，适宜于测定10~500毫克/升的氯化物。

制备方法：取100克100~150筛目的硅胶粉，加入56毫升铬酸钾溶液 (K_2CrO_4 ，10毫克/毫升) 迅速搅拌均匀于120~130°C烤箱中，烤2小时，取出放冷至室温，再加入40毫升硝酸银溶液(17毫克/毫升)，迅速搅拌均匀储于棕色瓶内，取内径2毫米的玻璃管，装柱高6.5厘米，两端塞玻璃毛或棉花，踏实。使用时将水样1毫升用注射器缓慢注入管内，测硅胶管退色的长度，与标准曲线比较，求出水样中 Cl^- 的浓度。标准曲线是取与水样等体积的 NaCl 标准溶液(配法见《水质分析法》99页)注入管中，以 Cl^- 的浓度和退色高度为座标作标准曲线。

如果水样中 Cl^- 浓度较高，可以少取水样，但此时标准曲线也需作相应改变。

水中常见的一般离子不干扰。

9. 总铁 (Fe)

Fe^{++} 在 $\text{pH}3.0\sim8.0$ 的溶液中与联吡啶生成淡红色的复合物，方法灵敏度0.03毫克/升，所生成的红色化合物稳定六个月，方法适宜范围0.03~0.5毫克/升。

显色剂的配制：联吡啶1.0克，盐酸羧胺10.0克苯二甲

酸氢钾89.0克，混匀磨粉过80目筛。

测定时，取水样10毫升，加入显色剂80毫克，摇匀，5分钟后与铁标准比色卡片比较。

10. 氨氮 ($\text{NH}_3\text{—N}$)

氨氮是水体被污染的主要指标之一。

纳氏比色法是测定氨氮的较好的方法，但因用液体试剂，故携带不甚方便，是本方法的缺点。

试剂配制：称取5克化学纯KI溶于4毫升不含氨氮蒸馏水中，加入饱和 HgCl_2 溶液，搅拌，直加至发生朱红沉淀不溶解为止（约需2克 HgCl_2 ）。另取14克NaOH溶于40毫升蒸馏水中，两液相混并稀释至100毫升，在使用中如有沉淀，可吸取清液于玻璃瓶中备用。

测定时取水样10毫升，加纳氏试剂4滴，摇匀，10分钟后与标准比色卡片比较。

如果水样中含有较多量钙、镁等，会使比色液混浊，此时可先加约30毫克酒石酸钾钠粉末，然后再加纳氏试剂。本测定范围0.1~4.0毫克/升稳定约20分钟。

11. 亚硝酸盐氮 ($\text{NO}_2\text{—N}$)

亚硝酸盐氮是水质污染自净的指标之一。测定方法采用重氮偶合反应。试剂配制，经比较，认为以下配方比较合适。

对氨基苯磺酸	10%
盐酸 α -萘胺	1%
酒石酸 (105°C干燥)	80%

将上列试剂磨细混合均匀。

测定时取水样10毫升，加试剂约20~30毫克，摇匀放置10分钟，与标准比色板比色。本法测定范围0.000~0.025毫克/升10分钟内色度稳定。

12. 硝酸盐氮

硝酸盐氮是水体污染自净的指标之一。测定方法采用在酸性条件下将硝酸盐还原成亚硝酸盐，经重氮偶合反应后比色测定。试剂的配制方法经比较认为以下的粉剂配方较合适。

配方1：5克化学纯的硫酸锰，2克分析纯对氨基苯磺酸，1克化学纯H-酸（1-氨基-8-萘酚3,6-二磺酸氢钠），0.17克分析纯焦硫酸钾，27克乳糖，分别研细，过100目筛混匀。

配方2：1克分析纯锌粉，34克乳糖，分别研细过100目筛混匀。

测定时取5毫升水样，加入配方1及2各一小勺（各100mg），振摇30秒钟放置20分钟即与标准比色板比色。10分钟内色度稳定，测定范围0.5~20毫克/升。

亚硝酸盐干扰测定，但一般水样中亚硝酸盐含量甚低，可忽略不计。如果含量高可在测定的结果中减去亚硝酸盐的量。

氮氮不干扰测定

本法显色与温度及时间有关，气温在30℃以上或4℃以下测定值偏低，在一般温度时差别较小。加入粉剂后，放置时间越长，颜色越深，所以均以放置20分钟为准。

13. 氟化物（F⁻）

饮水中过高过低的含氟量会引起氟斑，龋齿是种比较普

遍的地方病。

氟化物测定多采用茜素锆法，本法是退色反应，无氟时，溶液呈红色，随氟量增加，红色渐退而黄色增加。其片剂配制方法如下：

茜素红 (C.P) 0.14克，氢氧化锆 ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) 分析纯 0.090克，化学纯焦硫酸钾 ($K_2S_2O_8$) 48.4克，磨细，通过100筛目，混合均匀。

取上述混合物45克，加通过100筛目的化学纯的乳糖50克；通过100筛目的硼酸5克，混合均匀，加入适量乙醇润湿，压过30目筛孔， $50^{\circ}C$ 烘干，即成细颗粒。另取10克通过100筛目的硼酸粉末，与细颗粒混合均匀，压片，每片重110毫克。

测定时取水样10毫升，加入片剂1片，摇荡至溶解。放置20分钟，与标准比色板比较。

本法显色与温度及时间有关，气温在 $30^{\circ}C$ 以上时，则测定值偏高，在 $4^{\circ}C$ 以下则偏低，而在一般温度时。差别较小。

14. 总硫化物

水体受工业废水与生活污水的污染，有机物的分解，都能使水中含有硫化氢及硫化物，它能使水质具有类似坏蛋的气味，因而硫化物常作为水源受污染的指标。

测定原理：使水体自身产气吹出硫化氢，采用检气管使硫化氢与可溶性铅盐作用生成黑色硫化铅，在铅盐中加入少量碱性物用以提高反应的灵敏度。

气检管的制备：0.25克醋酸铅 ($Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$) 溶于50毫升蒸馏水中，加入10%氢氧化钠使溶液PH为9，

在搅拌下将溶液倒入50克青岛海洋化工厂(60~100)硅胶中,混匀置于95°C烘箱烤干,装入长8厘米,内径2毫米玻璃管中(管径与硅胶装入的松紧度要求一致),两端塞以脱脂棉。

测定时取25毫升水样(含硫化物0.1~2.5毫克/升)于25毫升比色管中,加入S²⁻试剂2,一平匙)柠檬酸0.5克)用树脂匙加入总硫试剂1-平匙,立即塞上带有检气管的胶塞,20分钟后根据检气管变色长度从标准曲线查出总S²⁻毫克/升。标准溶液配制见(水质分析)269页。

15. 含硫有机磷农药(氯化钡比色法)

含硫有机磷农药如乐果、1059, 1605, 3911等,是一种剧毒物质,作为杀虫剂已在我国家农田广泛使用。

有机磷农药测定方法不少,但由于仪器或试剂的特殊要求,尚难以广泛应用。氯化钡比色法灵敏度稍差,但方法简便,可用于农村快速测定。

原理:水中含硫有机磷在中性或酸性溶液中,与氯化钡试剂生成黄色或桔黄色化合物,可比色测定。硫化物有干扰,可用阴离子交换树脂消除。

试剂:①氯化钡溶液(0.2毫克/毫升),称取20毫克钡粉溶于50毫升(10毫升浓盐酸和2毫升浓硝酸配成),然后于水浴上蒸干,加入几滴盐酸,用水稀释至100毫升;②“717”季胺型阴离子交换树脂。

测定:取10毫升水样于具塞比色管中,加入1小勺(约0.5克)树脂,盖好塞子振摇4分钟,静止树脂下沉后,倾出溶液到另一比色管中,加入4滴(约0.2毫升)氯化钡溶液,40分钟后与标准色列比色测定,40分钟后色度基本稳

定。

1毫克/升铁及5毫克/升氨氮对本法无干扰。

本方法灵敏度与有机磷农药含硫个数成正比，对于乐果2微克/10毫升可目视检出。

16. 砷化物

硫酸厂、氮肥厂及锰铁合金冶炼企业的生产废水含有砷化物，使用含砷的杀虫剂处理喷洒农作物或果树，也可能使地面水受到污染。砷的化合物具有强烈的毒性。

原理：锌与酸作用，产生新生态氢，将水溶液中砷还原为砷化氢。砷化氢与氯化金反应产生游离态金的胶状颗粒，呈现由紫红色、兰紫色—褐黑色。

本法测定范围0.02~0.16毫克/升As。

试剂：10目锌粒。

指示硅胶：青岛海洋化工厂粗孔硅胶60~100目，经1:2盐酸—硝酸浸剂泡过夜。水，热水煮沸，水洗至无氯离子105°C，烘干后，按50毫升硅胶以0.27% $\text{AuCl}_3 \cdot \text{HCl} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 毫升处理即刻混匀。装入内径为2毫米玻璃管，两端塞少许脱脂棉（管径与硅胶装入的松紧度要求要一致）。用橡皮头堵住保存备用。

测定：取25毫升水样于25毫升比色管中，加入8平匙固体酸—约3.5克（200克焦硫酸钾，加36.8毫升浓硫酸，碾磨成粉状贮并内）。摇动使完全溶解后，再加一平勺锌粒（约1克），立即将已装有检测管的橡皮塞塞紧管口，轻轻旋转后，反应60分钟，测量硅胶管变色长度由标准曲线查知砷含量。

17. 余氯

余氯是水质氯消毒的重要指标。

余氯测定，本箱采用联邻甲苯胺法（甲士立丁法）。

粉剂配方：取5克硫酸氢钾和5毫克联邻甲苯胺于研钵中，磨细混合均匀。

测定时取水样10毫升，加入粉剂约10~20毫克，摇匀，放置5分钟，与标准比色板比较。

水中一般离子对本法没有明显干扰作用。粉剂保存的时间不能太长。

18. 漂白粉中有效氯

漂白粉是饮水氯消毒的常用消毒剂。其中有效部分称为有效氯。

漂白粉中有效氯测定可采用测定余氯的方法，但因需稀释倍数太大而影响效果。所以较方便的是采用兰墨水法。

测定步骤如下：取0.5克漂白粉样品于50毫升瓶中，加50毫升清水，连续摇动1分钟（约摇200次）放置5分钟，倾出上清液，摇匀，吸出38滴于白瓷皿中，洗净吸漂白粉溶液的吸管，再吸兰墨水滴加于白瓷皿中，搅拌，直至出现稳定的兰绿色为止。消耗兰墨水的滴数即为该漂白粉中有效氯的百分数。

在测定漂粉精中有效氯时，手续和上述方法相同，但只需取样20滴，而计数有效氯百分数时，是所消耗兰墨水数滴的两倍，（即滴数 $\times 2$ ）。

国内常用牌号的兰墨水对测定结果的影响不大。

取样的快慢对测定结果关系甚大（尤其是漂粉精）所以要求操作手续迅速。

速 测 箱 制 备

标准比色卡片的制作

标准比色卡片是用胶片染色的方法制成的，这种方法的优点成本低、轻便、和水样测定色调一致，可使测定准确性提高。

制作步骤：将无色或曝光的电影废胶片用30%的硫代硫酸钠溶液浸泡数分钟（如已定影的胶片应先用25%铁氰化钾溶液浸泡数分钟），使胶片上的黑色溴化银脱落，用清水冲洗后凉干。

浸泡胶片的溶液，不宜用太强的碱液或强氧化剂，否则会将胶片上的胶膜同时脱去，以致不能染色。也不能用硬物刮擦胶片，如胶片模糊发毛，则影响比色。

选择和标准比色列溶液（配制方法见《水质分析法》一书）颜色一致的水溶性染料（可用工农兵袋色），将染料配成0.5~1.0%稀溶液。因染料有时不能与标准比色列色调相同，则需酌情调节，将胶片剪成小块，浸泡染料液中，以浸泡时间调节染色的深浅（一般自数秒钟至数小时）。取出用水冲去浮色凉干，然后和标准比色管颜色比较。

将已染色的胶片粘合于两张有比色孔的硬纸板中间，尽可能用无色聚脂薄膜保护胶片着色面，同时用无颜色的胶片做空白，以达到比色能准确一致。

本速测法所需的标准比色卡片的胶片染色情况如下：

测定项目	染料名称	染料配 方
亚硝酸 盐 氮	桃 红	桃红(均用工农兵袋色、下同) 1克, 溶于150毫升水加海昌兰 (0.5%) 数滴调节颜色与标准 一致, 过滤, 将胶片浸入。
氨 氮	杏 黄	草黄 1 克, 溶于200毫升水中, 加煮红数滴调节, 过滤, 将胶片 浸入。
硝酸盐氮	红	煮红 1 克溶于200毫升水中, 用 深兰调节颜色与标准一致, 过滤, 将胶片浸入。
总 铁	红	方法同氨氮。
色 度	槐 黄	草黄0.5克溶于200毫升水中, 加数滴煮红调节。
铜化物	红—黄	用桃红加草黄溶液互配逐渐由 红多变成黄多。
含硫有机 磷农药	黄	橙黄 1 克溶于200毫升水中, 加 少许大红调节。
余 氯	黄	淡黄 1 克溶于200毫升水中。

采用本文方法制备农村饮水速测箱，需用试剂、器皿

测定项目	试 剂	器 皿	比 色 卡、片
温 度	6.4~8.0精密PH试纸一本	0~50°C长约12厘米 温度计一支	
PH		玻璃棒一个	
混 浊 度		比浊管(50毫升比色管) 一支	标准卡1张(采 用近视力表)
色 度		10毫升比色管	标准卡片1张
硬 度	硬度片剂一瓶	同 上	
硫 酸 盐	粉剂一瓶	白瓷坩埚一个、内径2 毫米瓷管数十支	标准曲线1张
氯 化 物	粉剂一瓶	1毫升注射器1支、内径2 毫米瓷管数十支	标准曲线1张
总 铁	粉剂一瓶	10毫升比色管、有机玻璃 小勺89毫克各1个10毫升比 色管	标准卡片1张
氨 氮	纳氏试剂(液体)1瓶，酒 石酸钾钠粉剂1瓶	10毫升比色管	标准卡片1张
硝酸盐氮	粉剂二瓶	10毫升比色管 100毫克小勺2支	标准卡片1张

续表

测定项目	试剂	器	皿	比色卡片
亚硝酸盐氮	粉剂一瓶	10毫升比色管 30毫升小比色管	1支	标准卡片 1 张
氟化物	片剂一瓶	10毫升比色管		标准卡片 1 张
总硫化物	圈体试剂二瓶	25毫升比色管 内径玻璃管十支	2 毫米	标准曲线 1 张
砷化物	固体试剂二瓶	25毫升比色管 塞、小勺二个 直径玻璃管数十支	橡皮管 2 毫升内	标准曲线 1 张
含硫有机磷农药	阴离子交换树脂一瓶 剂溶液一瓶	10毫升比色管 支、小勺 1 个	滴管 1	标准卡片 1 张
余氯	粉剂一瓶	10毫升比色管		标准卡片 1 张
漂白粉中有效氯	试剂溶液（兰墨水）一瓶	50毫升刻度试剂瓶一个 瓷塔坩（和硫酸盐共用） 个、滴管、0.5克小勺一个		
其它用品		棉花一块、胶管一根、毛刷一个、小漏斗一个、小三角瓶一个、蒸馏水一瓶、醋酸铅棉花一块。		

我国幅员辽阔水质条件复杂，本法难于适应各种水样的分析，不足之处有待今后改进。