

地面水水质监测检验方法

人 民 卫 生 出 版 社

地面水水质监测检验方法

中国医学科学院卫生研究所 编

人民卫生出版社出版

北京通县印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

787×1092毫米32开本 6印张 131千字

1979年6月第1版第1次印刷

印数：1—30,200

统一书号：14048·3675 定价：0.43元

地面水水质监测检验方法

编 写 单 位

中国医学科学院卫生研究所
湖北省卫生防疫站
上海市卫生防疫站
重庆市卫生防疫站
辽宁省卫生防疫站
江苏省卫生防疫站
中国科学院环境化学研究所
北京市卫生防疫站
北京市环境保护科学研究所
天津市卫生防疫站
广东省职业病防治院
浙江省人民卫生实验院
陕西省卫生防疫站
北京市环境保护监测站
甘肃省卫生防疫站
四川省卫生防疫站

人 民 卫 生 出 版 社

前 言

为不断改善和保护环境，贯彻实施《工业企业设计卫生标准》，加强地面水监测工作，根据国家建委及卫生部的要求，我所会同有关单位，从1975年起，在总结我国多年来水质检验实践经验的基础上，经过三年的科研协作，反复研究、验证和修改，提出了《地面水水质监测检验方法》，经卫生部批准，作为《工业企业设计卫生标准》的配套检验方法，供各地试行。

请各单位将使用过程中发现的问题及建议寄交我所，以便今后修订时参考。

中国医学科学院卫生研究所

一九七八年六月

说 明

项目

本书所列分析项目，系根据《工业企业设计卫生标准》中“地面水水质卫生要求”及“地面水中有害物质最高容许浓度”确定的。

单位

本书各项测定结果，除色、臭、味、漂浮物质、pH值各有其特定单位或用文字描述外，一般均用毫克/升表示，即每升水样中含有若干毫克该种物质。当浓度小于1毫克/升时，有时也用微克/升表示。如浓度大于10,000毫克/升，则用百分含量(%)表示。

试剂

本书所用化学试剂，除有说明者外，一般均指分析纯级。有些项目则必须使用优级纯。对于气相色谱分析、薄层层析、原子吸收分光光度法等，都根据实验要求，另作明确规定。

蒸馏水

在一般测定项目中，配制试剂和稀释水样，均使用普通蒸馏水。当对蒸馏水有特殊要求时，则另作具体说明。

试剂浓度

用固体溶质配制的试液，其浓度采用重量/体积百分比，即每100毫升溶液中所含溶质的克数。

用液体溶质配制的试液，其浓度采用溶质体积+溶剂体积表示。例如1+3盐酸溶液，系指1体积浓盐酸与3体积蒸

馏水相混合。

准确称量

系指称重的准确度达0.0001克。

恒重

系指连续两次干燥后的重量差异在0.2毫克以下。

玻璃仪器

试剂瓶及采样容器，最好使用硬质玻璃瓶。当试剂或水样对玻璃具有侵蚀性时，可改用聚乙烯瓶。

容量瓶、滴定管及移液管应经过校正。

配制标准色列时，需使用成套的比色管，各管刻度高低应该一致。具塞比色管的塞子要求严密。

滤纸

一般测定项目中所用滤纸，均指普通定性滤纸。个别项目对滤纸的质量及细密程度有其特殊要求，将另作明确规定。

目 录

水样的采集和保存	1
第一项 悬浮物质	3
甲、石棉坩埚法	3
乙、滤纸法	4
第二项 色、臭、味	6
色	6
甲、铂钴标准比色法	6
乙、稀释倍数法	7
臭、味	7
第三项 漂浮物质	9
第四项 pH 值	10
甲、pH 电位计法	10
乙、比色法	11
第五项 生化需氧量	16
五日 20°C 培养法	16
第六项 溶解氧	20
甲、碘量法	20
乙、膜电极法	24
第七项 有害物质	25
一、乙腈	25
甲、气相色谱法	25
乙、碘化汞钾比色法	26
二、乙醛	28
甲、气相色谱法	28
乙、3-甲基-苯并噻唑酮腈比色法	31

三、二硫化碳	32
二乙胺-醋酸铜比色法	32
四、二硝基苯	35
甲、气相色谱法	35
乙、薄层层析法	37
丙、丁酮-碱比色法	40
五、二硝基氯苯	42
甲、气相色谱法	42
乙、薄层层析法	42
丙、吡啶-碱比色法	42
六、二氯苯	44
气相色谱法	44
七、丁基黄原酸盐	46
硫酸镍比色法	46
八、三氯苯	48
气相色谱法	48
九、三硝基甲苯	48
甲、气相色谱法	48
乙、薄层层析法	49
丙、加碱比色法	50
十、马拉硫磷(4049)	52
甲、气相色谱法	52
乙、酶抑制-薄层层析法	52
丙、铜络合比色法	52
十一、己内酰胺	54
羟肟酸比色法	54
十二、六六六	55
甲、气相色谱法	56
乙、薄层层析法	57
十三、六氯苯	61

气相色谱法	61
十四、内吸磷(1059)	61
甲、酶化学法	61
乙、气相色谱法	61
丙、酶抑制-薄层层析法	61
十五、水合肼	62
对二甲氨基苯甲醛比色法	62
十六、四乙基铅	64
双硫脲比色法	64
十七、四氯苯	66
气相色谱法	66
十八、石油	66
甲、红外法	67
乙、重量法	69
丙、比浊法	70
十九、甲基对硫磷(甲基1605)	72
甲、酶化学法	72
乙、盐酸(1-萘基)乙烯二胺比色法	72
丙、气相色谱法	72
丁、酶抑制-薄层层析法	72
二十、甲醛	72
甲、乙酰丙酮比色法	72
乙、盐酸羟胺容量法	74
二十一、丙烯腈	76
甲、气相色谱法	76
乙、高锰酸钾转化法	76
二十二、丙烯醛	77
甲、气相色谱法	77
乙、4-己基间苯二酚比色法	77
二十三、对硫磷(1605)	79

甲、酶化学法	80
乙、盐酸(1-萘基) 乙烯二胺比色法	83
丙、气相色谱法	85
丁、酶抑制-薄层层析法	87
二十四、乐果	90
甲、盐酸(1-萘基) 乙烯二胺比色法	90
乙、气相色谱法	92
丙、酶抑制-薄层层析法	92
二十五、异丙苯	92
气相色谱法	92
二十六、汞	94
甲、无焰原子吸收法	94
乙、双硫脲比色法	96
二十七、吡啶	99
巴比土酸比色法	99
二十八、钕	101
催化法	101
二十九、松节油	103
香荚兰素比色法	103
三十、苯	105
甲、气相色谱法	105
乙、硝化-丙酮比色法	106
三十一、苯乙烯	108
气相色谱法	108
三十二、苯胺	108
盐酸(1-萘基) 乙烯二胺比色法	108
三十三、苦味酸	110
邻二氮菲-低铁比色法	110
三十四、氟化物	112
甲、电极法	112

乙、氟试剂比色法	115
丙、茜素锆比色法	117
三十五、活性氯	119
邻联甲苯胺比色法	119
三十六、挥发酚类	120
甲、4-氨基安替比林比色法	121
乙、溴化容量法	124
三十七、砷	126
甲、二乙氨基二硫代甲酸银比色法	126
乙、砷斑法	129
三十八、钼	130
硫氰酸盐比色法	130
三十九、铅	132
甲、原子吸收分光光度法	132
乙、双硫脲比色法	132
四十、钴	136
钴试剂比色法	136
四十一、铍	137
桑色素荧光比色法	137
四十二、硒	139
甲、二氨基联苯胺比色法	139
乙、气相色谱法	141
四十三、铬	143
甲、二苯碳酰二肼比色法	143
乙、硫酸亚铁铵容量法	145
丙、三价铬——二苯碳酰二肼比色法	146
四十四、铜	147
甲、原子吸收分光光度法	147
乙、二乙氨基二硫代甲酸钠比色法	148
四十五、锌	149

甲、原子吸收分光光度法	149
乙、双硫脲比色法	150
丙、锌试剂比色法	151
四十六、硫化物	154
甲、对二乙氨基苯胺比色法	154
乙、碘量法	156
四十七、氰化物	158
甲、异烟酸吡唑酮比色法	158
乙、吡啶-联苯胺比色法	161
丙、硝酸银容量法	163
四十八、氯苯	164
吡啶-碱比色法	164
四十九、硝基氯苯	166
甲、气相色谱法	166
乙、薄层层析法	166
丙、重氮盐比色法	167
五十、铈	169
孔雀绿比色法	169
五十一、滴滴涕	171
甲、气相色谱法	171
乙、薄层层析法	171
丙、硝化比色法	171
五十二、镍	173
甲、原子吸收分光光度法	173
乙、丁二酮肟比色法	173
五十三、镉	175
甲、原子吸收分光光度法	175
乙、双硫脲比色法	179
丙、镉试剂比色法	182

水样的采集和保存

供物理、化学检验用水样的采集方法，是根据欲测定指标决定的。采集的水样应均匀、有代表性以及不改变其理化特性。水样量也根据欲测项目的多少而不同，一般采集 2 ~ 3 升即可满足水质理化分析的需要。

采集水样的容器，可用硬质玻璃瓶或聚乙烯瓶。一般情况下，两种均可应用。当容器对水样中某种组分有影响时，则应选用合适的容器。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。

采样和分析的间隔时间愈短，分析结果愈可靠。某些项目的测定，应在现场进行。有些项目则需加入适当的保存剂，或在低温下保存。表 1 为部分项目对采样容器的要求和
水样保存方法。

表1 采集水样的容器和保存方法

项 目	采 样 容 器	保 存 方 法
悬浮物质	玻璃瓶或聚乙烯瓶	4℃保存
色、臭、味	玻璃瓶	4℃保存, 24小时内测定
pH值	玻璃瓶或聚乙烯瓶	最好现场测定, 必要时4℃保存, 6小时内测定
生化需氧量	玻璃瓶	4℃保存, 6小时内测定
溶解氧	玻璃瓶	现场固定, 4~8小时内测定
乙醛、甲醛	玻璃瓶	加硫酸保存, 24小时内测定
六六六、滴滴涕	玻璃瓶	
石 油	广口玻璃瓶, 用前以溶剂洗净, 并于空气中干燥	加硫酸至pH<2, 于4℃保存
对硫磷	玻璃瓶	24小时内测定
汞	玻璃瓶或聚乙烯瓶	加硝酸至pH<2
金属: 钒、铅、钴、钼、铜、锌、镍、镉	玻璃瓶或聚乙烯瓶	加硝酸至pH<2
氟化物	聚乙烯瓶	4℃保存
活性氯	玻璃瓶	现场测定
挥发酚类	玻璃瓶	现场固定, 4℃保存, 24小时内测定
硒	玻璃瓶或聚乙烯瓶	加硝酸至pH<2
铬	内壁无磨损的玻璃瓶	加硝酸至pH<2
硫化物	玻璃瓶或聚乙烯瓶	现场固定, 24小时内测定
氰化物	玻璃瓶或聚乙烯瓶	现场固定, 4℃保存, 24小时内测定

第一项 悬 浮 物 质

悬浮物质是指水中不能通过石棉坩埚或滤纸的固体物质，可用石棉坩埚法或滤纸法测定。

甲、石棉坩埚法

【概述】

用石棉坩埚作为滤器，将水样过滤，滤渣经烘干后称重。

【仪器】

1. 石棉坩埚：取约3克分析纯石棉，浸泡于1升蒸馏水中，即成为石棉悬液。或取3克普通石棉，剪成0.5厘米长，浸泡于60~70毫升浓盐酸中，搅拌后放置2昼夜，用自来水洗涤多次，再用蒸馏水洗涤，至洗液不含氯离子为止，将石棉浸泡于1升蒸馏水中，即成为石棉悬液。向容积约为25毫升的多孔过滤瓷坩埚内，倒入石棉悬液，慢慢抽滤，使底部铺上一层厚约1毫米的石棉层。放入多孔小板，再继续抽滤，使上面也铺上一层厚约1毫米的石棉层。用蒸馏水冲洗石棉层，直至无微小的石棉纤维流出为止。将铺好石棉纤维的多孔过滤瓷坩埚，置于105℃烘箱中烘烤1小时，然后放入硅胶干燥器内冷却30分钟，称重。再次烘烤、称重，直至恒重为止。

2. 500毫升抽滤瓶。

【步骤】

1. 将水样摇匀，取出约500毫升（含悬浮物质50毫克

左右)，在抽滤下慢慢倾入已称至恒重的石棉坩埚内，抽滤完后用蒸馏水将坩埚洗涤数次。

2. 如水中含有油脂类物质存在，需用氯仿将坩埚内的悬浮物质洗涤数次，以除去油脂。

3. 将坩埚置于105℃烘箱中烘烤1小时，然后放入硅胶干燥器内冷却30分钟，称重。再次烘烤、称重，直至恒重为止。

【计算】

悬浮物质(毫克/升)

$$= \frac{[\text{水样滤过后的坩埚重(克)} - \text{坩埚原重(克)}] \times 1,000 \times 1,000}{\text{水样体积(毫升)}}$$

乙、滤纸法

【概述】

用滤纸滤出水中的悬浮物质，烘干后称重。

水样中有腐蚀性物质存在时，可腐蚀滤纸，影响测定结果。

【仪器】

1. 称量瓶。
2. 中速定量滤纸。

【步骤】

1. 将折叠后的中速定量滤纸放入称量瓶中（每一称量瓶放一张滤纸），置于105℃烘箱中启盖烘烤2小时，然后放入硅胶干燥器内，冷却30分钟，盖好瓶盖，称重。

2. 将水样摇匀，取出约500毫升（含悬浮物质50毫克左右），用上述滤纸过滤，以蒸馏水洗涤滤纸数次。

3. 如水中含有油脂类物质存在，需用氯仿将滤纸洗涤数

次，以除去油脂。

4. 将滤纸放入原称量瓶内，置于 105°C 烘箱中启盖烘烤 2 小时，然后放入硅胶干燥器内，冷却 30 分钟，盖好瓶盖，称重。

【计算】

悬浮物质(毫克/升)

$$= \frac{[\text{水样滤过后的称量瓶重(克)} - \text{称量瓶原重(克)}] \times 1,000 \times 1,000}{\text{水样体积(毫升)}}$$