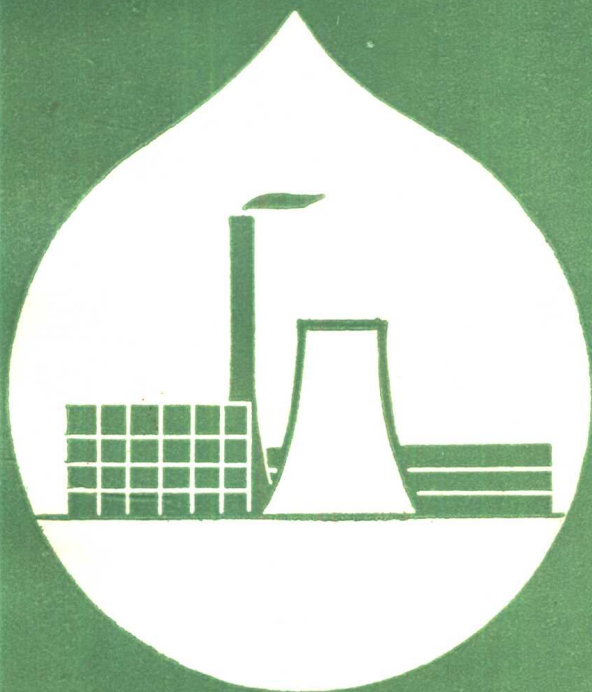


工业废水分析方法

日本规格协会



中国环境科学出版社

内 容 简 介

本书详细介绍了环境污染分析的有关内容,包括各种采样方法及采样器;工业废水的温度、外观、透明度、臭气、pH、电导率、固体物及蒸发残留物、耗碱量、耗氧量、BOD、COD、正己烧萃取物、不挥发烃、酚、醛、表面活性剂、农药、溶解氧、 Cl^- 、 CN^- 、 S^{2-} 、 SO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 F^- 、各种金属离子和多氟联苯分析方法;以及鱼类急性毒性试验和细菌试验法,本书还详细讨论了分析试验过程中可能出现的问题和解决办法。同时,提供了较全面的、有实用价值的各种废水分析试验方法,可作为环境监测分析手册使用。

可供环境监测系统、石油化工、农林、卫生等部门的监测分析人员使用,亦可作为大专院校有关专业的教学参考书。

公害關係

工业废水分析方法

日本规格协会

吴锦宇振东译

吴锦校

责任编辑 吴淑岱

*

中国环境科学出版社出版

北京崇文区东兴隆街69号

北京市密云县印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1987年2月第一版 开本: 787×1092 1/32

1987年2月第一次印刷 印张: 12 13/16

印数: 0001—15,000 字数: 276千字

ISBN 7-80010-011-1/X0007

统一书号: 13239·0071

定价: 3.00元

译者的话

随着工业的迅速发展和城市人口的集中和膨胀，环境污染问题相当严重，已引起全国人民的关注。为了控制污染，保护环境，防患于未然，创造良好、舒适、优美的生产、生活环境，加强环境保护，发展环境科学研究已是当务之急。

环境污染调查、环境质量评价、环境管理及污染控制和治理是保护环境的几个核心环节，而环境污染监测分析又是上述环节所必需的基本手段。

我国开展环境监测分析工作已有多年，取得了一定的成绩。但是，环境监测的标准分析法尚在制定中，不能满足环境科学的发展和污染控制的需要。为此，我们把日本规格协会出版的《环境污染标准分析法手册》中的“工业废水分析法”、“工厂用水、工业废水采样法”以及“工业废水中的多氯联苯分析法”等三个标准译成中文，定名为《工业废水分析方法》，供我国广大从事环保工作和各工业部门的科技、管理人员，工人及大专院校师生参考。

由于时间仓促和水平所限，如有错误之处，希望广大读者给予批评指正。

宇振东

1986年7月11日 于北京

目 录

一、工厂用水、工业废水采样法	(1)
1. 适用范围	(1)
2. 水样	(1)
3. 水样的采取	(1)
4. 工厂用水试样的采取	(15)
5. 工业废水的采样	(26)
6. 流量	(28)
二、工业废水分析法	(53)
1. 适用范围	(53)
2. 共同事项	(53)
3. 试样	(57)
4. 流量	(59)
5. 试样的预处理	(59)
6. 结果的表示	(63)
7. 温度	(63)
8. 外观	(64)
9. 透明度	(64)
10. 臭气和臭气的稀释倍数	(67)
11. 颜色	(70)
12. pH	(75)
13. 电导率(导电率)	(73)
14. 悬浮物及蒸发残留物	(82)
15. 酸消耗量	(87)
13. 碱消耗量	(90)

17. 100℃高锰酸钾需氧量 (COD _{Mn})	(94)
18. 20℃高锰酸钾需氧量 (COD _{Mn20})	(96)
19. 碱性高锰酸钾需氧量 (COD _{OH})	(99)
20. 重铬酸钾需氧量 (COD _{Cr})	(101)
21. 生化需氧量 (BOD)	(103)
22. 有机碳 (TOC)	(111)
23. 总需氧量 (TOD)	(115)
24. 正己烷萃取物	(117)
25. 四氯化碳萃取物	(126)
26. 不挥发性碳氢化合物	(128)
27. 多氯联苯 (PCB)	(131)
28. 酚类	(131)
29. 甲醛	(139)
30. 表面活性剂	(141)
31. 农药	(151)
32. 溶氧	(169)
33. 残氯	(177)
34. 氟化物	(184)
35. 氯离子 (Cl ⁻)	(191)
36. 碘化物	(196)
37. 溴离子 (Br ⁻)	(200)
38. 氰化物	(202)
39. 硫离子 (S ²⁻)	(216)
40. 亚硫酸离子 (SO ₃ ²⁻)	(222)
41. 硫酸离子 (SO ₄ ²⁻)	(224)
42. 铵离子 (NH ₄ ⁺)	(228)
43. 亚硝酸离子 (NO ₂ ⁻)	(237)
44. 硝酸离子 (NO ₃ ⁻)	(240)
45. 有机氮	(245)

46. 磷酸离子 (PO_4^{3-}) 及磷化合物	(249)
47. 硼 (B)	(260)
48. 钠 (Na)	(262)
49. 钾 (K)	(264)
50. 钙 (Ca)	(265)
51. 镁 (Mg)	(268)
52. 铜 (Cu)	(271)
53. 锌 (Zn)	(276)
54. 铅 (Pb)	(281)
55. 镉 (Cd)	(286)
56. 锰 (Mn)	(291)
57. 铁 (Fe)	(295)
58. 铝 (Al)	(299)
59. 镍 (Ni)	(304)
60. 钴 (Co)	(308)
61. 砷 (As)	(311)
62. 锑 (Sb)	(318)
63. 锡 (Sn)	(321)
64. 铋 (Bi)	(323)
65. 铬 (Cr)	(325)
66. 汞 (Hg)	(332)
67. 硒 (Se)	(347)
68. 钼 (Mo)	(349)
69. 钨 (W)	(351)
70. 钒 (V)	(353)
71. 鱼类的急性中毒试验	(357)
72. 细菌试验	(362)
参考	(370)

三、工业废水中的多氯联苯 (PCB) 分析方法 (381)

1. 适用范围	(381)
2. 一般事项	(381)
3. 采样	(381)
4. 分析方法	(381)

一、工厂用水、工业废水 采样法

GB 0004-1974

1. 适用范围 本标准是对工厂用水和工业废水的采样方法所作的规定。

2. 水样 为进行试验分析而采取的水叫做水样。

3. 水样的采取 水样必须符合试验目的，而且用适于工厂用水及工业废水各自性质的方法进行采样。在试验方法中对于采样方法有特别规定时，则按该规定进行采样。采取水样后，尽可能迅速地进行试验。当水样需要保存和运输时，须进行水样的保存处理。

3.1 水样容器 用硬质玻璃制（JIS R 3503化学分析用玻璃仪器）的1级无色具塞玻璃瓶。水样容器要使用预先洗净的无色具塞硬质玻璃瓶或具塞聚乙烯瓶（或聚丙烯瓶等）。在试验方法中有特殊规定的，则使用所规定的水样容器。

因为使用水样容器的目的在于防止外部杂质的混入以及试样中各种成分的逸散，所以需使用能塞紧的容器，但不得使用橡胶塞或软木塞。

3.1.1 无色具塞硬质玻璃瓶 这是一种很合适的试样容器。因为无色便于观察试样及其变化，所以优点较多。但是经不起冲击，不适于运送大量的试样。另外，硬质玻璃的成分中有痕量的氧化硅、钠、钾、硼及铝等被溶出，而因产品种类的不同，有时还有砷、锑及锌等的溶出。根据试验目的要求，应装入蒸馏水或无盐水，放置数日后再进行试

验。

3.1.2 具塞聚乙烯瓶 使用最多的试样容器为具塞聚乙烯瓶。它既耐冲击而又轻便,并且对试剂也很稳定。一般,瓶的成分溶出也较少,可是,有些产品在制造时使用的钼、铬及钛等重金属也有溶出的情况。聚乙烯瓶有吸附重金属、磷酸离子及有机物的倾向,所以不太适合某些试验目的。另外,如果长期进行保存时,因为聚乙烯瓶有透气性,所以水分被蒸发,样品被浓缩,或有时引起藻类的繁殖。洗涤时如果使用硫酸及盐酸时,酸分不容易除掉,另外还有容易受有机溶剂浸蚀的缺点。

3.1.3 特殊成分的试样容器 在JIS K 0101(工业用水试验法)及JIS K 0102(工业排水试验法)中规定对于特殊成分的试验方法要求使用专用容器(很多是兼作采样器的)。例如溶氧、正己烷萃取物、亚硫酸离子的试验,细菌试验及生物试验等所使用的试样容器均属此类专用容器。

3.1.4 试样容器的洗涤 新的试样容器首先用热硝酸(1+10)洗净,然后再用水充分洗净(1)。用过的试样容器,在器壁及底部多有吸附及附着的油分、重金属及沉淀物等,根据不同的试验目的应避免使用。必须再使用时,也必须用毛刷(2)充分洗净后再用。

对于具塞玻璃瓶,特别是在磨口部常有溶出、吸附和附着的情况,要加以注意。使用聚乙烯瓶时,特别吸附油分、重金属、沉淀物及有机物等,难以除掉,因此也要十分注意。

注(1) 也可使用洗净剂(亦称擦亮剂)等类洗涤剂提高洗涤效果,但要注意不应有吸附、残留的碱、油脂或表面活性剂等,所以要用热水充分加以洗涤,再用蒸馏水或无盐水洗涤数次,如有可能,装满蒸馏水或无盐水放置数

日。

注(2) 在使用金属柄的刷子时,柄的部分用软质乙烯管包上。

用试剂洗涤,对于玻璃瓶多使用铬酸-硫酸混合溶液⁽⁸⁾等酸性氧化剂。铬酸-硫酸混合溶液(或重铬酸钾硫酸溶液)对于涂去油分及有机物特别有效。聚乙烯瓶也可用此液等洗涤。使用试剂洗涤时,不得使用含有干扰待测成分的试剂。

(3) 用铬酸-硫酸混合溶液洗涤时,即使是用水充分洗涤,有时残留下的过氧化氢会产生分解作用或抑制微生物繁殖的情况,应注意。

3.2 采水器 使用试样容器直接采样是一种很好的办法。用采水器时,应根据试验目的、试样性质以及周围状况选用最适当的采水器。

根据需要,在取水前,用采样现场的水充分地洗涤采水器及采水器的附件——网、链等。

3.2.1 表层水的采水器 使用聚乙烯制的小桶,但不得使用金属制品。

3.2.2 各种深层的采水器 在水表面以下的各种深度位置采水样时,有很多种采水器,必须根据不同试验目的选用相应的采水器。

(1) 利用试样容器做采水器 这是直接利用试样容器的简易采水器,用于采集比较浅层的水样(图1-1)。

采水瓶另外附有重锤以便使采水器沉到所需深度,用绳链把瓶塞拔掉后进行采水。

这种方法采水样时,由于瓶中的空气被试样取代,引起与空气的接触以及搅拌混合,所以对以测定溶解气体与还原性物质为目的的分析,不能用此法采水样。

把这个方法进行改良后,得到如图1-2所示的单层采水瓶。

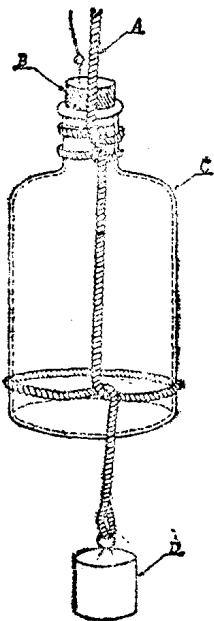


图1-1 利用试样容器做的采水器
 A—缚住下沉用的重锤的绳链
 B—采水用的带绳链的橡胶塞
 C—试样容器
 D—重锤

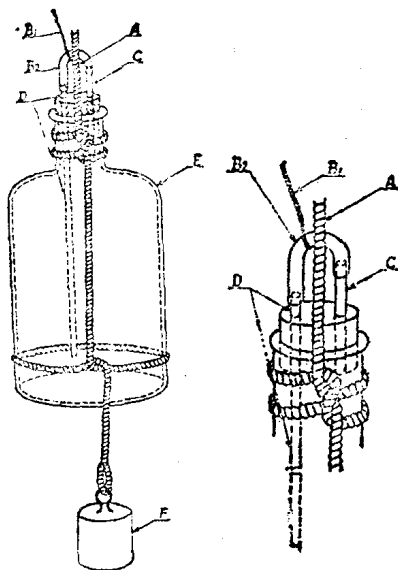


图1-2a 单层采水瓶 图1-2b
 A₁—缚重锤用的绳链
 B₁—采水用绳链
 B₂—软聚氯乙烯管
 C—排气用玻璃管
 D—采水用玻璃管
 E—试样容器
 F—重锤

(2) 高装浮动式采水器 这是把试样容器置于带重锤的金属框内的简易采水器，采样方法与(1)同(图1-3)。

(3) 翻倒采水器 把引绳式采水瓶沉到所要求的深度时，采水筒翻倒，筒盖关闭而采取水样，同时由装在其上的翻倒温度计把该深度的水温记录下来。

海洋用的南森式采水器能采水样约1.3L，湖泊用的艾克

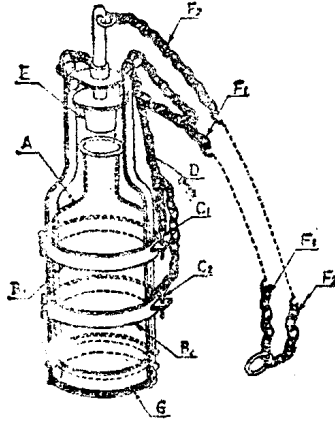


图1-3 高装浮动式采水瓶

A—试样容器；B₁、B₂—瓶箍；C₁、C₂—瓶箍的卡具；D—瓶箍的卡具链；E—瓶塞；F₁—下沉用的链子；F₂—开塞子用的链子；G—重锤

曼式采水器能采取约0.8L的水样。

缺点是不能用于采底层水样以及薄层水样。

用于重金属的测定时，采水筒有用透明塑料制成的（图1-4）。

（4）班顿采水器 把引绳式采水瓶沉到所规定的深度时，将上下的橡胶塞关好而采取水样。水的流动性良好，所以适于采取大量的水样（约2L以上）。

采水筒是聚氯乙烯制的，盖子等部分多半使用橡胶，所以不能用于测定痕量金属及薄层水样（图1-5）。

备注：绝缘采水器 由于采水筒内部结构及水的交换很不好，所以不适于采取微细成层的水样（图1-6）。水槽内的水已充分混合时可以使用。

可是，在以调查自然界的湖泊及河川等的成层水样为目的的情况下，由于这种采水器的水交换性不良，所以上层水的混入率较大（图1-6）。

（5）泵式采水器 这是一种把软质氯乙烯管等系在带重锤的链子或钢丝绳上，待沉到所规定的深度，利用泵抽吸

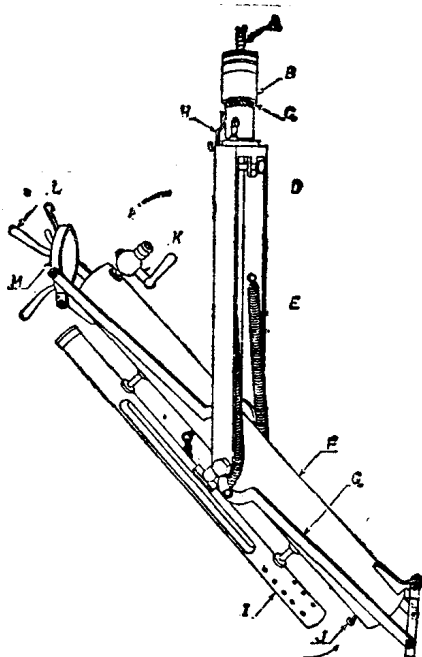


图 1-4 翻倒采水器

A—下沉用的绳链；B—引绳式采水瓶；C—引绳式采水瓶支架；D—支架框；E—弹簧；F—金属圆筒；G—开闭筒盖用的杠杆；H—翻倒用的档板；I—翻倒温度计；J—排气口；K—取试样用的旋塞；L—采水器脚；M—盖水样的采水器。

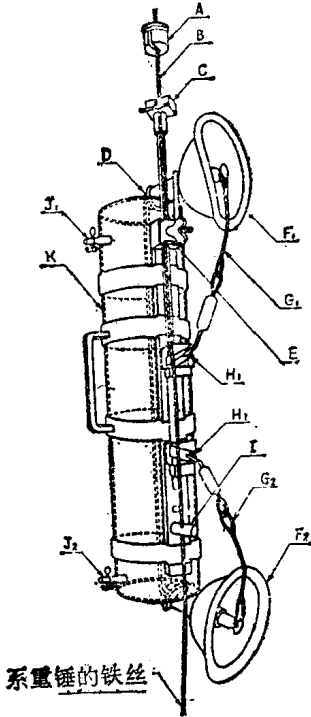
抽吸泵有：人工操作的注射筒及排气泵以及利用机械动力操作的回转泵及真空泵等。

泵式采水器能采取层厚为数厘米的水样，也能够边改变深度，边连续地采取水样。另外，还具有在某种流动状态的场所采取水样的优点（图 1-7）。

备注 1 底层水的采样使用抽吸式采水器。把支柱立在适当的框架内，然后系上玻璃管或硬质聚氯乙烯管，与泵式采水器同样地采取水样。在深度较大的情况下，装上注射筒，采取水样。

备注 2 在水面下10—15cm采取浅层水样时，利用虹吸原理也能采取水样。

(6) 靠近水底的水样采水器 在采取靠近水底的水样



系重锤的铁丝

图 1-5 班顿采水器

A—引绳式采水瓶；B—下沉用的铁丝或绳链；C—引绳式采水器承受框；D—橡胶绳；E—铁丝卡具；F₁、F₂—橡胶盖；G₁、G₂—橡胶盖用的绳链；H₁、H₂—橡胶盖用的绳链卡具；I—铁丝固定部分；J₁、J₂—取水样用的带卡子的橡胶管；K—透明圆筒

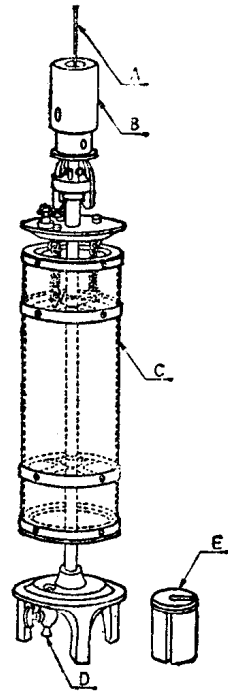


图 1-6 北原式绝缘采水器

A—下沉用的绳链；B—引绳式采水瓶的承受框；C—透明圆筒；D—取水样的旋塞；E—引绳式采水瓶

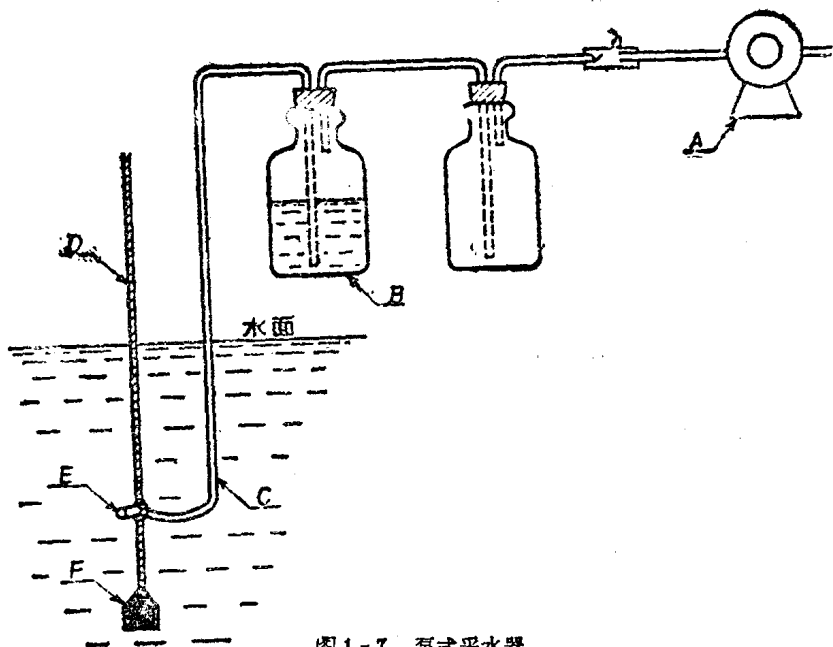


图 1-7 泵式采水器

A—抽吸泵；B—试样容器；C—采水用的软质聚氯乙烯管；D—缚重锤用的绳链；E—采水用嘴(玻璃或软聚氯乙烯)；F—重锤

时，最好不要把底泥搅混，而应缓慢地采取，所以应使用抽吸式采样器。在这种情况下，到底面的距离比起水深更为重要，为此，应在底面竖立支架，把玻璃管或硬质聚氯乙烯管等采水嘴装到底面上部之所需距离，待底泥沉降后，按泵式采水器的操作方法，采取水样。

(7) 自动采水器 这种采水器是利用自动泵，根据规定的时间，自动地把一定量的水样取于试样容器内。

适用于试样水质，因时、日而发生变化时的测定。

自动采水器应具有以下性能。

(a) 开始采水样之前能把由采水点到自动采水器的

出口配管(包括扬水泵)间积存的试样排出,并具备能使其流出相当于此配管内容积约5倍量试样的控制机构,或具备可以采样的控制机构;即,可使扬水泵连续运转,调节试样的流量,使其每分钟流出1L(从放水用的配管流出),并且能启动采水器的水表,转换自动阀而采取水样。

(b) 一次至少能采取2-5L水样。

(c) 具有能使相当于试样容器容量5倍的溢流流出后而采样的控制机构。

备注 连续定量地采取少量试样,并使其混合。

3.3 采样操作 利用预先洗得很净的试样容器、采样用具及采水器仔细地采取水样。采样操作必须用最适于分析目的、试样性质,及分析项目的方法采取试样。正文将叙述一般的采样操作。

3.3.1 表层水采样 在采取各种用水、排水的表层水时,用试样容器采样,或用小桶吸水后,徐徐使其流满试样容器然后塞紧。使用的试样容器及小桶,用现场的水预先洗涤5次。在采取含有悬浊物质的水样时,要特别注意在采样操作中不要因洗净等操作而造成试样的不均匀。另外,为了溶氧、亚硫酸离子、胼及正己烷萃取物及细菌之试验目的而采样时,要根据JIS K 0101、JIS K 0102及JIS B 8224各项试验项目所规定的方法进行操作。水样的采取量与3.4的采样量同。另外,如果采样后不能立即进行试验时,根据试验目的,应按照3.6试验的预处理的要求进行处理。

备注1 试样设在不会由于采样者所造成人为污染的上游进行采样。利用船采样时,要避免来自船、锚及船缆所造成的污染,把船头转向上流,在船头采样。在桥上采样时,原则上是在上游把小桶用绳子栓好后进行采样,或者用采样瓶等采水器进行采样。在这种情况下,用泵采样时,如果距离长,水质容