



水質分析操作暫行規程

建筑工程部綜合勘察院 編



建筑工程出版社

水質分析操作暫行規程

建筑工程部綜合勘察院 編

編 輯：朱象清 設 計：徐毓茹

1958年12月第1版 1958年12月第1次印刷 3,560冊

787×1092 • $\frac{1}{32}$ • 30千字 • 印張 $1\frac{3}{8}$ • 定價(9) 0.16元

建筑工程出版社印刷廠印刷·新华書店發行·統一書號:15040·1460

建筑工程出版社出版(北京市西郊百万庄)

(北京市書刊出版業營業許可証出字第052號)

目 录

序 言	(1)
一、水溫	(3)
二、口味	(3)
三、气味	(3)
四、色度	(3)
五、透明度	(5)
六、悬浮物	(5)
七、固形物	(6)
八、灼燒減量	(6)
九、氫离子濃度 (PH 值) 的測定	(7)
十、游离二氧化碳的測定	(9)
十一、总硬度的測定	(11)
十二、暂时 (可除) 硬度的測定	(15)
十三、总碱度的測定	(16)
十四、侵蝕二氧化碳的測定	(17)
十五、鈣离子的測定	(18)
十六、鎂离子的測定	(19)
十七、氯离子的測定	(20)
十八、硫酸盐的測定	(22)
十九、鉄离子的測定	(26)
二十、鉍离子的測定	(28)
二十一、硝酸盐的測定	(30)

二十二、亞硝酸盐的測定·····	(32)
二十三、可溶性二氧化硅的測定·····	(34)
二十四、消耗氧的測定·····	(36)
二十五、硫化氫的測定·····	(38)
二十六、鉀与鈉离子的測定·····	(40)

序 言

1958年9月我院召开了勘察測量會議。各省、市、自治区及中央产业部門的兄弟勘测單位都派了代表参加。会上交流并总结了全国大跃进以来在建筑工程勘察測量技术上、作业上、組織上及管理上的各項先进經驗；特別对勘测工作的各种土办法进行广泛的研討。在这个基础上，我們制定及修訂了測量、工程地質勘察、水文地質勘察、土工試驗及水質分析操作規程。

过去，我院曾編訂了各种勘测規程。那些規程对我院胜利完成国家第一个五年計劃中的建筑工程勘测任务起了一定的作用。但在全国工农业大跃进的高潮中，勘测技术方面的革新創举不断地出現，原有的規程中若干規定，便明显地不适合形势的要求了。因此重新制訂規程，把一些技术革新的先进經驗概括起来，作为它的重要内容是十分必要的。另外一方面，在全民办工业的高潮中，勘测任务很大，工作中應該大力貫徹小土羣的方針，才能适应当前形势，所以必須把原有規程中的某些方法代之以簡單的、快速的、容易被广大羣众掌握的方法，同时根据提出的勘测工作“七化”、“三結合”的技术革命要求，把它們加以具体化。我們在制訂規程中，力求內容符合上述精神。这些是我們制訂和修訂規程的几个主要依据。

在修訂規程过程中，我們尽量地把一些先进經驗总结进去，但考虑到規程中的規定不可能包罗所有的情況，因此使用者还需要注意結合具体条件使用。同时，限于我們的水平与時間，在制訂規程中，可能有遺誤或欠妥之处。这些問題都需要通过实践来

补正。

值得提出，在制订这些规程中，各省、市、自治区等兄弟勘测单位热情地参与了这项工作，并提供了不少先进方法和宝贵意见，谨此致谢。

建筑工程部综合勘察院

一、水 溫

測量水溫由野外勘察人員在水源現場進行，使用裝有金屬護罩的測溫計，用細繩把測溫計沉下水面0.2公尺處，靜置10分鐘後，取出立即讀數至0.1°C，測水溫的同時並記下大氣溫度。

二、口 味

被污染的水樣可不進行口味的測定，對一般透明的水樣在室溫下，取少量含于口中（決不要喝下），其水味可描述為：正常、咸、微咸、苦、微苦、甜、微甜、微澀等。

三、氣 味

一般在常溫下，以嗅覺作定性描述，取水樣100毫升，盛于有塞的三角燒瓶中，使水樣振盪幾分鐘後，打開塞子，聞其氣味用以下兩種方法表示：

（1）芳香、沼澤、腐敗、土質、木質、硫化氫、魚腥等。

（2）級別	氣味強度	說 明
0	無臭氣	感覺不出氣味
1	極微弱	一般者感覺不到，有經驗者能分別出
2	微 弱	注意後能感覺到
3	顯 著	易于感覺到，水味使人不快
4	強臭氣	極易感覺不適飲用
5	極 強	強烈的气味受嚴重污染過的水

四、色 度

由于使用的标准液不同，分为鉍鉍法和鉻鉍法，但其結果是一致的。

1. 标准液的配制:

鉑鉍法: 称取氯鉑酸鉀 (K_2PtCl_6) (内含0.5克鉑) 1.2450克和氯化鉍 ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) 1.000克, 用少量蒸餾水溶解后加入100毫升純濃盐酸, 然后移到1升的容量瓶中, 用蒸餾水冲到刻度。标准色阶按表1配成:

表 1

标准液毫升数	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
蒸餾水毫升数	100	99	98	97	96	95	94	93	92	91	90
色 度	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50

鉻鉍法:

(1) 称取重鉻酸鉀 ($K_2Cr_2O_7$) 0.0875克和硫酸鉍 ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$) 2.00克, 用少量蒸餾水溶解, 加入1毫升濃硫酸, 然后稀釋至1升容量瓶中。

(2) 稀硫酸: 1毫升濃硫酸 (比重1.84) 与蒸餾水混合为1升。

表 2

标准液毫升数	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
稀硫酸毫升数	100	99	98	97	96	95	94	93	92	91	90
色 度	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50

2.測定方法：取透明清淨的水樣100毫升于納氏比色管中，選擇相近的標準色列在比色架上進行目視比色。

3.一般說明：

(1) 水樣混濁時不要過濾，用沉清法（或離心法）去掉沉淀物後進行比色；

(2) 色度大於50°水樣要稀釋後比色；

(3) 野外限於設備可以用描述法進行定性，以下列名詞表示：無色、微黃、微綠、微黃綠、黃、綠、棕黃等。

五、透 明 度

本法以“斯涅連”鉛字作為透明度的定量表示，所用儀器是口徑3公分，高度30~60公分，距平底高0.5公分處有一放水口的圓筒。把要測定的水樣搖勻注入圓筒中，在距筒底4公分處放一張標準斯涅連鉛字自上而下觀察，並慢慢放出或加入水樣，至恰能清楚讀出鉛字為止。其高度以公分計，為透明度的表示單位，此法觀察結果水柱高度大於30公分以上即認為透明。

注：斯涅連鉛字可用高度3公厘的中文鉛字代替。

六、懸 浮 物

(1) 以古氏坩堝安裝在吸濾瓶上，加入石棉漿，並慢慢用抽氣機抽濾，使石棉層達1公厘左右厚度，再用蒸餾水沖洗幾次，把古氏坩堝放在105~110°C烘箱內烘乾而恒重之。

(2) 取搖動過的試水1~2升徐徐傾入古氏坩堝內過濾，並用蒸餾水洗3次，然後烘乾直至恒重。

(3) 計算：懸浮物(毫克/升) = $\frac{1000(W_1 - W_0)}{V} \times 1000$,

式中：W₁——坩堝與懸浮物的重量(克)；

W_0 ——空坩埚的重量(克);

V ——取水样的毫升数。

注:悬浮物在一般要求下,可以用細密滤紙过滤、烘干和恒重。

七、固 形 物

取透明或經過处理的水样100~200毫升盛于已經恒重的磁皿(或100毫升燒杯)中,将水蒸发至干(在水浴上或紅外綫灯下),移到105°C烘箱內30分鐘后冷却称量至恒重为止,保存蒸发皿以留測定灼燒減量用。

$$\text{計算: 固形物(毫克/升)} = \frac{(W_1 - W_0) \times 1000 \times 1000}{V},$$

式中: W_1 ——蒸发皿和总固体重量(克);

W_0 ——空蒸发皿重(克);

V ——所取水样毫升数。

注:在固形物較高,鈣、鎂含量很大时如要精确定,应在水样的蒸发皿中加入10毫升2%的碳酸鈉溶液,在180°C烘箱中保持一小时,然后恒重,把含量減去同条件的空白試驗后,其計算結果为水样的固形物。

八、灼 燒 減 量

用測定过固形物的蒸发皿在600°C的高溫爐中保持30分鐘,取出冷却后以2毫升蒸餾水潤湿殘渣,再放入105°C烘箱內1小时后进行称量和恒重。

$$\text{計算: 灼燒減量(毫克/升)} = \frac{(W_1 - W_2) \times 1000 \times 1000}{V},$$

式中: W_1 ——蒸发皿和固形物重(克);

W_2 ——蒸发皿和灼燒后的重(克);

V ——取水体积(毫升)。

- 注：1. 灼燒時間視有机物多少适当延長，以殘渣顏色不改变为限；
2. 加过碳酸鈉的固形物測定燒減時，应同样放在180°C烘箱中。

九、氫离子濃度（PH值）的測定

水中的氫离子濃度应用氫离子濃度指数（PH）表示，也就是氫离子濃度对数的負值， $PH = -\log [H^+]$ 。PH值可用比色法或电位法进行。

（一）比色法：

1. 方法說明：

比色法是采用一定濃度的适当指示剂，随溶液PH值的大小，而使溶液显出不同顏色，控制在相同的条件下，使水样生成的顏色与已知PH值的緩冲溶液进行比较，而得出試水的PH数值。

2. 試剂：

（1）指示剂的配制，精确称取0.1克的各种指示剂（表3为常用指示剂），分別放在瑪瑙研鉢中，按表3精确加入需要的0.01N NaOH，并研磨使之全部溶解再加少量蒸餾水冲洗移至燒杯中，再用蒸餾水稀釋到250毫升容量瓶中其濃度为0.04%，但酚紅要稀釋至500毫升，濃度为0.02%。

表 3

指示剂名称	濃 度	每0.1克需 0.01N NaOH 毫 升 数	PH范围	顏 色 变 化	
				酸	碱
溴麝香酚藍	0.04%	16.0	6.0~7.6	黃	藍
酚 紅	0.02%	28.2	6.8~8.4	黃	紅
麝 香 酚 藍	0.04%	21.5	8.0~9.6	黃	藍紫

(2) 0.1N 硼酸鈉溶液: 將19.108克三次結晶的 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 溶于1升的容量瓶中。

(3) 0.2M 硼酸溶液: 以12.404克再結晶的 H_3BO_3 和2.925克再結晶的氯化鈉、混合溶解于1升容量瓶中。

(4) $1/15\text{M}$ 的磷酸氫二鈉溶液: 取純淨的 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 11.876克用二次蒸餾水稀釋成1升。

(5) $1/15\text{M}$ 的磷酸二氫鉀溶液: 取純淨的 KH_2PO_4 9.078克溶解于二次蒸餾水稀釋為1升。

(6) 标准液的配制: 按表4和表5配成不同的PH值緩冲溶液, 精確取5毫升于比色的小試管中, 加适应範圍的指示剂0.25毫升(也可用固定的刻度滴管), 然后封好管口存于暗处。

表 4

体 积 (毫升)		18°C 时 PH 值	体 积 (毫升)		18°C 时 PH 值
$1/15\text{M}$ 的 Na_2HPO_4	$1/15\text{M}$ 的 KH_2PO_4		$1/15\text{M}$ 的 Na_2HPO_4	$1/15\text{M}$ 的 KH_2PO_4	
0.34	9.66	5.40	3.76	6.24	6.60
0.52	9.48	5.60	4.94	5.07	6.80
0.82	9.18	5.80	6.10	3.90	7.00
1.25	8.75	6.00	7.12	2.88	7.20
1.88	8.12	6.20	8.06	1.94	7.40
2.70	7.30	6.40			

3. 測定手續:

取具有5毫升容量刻度的比色試管三支, 注入試水至刻度处, 其中二支加0.25毫升蒸餾水, 插入4、6孔中(图1), 另一支加指示剂0.25毫升(与标准液具有同一条件)插入2孔中, 在5孔中放蒸餾水, 然后依序把适当的标准液插入1、3孔中进行比較。如試水顏色在两色管之間, 則試水的PH值可認為是該两色

表 5

体 积 (毫升)		18°C 时 的 PH 值	体 积 (毫升)		18°C 时 的 PH 值
0.1N 的 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ $\cdot 10\text{H}_2\text{O}$	0.2M 的 H_3BO_3		0.1N 的 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ $\cdot 10\text{H}_2\text{O}$	0.2M 的 H_3BO_3	
0.61	9.39	7.10	3.50	6.50	8.20
0.76	9.24	7.20	3.96	6.04	8.30
0.91	9.09	7.30	4.46	5.54	8.40
1.08	8.92	7.40	4.96	5.04	8.50
1.29	8.71	7.50	5.50	4.50	8.60
1.50	8.50	7.60	6.08	3.92	8.70
1.78	8.22	7.70	6.73	3.27	8.80
2.06	7.94	7.80	7.43	2.57	8.90
2.38	7.62	7.90	8.16	1.84	9.00
2.72	7.28	8.00	8.92	1.08	9.10
3.08	6.92	8.10	9.68	0.32	9.20

管PH值的平均数。

4. 附注:

(1) 本試驗要在水样瓶打开后立即测定;

(2) 水样的矿化度大小及测定时的溫度对本法測定的結果均有影响。

(二) 电位测定法:

用虹吸取試样水約30毫升于小杯中用 PH 計进行测定 (其方法可參閱說明書)。

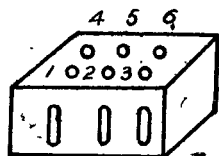


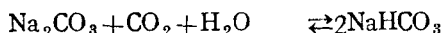
图 1

十、游离二氧化碳的測定

(一) 方法說明:

水中的二氧化碳絕大部份是游离状态, 极容易从水中逸出,

分析时要特別小心迅速，一般采用酸碱滴定法，以酚酞为指示剂，用碳酸鈉（或NaOH）溶液滴定：



微过量的碳酸鈉則使溶液成玫瑰紅色。

（二）試剂：

（1）0.05N 碳酸鈉的标准溶液：把分析純的 Na_2CO_3 在 180°C 的溫度中烘干两小时，冷却后，精确称取5.302克溶解于1升的容量瓶中，加經煮沸冷却不含 CO_2 的蒸餾水至刻度。

（2）1% 酚酞溶液：1克酚酞溶解在100毫升96% 的酒精中。

（3）酒石酸鉀鈉溶液：50克酒石酸鉀鈉用蒸餾水稀釋至100毫升。

（4）終点顏色标准液：

1. 取与水試样分析形狀相同的三角燒瓶一只，加0.1N $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 溶液44.6毫升，和0.2M H_3BO_3 溶液55.4毫升，然后加1% 酚酞溶液0.2毫升（約4滴），該溶液的顏色相当于 $\text{PH} = 8.4$ 。

2. 称取2,000克 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 及2,000克 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶解在200毫升容量瓶中加入2毫升比重1.19的HCl，再以蒸餾水稀釋至刻度处，配成儲备液。使用时取上述儲备液10毫升于三角燒瓶中再加水样90毫升，即可用以比較終点顏色。

（三）測定手續：打开水样瓶后立即小心吸取水样100毫升于250毫升三角燒瓶中加酚酞4滴（約0.2毫升），立即以0.05N Na_2CO_3 滴至与标准顏色相同，經一分鐘不再消失即为終点。

（四）計算：

$$\text{游离二氧化碳（毫克/升）} = a \times N \times 44 \frac{1000}{V},$$

式中: a —— $0.05N$ Na_2CO_3 消耗毫升数;

N —— Na_2CO_3 溶液的濃度;

V —— 所取水样的毫升数。

(五) 附注:

(1) 直接测定 CO_2 的水样要求符合以下条件:

- ① 固形物不应超过 2 克/升;
- ② 总硬度不大于 10 毫克当量;
- ③ 无显著的腐植酸存在, 色度不大于 100°;
- ④ PH 值不小于 4;
- ⑤ 鉄的含量不大于 3 毫克/升;
- ⑥ 游离二氧化碳含量不大于 200 毫克/升。

(2) 测定 CO_2 的水样要尽量少与空气接触, 水样应沿瓶壁流下。

(3) 当滴定后有沉淀或混濁生成, 应另取水样加入 1 毫升酒石酸鉀鈉溶液后再行测定。

(4) 一般要求分初測和精測两次进行, 第一次只求大概数值不作計算; 第二次测定时应迅速地連續加入稍少于初測时所用 Na_2CO_3 溶液的数量, 然后再慢慢滴定至終点。

(5) 水样加入酚酞后即呈紅色, 其色深于标准色者說明不存在游离 CO_2 , 但应計算 CO_3^{2-} ; 若比标准色較淡时則应繼續滴定至与标准色一致为終点。

(6) 含有腐植酸的水样应进行空白試驗: 方法为取 100 毫升水样加热煮沸, 冷却后用 Na_2CO_3 滴至終点, 然后把不煮沸的消耗数減去空白即为游离 CO_2 的消耗量。

(7) Na_2CO_3 的当量以一个分子量作为 1 当量計算。

十一、总硬度的測定

地下水的硬度主要由鈣鎂的碳酸盐、重碳酸盐、硫酸盐、氯

• 12 •

2. 試剂:

(1) 鉍盐緩冲溶液: 以20克 NH_4Cl 与100毫升(比重0.89)的純氨水混合后用蒸餾水稀釋到1升。

(2) 0.2% 鉍藍黑溶液: 0.2克鉍藍黑溶于10毫升緩冲液中, 加95%酒精90毫升于棕色瓶中备用。

(3) 2% 硫化鈉溶液: 取2克硫化鈉加100毫升蒸餾水(此溶液最好应用时配制, 不能存放太久)。

(4) 1% 盐酸羟胺溶液: 以1克的 NH_2OHCl 溶于100毫升蒸餾水中。

(5) 标准溶液:

① 鈣鎂盐混合标准溶液: 精确称取6.1625克的 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶于1升容量瓶中, 再称取經 110°C 烘干的純 CaCO_3 2.5025克小心滴加(1:1)盐酸至完全溶解。但避免过量, 然后用蒸餾水在容量瓶中稀釋成1升。此溶液各为0.05N。

取以上两种标准溶液, 精确地以(1:1)或(3:1)体积混合后使之成为0.05N $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$ 标准溶液。

② 0.05N 鋅盐标准液: 精确称取1.6345克分析純的金属鋅溶于少量的(1:1)HCl中, 以蒸餾水在容量瓶中稀釋到1升。

(6) 0.05N 乙二胺四醋酸二鈉溶液: 称取乙二胺四醋酸二鈉9.3克溶于1升蒸餾水中(如有混濁应过滤)。^{18.613}

(7) 濃度的糾正: 用移液管吸取10毫升标准液加入蒸餾水配成50~100毫升, 用几滴氨水中和后, 加5毫升緩冲溶液和几滴鉍藍黑指示剂, 以0.05N乙二胺四醋酸二鈉溶液滴定至終点(如此重复三次取其平均值)。

$$N = \frac{A \cdot N_1}{B}$$

式中: A——标准溶液的毫升数;