

净水材料分析方法

徐广祥 编著

杨文进 审

中国建筑工业出版社

净水材料分析方法

徐广祥 编著

杨文进 审

中国建筑工业出版社

本书系统介绍了滤料、吸附剂、凝聚剂和消毒剂等净水材料的分析方法。对于各分析项目分析的原理、仪器设备规格、试剂制备、测定步骤、计算方法以及注意事项等均做了系统阐述。在重金属的比色分析中，除了使用目视比色法、分光光度法以外，还介绍了原子吸收光谱法。对于各种材料样品的采取以及试样的缩分、粉碎、保存、称量和制备等方法，也均做了详细的叙述。

本书理论联系实际，有实用价值。可供给水排水、环境保护、医药卫生、化工及厂矿企业单位分析人员使用，亦可供有关院校师生及设计科研人员参考。

净水材料分析方法

徐广祥 编著

杨文进 审

*

中国建筑工业出版社出版(北京西郊百万庄)

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

中国建筑工业出版社印刷厂印刷(北京阜外南礼士路)

*

开本：787×1092毫米 1/32 印张：6¹/₄ 字数：140 千字

1988年4月第一版 1988年4月第一次印刷

印数：1—13,870册 定价：1.35元

ISBN7—112—00118—8/X·3

统一书号：15040·5430

目 录

前 言

第一章 绪论	1
一、净水材料分析的意义 (1)	
二、净水材料分析的基本概念 (1)	
三、某些用语的含义 (4)	
第二章 石英砂滤料及砾石的分析	6
第一节 石英砂滤料概述	6
第二节 石英砂滤料试样的采取	6
第三节 石英砂滤料的分析项目及方法	8
一、外观 (8)	
二、附着水分 (9)	
三、灼烧减重 (9)	
四、含泥量 (10)	
五、筛分 (11)	
六、密度 (13)	
七、孔隙率 (15)	
八、磨损率和破碎率 (15)	
九、盐酸可溶率 (16)	
十、轻物质 (17)	
十一、云母 (18)	
十二、二氧化硅 (19)	
十三、氧化铁 (23)	
十四、氧化铝 (25)	
十五、氧化钙 (27)	
十六、氧化镁 (30)	
十七、水溶性硫化物 (31)	
第四节 砾石的分析项目及方法	33
一、含泥量 (33)	
二、筛分 (34)	
三、密度 (35)	
四、盐酸可溶率 (36)	
第三章 无烟煤滤料的分析	37
第一节 概述	37
第二节 试样的采取	37
第三节 分析项目及方法	37
一、含泥量 (37)	
二、筛分 (38)	
三、密度 (38)	

四、孔隙率 (38)	五、磨损率和破碎率 (38)	六、盐酸可溶率 (38)	七、水溶性硫化物 (38)	八、游离水分 (38)	九、灰分 (39)	十、挥发分 (40)	十一、煤矸石 (42)	十二、浮沉分析 (43)	十三、砷 (44)
第四章 磁铁矿粒滤料的分析.....49									
第一节 概述.....49									
第二节 试样的采取.....49									
第三节 分析项目及方法.....49									
一、附着水分 (49) 二、筛分 (49) 三、密度 (50)									
四、孔隙率 (50) 五、水溶性硫化物 (50) 六、亚铁 (50)									
七、总铁 (52) 八、氧化钙 (54) 九、氧化镁 (55)									
十、氧化铝 (55) 十一、砷 (55)									
第五章 活性炭的分析56									
第一节 概述.....56									
第二节 试样的采取.....57									
第三节 分析项目及方法.....57									
一、干燥减量 (57) 二、灼烧残渣 (58) 三、筛分残留量 (59)									
四、酸溶物 (60) 五、pH值 (60)									
六、氯化物 (61) 七、砷 (63) 八、铅 (63)									
九、锌 (67) 十、镉 (69) 十一、酚值 (72)									
十二、ABS值 (77) 十三、亚甲蓝脱色力 (81)									
十四、碘吸附力 (83)									
第六章 离子交换树脂的分析.....85									
第一节 概述.....85									
第二节 试样的采取.....85									
第三节 分析项目及方法.....86									
一、试样的预处理 (86) 二、含水率 (87) 三、密度与孔隙率 (87)									
四、重量交换容量 (89) 五、筛分试验 (92)									
第七章 净水剂的分析94									

第一节 概述.....	94
第二节 试样的采取.....	94
第三节 分析项目及方法.....	94
一、硫酸铝的分析 (94) 二、硫酸亚铁的分析 (105)	
三、三氯化铁的分析 (110) 四、聚氯化铝的分析 (114)	
五、水玻璃的分析 (121) 六、骨胶的分析 (127)	
七、聚丙烯酰胺的分析 (135) 八、海藻酸钠的分析 (142)	
九、生石灰的分析 (145) 十、碳酸钠的分析 (155)	
十一、六偏磷酸钠的分析 (165)	
第八章 消毒剂的分析.....	172
一、漂白粉和漂粉精的分析 (172) 二、液氯的分析 (176)	
附录	180
I. 几个国家的滤料标准.....	180
II. 玻璃仪器的校准.....	181
III. 试验筛的修正.....	186
IV. 原子量表.....	187
几个滤料生产厂家的产品介绍	188

第一章 绪 论

一、净水材料分析的意义

随着人们对生活饮用水和工业用水水质和水量要求的提高,水质净化材料的种类正日益增多。近年来,由于开展环境保护和工业“三废”治理,对净水材料也提出很多要求。如何正确选择和使用净水材料,则有赖于分析测定其物理性质、化学成分以及有关性能指标。有了有效的分析测定方法,就能提供准确的分析测定资料,以便指导净水材料的生产和使用。

二、净水材料分析的基本概念

(一) 试剂浓度

本书所用试剂,除特别注明外,均为分析纯规格,但有机指示剂例外。书中所用试剂的浓度,采用以下几种表示法:

1. 体积比浓度: 液体试剂用蒸馏水稀释或液体试剂相互混合时, 常用体积比浓度表示。例如 1 + 3 硫酸, 就是指 1 体积原装浓硫酸与 3 体积蒸馏水混合。

2. 重量-体积百分浓度: 指 100mL 溶液中所含溶质的克数。如 5% 氢氧化钠溶液, 就是 5g 氢氧化钠溶于蒸馏水中, 使配好的溶液为 100mL。

3. 体积-体积百分浓度: 液体试剂用蒸馏水稀释时可用这种方法表示, 例如 20% 乙醇溶液, 就是将 20mL 乙醇用蒸馏水稀释至 100mL。

4. 重量-体积浓度:指单位体积溶液中所含溶质的重量。经常以 mg/mL (或 $\mu\text{g/mL}$)表示。例如 $\text{Fe}^{3+} 0.1\text{mg/mL}$ 的溶液, 或 $1\text{ mL} = 0.1\text{mg Fe}^{3+}$ 。

5. 滴定度(T):指每毫升溶液中所溶解某物质的克数或毫克数。滴定度普通有两种表示方法。一种是以配制标准溶液的物质表示的滴定度,即每毫升标准溶液中所含标准物质的克数(或毫克数)。这种表示滴定度的方法,在计算被测物质的含量时很麻烦,因此实际工作中应用较少;另一种是以被测物质所表示的滴定度,即每毫升溶液中相当于被测物质的克数(或毫克数)。例如 $T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}^-} = 0.5\text{mg/mL}$,即每毫升 AgNO_3 标准溶液相当于 0.5mg Cl^- 离子。

6. 当量浓度(N):指每升溶液中所含某溶质的克当量数(或每毫升溶液中所含某溶质的毫克当量数)。例如 1 N 硫酸溶液,即指 1 L 溶液中含有 1 克当量(49g)的硫酸。

7. 摩尔浓度(M):指每升溶液中所含溶质的摩尔数。例如 1 M 硫酸溶液,即指 1 L 溶液中含有 1 mol (98g)的硫酸。

(二) 玻璃器皿

测定中所需器皿应根据要求选择。本书所述之器皿,在各项目中均已注明其规格要求。一般,试剂瓶及容器最好用硬质玻璃。软质玻璃一般有较强的吸附力,并有钠离子等溶入水中。当所储试剂对玻璃有腐蚀性时,应改用聚乙烯瓶。

用作标准容量的容器或吸管等,最好经过校准。玻璃容量仪器所标示的容积和真实容积之间常有误差,这种误差,对准确度要求较高的分析必须进行校准。

标准容量的容器都不可能制作得绝对符合标准值,它们

的允许误差如表1-1所示。

容量器皿的允许误差（一等）

表 1-1

容 量 瓶		滴 定 管		吸 管	
容 积 (mL)	允许误差 (mL)	容 积 (mL)	允许误差 (mL)	容 积 (mL)	允许误差 (mL)
50	± 0.05	5	± 0.01	2	± 0.006
100	± 0.10			5	± 0.01
250	± 0.10	10	± 0.02	10	± 0.02
500	± 0.15			25	± 0.04
1000	± 0.30	25	± 0.025	50	± 0.05
2000	± 0.50	50	± 0.05	100	± 0.08

玻璃器皿须经彻底洗涤后方能使用。器皿的清洁是取得良好分析结果的基本保证。使用后应尽快洗刷，以免某些物质附于玻璃壁上，干燥后不易洗掉。根据具体情况，选择适当的洗涤方法。洗涤滴定管和分析漏斗时将活塞处附带的橡胶圈取下，除去凡士林。通常用合成洗涤剂，可取得良好的洗涤效果；如被有机物污染严重时，可用重铬酸钾洗液浸泡。玻璃器皿在正式洗涤前，应先用自来水冲洗。分度吸管、无分度吸管、容量瓶和滴定管，用重铬酸钾洗液浸泡数小时后，内壁即洁净。当洗液变为绿色时，表明其中大部分高价的铬已被还原成低价的铬，应予重配。一些不溶性无机盐残渣和内壁吸附的金属离子，可用6N盐酸或硝酸洗涤。油质等可用2%氢氧化钠溶液或合成洗涤剂洗刷，也可用丙酮清洗。玻璃器皿洗净后，内壁应无固体物质粘附，水能均匀地浸渍器皿的内壁，不挂水珠。玻璃器皿经过洗刷后，用自来水冲洗，最后用蒸馏水冲洗数次，自然干燥后备用。

（三）蒸馏水

在一般测定项目中，配制试剂和稀释用水，均使用普通蒸馏水。对蒸馏水有特殊要求时，则另作具体说明，如去离子水、重蒸馏水、不含二氧化碳、氧、氨或酚的蒸馏水。制备这些水的方法如下：

1. 去离子水：将自来水通过阴阳离子树脂交换柱，即得到一般去离子水。但此法不能去除某些有机污染物。如将普通蒸馏水通过阴阳离子树脂交换柱，可制得纯度较高的水。十分纯净的去离子水其导电可低于 $0.1\mu\Omega/\text{cm}$ 。

2. 重蒸馏水：用硬质全玻璃蒸馏器或石英蒸馏器将蒸馏水重蒸馏一次即可。重蒸馏水的pH值在6.5~7.5之间。

3. 不含二氧化碳的蒸馏水，将蒸馏水注入平底烧瓶中，煮沸30min，立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧，放置冷却。

4. 不含氧的蒸馏水：将蒸馏水注入平底烧瓶中，煮沸。1 h后立即用装有玻璃导管的胶塞塞紧，导管与盛有焦性没食子酸的碱性溶液的洗瓶连接，冷却。

5. 不含氨的蒸馏水：取强碱性及强酸性阴阳离子交换树脂（用量2 + 1），依次填充于直径3 cm、长50cm之交换柱中，将蒸馏水以3 ~ 5 mL/min之流速通过交换柱。

6. 不含酚的蒸馏水：蒸馏水中加入氢氧化钠，使pH值增至12以上再蒸馏。在碱性溶液中酚成为酚盐不被蒸出。

三、某些用语的含义

1. 温度：室温，系指 23°C 左右；常温系指 $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ 。试验中所用的热水，系指温度为 60°C 以上的水；温水系指 $40\sim 60^{\circ}\text{C}$ 的水；冷水系指 15°C 以下的水。

2. 在水浴上加热，除特别注明外，系指在沸腾的水浴上加热。

3. 空白试验，系指在分析样品的同时进行的空白测定。

所采用的方法、步骤和试剂用量等均应与样品的操作完全一致。

4. 恒重，试样“灼烧或干燥至恒重”，除特别注明外，均系指灼烧或烘干，并于干燥器中冷却至室温后称重，重复进行至最后两次称量之差不大于灼烧后残渣或干燥后试样重的0.1%时，即为恒重。取最后一次重量作为计算依据。

5. 干过滤，系指用干滤纸、干漏斗将溶液过滤，滤液收集于干燥容器中，干过滤均应弃去最初滤液。

6. 溶液（或指示液），除特别注明外，均系指水溶液。

第二章 石英砂滤料及砾石的分析

第一节 石英砂滤料概述

通常作为滤料用的石英砂，一般为天然的海砂、河砂及湖砂，个别地方也有用人工机制山砂。砂粒的颜色有黄色、灰色、白色等。一般，石英砂的材质比较坚固，理化性能比较稳定，是一种最常用的过滤材料。

过滤材料，应具有稳定的化学性能，不影响过滤水水质；机械强度良好，使用时不易磨损和碎裂；颗粒应有足够的均匀粒度和孔隙率等。这些性能指标都必须通过分析测定确定。

石英砂滤料的一般分析测定项目是：

1. 物理分析项目有附着水分、含泥量、筛分、密度、孔隙率、磨损率和破碎率、云母及轻物质等。

2. 化学分析项目有盐酸可溶率、灼烧减重、二氧化硅、氧化铁、氧化钙、氧化镁、氧化铝及水溶性硫化物等。

第二节 石英砂滤料试样的采取

试样是指从总体物料中取出一小部分作测定，并用测定结果估算总体物料特性的物料样品。这就要求所取出的这一小部分物料对总体物料应具有代表性。

从大量物料中取样，在不同条件下有不同的方式，所以很难制定出符合所有情况的取样细则。石英砂滤料的取样，通常可能遇到以下几种情况：

1. 滤料堆中取样。在滤料堆中取样时，可将滤料堆表面划分成若干个面积相同的方形块，在每一方块的中心点用取样器（见图2-1）伸入到滤料表面300mm以下采取。然后将从所有方块中取出的等量（以下取样均为等量合并）试样置于一块洁净、光滑的塑料布上，彻底混匀，摊平成一正方形。按照四分法，在正方形上沿对角线划个“十”字，分为四块，取对角线的二块作为一份平均试样，装入一个洁净容器里。其中，测定水分的试样应单独装入磨口瓶或铁筒中，用蜡将口盖封严。试样采取量约为5 kg。砾石承托层的取样量可根据测定项目计算。

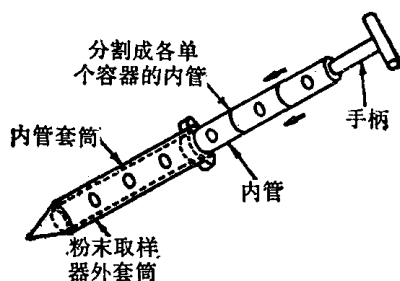


图 2-1 取样器

图2-1所示取样器，沿取样器的长度有分隔的取样内管。取样器插入滤料时内管关闭，到位后旋转内管使滤料充入，内管充满后再转到关闭的位置，然后拉出取样器。

2. 在车厢内取样。在散装的运料车辆上取样时，于车辆平面四个角附近和车辆的中心点，用取样器伸入到滤料表面300mm以下采取。然后将各点试样合并，彻底混匀，用四分法缩减至5 kg，装入一个洁净容器里。

3. 袋装滤料的取样。取袋装滤料时，可选择每批产品总

袋数的5%，在袋中取样，批量小时亦不得少于3袋。用取样器从袋口中心垂直插入其深度二分之一处采取。然后合并每袋中取出的试样，彻底混匀，用四分法缩减至5 kg，装入一个洁净容器里。

4. 试验室试样的制备。在试验室内，先使滤料试样风干或干燥，然后根据试验目的和要求进行破碎、筛选和缩分。风干时，应将试样平铺在木板上，铺的厚度约2 cm，并随时加以翻拌。在通风良好且不受太阳直接暴晒的地方约放置三昼夜，即可风干。然后装入磨口瓶中。干燥时，应先在105~110℃的干燥箱中干燥至恒重，然后置于干燥器中保存。

第三节 石英砂滤料的分析项目及方法

一、外观

石英砂滤料的外观是指风干试样所呈现的颜色、颗粒形状以及所含杂质。采用文字描述的方法来表示。应说明颜色的类别如黄色、灰色、白色等；形状的类别如球形、椭圆形、多角形、柱形、片形、针形等；杂质的种类如粘土、云母和有机杂质等。

（一）仪器

1. 放大镜：20~25倍。
2. 骨勺。

（二）步骤

用骨勺取风干试样约10 g，置于一张洁白的纸上，摊成薄层。在放大镜下观察并记录试样的颜色，颗粒形状和粘土、云母及有机杂质等。

二、附着水分

石英砂滤料的附着水分是滤料试样在105~110°C干燥至恒重时失去的水分重量和干燥前试样重量的百分比。这种水分通常是以机械的方式（如附着、吸附）同滤料结合，在稍高于100°C的温度下，经过足够的时间干燥即可全部除掉。

附着水分不算滤料本体的组成部分，其含量与滤料的性质、粒度和周围空气的湿度有关。一般，石英砂滤料的粒度愈小，其表面积愈大，吸附的水分也愈多。

（一）仪器

1. 电热恒温干燥箱：温度可控制在105~110°C的范围内。

2. 称量瓶：扁形、钾玻璃。

3. 天平：精度0.001 g。

4. 干燥器：附有带孔瓷板，盖与干燥器之间磨口密合，厚钾玻璃原料。

（二）步骤

称取风干前的石英砂滤料试样10 g（称准至0.01 g），置于预先已干燥至恒重的带有磨口塞的称量瓶中，将瓶放入105~110°C的干燥箱中，启盖干燥3 h后，取出放入干燥器中冷却至室温（约需30 min）。将称量瓶紧密盖好，称其重量。按同法，再将称量瓶放入干燥箱中，干燥1 h，冷却称量，直至恒重为止。

（三）计算

$$\text{附着水分}\% = \frac{(G - G_1)}{G} \times 100$$

式中 G ——干燥前试样重量，g；

G_1 ——干燥后试样重量，g。

三、灼烧减重

石英砂滤料的灼烧减重，是由于在高温下滤料中化合水分的失去、有机物的烧失以及碳酸盐和其他盐类分解而失去的重量。但在灼烧时也有低价氧化物氧化而增加的重量。因此，从灼烧减重的变化中仅可粗略地估计滤料中有机物及其他挥发物的含量。

（一）仪器

1. 马弗炉：又名高温电炉。
2. 瓷坩埚。
3. 天平：精度0.001 g。

（二）步骤

称取干燥石英砂滤料试样1~2 g（称准至0.001 g），置于已灼烧至恒重的瓷坩埚中，将坩埚放入高温炉内，坩埚盖斜置于坩埚上，从低温升起，在 $850 \pm 10^\circ\text{C}$ 下灼烧40 min。取出坩埚，放在石棉板上冷却5 min后，移入干燥器中冷却至室温，称重。然后再于高温下重复灼烧、冷却、称重，直至恒重为止。

（三）计算

$$\text{灼烧减重}\% = \frac{(G - G_1)}{G} \times 100$$

式中 G ——灼烧前试样重量，g；

G_1 ——灼烧后试样重量，g。

四、含泥量

在干燥石英砂滤料试样中，粒径小于0.08 mm颗粒的重量百分率称为含泥量。天然砂的含泥量较高，湖砂尤甚。滤料厂出售的商品石英砂滤料，其含泥量应不大于1%。

（一）仪器

1. 标准筛：孔径1.25 mm和0.08 mm。
2. 洗砂筒：容量1000 mL。

3.天平：精度0.5g。

(二) 步骤

称取干燥石英砂滤料试样500g（称准至0.5g），置于1000mL洗砂筒中，加入清水，充分搅拌5min，浸泡2h。然后在水中搅拌淘洗试样，约1min后，把浑水慢慢倒入1.25mm的筛上。1.25mm筛的下面为0.08mm的筛，小于0.08mm的颗粒随水通过0.08mm的筛。测定前筛的两面先用水湿润。在整个操作过程中，应避免砂粒损失。再向筒中加入清水，重复上述操作，直至筒中的水清澈为止。用水冲洗截留在筛上的颗粒，并将0.08mm筛放在水中来回摇晃、漂洗，以充分洗除小于0.08mm颗粒。然后将两只筛上截留的颗粒和筒中洗净的试样一并倒入搪瓷盘中，置于105~110℃的干燥箱中干燥至恒重。待冷却至室温后，称出样品重量。

(三) 计算

$$\text{含泥量}\% = \frac{(G - G_1)}{G} \times 100$$

式中 G ——淘洗前试样重量，g，

G_1 ——淘洗后试样重量，g。

五、筛分

筛分是一种最简单而用途最广的确定颗粒大小的分析方法。它既可湿法也可干法操作；既可用机械也可用人工操作；既可用固定时间也可用通过筛孔的试样达到恒定值作为筛分结束的标志。下述的筛分方法为干法机械操作。

(一) 仪器

1. 试验筛：按照GB6003—85试验筛的技术要求选择。
2. 震筛机：偏心振动式震筛机。即在振动过程中，能使