

SL

中华人民共和国行业标准

SL 78~94 — 1994

水质分析方法

Water quality analytical methods

1995 - 05 - 01 发布

1995 - 05 - 01 实施

中华人民共和国水利部 发 布

前 言

在水利系统地表水水质监测计量认证工作中出现了一些水质参数虽有分析方法，但却不是标准分析方法，而这些分析方法在水利系统已被广泛使用，且经历了数年的实践检验。根据 JJG1021—90《产品质量检验机构计量认证技术考核规范》的要求，水利系统水环境监测所使用的分析方法应为行业标准以上的标准分析方法。为此，水利部水文司和技术监督委员会办公室于 1994 年 3 月 24 日在北京主持召开了《水质分析方法》编制工作会议，会议决定由水利部水质试验研究中心和松辽委水环境监测中心主持编写，共 17 个水质参数，20 个分析方法。标准起草人为周怀东负责氧化还原电位、电导率、游离二氧化碳、侵蚀性二氧化碳、酸度、总碱度、碳酸盐、重碳酸盐、硝酸盐和硫酸盐测定方法的编写；李青山等负责无机阴离子、透明度和叶绿素测定方法的编写；冯惠华负责矿化度、硫化物、硼、可溶性二氧化硅测定方法的编写；郝红负责锑和油测定方法的编写。参加编写工作的还有李善日、白焱。

《水质分析方法》依据标准化工作导则 GB1.4—88《化学分析方法标准编写规定》及 SL01—92《水利水电技术标准编写规定》的要求编写，主要参考了鲁光四、周怀东、李怡庭主编的《水质分析方法》和国家环保局主编的《水和废水监测分析方法》，并结合水利系统水质监测数年的实践经验编写而成。

目次

前 言

电导率的测定(电导仪法) SL78—1994	(1)
矿化度的测定(重量法) SL79—1994	(3)
游离二氧化碳的测定(碱滴定法) SL80—1994	(5)
侵蚀性二氧化碳的测定(酸滴定法) SL81—1994	(8)
酸度的测定(碱滴定法) SL82—1994	(10)
碱度(总碱度、重碳酸盐和碳酸盐)的测定(酸滴定法) SL83—1994	(13)
硝酸盐氮的测定(紫外分光光度法) SL84—1994	(16)
硫酸盐的测定(EDTA 滴定法) SL85—1994	(19)
水中无机阴离子的测定(离子色谱法) SL86—1994	(22)
透明度的测定(透明度计法、圆盘法) SL87—1994	(25)
叶绿素的测定(分光光度法) SL88—1994	(27)
硫化物的测定(亚甲蓝分光光度法) SL89—1994	(30)
硼的测定(姜黄素法) SL90—1994	(34)
二氧化硅(可溶性)的测定(硅钼黄分光光度法) SL91.1—1994	(36)
二氧化硅(可溶性)的测定(硅钼蓝分光光度法) SL91.2—1994	(38)
锑的测定(5-Br-PADAP 分光光度法) SL92—1994	(40)
油的测定(重量法) SL93.1—1994	(43)
油的测定(紫外分光光度法) SL93.2—1994	(45)
氧化还原电位的测定(电位测定法) SL94—1994	(48)

中华人民共和国行业标准

碱度（总碱度、重碳酸盐和碳酸盐）的测定 （酸 滴 定 法）

SL 83—1994

Determination of alkalinity, bicarbonate and carbonate (Acid titration method)

1 总则

1.1 主题内容

本标准规定了用酸滴定法测定水中的总碱度、重碳酸盐和碳酸盐。

1.2 适用范围

本方法适用一般非浑浊、低色度地面水。对于重碳酸盐和碳酸盐的计算，只适用于仅含有氢氧化物、重碳酸盐和碳酸盐组成碱度的水样。

1.3 干扰及消除

水样浑浊、有色均干扰测定，应用电位滴定法测定。能使指示剂褪色的氧化物也干扰测定。如水样中余氯破坏指示剂，应加入 1~2 滴 0.1 mol/L 硫代硫酸钠消除。

2 方法原理

水样用标准酸溶液滴定至规定的 pH 值，其终点由加入的酸碱指示剂在该 pH 值时颜色的变化来判断。当滴定至酚酞指示剂由红色变为无色时，溶液 pH 值即为 8.3，指示水中氢氧根离子已被中和，碳酸盐均变为重碳酸盐；当滴定至甲基橙指示剂由淡桔黄色变成桔红色时，溶液的 pH 值为 4.4~4.5，指示水中的重碳酸盐（包括原有的和由碳酸盐转化成的）已被中和。根据上述两个终点到达时所消耗的盐酸标准滴定溶液的量，计算出水中碳酸盐、重碳酸盐含量及总碱度。

3 仪器

3.1 酸式滴定管：25 mL。

3.2 锥形瓶：250 mL。

3.3 常用实验设备。

4 试剂

4.1 无二氧化碳水

用于制备标准溶液及稀释用的蒸馏水或去离子水，临用前煮沸 15 min，冷却至室温。pH 值应大于 6.0，电导率小于 0.2 mS/m。

4.2 酚酞指示剂

称取 0.5 g 酚酞溶于 100 mL 95% 乙醇中，用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液滴至出现淡红色为止。

4.3 甲基橙指示剂

称取 0.1 g 甲基橙溶于 100 mL 蒸馏水中。

4.4 碳酸钠基准溶液： $C(1/2Na_2CO_3) = 0.0250 \text{ mol/L}$

称取 1.3249 g (于 180℃ 烘干 2h) 的基准无水碳酸钠, 溶于少量无二氧化碳水中, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于聚乙烯瓶中, 保存时间不要超过一周。

4.5 盐酸标准滴定溶液: $C(\text{HCl}) = 0.0250 \text{ mol/L}$

用分度吸管吸取 2.1 mL 浓盐酸 ($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$), 并用无二氧化碳水稀释至 1000 mL, 此溶液浓度约为 0.0250 mol/L。其准确浓度按下法标定:

用无分度吸管吸取 25.00 mL 碳酸钠基准溶液于 250 mL 锥形瓶中, 加无二氧化碳水稀释至约 100 mL, 加入 3 滴甲基橙指示剂, 用盐酸标准滴定溶液滴定至由桔黄色刚变成淡桔红色, 记录盐酸标准滴定溶液用量。按下式计算其准确浓度:

$$C = \frac{25.00 \times 0.0250}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中: C ——盐酸标准滴定溶液浓度, mol/L;

V ——盐酸标准滴定溶液用量, mL。

5 步骤

5.1 分取 100 mL 水样于 250 mL 锥形瓶中作为试样, 加入 4 滴酚酞指示剂 (4.2), 摇匀。当试样呈红色时, 用盐酸标准滴定溶液 (4.5) 滴定至刚刚褪至无色, 记录盐酸标准滴定溶液 (4.5) 用量。若加酚酞指示剂后试样无色, 则不需用盐酸标准溶液滴定, 并接着进行下项操作。

5.2 向上述锥形瓶中加入 3 滴甲基橙指示剂 (4.3), 摇匀。继续用盐酸标准滴定溶液 (4.5) 滴定至试样由桔黄色刚刚变为淡桔红色为止, 记录盐酸标准滴定溶液 (4.5) 用量。

6 结果表示

对于多数天然水样, 碱性化合物在水中所产生的碱度, 有五种情形。为说明方便, 令以酚酞作指示剂时, 滴定至颜色变化所消耗盐酸标准溶液的量为 P (mL), 以甲基橙作指示剂时盐酸标准滴定溶液用量为 M (mL), T 为盐酸标准滴定溶液总消耗量, 则水中的碱度组成在表 1 中给出。

表 1 水中的碱度组成

滴定结果	氢氧化物碱度	碳酸盐碱度	重碳酸盐碱度
$P=T$	P	0	0
$P>1/2T$	$P-M$	$2M$	0
$P=1/2T$	0	$2P$	0
$P<1/2T$	0	$2P$	$M-P$
$P=0$	0	0	M

6.1 当 $P=T$ 时:

$$A = A_1 = \frac{C \cdot P \times 50.05}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(2)$$

式中: A ——水样的总碱度, $\text{CaCO}_3\text{mg/L}$;

A_1 ——氢氧化物碱度, $\text{CaCO}_3\text{mg/L}$;

V ——测定时所取水样体积, mL;

C ——盐酸标准滴定溶液浓度, mol/L;

50.05——碳酸钙 ($1/2\text{CaCO}_3$) 摩尔质量, g/mol。

6.2 当 $P>1/2T$ 时:

$$A = \frac{C \cdot (P + M) \times 50.05 \times 1000}{V} \dots\dots\dots(3)$$

$$A_1 = \frac{C \cdot (P - M) \times 50.05 \times 1000}{V} \dots\dots\dots(4)$$

$$A_2 = \frac{2C \cdot M \times 50.05 \times 1000}{V} \dots\dots\dots(5)$$

$$C_1(1/2\text{CO}_3^{2-}) = \frac{2C \cdot M}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(6)$$

式中: A_2 ——碳酸盐碱度, $\text{CaCO}_3 \text{ mg/L}$;

C_1 ——碳酸盐浓度, mmol/L 。

6.3 当 $P=1/2 T$ 时:

$$A = A_2 = \frac{2C \cdot P \times 50.05}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(7)$$

$$C_1(1/2\text{CO}_3^{2-}) = \frac{2C \cdot P}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(8)$$

6.4 当 $P < \frac{1}{2} T$ 时:

$$A = \frac{C \cdot (P + M) \times 50.05}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(9)$$

$$A_2 = \frac{2C \cdot P \times 50.05}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(10)$$

$$C_1(1/2\text{CO}_3^{2-}) = \frac{2C \cdot P}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(11)$$

$$A_3 = \frac{C(M - P) \times 50.05}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(12)$$

$$C_2(\text{HCO}_3^-) = \frac{C(M - P)}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(13)$$

式中: A_3 ——重碳酸盐碱度, $\text{CaCO}_3 \text{ mg/L}$;

C_2 ——重碳酸盐浓度, mmol/L 。

6.5 当 $P=0$ 时:

$$A = A_3 = \frac{C \cdot M \times 50.05}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(14)$$

$$C_2(\text{HCO}_3^-) = \frac{C \cdot M}{V} \times 1000 \dots\dots\dots(15)$$

7 精密度和准确度

五个实验室对 HCO_3^- 含量为 43.50 mg/L 的统一标样进行方法验证的结果如下: 总碱度的室内相对标准偏差为 0.71% ; 室间相对标准偏差为 1.46% ; 相对误差为 0.75% ; 加标回收率为 $99.6\% \pm 7.5\%$ 。取地表水水样 15 个进行测定, 浓度范围在 $14.00 \sim 88.50 \text{ mg/L}$ 之间。相对标准偏差为 $0.1\% \sim 1.4\%$; 加标回收率为 $96.0\% \sim 102\%$ 。

中 华 人 民 共 和 国
行 业 标 准
水 质 分 析 方 法
SL 78~94—1994

*

中国水利水电出版社出版、发行
(北京市三里河路 6 号 100044)
北京市朝阳区小红门印刷厂印刷

*

880×1230 毫米 16 开本 3.5 印张 97 千字
1995 年 11 月第一版 1995 年 11 月北京第一次印刷
印数 0001—1120 册
书号 1580124·21
定价 13.00 元