

监测与评价

水中悬浮物测定质量控制探讨

方 韬¹, 王 锦²

(1. 煤矿生态环境保护国家工程实验室, 安徽 淮南 232033

2. 淮南矿业集团资源环境管理部, 安徽 淮南 232001)

摘要:在监测分析实践中发现,按照国家标准《水质 悬浮物的测定 重量法》(GB 11901-89)的“6.步骤、6.1 滤膜准备”的顺序进行测试时,即“先对滤膜进行恒重,再将恒重后的滤膜以蒸馏水湿润滤膜,并不断吸滤。”发现测定较为清洁的水样经常出现负值现象。通过实验研究提出悬浮物测定的质量控制要求:(1)滤膜准备应采用“先吸滤,后恒重”;(2)选择质量好的滤膜,即经过“一次吸滤”就可以达到恒重要求的滤膜;(3)滤膜恒重时与称量瓶一起进行称量恒重,可以减小误差。

关键词:悬浮物;分析方法;微孔滤膜;质量控制

中图分类号:P734.2+3 **文献标识码:**B **文章编号:**1006-8759(2015)06-0050-03

水中的悬浮物是指水样通过孔径为 0.45 μm 的滤膜,截留在滤膜上并于 103~105 °C 烘干至恒重的固体物质。

经过实验研究发现^[1],按照国家标准《水质 悬浮物的测定 重量法》(GB 11901-89)的“6.步骤、6.1 滤膜准备”的顺序测试,即先对滤膜进行恒重,再将恒重后的滤膜以蒸馏水湿润滤膜,并不断吸滤。最后按照“6.2 测定”进行吸滤、烘干、冷却、称量至恒重,计算出的结果较清洁的水样出现负值。主要原因是:大部分厂家生产的滤膜在吸滤后都存在部分滤膜组织流失,所以按照现行国家标准测定方法的滤膜准备顺序“先恒重后吸滤”会造成滤膜的部分组织流失,从而造成测定较清洁水样时出现负值。

针对这种情况,我们对不同厂家生产的滤膜进行筛选,选用经过一次浸泡、吸滤预处理后即达到恒重要求的滤膜。并在此基础上通过实验研究确定各类水质悬浮物测定的质控要求。

1 试验仪器及材料

1.1 仪器设备类

电子天平:精度 0.1 mg;恒温干燥箱:可控制恒温范围 103~105 °C;真空泵:流量控制在 90 L/

min;全玻璃吸滤装置或微孔滤膜过滤装置,规格:1 000 ml;蒸馏水器(或纯水机)。

1.2 玻璃仪器类

玻璃量筒:250 ml、100 ml、50 ml、25 ml、20 ml;称量瓶(直径 60 mm×高 30 mm);玻璃干燥器。

1.3 其它

微孔滤膜:孔径 0.45 μm,直径 50 mm;变色硅胶、无齿扁嘴镊子、白磁方盘、白纱线手套。

2 试验方法

2.1 滤膜处理

将新滤膜置于蒸馏水中浸泡 24 h 以上,其间更换蒸馏水和充分搅动 3~4 次。

将浸泡后的滤膜平整置于玻璃砂芯过滤装置上,放上漏斗,用夹子固定好。量取 100~130 ml 蒸馏水倒入漏斗内,启动真空泵吸滤至近干状态(时间 50~60 min)后,关闭真空泵;卸下固定夹子和漏斗,用扁嘴无齿镊子小心取下滤膜放入称量瓶内,盖好瓶盖(可露出小缝隙)移入烘箱中于 103~105 °C 烘干 30 min 取出,再置于干燥器内冷却至室温,称其重量。反复烘干、冷却、称量,直至连续两次称量的重量差值 ≤ 0.2 mg,得到称量瓶+滤膜重量,此为“一次吸滤”。

将经过“一次吸滤”恒重后的滤膜(含称量瓶),重复吸滤一次,再进行烘干、冷却、称量至恒重,此为“二次吸滤”。

收稿日期:2015-06-10

第一作者简介:方韬(1959--)环保工程师,从事环境监测工作三十年。

2.2 样品测定

用扁嘴无齿镊子小心从恒重的称量瓶内夹取滤膜平整放于玻璃砂芯过滤装置上,少量蒸馏水湿润后放上漏斗,用夹子固定好。量取适量充分混合均匀的水样于漏斗内,启动真空泵抽吸过滤;当水样全部通过滤膜后,再以每次约 10 ml 蒸馏水冲洗水样容器三次,倒入漏斗吸滤;然后,再以每次约 10 ml 蒸馏水冲洗漏斗内壁三次,继续吸滤至近干状态。

关闭真空泵停止吸滤后,小心卸下固定夹子和漏斗,用扁嘴无齿镊子小心取出载有悬浮物的滤膜置于原恒重的称量瓶内,盖好瓶盖(可露出小缝隙),移入 103~105 ℃的烘箱中烘干 60 min 后取出,再置于干燥器内冷却至室温,称其重量,记录数据;再移入烘箱中烘干 60 min 后取出,反复烘干、冷却、称量、记录数据,直至连续两次称量的

重量差值 ≤ 0.4 mg 为止。

3 试验结果与分析

3.1 “一次吸滤”处理的滤膜测定工业废水试验

悬浮物浓度大于 100 mg/L 时,相对偏差在 0.19%~4.85% 之间,平均为 2.82%;4.85% 的最大相对偏差符合《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的 $\leq 15\%$ 的精密度的要求。

悬浮物浓度在 30.0 mg/L~78.0 mg/L 之间的样品,相对偏差在 6.14%~7.69% 之间,平均为 6.83%;7.69% 的最大相对偏差符合《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的 $\leq 20\%$ 的精密度的要求。

悬浮物浓度小于 10 mg/L 的两个样品,相对偏差为 11.11%~16.88%,符合《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的 $\leq 20\%$ 的精密度的要求(见表 1)。

表 1 一次吸滤处理的滤膜——工业废水悬浮物平行测定结果统计

| 水样 平行 样品编号 | 原 水 | | | | | | | | | | 出 水 | | |
|------------------|--------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|------|------|-------|-------|
| | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# | 7# | 8# | 9# | 10# | 11# | 12# | 13# |
| 1 | 2240 | 236 | 236 | 84 | 160 | 104 | 284 | 108 | 214 | 64 | 32 | 9 | 8 |
| 2 | 2210 | 230 | 234 | 78 | 160 | 104 | 284 | 104 | 212 | 62 | 31 | 9 | 8 |
| 3 | 2145 | 228 | 230 | 77 | 160 | 102 | 276 | 104 | 210 | 62 | 31 | 8 | 8 |
| 4 | 2130 | 224 | 228 | 77 | 160 | 102 | 272 | 102 | 209 | 58 | 30 | 7 | 7 |
| 5 | 2100 | 220 | 228 | 76 | 160 | 100 | 268 | 100 | 208 | 58 | 28 | 7 | 6 |
| 6 | 2100 | 220 | 228 | 76 | 158 | 100 | 268 | 100 | 208 | 58 | 28 | 6 | 6 |
| 平均值(mg/L) | 2154.2 | 226.3 | 230.7 | 78.0 | 159.7 | 102.0 | 275.3 | 103.0 | 210.2 | 60.3 | 30.0 | 7.7 | 7.2 |
| 相对偏差(%) | 3.98 | 4.29 | 2.30 | 7.69 | 0.19 | 1.96 | 3.16 | 4.85 | 1.81 | 6.14 | 6.67 | 16.88 | 11.11 |

注:1、原水:是未经净化设施处理的工业废水(1#~10# 样品);

2、出水:是经过净化设施处理的沉淀水(11#~13# 样品)。

3.2 “二次吸滤”处理的滤膜测定工业废水试验

二次吸滤处理的滤膜测定悬浮物浓度大于 100 mg/l 时,相对偏差在 0.86%~2.68% 之间,平

均为 1.81%, 小于 5%; 2.68% 的最大相对偏差符合《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的 $\leq 15\%$ 的精密度的要求。

表 2 二次吸滤处理的滤膜——工业废水悬浮物平行测定结果统计

| 平行样品编号 | A 矿 | | B 矿 | | C 矿 | |
|---------|--------|-------|--------|-------|--------|------|
| | 处理前 | 处理后 | 处理前 | 处理后 | 处理前 | 处理后 |
| 1 | 162.0 | 31.0 | 214.0 | 10.0 | 234.0 | 8.0 |
| 2 | 162.0 | 30.0 | 214.0 | 9.0 | 234.0 | 8.0 |
| 3 | 162.0 | 30.0 | 210.0 | 9.0 | 232.0 | 7.0 |
| 4 | 160.0 | 30.0 | 208.0 | 8.0 | 232.0 | 7.0 |
| 5 | 160.0 | 28.0 | 208.0 | 7.0 | 230.0 | 7.0 |
| 6 | 156.0 | 28.0 | 206.0 | 7.0 | 230.0 | 7.0 |
| 平均值 | 160.33 | 29.50 | 210.00 | 8.33 | 232.00 | 7.33 |
| 相对偏差(%) | 2.68 | 5.08 | 1.90 | 20.00 | 0.86 | 9.59 |

二次吸滤处理的滤膜测定悬浮物浓度在 29.5 mg/l 的样品,相对偏差为 5.08 %,小于 10 %;相对偏差也符合《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的 $\leq 20\%$ 的精密度要求(见表 2)。

二次吸滤处理的滤膜测定悬浮物浓度为 7.3 mg/l 和 8.3 mg/l 的样品,相对偏差分别为 9.59 % 和 20.00 %,平均为 15.04 %,符合《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的 $\leq 20\%$ 的精密度要求(见表 2)。

3.3 “一次吸滤”与“二次吸滤”处理的滤膜在测定同一水样中的实验对比

在选择的 A、B、C 三个矿的矿井原水(高浓度)

的测试中,一次吸滤与二次吸滤处理的滤膜测定同一水样的平均浓度分别为 159.7 mg/l 和 160.3 mg/l、210.2 mg/l 和 210.0 mg/l、230.7 mg/l 和 232.0 mg/l,相对偏差分别为 0.19 %、0.05 %和 0.26 %;在选择的 A、B、C 三个矿的矿井出水(低浓度)的测试中,一次吸滤与二次吸滤处理的滤膜测定同一水样的平均浓度分别为 30.0 mg/l 和 29.5 mg/l、7.7 mg/l 和 8.3 mg/l、7.2 mg/l 和 7.3 mg/l,相对偏差分别为 1.01 %、3.75 %和 1.39 %。均符合《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的 $\leq 15\%$ 和 $\leq 20\%$ 的精密度要求(见表 3)。

表 3 一次吸滤与二次吸滤处理的滤膜--工业废水悬浮物比对测定结果统计

| 样品名称 | 滤膜处理方式 | 测定结果(mg/l) | | 绝对偏差(mg/l) | 相对偏差(%) |
|------|--------|------------|-------|------------|---------|
| | | 浓度值 | 平均值 | | |
| A 矿 | 原水 | 一次吸滤 | 159.7 | 160.0 | 0.3 |
| | | 二次吸滤 | 160.3 | | |
| | 出水 | 一次吸滤 | 30.0 | 29.8 | 0.3 |
| | | 二次吸滤 | 29.5 | | |
| B 矿 | 原水 | 一次吸滤 | 210.2 | 210.1 | 0.1 |
| | | 二次吸滤 | 210.0 | | |
| | 出水 | 一次吸滤 | 7.7 | 8.0 | 0.3 |
| | | 二次吸滤 | 8.3 | | |
| C | 原水 | 一次吸滤 | 230.7 | 231.4 | 0.6 |
| | | 二次吸滤 | 232.0 | | |
| | 出水 | 一次吸滤 | 7.2 | 7.2 | 0.1 |
| | | 二次吸滤 | 7.3 | | |

4 结论

通过实验浸泡、吸滤实验选择“一次吸滤”即可达到合格要求的厂家生产的滤膜产品,达不到要求的不再选用。但是,即使是合格厂家的滤膜,每次新进的一批滤膜也要进行抽样实验检查,经过两次“吸滤”,选择符合“一次吸滤”达标的滤膜。

《水质 悬浮物的测定 重量法》(GB 11901-89)的“6.步骤、6.1 滤膜准备”的滤膜的处理顺序应该先将滤膜以蒸馏水湿润、吸滤,最好在测定前对要使用的滤膜进行充分浸泡、吸滤,再与称量瓶一起进行称量至恒重,不要把滤膜与称量瓶分别恒重,可以减小误差。注意滤膜与称量瓶一一对应,这样就可以避免未经处理的滤膜恒重后再进行吸滤造成部分滤膜组织流失,从而造成测定较清洁水样时出现负值。

实验证明,将经过蒸馏水充分浸泡的滤膜,再经蒸馏水一次吸滤后,与称量瓶一起进行恒重,作为该指标操作中的“滤膜处理”是完全可行的,作为工业废水悬浮物指标的质量控制,样品平行测定完全可以满足《环境水质监测质量保证手册》(第二版)规定的质量控制要求。

参考文献

- [1] GB 11901-89,《水质 悬浮物的测定 重量法》[S].
- [2] 国家环境保护总局,《水和废水监测分析方法》编委会编. 水和废水监测分析方法 [M]. 第 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.107-108.
- [3] 中国环境监测总站及《环境水质监测质量保证手册》编写组编. 环境水质监测质量保证手册[M].第 2 版.北京: 化学工业出版社, 1994.439-443.
- [4] 方韬, 赵玲. 水中悬浮物测定方法探讨 [J]. 能源环境保护, 2011,25 (1): 51-55..