



中华人民共和国国家标准

GB/T 23838—2009

工业循环冷却水中悬浮固体的测定

Determination of suspended solids of industrial circulating cooling water

(ISO 11923:1997, Water quality—Determination of suspended solids
by filtration through glass-fibre filters, NEQ)

2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准对应于 ISO 11923:1997《水质 通过玻璃纤维滤纸过滤的悬浮固体的测定》(英文版),与 ISO 11923:1997 的一致性程度为非等效。

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:广州市特种承压设备检测研究院、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:杨麟、叶伟文、上官斌、白莹、邵宏谦。

工业循环冷却水中悬浮固体的测定

1 范围

本标准规定了经玻璃纤维滤纸或 G₄ 坩埚式过滤器过滤的原水、废水及污水中悬浮固体的测定方法,本方法的最低检测限约为 2 mg/L,本方法未对测定上限进行规定。

注 1: 悬浮固体的含量与贮存时间、运输方式、pH 值和其他因素有关。试验报告中应说明样品的情况。

浮油和其他不互溶有机液体会引起干扰(见附录 A)。

当样品中的溶解性固体大于 1 000 mg/L 时需特殊处理(见 8.5)。

注 2: 应说明过滤器的类型。

注 3: 不同水样中颗粒大小分布差别很大,因此,使用不同孔径的滤纸或过滤器得到的结果没有关联性。使用不同型号的滤纸或过滤器得到的结果不能相互换算。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

悬浮固体 suspended solids

在一定条件下通过离心或过滤所分离出的固体。

3.2

溶解性固体 dissolved solids

在一定条件下,样品被过滤、蒸发干燥后的剩余物质。

4 原理

使用抽滤装置,通过已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒量的玻璃纤维滤纸或 G₄ 坩埚式过滤器过滤水样,然后将滤纸或过滤器置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒量,用重量法测定保留的剩余物的质量。

5 仪器、设备

5.1 抽滤装置,与所选择的过滤器(5.2)相匹配。

5.2 硼硅酸盐玻璃纤维滤纸(以下简称滤纸)或 G₄ 坩埚式过滤器(以下简称过滤器):不含黏合剂、滤纸、过滤器应是圆形且直径与抽滤装置(5.1)相匹配。空白试验的质量损失应小于 0.3 mg。

5.3 过滤时,按第 8 章操作校验质量损失,使用 150 mL 蒸馏水代替试样,空白样品的质量损失应小于 0.3 mg/L。分别校验每一组滤纸或过滤器。每次任意选择三个,提高测试的灵敏度。

注:为了去除水溶性组分,可以对滤纸或过滤器进行预洗涤,单个或少量的滤纸或过滤器(≤ 10),可用 150 mL 蒸馏水预洗涤,然后在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至少 1 h。

洗涤大量滤纸或过滤器时,可将其浸于蒸馏水中数小时,使用前抽除水分,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下至少干燥 1 h 或过夜。

不同生产厂家的滤纸或过滤器的过滤特性略有差别。在试验报告中(第 12 章)给出滤纸或过滤器的类型和生产厂家。

5.4 干燥箱:温度可保持在 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 分析天平:精度为0.1 mg。

5.6 干燥架。

6 试剂和材料

6.1 微晶纤维的标准悬浮液(乳浊液): $\rho=500\text{ mg/L}$ 。

称取0.5 g已干燥的用于薄层层析的或相当等级的微晶纤维 $(\text{C}_2\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$,定量转移至1 000 mL容量瓶并用水稀释至刻度。该乳浊液至少保存三个月。

使用前摇匀该乳浊液。

注:微晶纤维含量的干燥物质由 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 烘干而得。

6.2 悬浮液工作标准溶液: $\rho=50\text{ mg/L}$ 。

摇乳浊液(6.1)直至完全均匀,用100 mL容量瓶量取 $(100\pm 1)\text{mL}$,定量转移至1 000 mL容量瓶中并用蒸馏水稀释至刻度。使用前摇匀,需当日制备。

7 采样和样品处理

所采集的样品应置于透明材料的瓶中。为了能够充分地混匀样品,避免装满取样瓶。

取样后尽快分析样品,最好在4 h内测定悬浮物固体含量。4 h内不能分析的样品应在 8°C 以下暗处贮存,但不能使样品结冰。贮存超过24 h的样品所测得的结果应明示。禁止向样品中添加任何添加剂用于保存。

若采样后存放时间超过4 h,应在试验报告中注明。

8 分析步骤

8.1 将样品放置至室温。

8.2 确认滤纸或过滤器的质量损失低于 0.3 mg/L (见5.2)。

8.3 称量在 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒量的滤纸或过滤器,精确至0.1 mg。将其置于干燥器中以避免滤纸或过滤器的污染。

8.4 把滤纸平铺于抽滤装置(5.1)的漏斗上或把过滤器装于抽滤装置上(5.1),与真空(或压力)泵联结。

警告:若大型玻璃容器有刮擦损坏,对其抽真空会引起炸裂的危险。应确保相关的安全措施。

8.5 充分振荡样品瓶使样品均匀,立即转移适当体积的样品于过滤器中,如果样品瓶非常满,应另取一个干燥干净的瓶子,在两个瓶子中来回地混合样品。选择合适的样品体积以便测得的剩余物质量处于最佳的范围,即 $5\text{ mg}\sim 50\text{ mg}$ 。所取样品体积不得超过1 L。剩余物的有效值至少为2 mg。样品体积少于25 mL时应采用称量的方法。

8.6 过滤样品时,用约20 mL蒸馏水抽洗滤纸或过滤器,另取20 mL蒸馏水洗涤抽滤瓶的内壁。

若样品所含的可溶性固体大于 $1\,000\text{ mg/L}$,使用50 mL蒸馏水重复抽洗三次,仔细洗涤过滤器的边缘。

注:过滤一般在1 min内完成。但有些水样含有堵塞滤纸或过滤器孔隙或减少孔径的物质,这会增加过滤时间并导致结果随取样体积的变化而变化。若发现上述堵塞的现象,应采用较小的体积重复测定,并在结果中加以说明。

当滤纸或过滤器近干时释放真空(或压力)。用镊子小心地从抽滤瓶上的漏斗中夹出滤纸并折叠,把滤纸置于干燥架(5.5)上或是从抽滤瓶上移开过滤器放于烘箱中在 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒量。

9 校验

使用200 mL乳浊液(6.2)工作标准溶液代替水样同样操作,回收率应在90%~110%之间。

10 结果计算

悬浮物固体含量以质量浓度 ρ 计,单位为 mg/L,按式(1)计:

$$\rho = \frac{1\,000(m - m_0)}{V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——过滤后滤纸或过滤器的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——过滤前滤纸或过滤器的质量的数值,单位为毫克(mg);

V ——样品的体积的数值,单位为毫升(mL),如果样品被称重,认为 1 g 的质量相当于 1 mL 体积。

报告结果低于 2 mg/L 时按“低于 2 mg/L”,其他用 mg/L 报告,保留两位有效数字。

11 精密度

本标准所述的悬浮物质含量的数据精密度,主要取决于样品的本身而与方法本身无关。另外,不能排除所使用的特定滤纸或过滤器的一些影响。

在使用相关类型的实际水样进行实验室研究时,不能保证二级水样到达不同实验室时是性质不变,故没有提供结果再现性的有效数据。堵塞过滤器的含有有机生物或黏稠物的水样(例如碳水化合物聚合物)对运输和试验条件特别敏感。

附录 B 给出了本方法在两个实验室间的精密度。从这些实验室间试验得到的数值不适用于其他的浓度范围和水样。

12 试验报告

试验报告应包含本标准引用文件和以下部分:

- a) 实验日期和地点;
- b) 试验样品的鉴别标记;
- c) 所用滤纸或过滤器的厂家和型号;
- d) 结果;
- e) 任何违背本标准描述的操作程序或可能影响结果的任何其他细节,如堵塞过滤器、分析前贮存时间。

附 录 A
(资料性附录)

含有油或其他有机液体的样品

留在过滤器上的油或其他不互溶有机液体,在 105 °C 干燥时只有部分会挥发。可采用先用乙醇,后用己烷洗的方式分离不互溶油,分离后过滤、水洗。采用该步骤除能除油外,也能分离其他一些物质。

附录 B
(资料性附录)
实验室间试验结果

175 个实验室按照本标准的操作步骤使用 Whatman GF/A 玻璃纤维滤纸对两个样品进行实验室间研究(瑞士环境保护所 1992)。使用高岭土和微晶纤维素合成样品。表 B.1 中所列的结果说明其重复性。

表 B.1 瑞士实验室间试验结果

统计特性	样品 1	样品 2
可接受的结果的数量	171	172
平均值	961 mg/L	790 mg/L
标准偏差	41 mg/L	36 mg/L
变异系数	4.29%	4.72%
舍去结果数量	4	3

1994 年,德国研究的数据结果在表 B.2 中给出。

表 B.2 德国室间试验结果

样品	实验室数量	可接受结果	舍去结果	平均值/(mg/L)	变异系数/%
微晶纤维素,10 mg/L	8	32	0	9.95	9.0
微晶纤维素,100 mg/L	8	32	0	96.6	7.8
微晶纤维素,500 mg/L	7	26	6	499.5	3.5
高岭土,10 mg/L	8	30	2	9.59	7.8
高岭土,100 mg/L	8	32	0	92.4	7.5
高岭土,500 mg/L	8	31	1	463.4	6.0
纤维状纤维素(纸浆)10 mg/L	7	28	0	10.3	8.3
纤维状纤维素(纸浆)100 mg/L	6	24	4	102.3	9.2
纤维状纤维素(纸浆)500 mg/L	7	28	0	474.1	13.6
微晶纤维素:高岭土,1:1,10 mg/L	8	31	1	9.6	4.4
微晶纤维素:高岭土,1:1,50 mg/L	8	30	2	49.9	1.7
微晶纤维素:高岭土,1:1,200 mg/L	8	32	0	195.4	3.3

结果表明理想条件下可获得再现性,例如样品中含有粒径明确的惰性颗粒物。然而,实际样品中很难达到理想条件的要求。