

水中悬浮物测定方法探讨

方韬, 赵玲

(淮南矿业集团公司资环部, 安徽淮南 232001)

摘要:根据国家测试废水中悬浮物浓度的分析标准,在采用不同生产厂家生产的微孔滤膜(孔径 $0.45\mu\text{m}$,直径 50mm)测试煤矿矿井水时,常碰到比较清洁的水样容易出现负值的现象。通过对微孔滤膜的反复实验并深入分析,提出了如何改进“滤膜准备”的操作步骤建议,对更加真实反映水体中悬浮物浓度具有一定意义。

关键词:悬浮物;分析方法;微孔滤膜

中图分类号:X8

文献标识码:B

文章编号:1006-8759(2011)01-0051-05

PROBE INTO THE DETERMINATION OF SUSPENDED SOLIDS IN WATER

Fang Tao, Zhao Ling

(Huainan Mining Group Department of Resources and Environmental Management,
Huainan 232001, China)

Abstract: When measuring the suspended solids concentration (SSC) in coal mining wastewater under national analytical standards, erroneous output values were often presented by using microporous membranes (pore: $0.45\mu\text{m}$, Diameter: 50mm). Relatively clean water samples tend to show minus suspended solids concentration values. Recommendations has been made, through trial and error and in-depth analysis, for improving "membrane preparations". And these suggestions will have certain positive effects on the determination of suspended solids in water concerning concentration values.

Keywords: suspended solids; analysis method; microporous membrane

在环境监测分析方法中,悬浮物的定义为:水样通过孔径为 $0.45\mu\text{m}$ 的滤膜,截留在滤膜上并于 $103^{\circ}\text{C}\sim 105^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的固体物质。煤矿矿井水主要来源于煤炭开采过程中涌出的地下水以及生产过程中产生的防尘灭尘废水等方面,主要含有煤粉、岩粉以及少量有机物。因此水中悬浮物含量是衡量水污染程度的一项主要指标,准确测定悬浮物含量对矿井水处理利用、达标排放、污染减排和清洁生产,具有特定意义。

1 问题的提出

在环境监测分析中,悬浮物指标的测试,均按照中华人民共和国国家标准《水质 悬浮物的测定 重量法》(GB 11901-89)或国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》(第四版)进行。由于以上标准分析方法中没有明确说明使用何品种微孔滤膜,且市场销售的微孔滤膜品种又很多很杂。我们在参考了其它环境监测机构使用微孔滤膜的情况下,选用了上海某材料厂生产的批号为2008年7月8日的由硝酸纤维素与醋酸纤维素(CN-CA)材料制成的混合纤维微孔滤膜(孔径 $0.45\mu\text{m}$,直径 50mm),按照分析方法和步骤要求,在对淮南煤矿部分矿井水进行试验性测试中出现了负值现象,结果见表1。

表 1 矿井水悬浮物试验结果表

单位	取水位置	原始滤膜		蒸馏水简单浸泡 2h 的滤膜	
		水样体积/mL	样品净重/mg	水样体积/mL	样品净重/mg
A 矿	处理前	100	-0.9	-	-
B 矿	处理后	100	-6.7	-	-
C 矿	处理前	100	9.3	100	13.7
	处理后	100	-5.7	100	-5.0
		100	-5.7	100	-3.0

表 1 试验数据可以说明, 未经过任何方式处理的原始滤膜在测定 A 矿矿井水、B 矿矿井水(处理后)和 C 矿矿井水(处理后)中均出现了负值。经过蒸馏水简单浸泡 2 h 的滤膜在测定 C 矿矿井水(处理后)中同样也出现了负值。出现负值现象均为比较清洁的水样; C 矿处理前矿井水则是很浑浊的水样, 没有负值现象, 是因为悬浮物的重量掩盖了可能出现的负值。

2 问题分析

经过认真分析研究, 认为问题出在标准中 6.1: 滤膜准备, 具体在“以蒸馏水湿润滤膜, 并不断吸滤”已经恒重的滤膜环节上。在此过程中, 悬浮物是没有损失的, 损失的是恒重滤膜的重量。滤膜未经任何处理就已恒重, 而恒重后的滤膜在处理(过滤)样品前又经过蒸馏水不断吸滤, 蒸馏水的吸滤有可能带走恒重滤膜的部分物质(重量); 即使没有蒸馏水的吸滤, 在过滤样品时, 滤液也有可能带走恒重滤膜的部分物质(重量)。

基于蒸馏水的吸滤或过滤样品时会使恒重的滤膜损失部分物质(重量)这一考虑, 对国标中

“6.1 滤膜准备”的步骤进行调整, 将最后一步“以蒸馏水湿润滤膜, 并不断吸滤”这一操作步骤放在滤膜恒重之前。并以此方式对甲厂和乙厂两个品牌的九个批号微孔滤膜进行试验。

3 试验

试验材料为甲厂(批号为 2006 年 5 月 29 日、2007 年 4 月 8 日、2010 年 4 月 20 日)和乙厂(批号分别为 2008 年 1 月 6 日、7 月 8 日、2009 年 5 月 6 日、9 月 3 日、2010 年 3 月 16 日、7 月 25 日)生产的微孔滤膜(孔径 $0.45 \mu\text{m}$, 直径 50 mm)。

3.1 原始滤膜试验

试验方法: 将原始滤膜放于事先恒重的称量瓶内, 移入烘箱中于 $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 105 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 30 min 后取出, 置于干燥器内冷却至室温、称量; 反复烘干、冷却、称量, 直至两次称量的重量差值 $\leq 0.2 \text{ mg}$, 得到滤膜净重量。再将已知重量的滤膜经过 100~130 mL 蒸馏水抽滤一次(时间 50~60 s), 放入原称量瓶内, 继续烘干、冷却、称量至恒重, 得到被蒸馏水抽滤一次后的重量。再用蒸馏水重复抽滤一次, 继续烘干、冷却、称量至恒重, 得到被蒸馏水抽滤两次后的重量。

目的: 检验原始滤膜在经过蒸馏水一次抽滤、两次抽滤后的损失程度。

3.1.1 试验结果

(1) 甲厂批号为 2006 年 5 月 29 日、2007 年 4 月 8 日和 2010 年 4 月 20 日生产的原始滤膜两次抽滤的对比试验, 试验结果见图 1 所示。

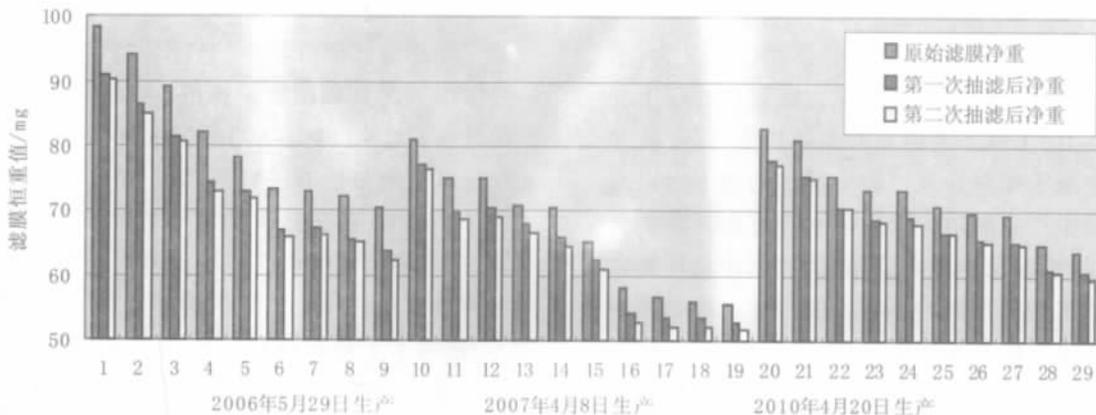


图1 甲厂原始滤膜对比试验

(2) 乙厂批号为 2008 年 7 月 8 日、2010 年 3 月 16 日、7 月 25 日和 2009 年 9 月 3 日生产的原

始滤膜两次抽滤的对比试验, 试验结果见图 2、图 3 所示。

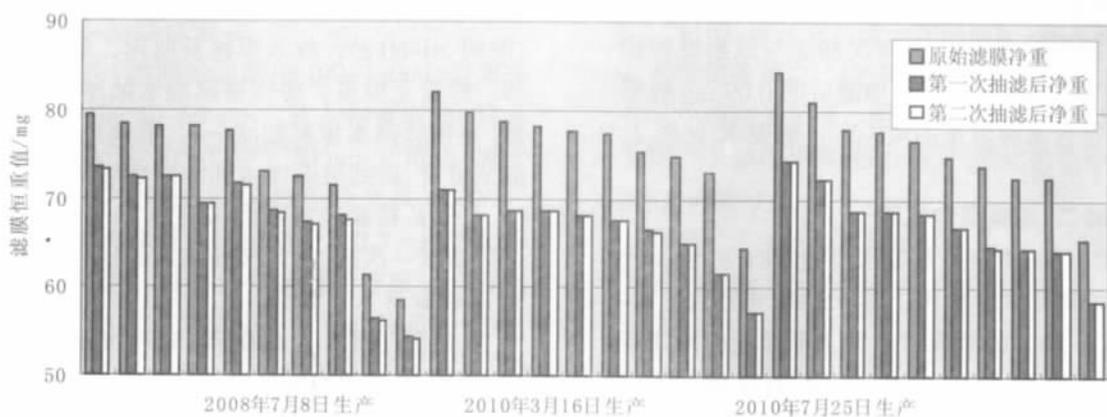


图2 乙厂原始滤膜对比试验

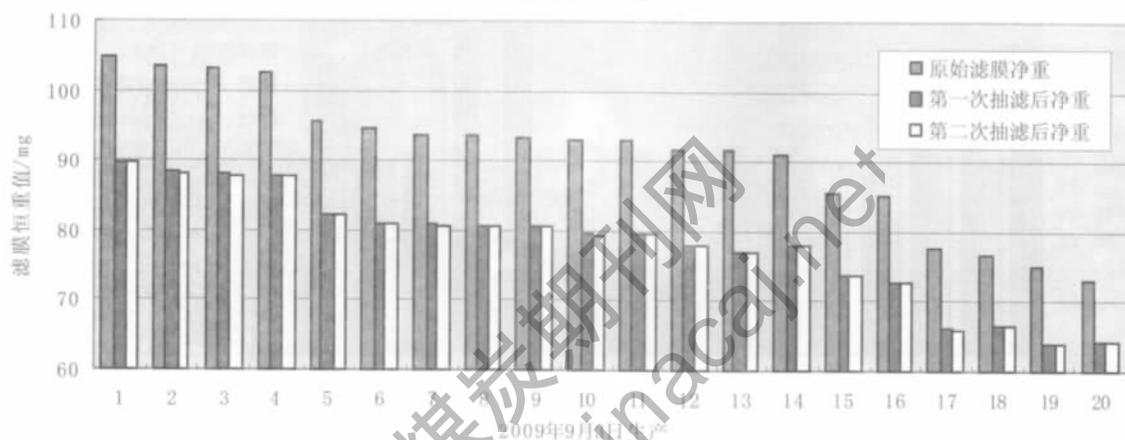


图3 乙厂原始滤膜对比试验

(3)乙厂批号为2008年1月6日、7月8日和2009年5月6日生产的原始滤膜一次抽滤的对比试验,试验结果见图4所示。

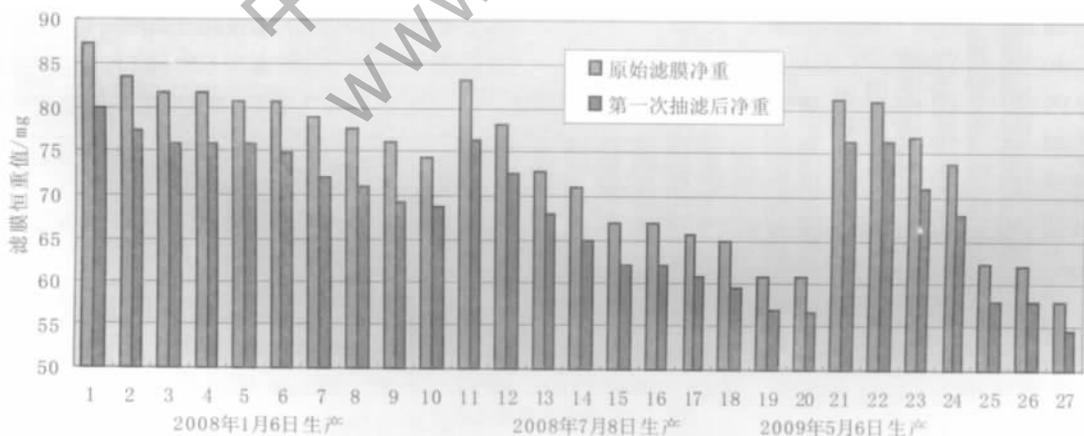


图4 乙厂原始滤膜对比试验

3.1.2 结果分析

(1)甲厂三个批号共29张原始滤膜平均重量73.44 mg,蒸馏水抽滤一次后的平均重量68.46 mg,平均损失4.98 mg,损失程度6.78%;重复抽滤后平均又有0.94 mg的损失,损失程度1.37%;两次抽滤与原始滤膜相比较共损失8.06%。重复抽

滤后的0.94 mg的平均损失,距离滤膜真实重量仍有较大差距,没有符合滤膜恒重的 ≤ 0.2 mg的要求,见图1所示。

(2)乙厂六个批号共77张原始滤膜平均重量77.42 mg,蒸馏水抽滤一次后的平均重量69.47 mg,平均损失7.95 mg,损失程度11.44%。经过对

其中四个批号滤膜重复抽滤后平均又有 0.09 mg 的损失,损失程度 0.13%;两次抽滤与原始滤膜相比较共损失 11.80%。重复抽滤后的 0.09 mg 的平均损失,符合滤膜恒重的 ≤ 0.2 mg 的要求,见图 2、图 3、图 4 所示。

3.2 试验二,滤膜浸泡试验

试验方法:将经过蒸馏水浸泡 24 h 的滤膜放于事先恒重的称量瓶内,移入烘箱中于 103℃~105℃烘干 30 min 后取出,置于干燥器内冷却至室温、称量;反复烘干、冷却、称量,直至两次称量的重量差值 ≤ 0.2 mg,得到滤膜净重量。再将已知

重量的滤膜经过 100~130 mL 蒸馏水抽滤一次(时间 50~60 s),放入原称量瓶内,继续烘干、冷却、称量至恒重,得到被蒸馏水抽滤一次后的重量。再用蒸馏水重复抽滤一次,继续烘干、冷却、称量至恒重,得到被蒸馏水抽滤两次后的重量。

目的:检验经过蒸馏水浸泡 24 h 的滤膜在经过蒸馏水一次抽滤、两次抽滤后的损失程度。

3.2.1 试验结果

(1)甲厂批号为 2006 年 5 月 29 日和 2007 年 4 月 8 日生产的滤膜经浸泡、两次抽滤的对比试验,试验结果见图 5。

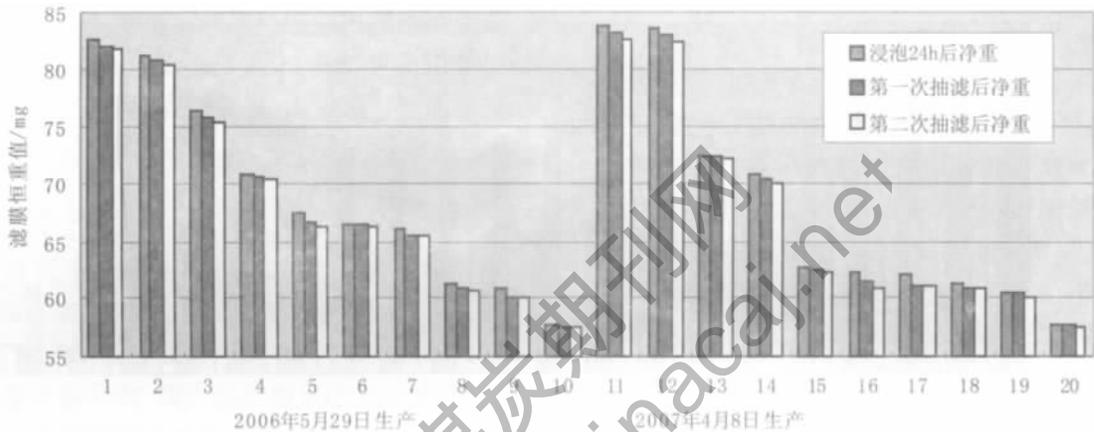


图5 甲厂浸泡滤膜对比试验

(2)乙厂批号为 2008 年 7 月 8 日生产的滤膜经浸泡、一次抽滤的对比试验,试验结果见图 6 所示。

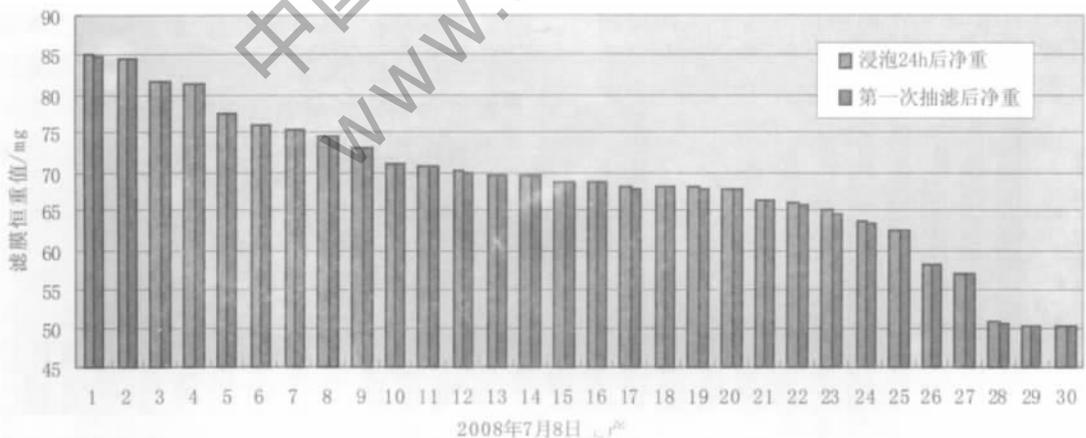


图6 乙厂浸泡滤膜对比试验

3.2.2 结果分析

(1)甲厂两个批号共 20 张浸泡滤膜平均重量 68.43 mg, 蒸馏水抽滤一次后的平均重量 68.00 mg, 平均损失 0.43mg, 损失程度 0.63%;重复抽滤后平均又有 0.29 mg 的损失, 损失程度 0.43%;两次抽滤与原浸泡滤膜相比较共损失 1.05%。重复抽滤后的 0.29 mg 的平均损失, 距离滤膜真实重

量仍有较大差距, 没有符合滤膜恒重的 ≤ 0.2 mg 的要求(见图 5)。

(2)乙厂 30 张同一批号经过蒸馏水浸泡 24 h 的滤膜平均重量 68.68 mg, 蒸馏水抽滤一次后的平均重量为 68.61 mg, 后者较前者的平均损失仅为 0.07 mg, 损失程度 0.10%。抽滤一次只有 0.07 mg 的平均损失, 符合滤膜恒重的 ≤ 0.2 mg 的要求

(见图 6)。

3.3 称量瓶+滤膜试验

试验方法:将原始滤膜用 100~130mL 蒸馏水抽滤一次(时间 50~60 s)后,放入称量瓶内,移入烘箱中于 103 ℃~105 ℃烘干 30 min 后取出,置于干燥器内冷却至室温,称其重量;反复烘干、冷却、称量,直至两次称量的重量差值 ≤ 0.2 mg,得到称量瓶+滤膜重量。再将已知重量的滤膜(含称量瓶),重复抽滤一次,继续烘干、冷却、称量至恒重,

得到第二次抽滤后的重量。

目的:通过对抽滤一次的滤膜+称量瓶与抽滤两次后的重量之比较,检验同一张滤膜(含称量瓶)在其中的损失程度。同时,设计成滤膜与称量瓶做为同一个操作步骤,进行恒重,简化操作步骤。

3.3.1 试验结果

将乙厂批号为 2008 年 7 月 8 日的微孔滤膜与称量瓶做为同一个操作步骤进行试验,结果见表 2。

表 2 称量瓶+滤膜试验统计表

编号	抽滤一次			编号	抽滤二次		
	恒重值(1)/g	恒重值(2)/g	与(1)差值/mg		恒重值(1)/g	恒重值(2)/g	与(1)差值/mg
1	59.9056	59.9056	0.0	11	38.8962	38.8962	0.0
2	54.1066	54.1065	-0.1	12	38.8879	38.8878	-0.1
3	50.2232	50.2232	0.0	13	36.2763	36.2760	-0.3
4	48.3654	48.3652	-0.2	14	36.0571	36.0571	0.0
5	45.0337	45.0336	-0.1	15	35.6283	35.6282	-0.1
6	44.7691	44.7689	-0.2	16	34.7684	34.7682	-0.2
7	43.0401	43.0400	-0.1	17	34.5825	34.5826	-0.1
8	41.0547	41.0544	-0.3	18	33.6964	33.6962	-0.2
9	40.3126	40.3126	0.0	19	31.1031	31.1031	0.0
10	38.9381	38.9380	-0.1	20	23.3633	23.3632	-0.1
平均损失							0.11

3.3.2 结果分析

表 2 中,滤膜(含称量瓶)经过蒸馏水抽滤一次后进行恒重。重复抽滤后的再次恒重,仅有 0.11 mg 的平均损失。称量瓶属玻璃制品,应该说是没有损失的(或微乎其微),这个损失主要是来自于滤膜的。0.11 mg 的平均损失,符合滤膜恒重(虽然指单纯的滤膜)的 ≤ 0.2 mg 的要求。

4 试验结论

4.1 原始滤膜经过蒸馏水抽滤前、后相比较

试验一中甲厂三个批号和乙厂六个批号的原始滤膜平均重量 73.44 mg 和 77.42 mg,蒸馏水抽滤一次后平均损失 4.98mg 和 7.95mg,重复抽滤后平均又损失 0.94 mg 和 0.09 mg(四个批号),说明未经任何处理就已恒重的滤膜,在经过蒸馏水不断吸滤后,确实会造成恒重滤膜部分物质(重量)的损失。原始滤膜不经过蒸馏水充分抽滤,是无法确定其真实重量的。

由于不同的生产厂家在滤膜生产工艺中,使用材料成分配比不同,会造成抽滤后重量损失的不同。甲厂和乙厂滤膜重复抽滤后的损失为 0.94

mg 和 0.09 mg,前者距离滤膜真实重量仍有较大差距,而后者已符合滤膜恒重的 ≤ 0.2 mg 的要求。

4.2 浸泡滤膜经过蒸馏水抽滤前、后相比较

试验二中,甲厂两个批号浸泡 24 h 的滤膜平均重量 68.43 mg,蒸馏水抽滤一次后平均损失 0.43mg,重复抽滤后平均又损失 0.29 mg,距离滤膜真实重量仍有较大差距。而乙厂浸泡 24 h 的滤膜平均重量 68.43 mg,蒸馏水抽滤一次后平均仅有 0.07 mg 的损失,接近滤膜的真实重量,抽滤一次既已符合滤膜恒重的 ≤ 0.2 mg 的要求。

4.3 称量瓶+滤膜经过蒸馏水抽滤前、后相比较

试验三中称量瓶与抽滤一次的滤膜(乙厂)做为操作程序中的同一步骤同时恒重,重复抽滤后的再次恒重,仅有 0.11 mg 的平均损失(含称量瓶);相信这一损失主要是来自于滤膜的。称量瓶属玻璃制品,应该是没有损失的(或微乎其微)。而 0.11 mg 的平均损失,符合滤膜恒重(虽然指单纯的滤膜)的 ≤ 0.2 mg 的要求。

4.4 无论采用何种滤膜,都需要对其进行前处理或相关试验

大气污染物总量控制要求,优化天津市环境空气质量,保障蓝天工程进一步实施,必须针对工业炉窑氮氧化物污染防治要求,结合工业炉窑技术设备和污染治理水平,开展工业炉窑氮氧化物污染排放控制。

3 地方标准制订必要性及内容建议

针对上述现行国家标准中存在的问题以及环境管理的迫切需求,对尽快完善工业炉窑大气污染物排放标准提出了要求。根据现行《2009年国家环境保护标准制修订项目计划》,《工业炉窑大气污染物排放标准》(GB9078-1996)尚未列入修订范畴,因此天津市可针对现行污染物排放标准中未作规定的项目制订地方污染物排放标准,对现行标准中已作规定的项目,可进一步制订严于国家污染物排放标准的地方标准。

天津市地方工业炉窑标准制订中,应重点突出加严现行标准限值、纳入燃气炉窑以及补充氮氧化物污染防治的主要内容,同时结果地方工业炉窑使用的工艺技术水平,进一步细化节能减排、清洁生产的环境管理理念。同时,地方标准的制订要与国家标准工作思路和地方环境管理需求紧密

(上接第50页)

参考文献

- [1]姜艳,谢刚.炭黑生产的工艺进展[J].化学工业与工程技术,2007.28(1):25~27.
- [2]吴立峰,丁丽萍.炭黑应用手册[M].北京:化学工业出版社,

(上接第55页)

滤膜在恒重之前应经过蒸馏水充分浸泡和抽滤(前处理),确定其真实的空白重量,以减少滤膜的不正确使用所带来的误差,达到分析测试的准确程度。试验最终确定了比较科学的悬浮物分析测试中的“步骤—滤膜准备”,即蒸馏水浸泡一天以上(最好再多次更换蒸馏水)——大于100 mL的蒸馏水抽滤一次——与称量瓶同时恒重。即

结合,并加强标准制订过程及实施后评估^[5],确保标准长效运行。

4 结论

针对国家现行标准中存在的标准限值宽松、控制因子欠缺等问题,全面系统地了解天津市工业炉窑技术设备和污染治理现状,提出国家标准修订的意见和建议,同时开展地方环境保护标准制订工作。通过提高排放标准控制力度,强化标准实施的针对性和可操作性,促进企业工艺技术升级,实现产业结构优化,推动污染物排放和总量控制,为环境质量持续改善奠定基础。

参考文献

- [1]《工业炉窑大气污染物排放标准》,GB9078-1996.
- [2]赵杰,陈红,檀翠玲等.天津市工业炉窑能源结构与大气污染物排放分析[G].天津市第一次污染源普查成果论文集.
- [3]郝吉明,王书肖,陆永琪.燃煤二氧化硫污染控制技术手册[K].北京:化学工业出版社,P319~320.
- [4]方品贤,江欣,奚元福.环境统计手册[K].四川科学技术出版社,P249~250.
- [5]王文美,陈瑞,魏丽超等.地方环境保护现状问题分析与对策研究[J].环境科学导刊,Vol.29第5期,P21~24.

2008:39.

- [3]杨文智,亓建设.浅析节能技术在炭黑生产中的应用[J].山西焦煤科技,2009.8:3~5.
- [4]孙铁刚.炭黑生产的节能环保措施[J].民营科技,2010.8:24.

不烦琐,又便于操作。

参考文献

- [1]《水质 悬浮物的测定 重量法》(GB 11901-89),《国家环境保护局1989年12月25日批准,1990年7月1日实施》.
- [2]《水和废水监测分析方法》(国家环境保护总局、《水和废水监测分析方法》编委会合编,第四版,中国环境科学出版社,2002年12月).