

中国矿业大学教材建设工程资助教材

环境监测实验

Huanjing Jiance Shiyan

主 编 冯启言
副主编 袁丽梅 肖 昕



中国矿业大学出版社

China University of Mining and Technology Press

中国矿业大学教材建设工程资助教材

环境监测实验

主 编 冯启言

副主编 袁丽梅 肖 昕

中国矿业大学出版社

内 容 简 介

本教材内容包括环境监测实验概述、基础实验及综合性实验三部分。在介绍环境监测实验基础知识和基本要求基础上,选编了29个基础实验,监测分析对象涉及水体、大气、土壤、固体废物、生物和噪声等环境要素。另外,教材选编了6个综合性的实验,旨在培养学生独立思考、独立设计、独立分析问题和解决问题的能力。

本书可作为高等学校环境科学、环境工程及相关专业的实验课程教材,也可作为与环境监测相关的科研技术人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验/冯启言主编. —徐州:中国矿业大学出版社,2015.8

ISBN 978 - 7 - 5646 - 2749 - 2

I. ①环… II. ①冯… III. ①环境监测—实验—高等学校—教材 IV. ①X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 168008 号

书 名 环境监测实验

主 编 冯启言

责任编辑 李 敬

出版发行 中国矿业大学出版社有限责任公司

(江苏省徐州市解放南路 邮编 221008)

营销热线 (0516)83885307 83884995

出版服务 (0516)83885767 83884920

网 址 <http://www.cumtp.com> E-mail: cumtpvip@cumtp.com

印 刷 徐州中矿大印发科技有限公司

开 本 787×1092 1/16 印张 9.75 字数 164 千字

版次/印次 2015 年 8 月第 1 版 2015 年 8 月第 1 次印刷

定 价 19.50 元

(图书出现印装质量问题,本社负责调换)

前 言

随着科技的发展和社会的进步,人们对环境问题日益重视,对环境污染监测的要求也越来越高。环境监测实验是高等院校环境类专业的一门重要的专业实践课,该课程不仅可以加深学生对环境监测课堂教学内容的理解,使其掌握环境监测的基本原理、技术及不同环境要素中主要污染物指标的监测方法,还可以对学生进行实验方法、操作技能的基本训练,培养其独立分析和解决实际问题的能力、严肃认真的工作作风和实事求是的科学态度,为从事环境科学研究、环境污染治理及环境管理工作奠定基础。

本教材是根据全国高等院校环境专业教学指导委员会制定的基本教学要求,参考国家环境保护部和国家环境监测总站颁布的最新方法标准,并在自编讲义的基础上编写而成的,是《环境监测》(第二版,冯启言、肖昕主编,中国矿业大学出版社,2012)的配套教材。本教材内容包括环境监测实验概述、基础实验及综合性实验三部分。环境监测实验概述介绍了环境监测的基础知识;基础实验部分共选编了29个实验,监测分析对象涉及水体、大气、土壤、固体废物、生物和噪声等环境要素,内容涵盖环境监测过程中各类常用的方法,力求体现实验的科学性、规范性、实用性和先进性;综合性实验选编了6个实验,包括水体富营养化、区域空气质量、噪声、重金属及应急监测方案的编写等内容,目的是提高学生综合运用知识和解决实际问题的能力。

教材第一部分由冯启言执笔,第二部分由袁丽梅、肖昕执笔,第三部分由肖昕执笔。全书由冯启言统稿并审定。

本书可作为高等学校环境科学、环境工程及相关专业的实验课程教材,也可作为与环境监测相关的科研技术人员的参考用书。

由于编者水平有限,疏漏和不足之处在所难免,恳请同行和读者批评指正。

编 者

2015 年 3 月

目 录

第一部分 环境监测实验概述

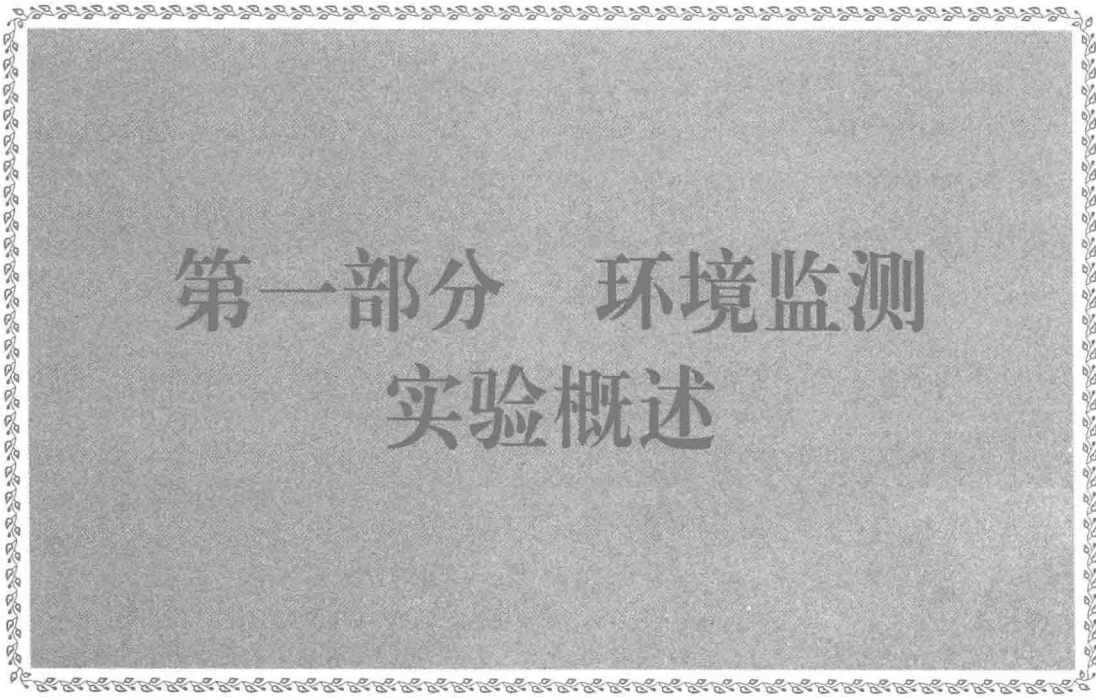
第二部分 基础实验

第一章 水质监测实验	15
实验一 水中悬浮固体和浊度的测定	15
实验二 色度的测定	19
实验三 矿化度的测定	21
实验四 氨氮的测定	23
实验五 水中铬的测定	29
实验六 化学需氧量的测定	33
实验七 水中溶解氧的测定	37
实验八 生化需氧量的测定	40
实验九 水中挥发酚的测定	45
实验十 水中总氮的测定	50
实验十一 水中总磷的测定	54
实验十二 水中石油类和动植物油类物质的测定	57
实验十三 煤泥水浓度的测定	63
实验十四 煤泥水黏度的测定	65
第二章 大气监测实验	67
实验十五 大气中总悬浮颗粒物(TSP)的测定	67
实验十六 大气中 PM_{10} 和 $PM_{2.5}$ 的测定	70

实验十七	大气中二氧化硫的测定	73
实验十八	大气中氮氧化物的测定	80
实验十九	空气中挥发性有机物的测定	84
第三章	土壤和固体废物监测实验	91
实验二十	土壤中镉的测定	91
实验二十一	土壤中铅的测定	94
实验二十二	土壤中有机氯农药残留量的测定	97
实验二十三	固体废物浸出毒性实验	102
第四章	生物监测实验	105
实验二十四	水中总大肠菌群的测定	105
实验二十五	水中菌落总数的测定	111
实验二十六	发光细菌毒性实验	115
第五章	噪声监测实验	121
实验二十七	城市区域环境噪声监测	121
实验二十八	工业噪声和社会生活环境噪声监测	126
实验二十九	交通噪声监测	128

第三部分 综合性实验

实验一	水体富营养化的监测与评价	133
实验二	空气质量监测与评价	135
实验三	区域环境噪声监测与评价	139
实验四	河流污染事件监测方案的制订	142
实验五	矸石山及周边土壤重金属监测方案的制订	143
实验六	突发性环境污染事件应急监测方案的制订	144
参考文献		147



第一部分 环境监测 实验概述

一、环境监测实验的目的与分类

环境监测实验是针对环境质量因素代表值的测定,即通过预定的一套程序,用仪器、设备、试剂经过反应,观测变化过程,记录数据,然后经过分析、整理、对比得到结论,从而确定环境质量(或污染程度)及其变化趋势。通过环境监测实验训练,不仅使学生掌握环境监测技术和技能,巩固和加深环境监测理论知识,还可以进一步加强学生实践能力、创新能力的培养,为今后从事环境监测、环境评价、污染治理、环境科学研究等打下良好的基础。

环境监测实验是环境监测教学体系的重要组成部分。就本科教学要求而言,环境监测实验可以分为基础实验和综合实验两大类。基础实验是为达到教学大纲中的基本要求,通过实验加深学生对课堂理论教学内容的理解,掌握实验的基本技能和技巧,掌握水、气、土壤、固体废物、生物及物理性污染等的常用指标的测定方法。综合实验是从布点、采样、样品的保存和运输、测定方法的选择、试剂配制、实验操作到数据处理与综合评价的全过程实验,目的是使学生掌握环境监测的全过程,培养学生灵活运用所学环境监测知识和其他各方面的知识、技能完成和解决某一实际问题(或教学上的假设课题),从而培养学生的逻辑思维和创新思维,提升其理论水平和应用技能。

二、环境监测实验设计的内容与要求

要完成某一项监测任务,首先需根据监测目的和要求,进行监测实验设计,制订实验方案。

环境监测实验方案至少应该包括以下内容:

- (1) 实验名称:即监测的对象和主旨内容。
- (2) 实验目的:包括监测任务和需要解决的问题。

(3) 方案设计:比较可供使用的监测方法和途径,比较分析后确定最适宜的方法,如布点方法、采样方法、样品量及混合方法,使样品具有代表性;样品运输及保存;所采用的分析法是否符合国家标准和规范,没有国家标准分析方法时,

如何等效采用其他标准方法,或做一些改进;平行样品、对比样品、空白样品的数量;数据处理与分析方法;监测报告的编写,评价结论的依据和评价标准等。对于未知污染物(如突发性环境污染事件中的某些污染物),需根据现场情况估计、推测,并采用推理法、排除法进行证实。

(4) 实验原理:实验测定方法所依据的科学原理。

(5) 实验条件:根据实验原理确定实验用品,包括药品、仪器、装置、设备及其相应的技术参数。

(6) 实验步骤:绘制实验装置图;编写所用监测方法的最佳操作程序和可能遇到的问题及处置方法;对操作进行全过程质量控制,能及时对仪器、步骤进行有效校正。

(7) 实验测定与记录:对实验过程及结果应有科学的测量手段与准确客观的记录。

(8) 实验数据处理及分析:能够科学地进行监测数据的处理,正确地归纳和分析监测数据,对实验结果进行准确的描述并给出科学的结论。

环境监测实验方案要做到以下几点:

(1) 科学性:科学性是监测方案设计的原则,是指实验原理、实验操作程序和方法必须科学、规范。

(2) 安全性:设计实验时,在不影响目标的情况下,应尽量避免使用有毒药品和进行具有一定危险性的实验操作。如果必须使用,应在所设计的实验方案中详细写明注意事项,以免造成环境污染和人身伤害。

(3) 可行性:设计实验要精选变量、抓住重点、切实可行,所选用的试剂、仪器、设备和方法在实验室现有的实验条件下能够得到满足。

(4) 简约性:实验设计应尽可能简单易行,可通过预试验等方法,优化实验设计,达到实验目标。

环境监测任务完成的效果在很大程度上取决于监测方案的设计,特别是对复合污染、区域污染、联合监测或标准监测方法验证过程中,实验设计尤为重要,对相关人员培训、采样方法、采样过程、样品保存与运输、分析方法、仪器校准、数据处理和报告编写等全过程必须实施质量控制、全程监督,避免最终虽得到一大批数据,但大部分是“无用”或“无效”的,这在实际中是经常发生的。

三、环境监测实验基础

(一) 玻璃器皿的洗涤

在分析工作中,洗涤玻璃器皿不仅是一个实验前的准备工作,也是一个技术性的工作。器皿洗涤是否符合要求,对分析结果的准确度和精确度均有重要影响。不同分析工作(如工业分析、一般化学分析和微量分析等)有不同的仪器洗涤要求,下面以一般定量化学分析为基础介绍玻璃仪器的洗涤方法。

1. 洗涤仪器的一般步骤

(1) 用水刷洗:将用于各种形状仪器的毛刷,如试管刷、瓶刷、滴定管刷等,蘸水刷洗器皿,用水冲去器皿内可溶性物质及刷去表面黏附灰尘。

(2) 用合成洗涤水刷洗:市售的餐具洗涤灵是以非离子表面活性剂为主要成分的中性洗液,可配制成1%~2%的水溶液,也可用5%的洗衣粉水溶液刷洗仪器,它们都有较强的去污能力,必要时可温热或短时间浸泡。

洗涤的器皿倒置时,水流出后,器壁应不挂小水珠。至此再用少许纯水冲洗仪器三次,洗去自来水带来的杂质,即可使用。

2. 各种洗涤液的使用

针对器皿沾污物的性质,采用合适的洗涤液能更有效地洗净器皿。各种洗涤液的配方和使用方法见表1。要注意在使用各种性质不同的洗液时,一定要把上一种洗涤液除去后再用另一种,以免相互作用生成的产物更难洗净。

铬酸洗液因毒性较大尽可能不用,近年来多以合成洗涤剂 and 有机溶剂来除去油污,但有时仍要用到铬酸洗液,故也列入表内。

表 1 几种常用的洗涤液

常用洗涤液及其配方	使用方法
① 铬酸洗液 研细的重铬酸钾 20 g 溶于 40 mL 水中,慢慢加入 360 mL 浓硫酸。	用于去除器壁残留油污。用少量洗液刷洗或浸泡一夜。洗液可重复使用。
② 工业盐酸(浓或 1:1)	用于洗去碱性物质及大多数无机物残渣。
③ 碱性洗液 10%氢氧化钠水溶液或乙醇溶液。	水溶液加热(可煮沸)使用,其去油效果较好。注意:煮的时间太长会腐蚀玻璃,碱-乙醇洗液不要加热。

续表 1

常用洗涤液及其配方	使用方法
④ 碱性高锰酸钾洗液 4 g 高锰酸钾溶于水中,加入 10 g 氢氧化钠,用水稀释至 100 mL。	洗涤油污或其他有机物,洗后容器沾污处有褐色二氧化锰析出,再用浓盐酸或草酸洗液、硫酸亚铁、亚硫酸钠等还原剂去除。
⑤ 草酸洗液 5~10 g 草酸溶于 100 mL 水中,加入少量浓盐酸。	用于洗涤用高锰酸钾洗液清洗后产生的二氧化锰,必要时加热使用。
⑥ 碘—碘化钾洗液 1 g 碘和 2 g 碘化钾溶于水中,用水稀释至 100 mL。	洗涤用过硝酸银滴定液后留下的黑褐色沾污物,也可用于擦洗沾过硝酸银的白瓷水槽。
⑦ 有机溶剂 苯、乙醚、二氯乙烷等。	可洗去油污或可溶于该溶剂的有机物质,使用时要注意其毒性及可燃性。 洗涤用乙醇配制的指示剂干渣、比色皿,可用盐酸—乙醇(1:2)洗液洗涤。
⑧ 乙醇、浓硝酸	用一般方法很难洗净的少量残留有机物,可用此法:于容器内加入不多于 2 mL 的乙醇,再加入 10 mL 浓硝酸,静置即发生激烈反应,放出大量热及二氧化氮。反应停止后再用水冲洗。操作应在通风橱中进行,不可塞住容器,做好防护。特别注意:不可事先混合!

3. 特殊要求的洗涤方法

在用一般方法洗涤后再用蒸汽洗涤是很有效的洗涤方法。有的实验要求用蒸汽洗涤,方法是烧瓶安装一个蒸汽导管,将要洗的容器倒置在上面用水蒸气吹洗。

某些测量痕量金属的分析对器皿洁净度要求很高,要求洗去微克级的杂质离子,洗净的仪器还要浸泡在 1:1 盐酸或 1:1 硝酸中数小时至 24 h,以免吸附无机离子,然后用纯水冲洗干净。

(二) 玻璃器皿的干燥

实验经常要用到的器皿应在每次实验完毕之后洗净干燥备用。用于不同实验的器皿对干燥有不同的要求,一般定量分析中的烧杯、锥形瓶等器皿洗净即可使用,而用于有机化学实验或有机分析的器皿很多是要求干燥的,有的要

求无水迹,有的要求无水。应根据不同要求来干燥器皿。

1. 晾干

不急用的,要求一般干燥,可在纯水涮洗后,在无尘处倒置控去水分,然后自然干燥。可用安有斜木钉的架子和带有透气孔的玻璃柜放置器皿。

2. 烘干

洗净的器皿控去水分,放在电烘箱中烘干,烘箱温度为 $105\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$,烘 1 h 左右。也可放在红外灯干燥箱中烘干,此法适用于一般器皿。称量用的称量瓶等烘干后要放在干燥器中冷却和保存。带实心玻璃塞的及厚壁器皿烘干时要注意慢慢升温并且温度不可过高,以免烘裂。量器不可放于烘箱中烘。

硬质试管可用酒精灯烘干,要从底部烘起,把试管口向下,以免水珠倒流把试管炸裂,烘到无水珠时,把试管口向上赶净水汽。

3. 热(冷)风吹干

对于急于干燥的仪器或不适合放入烘箱的较大的器皿可用吹干的办法,通常用少量乙醇、丙酮(或最后再用乙醚)倒入已控去水分的仪器中摇洗控净溶剂(溶剂要回收),然后用电吹风吹,开始用冷风吹 $1\sim 2\text{ min}$,当大部分溶剂挥发后吹入热风至完全干燥,再用冷风吹残余的蒸汽,使其不再冷凝在容器内。此法要求通风好,防止中毒,不可接触明火,以防有机溶剂爆炸。

(三) 玻璃器皿的保管

在储藏室内玻璃器皿要分门别类地存放,以便取用。经常使用的玻璃器皿放在实验柜内,要放置稳妥,以下是常用仪器的保管办法。

(1) 移液管:洗净后置于防尘的盒中。

(2) 滴定管:用后,洗去内装的溶液,洗净后装满纯水,上盖玻璃短试管或塑料套管,也可倒置夹于滴定管架上。

(3) 比色皿:用毕洗净后,在瓷盘或塑料盘中垫上滤纸,倒置晾干,装入比色皿盒或清洁的器皿中。

(4) 带磨口塞的仪器:容量瓶或比色管最好在洗净前就用橡皮筋或小线绳把塞和管口拴好,以免打破塞子或互相弄混。需长期保存的磨口仪器要在塞间垫一张纸片,以免日久黏住。长期不用的滴定管要除掉凡士林后垫纸,用皮筋拴好活塞保存。

(5) 成套仪器:如索氏萃取器、气体分析器等用完要立即洗净,放在专门的纸盒里保存。

总之,要本着对工作负责的精神,对所用的一切玻璃仪器用完后清洗干净,按要求保管,养成良好的工作习惯,不要在仪器里遗留油脂、酸液、腐蚀性物质(包括浓碱液)或有毒药品,以免造成后患。

(四) 有效数字及运算规则

1. 有效数字

为了取得准确的分析结果,不仅要准确测量,而且还要正确记录与计算。所谓正确记录是指记录数字的位数。因为数字的位数不仅表示数字的大小,也反映测量的准确程度。所谓有效数字,就是实际能测得的数字。

有效数字保留的位数,应根据分析方法与仪器的准确度来决定,一般使测得的数值中只有最后一位是可疑的。例如,常用的分析天平的称量误差为 0.0002 g ,在分析天平上称取试样为 0.5000 g 时,表明试样的质量为 $(0.5000 \pm 0.0002)\text{ g}$ 。如将其质量记录成 0.50 g ,则表明该试样是在台秤上称量的,其称量误差为 0.02 g ,故记录数据的位数不能任意增加或减少。如在分析天平上,测得称量瓶的质量为 10.4320 g ,这个记录说明有6位有效数字,最后一位是可疑的。因为分析天平称量误差为 0.0002 g ,即称量瓶的实际质量应为 $(10.4320 \pm 0.0002)\text{ g}$ 。无论计量仪器如何精密,其最后一位数总是估计出来的,因此,所谓有效数字就是保留末一位不准确数字,其余数字均为准确数字。同时从上面的例子也可以看出有效数字和仪器的准确程度有关,即有效数字不仅表明数量的大小而且也反映测量的准确度。

2. 有效数字中“0”的意义

“0”在有效数字中有两种意义:一种是作为数字定值,另一种是有效数字。例如在分析天平上称量物质,得到如表2所列质量。

表 2

物质	称量瓶	Na_2CO_3	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	称量纸
质量/g	10.143 0	2.104 5	0.210 4	0.012 0
有效数字位数	6 位	5 位	4 位	3 位

以上数据中“0”所起的作用是不同的,在 10.143 0 中两个“0”都是有效数字,所以它有 6 位有效数字;2.104 5 中的“0”也是有效数字,所以它有 5 位有效数字;在 0.210 4 中,小数点前面的“0”是定值用的,不是有效数字,而小数点后的“0”是有效数字,所以它有 4 位有效数字;在 0.012 0 中,“1”前面的两个“0”都是定值用的,而末尾的“0”是有效数字,所以它有 3 位有效数字。

综上所述,数字中间的“0”和末尾的“0”都是有效数字,而数字前面所有的“0”只起定值作用。以“0”结尾的正整数,有效数字的位数不确定。例如 4 500 这个数,就不会确定是几位有效数字,可能为 2 位或 3 位,也可能是 4 位。遇到这种情况,应根据实际有效数字书写成:

4.5×10^3 2 位有效数字

4.50×10^3 3 位有效数字

4.500×10^3 4 位有效数字

因此很大或很小的数,常用 10 的乘方表示。当有效数字确定后,在书写时一般只保留一位可疑数字,多余数字按数字修约规则处理。

对于滴定管、移液管、吸量管和容量瓶,它们都能准确测量溶液体积到 0.01 mL。所以当用 50 mL 滴定管测定溶液体积时,如测量体积大于 10 mL 又小于 50 mL 时,应记录为 4 位有效数字,例如写成 24.22 mL;如测定体积小于 10 mL 时,应记录 3 位有效数字,例如写成 8.13 mL。当用 25 mL 移液管移取溶液时,应记录为 25.00 mL。当用 5 mL 吸量管吸取溶液时,应记录为 5.00 mL。当用 250 mL 容量瓶配制溶液时,所配溶液体积应为 250.00 mL。当用 50 mL 容量瓶配制溶液时,应记录为 50.00 mL。

总而言之,测量结果所记录的数字,应与所用仪器测量的准确度相适应。

3. 数字修约规则

我国国家标准化管理委员会颁布的《数值修约规则与极限数值的表示和判定》(GB/T 8170—2008),通常称为“四舍六入五成双”法则。四舍六入五考虑,即当尾数 ≤ 4 时舍去,尾数 ≥ 6 时进位。当尾数为 5 时,则应视情况而定,5 前为偶数应将 5 舍去,5 前为奇数应将 5 进位。

这一法则的具体运用如下:

(1) 将 28.175 和 28.165 处理成 4 位有效数字,则分别为 28.18 和 28.16。

(2) 若被舍弃的第一位数字大于 5, 则其前一位数字加 1, 例如 28.264 5 处理成 3 位有效数字时, 其被舍去的第一位数字为 6, 大于 5, 则有效数字应为 28.3。

(3) 若被舍弃的第一位数字等于 5, 而其后数字全部为零时, 则视被保留末位数字为奇数或偶数(零视为偶), 而决定进或舍, 末位数是奇数时进 1, 末位数为偶数时舍去, 例如 28.350、28.250、28.050 处理成 3 位有效数字时, 分别为 28.4、28.2、28.0。

(4) 若被舍弃的第一位数字为 5, 而其后的数字并非全部为零时, 则进 1, 例如 28.250 1, 只取 3 位有效数字时, 成为 28.3。

(5) 若被舍弃的数字包括几位数字时, 不得对该数字进行连续修约, 而应根据以上各条作一次处理。如 2.154 546, 只取 3 位有效数字时, 应为 2.15, 而不得按下法连续修约为 2.16:

$$2.154\ 546 \rightarrow 2.154\ 55 \rightarrow 2.154\ 6 \rightarrow 2.155 \rightarrow 2.16$$

4. 有效数字运算规则

前面曾根据仪器的准确度介绍了有效数字的意义和记录原则, 在分析计算中, 有效数字的保留更为重要, 下面仅就加减法和乘除法的运算规则加以讨论。

(1) 加减法: 在加减法运算中, 保留的有效数字以小数点后位数最小的为准, 即以绝对误差最大的为准, 例如:

$$0.012\ 1 + 25.64 + 1.057\ 82 = ?$$

正确计算:	不正确计算:
0.01	0.012 1
25.64	25.64
+ 1.06	+ 1.057 82
26.71	26.709 92

上例相加 3 个数字中, 25.64 中的“4”已是可疑数字, 因此最后结果有效数字的保留应以此数为准, 即保留有效数字的位数到小数点后面第二位。

(2) 乘除法: 乘除运算中, 保留有效数字的位数以位数最少的数为准, 即以相对位数最大的为准。例如:

$$0.012\ 1 \times 25.64 \times 1.057\ 82 = ?$$

以上 3 个数的乘积应为:

$$0.012\ 1 \times 25.6 \times 1.06 = 0.328$$