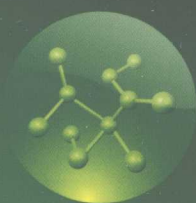
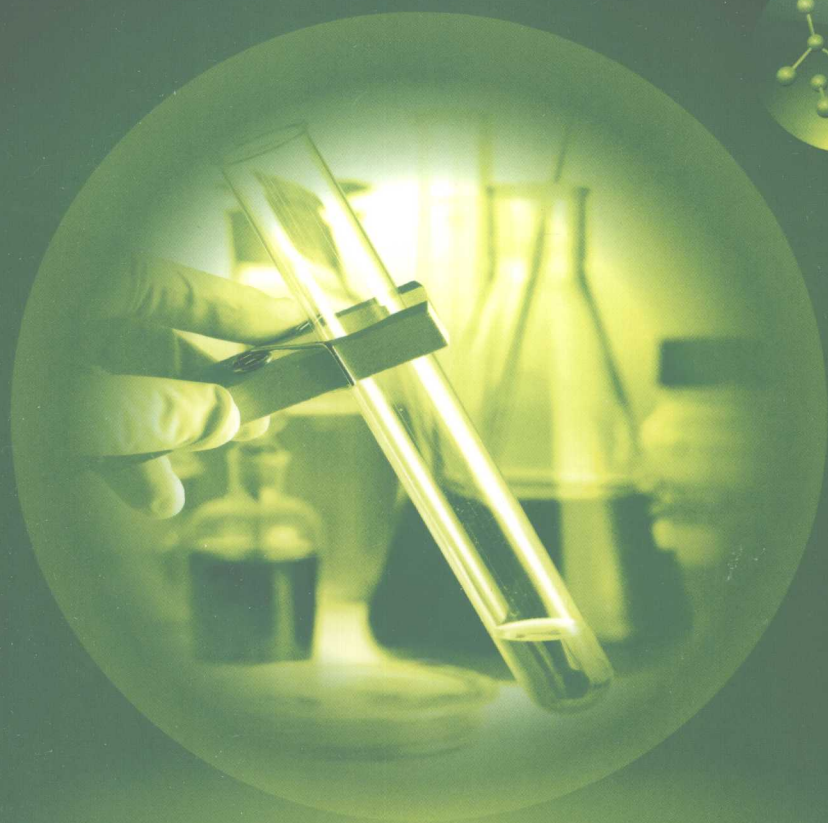


普通高等教育“十一五”规划教材

环境科学实验技术

杨胜科 席临平 易秀 主编



化学工业出版社

普通高等教育“十一五”规划教材

环境科学实验技术

杨胜科 席临平 易秀 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书共八章,包括环境化学、环境检测、环境微生物、水处理技术、水文地球化学、环境生态学、环境土壤学、大气污染控制等,共六十个实验。以环境科学专业的专业基础课和专业课实验为主线,较全面、深入地阐述了实验的目的、基本原理,详细介绍了各实验的操作步骤及注意事项,并附有一定数量的思考题,以供读者对实验深入思考和理解。

本书为普通高等院校本科环境科学、环境工程、水文学与水资源、生态学、土壤学等专业以及相关专业的实验教材,也可供从事相关专业研究工作的人员和研究生参考。

图书在版编目(CIP)数据

环境科学实验技术/杨胜科,席临平,易秀主编. —北京:
化学工业出版社, 2008. 6
普通高等教育“十一五”规划教材
ISBN 978-7-122-02939-3

I. 环… II. ①杨…②席…③易… III. 环境科学-实验-高等
学校-教材 IV. X-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 072307 号

责任编辑:王文峡

责任校对:王素芹

装帧设计:尹琳琳

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 刷:北京云浩印刷有限责任公司

装 订:三河市前程装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张10¼ 字数245千字 2008年7月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:20.00 元

版权所有 违者必究

编写人员

主编 杨胜科 席临平 易 秀

编者 (按姓名汉语拼音排序)

段 磊	范高功	李 翔	马敏娟
屈 卉	席临平	谢 娟	杨红斌
杨胜科	易 秀		

前 言

环境科学主要是运用有关学科的理论、技术和方法来研究环境问题，揭示社会经济发展和环境保护协调发展的基本规律以及污染物在生态系统或有机体内迁移、转化和蓄积的过程及其运动规律，探索它们对生命的影响及其作用机理，寻求解决环境问题的最佳方案。环境科学是一个庞大的学科体系，是具有较强的交叉性、综合性和实践性的学科。在环境科学的教学中，既有理论教学又有实践教学。对于培养学生的实践能力和创新能力，实践教学显得越来越重要。突出环境科学专业的学科特色，构建实验教学体系，编写实验教程，提高环境科学专业实验的教学水平，是环境科学教育工作者面临的重要任务之一。

当前我国高等学校环境科学专业的教材主要为理论课教材。专业基础课和专业课实验的内容大多分散于理论课教材中，缺乏系统性和完整性，加之各个高校所办环境科学专业特色各异，课程设置及培养目标不尽相同，其专业基础课和专业课的实验指导教程难以满足实验教学的需要。因此，我们根据环境科学专业实验教学实践，编写了《环境科学实验技术》这本实验教材。

本教程主要包括环境化学、环境检测、环境微生物、水处理实验、水文地球化学、环境生态学、环境土壤学、大气污染控制等八门课程的实验教学内容，是一部综合、系统的环境科学专业实验指导书。本书对各门课程所开设的实验项目进行了设置和划分，避免了课程间实验内容的重复，可供环境科学专业的实验教学以及学生实践能力和创新能力的培养等实践教学环节使用。也适用于环境工程、水文水资源等专业以及从事环境保护和环境科学写工程研究工作的专业人员阅读。

本书由杨胜科提出编写提纲，由多位学者共同执笔编写。环境化学实验由马敏娟、杨胜科编写；环境监测实验由谢娟编写；环境微生物实验由李翔、马敏娟编写；水处理技术实验由范高功、屈卉编写；水文地球化学实验由谢娟编写；环境生态学实验由易秀、杨胜科编写；环境土壤学实验由易秀、杨红斌编写；大气污染控制实验由马敏娟、段磊编写。最后，由杨胜科、席临平、易秀统稿、定稿。

本书在编写过程中得到了长安大学和化学工业出版社的大力支持，在此一并表示感谢。

由于编者水平有限，本教程难免有不足之处，恳请各位专家、学者和读者批评指正，以便改进和完善。

编 者

2008年5月

目 录

第一章 环境化学实验	1
实验一 空气中氮氧化物的日变化曲线	1
实验二 环境空气中挥发性有机物的污染	4
实验三 环境空气中烷烃的光催化氧化	6
实验四 室内空气中多环芳烃的污染分析	8
实验五 水体富营养化程度的评价	11
实验六 有机物的正辛醇-水分配系数	15
实验七 土壤对铜的吸附	16
实验八 土壤中砷的污染分析	19
实验九 重金属在土壤-植物体系中的迁移转化	21
实验十 鱼体中氯苯类有机污染物的分析	23
第二章 环境监测实验	26
实验一 废水悬浮固体的测定	26
实验二 水中氨氮的测定	27
实验三 水中氟化物的测定	31
实验四 水中六价铬的测定	34
实验五 化学需氧量的测定	38
实验六 五日生化需氧量的测定	40
实验七 水中挥发酚类的测定	43
实验八 溶解氧的测定	46
实验九 土壤中砷的测定	48
实验十 原子吸收分光光度法测定土壤中的重金属（铜、镉）	50
实验十一 环境综合质量监测	52
实验十二 植物中有害元素（汞）的监测与评价	53
第三章 环境微生物实验	55
实验一 光学显微镜的使用及细菌形态的观察	55
实验二 微生物细胞数的计数	57

实验三	微生物的染色	59
实验四	培养基的制备	62
实验五	培养基的灭菌与无菌水的制备	64
实验六	细菌纯种的分离、培养和接种	66
实验七	水中细菌总数的测定	69
实验八	水中大肠杆菌数的测定	70
实验九	空气微生物的采集与培养	73
实验十	空气微生物的测定与计算	74
实验十一	土壤中微生物数量的测定	75
第四章	水处理技术实验	78
实验一	颗粒自由沉淀实验	78
实验二	压力溶气气浮实验	79
实验三	混凝沉淀实验	84
实验四	酸性废水的过滤中和实验	87
实验五	消毒实验(折点加氯)	89
实验六	活性炭吸附实验	94
实验七	离子交换软化实验	97
实验八	活性污泥性质的测定实验	99
实验九	污染物生物可降解性快速测定	102
第五章	水文地球化学实验	106
实验一	离子交换吸附实验	106
实验二	铬的迁移及其地球化学全梯度的测定	109
实验三	岩石容水度、给水度、持水度的测定	112
第六章	环境生态学实验	114
实验一	低温对植物叶片细胞膜透性的影响	114
实验二	大气中氯气污染对植物叶片澄清液 pH 值的影响	115
实验三	紫外辐射对植物叶片叶绿素 a、叶绿素 b 含量及比例的影响	116
实验四	生态因子的综合测定技术	117
实验五	水分胁迫对植物的影响	121
实验六	盐胁迫对植物的影响	124
第七章	环境土壤学实验	127
实验一	土壤样品的采集与制备	127
实验二	土壤 pH 值的测定	129
实验三	土壤有机质的测定	132
实验四	土壤可溶盐总量的测定	134
实验五	土壤中有机化合物苯并[a]芘的测定	138

第八章 大气污染控制实验	142
实验一 大气中总悬浮颗粒物的测定	142
实验二 大气中二氧化硫的测定	144
实验三 臭氧检测	147
实验四 气态酸污染指数	149
参考文献	152

第一章 环境化学实验

实验一 空气中氮氧化物的日变化曲线

大气中氮氧化物 (NO_x) 主要包括一氧化氮和二氧化氮, 主要来自天然过程, 如生物源、闪电均可产生 NO_x 。 NO_x 的人为源绝大部分来自化石燃料的燃烧过程, 包括汽车及一切内燃机所排放的尾气, 也有一部分来自生产和使用硝酸的化工厂、钢铁厂、金属冶炼厂等排放的废气, 其中以工业窑炉、氮肥生产和汽车排放的 NO_x 量最多。城市大气中三分之二的 NO_x 来自汽车尾气等的排放, 交通干线空气中 NO_x 的浓度与汽车流量密切相关, 而汽车流量往往随时间而变化, 因此, 交通干线空气中 NO_x 的浓度也随时间而变化。

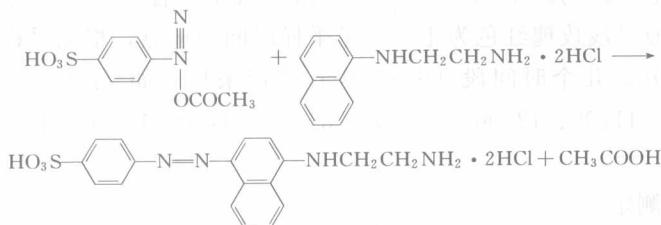
NO_x 对呼吸道和呼吸器官有刺激作用, 是导致支气管哮喘等呼吸道疾病不断增加的原因之一。二氧化氮、二氧化硫、悬浮颗粒物共存时, 对人体健康的危害不仅比单独 NO_x 严重得多, 而且大于各污染物的影响之和, 即产生协同作用。大气中的 NO_x 能与有机物发生光化学反应, 产生光化学烟雾。 NO_x 能转化成硝酸和硝酸盐, 通过降水对水和土壤环境等造成危害。

一、实验目的

1. 掌握氮氧化物测定的基本原理和方法。
2. 绘制城市交通干线空气中氮氧化物的日变化曲线。

二、实验原理

在测定 NO_x 时, 先用三氧化铬将一氧化氮低价氮氧化物氧化成二氧化氮, 二氧化氮被吸收在溶液中形成亚硝酸, 与对氨基苯磺酸发生重氮化反应, 再与盐酸萘乙二胺偶合, 生成玫瑰红色偶氮染料, 用比色法测定。方法的检出限为 $0.01\mu\text{g}/\text{mL}$ (按与吸光度 0.01 相应的亚硝酸盐含量计)。线性范围为 $0.03\sim 1.6\mu\text{g}/\text{mL}$ 。当采样体积为 6L 时, NO_x (以二氧化氮计) 的最低检出浓度为 $0.01\text{mg}/\text{m}^3$ 。盐酸萘乙二胺盐比色法的有关反应式如下:



(玫瑰红色)

采集并测定 1d 内不同时间段交通干线空气中氮氧化物的浓度,可绘制空气中氮氧化物浓度随时间的变化曲线。

三、仪器与试剂

1. 仪器

- (1) 大气采样器 流量范围 0.0~1.0L/min。
- (2) 分光光度计。
- (3) 棕色多孔玻板吸收管。
- (4) 双球玻璃管 (装氧化剂)。
- (5) 干燥管。
- (6) 比色管 10mL。
- (7) 移液管 1mL。

2. 试剂

(1) 吸收液 称取 5.0g 对氨基苯磺酸于烧杯中,将 50mL 冰醋酸与 900mL 水的混合液分数次加入烧杯中,搅拌,溶解,并迅速转入 1000mL 容量瓶中,待对氨基苯磺酸完全溶解后,加入 0.050g 盐酸萘乙二胺,溶解后,用水定容至刻度。此为吸收原液,储于棕色瓶中,低温避光保存。采样液由 4 份吸收原液和 1 份水混合配制。

(2) 三氧化铬-石英砂氧化管 取约 20g 20~40 目的石英砂,用 (1:2) 盐酸溶液浸泡一夜,用水洗至中性,烘干。把三氧化铬及石英砂按质量比 1:40 混合,加少量水调匀,放在红外灯或烘箱里于 105℃ 烘干,烘干过程中应搅拌几次。制好的三氧化铬-石英砂应是松散的,若粘在一起,可适当增加一些石英砂重新制备。将此砂装入双球氧化管中,两端用少量脱脂棉塞好,放在干燥器中保存。使用时氧化管与吸收管之间用一小段乳胶管连接。

(3) 亚硝酸钠标准溶液 准确称取 0.1500g 亚硝酸钠 (预先在干燥器内放置 24h) 溶于水,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,即配得 100μg/mL 亚硝酸根溶液,将其储于棕色瓶,在冰箱中保存可稳定 3 个月。使用时,吸取上述溶液 25.00mL 于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,即配得 5μg/mL 亚硝酸根工作液。

所有试剂均需用不含亚硝酸盐的重蒸水或电导水配制。

四、实验步骤

1. 氮氧化物的采集

用一个内装 5mL 采样液用吸收的多孔玻板吸收管,接上氧化管,并使管口微向下倾斜,朝上风向,避免潮湿空气将氧化管弄湿,而污染吸收液,如图 1-1 所示。以每分钟 0.3L 的流量抽取空气 30~40min。采样高度为 1.5m,如需采集交通干线空气中的氮氧化物,应将采样点设在人行道上,距马路 1.5m。同时统计汽车流量。若氮氧化物含量很低,可增加采样量,采样至吸收液呈浅玫瑰红色为止。记录采样时间和地点,根据采样时间和流量,算出采样体积。把一天分成几个时间段 (6~9 次) 进行采样,如 7:00~7:30、8:00~8:30、9:00~9:30、10:30~11:00、12:00~12:30、13:30~14:00、15:00~15:30、16:30~17:00、17:30~18:00。

2. 氮氧化物的测定

(1) 标准曲线的绘制 取 7 支 10mL 比色管,按表 1-1 配制标准溶液系列。

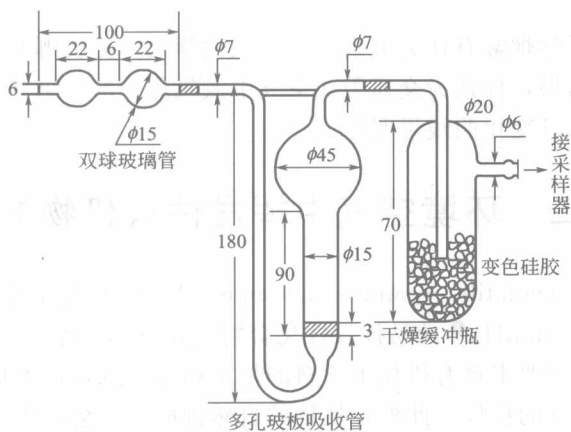


图 1-1 氮氧化物采样装置的连接图示

表 1-1 标准溶液系列

编 号	0	1	2	3	4	5	6
NO ₂ ⁻ 标准溶液 (5μg/mL)/mL	0.00	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60
吸收原液/mL	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
水/mL	1.00	0.90	0.80	0.70	0.60	0.50	0.40
NO ₂ ⁻ 含量/μg	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0

将各管摇匀，避免阳光直射，放置 15min。以蒸馏水为参比，用 1cm 比色皿，在 540nm 波长处测定吸光度。根据吸光度与浓度的对应关系，用最小二乘法计算标准曲线的回归方程式：

$$y = bx + a$$

式中 y —— $(A - A_0)$ ，标准溶液吸光度 (A) 与试剂空白吸光度 (A_0) 之差；

x —— NO_2^- 含量， μg ；

a, b ——回归方程式的截距和斜率。

$$\rho(\text{NO}_x) = \frac{(A - A_0) - a}{b \times V \times 0.76}$$

式中 $\rho(\text{NO}_x)$ ——氮氧化物浓度， mg/m^3 ；

A ——样品溶液吸光度；

V ——标准状态下 (25°C ， 760mmHg ^①) 的采样体积， L ；

0.76—— NO_2 (气) 转换成 NO_2^- (液) 的转换系数；

A_0, a, b 表示的意义同上。

(2) 样品的测定 采样后放置 15min，将吸收液直接倒入 1cm 比色皿中，在 540nm 处测定吸光度。

五、数据处理

根据标准曲线回归方程和样品吸光度值，计算出不同时间空气样品中氮氧化物的浓度，绘制氮氧化物浓度随时间变化的曲线，并说明汽车流量对交通干线空气中氮氧化物浓度变化的影响。

① mmHg 为废除的计量单位，1mmHg=133.322Pa，全书下同。

六、思考题

1. 氮氧化物与光化学烟雾有什么关系？产生光化学烟雾需要哪些条件？
2. 通过实验测定结果，你认为交通干线空气中氮氧化物的污染状况如何？
3. 空气中氮氧化物日变化曲线说明什么？

实验二 环境空气中挥发性有机物的污染

挥发性有机化合物 (volatile organic compounds, VOCs) 是指沸点在 $50\sim 260^{\circ}\text{C}$ 之间、室温下饱和蒸汽压超过 1mmHg ^① 的易挥发性化合物，是室内外空气中普遍存在且组成复杂的一类有机污染物。它主要来自有机化工原料的加工和使用过程，木材、烟草等有机物的不完全燃烧过程，汽车尾气的排放。此外，植物的自然排放物也会产生 VOCs。

随着工业迅速发展，建筑物结构发生了较大变化，使得新型建材、保温材料及室内装潢材料被广泛使用；同时各种化妆品、除臭剂、杀虫剂和品种繁多的洗涤剂也大量应用于家庭。其中有的有机化合物可直接挥发，有的则可在长期降解过程中释放出低分子有机化合物，由此造成环境空气中有机物的污染极其普遍。由于 VOCs 的成分复杂，其毒性、刺激性、致癌作用等对人体健康造成较大的影响。因此，研究环境中 VOCs 的存在、来源、分布规律、迁移转化及其对人体健康的影响一直受到人们的重视，并成为国内外研究的热点之一。

一、实验目的

1. 了解 VOCs 的成分、特点。
2. 以苯系物为代表了解气相色谱法测定环境中 VOCs 的原理，掌握其基本操作。

二、实验原理

活性炭对有机物具有较强的吸附能力，而二硫化碳能将其有效地洗脱下来。本实验将空气中苯、甲苯、乙苯、二甲苯等挥发性有机化合物吸附在活性炭采样管上，用二硫化碳洗脱后，经气相色谱火焰离子化检测器测定，以保留时间定性，峰高（或峰面积）外标法定量。

本法检出限：苯 1.25ng ；甲苯 1.00ng ；二甲苯（包括邻、间、对）及乙苯均为 2.50ng 。当采样体积为 100L 时，最低检出浓度苯为 $0.005\text{mg}/\text{m}^3$ ；甲苯为 $0.004\text{mg}/\text{m}^3$ ；二甲苯（包括邻、间、对）及乙苯均为 $0.010\text{mg}/\text{m}^3$ 。

三、仪器和试剂

1. 仪器

- (1) 容量瓶 5mL ， 100mL 。
- (2) 移液管 1mL ， 5mL ， 10mL ， 15mL 及 20mL 。
- (3) 微量注射器 $10\mu\text{L}$ 。
- (4) 气相色谱仪 带火焰离子化检测器 (FID)。
- (5) 空气采样器 流量范围 $0.0\sim 1.0\text{L}/\text{min}$ 。
- (6) 采样管 取长 10cm ，内径 6mm 玻璃管，洗净烘干，每支内装 $20\sim 50$ 目粒状活性炭 0.5g [活性炭应预先在马福炉内 (350°C) 通高纯氮灼烧 3h ，冷却后备用] 分 A、B 二段，中间用玻璃棉隔开，见图 1-2。

2. 试剂

① mmHg (毫米汞柱) 是已废除的计量单位， $1\text{mmHg}=133.322\text{Pa}$ ，全书下同。

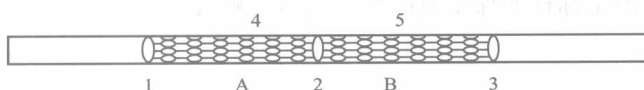


图 1-2 活性炭吸附采样管

1,2,3—玻璃棉；4,5—粒状活性炭

(1) 苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯、间二甲苯 均为色谱纯试剂。

(2) 二硫化碳 使用前需纯化，并经色谱检验。进样 $5\mu\text{L}$ 在苯与甲苯峰之间不出峰方可使用。

(3) 苯系物标准储备液 分别吸取苯、甲苯、乙苯和邻、间、对二甲苯各 $10.0\mu\text{L}$ 至装有 90mL 二硫化碳的 100mL 容量瓶中，用二硫化碳稀释至标线，再取上述标液 10.0mL 至装有 80mL 二硫化碳的 100mL 容量瓶中，并稀释至标线，摇匀。此储备液含苯 $8.8\mu\text{g/mL}$ 、乙苯 $8.7\mu\text{g/mL}$ 、甲苯 $8.7\mu\text{g/mL}$ 、对二甲苯 $8.6\mu\text{g/mL}$ 、间二甲苯 $8.7\mu\text{g/mL}$ 、邻二甲苯 $8.8\mu\text{g/mL}$ ，在 4°C 可保存一个月。

储备液中苯系物含量计算公式如下：

$$\rho(\text{苯系物}) = \frac{10}{10^5} \times \frac{10}{100} \times \rho \times 10^6$$

式中 $\rho(\text{苯系物})$ ——苯系物浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ ——苯系物的密度， g/mL 。

四、实验步骤

1. 采样

用乳胶管连接采样管 B 端与空气采样器的进气口。A 端垂直向上，处于采样位置。以 0.5L/min 流量，采样 $100\sim 400\text{min}$ 。采样后，用乳胶管将采样管两端套封，样品放置不能超过 10d 。

2. 标准曲线的绘制

分别取苯系物储备液 0mL 、 0.5mL 、 10.0mL 、 15.0mL 、 20.0mL 、 25.0mL 于 100mL 容量瓶中，用纯化过的二硫化碳稀释至标线，摇匀。其浓度见表 1-2。另取 6 只 5mL 容量瓶，各加入 0.25g 粒状活性炭及 1~6 号的苯系物标液 2.00mL ，振荡 2min ，放置 20min 后，进行色谱分析。色谱条件如下。

表 1-2 苯系物标准溶液的配制

编 号	1	2	3	4	5	6	样 品
苯系物标准储备液体积/ mL	0	5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	
稀释至体积/ mL	100	100	100	100	100	100	
苯、邻二甲苯的浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0	0.44	0.88	1.32	1.76	2.20	
甲苯、乙苯、间二甲苯的浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0	0.44	0.87	1.31	1.74	2.18	
对二甲苯溶液的浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0	0.43	0.86	1.29	1.72	2.15	

(1) 色谱柱：长 2m ，内径 3mm 不锈钢柱，柱内填充涂附 2.5% DNP 及 2.5% Bentone 的 Chromosorb W HP DMCS。

(2) 柱温： 64°C ；气化室温度： 150°C ；检测室温度： 150°C 。

(3) 载气（氮气）流量： 50mL/min ；燃气（氢气）流量： 46mL/min ；助燃气（空气）流量： 320mL/min 。

进样量 5.0 μ L。测定标样的保留时间及峰高（或峰面积），以峰高（或峰面积）对含量绘制标准曲线。

3. 样品测定

将采样管 A 段和 B 段活性炭，分别移入两只 5mL 容量瓶中，加入纯化过的二硫化碳 2.00mL，振荡 2min。放置 20min 后，吸取 5.0 μ L 解吸液注入色谱仪，记录保留时间和峰高（或峰面积），以保留时间定性，峰高（或峰面积）定量。

五、数据处理

按下式计算苯系物各成分的浓度。

$$\rho(\text{苯系物}) = \frac{W_1 + W_2}{V_n}$$

式中 $\rho(\text{苯系物})$ ——苯系物浓度，mg/m³；

W_1 ——A 段活性炭解吸液中苯系物的含量， μ g；

W_2 ——B 段活性炭解吸液中苯系物的含量， μ g；

V_n ——标准状态下的采样体积，L。

六、思考题

1. 根据测定的结果，评价环境空气中 VOCs（苯系物）的污染状况。
2. 采样管为何用 A、B 两段活性炭并分别测定？如何据此评价采样效率？
3. 除气相色谱外，还有哪些方法可以测定 VOCs，它们各有何特点？

实验三 环境空气中烷烃的光催化氧化

烷烃是环境空气中重要的污染物。它主要来源于矿物燃料的燃烧，特别是汽车尾气的排放。空气中烷烃一般不易降解，但在一些光催化剂存在时，可以发生降解。目前，有关半导体粒子光催化降解烷烃的研究日益受到人们的重视。

一、实验目的

了解半导体粒子的光催化作用，掌握气相光化学反应的研究方法和技术。

二、实验原理

所谓半导体粒子的光催化效应是指在光的照射下，半导体的价带电子跃迁到导带，价带的孔穴把周围环境中的羟基电子夺过来。羟基变成自由基，作为强氧化剂将有机物经过一系列中间过程最终转变为 CO₂，从而完成了对有机物的降解。常见的半导体催化剂主要是过渡金属氧化物和硫化物等，其中催化效率较高的包括 TiO₂（锐钛矿）、Fe₂O₃、CdS 和 ZnS 等。

本实验在有 TiO₂ 存在的体系中加入正庚烷，在紫外光照射下，正庚烷会发生光催化降解，生成 CO 和 CO₂。在不同时间取样分析体系中正庚烷和 CO 的含量，CO₂ 的生成可通过定性实验来证明。

三、仪器和试剂

1. 仪器

(1) 气相色谱仪 带氢火焰离子化检测器。

(2) 400W 高压汞灯及 400W 镇流器 光照度 43500lx。

(3) 石英玻璃光化学反应器。

2. 试剂

- (1) 正庚烷 色谱纯。
- (2) TiO_2 (锐钛矿) 分析纯。
- (3) CO 标准气体 色谱纯。
- (4) 氮气 高纯。
- (5) 氧气。
- (6) 氢氧化钡 分析纯。
- (7) 盐酸 分析纯。

四、实验步骤

1. 光化学反应系统的建立

光化学反应系统如图 1-3 所示。反应器由石英玻璃制作。外径为 50mm, 长度为 200mm, 容积为 300mL, 上部与侧部分别有一开口, 用于配气与取样, 开口用垫有聚四氟乙烯膜的反口胶塞密封。光源汞灯由一个两侧开有窗口的金属简罩住, 以获得稳定而集中的辐射。光源与反应器相距 11cm, 中间用一柱形石英管隔开, 以保证反应器不因受到长时间光照而温度升高。反应器及汞灯采取平放式与地面平行, 以便引入的催化剂可平铺在反应器壁上。

将石英反应器用自来水洗涤数次, 并在洗液中浸泡数小时, 再用自来水及蒸馏水洗净, 于烘箱中烘干。在配气口与反口胶塞之间加一层薄的聚四氟乙烯薄膜, 防止在光照时反口胶塞上的物质进入反应体系。

称取 1.0g TiO_2 催化剂, 加入反应器中, 将反应器与配气系统相连。

抽真空, 用无汞压力计控制真空度。在抽真空过程中用热吹风加热反应器, 使器壁上吸附的物质尽量抽净, 然后用高纯氮洗 5 次左右, 再抽真空。

将正庚烷和氧气在真空状态下注入反应器, 使正庚烷的浓度为 $1.66 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$, 氧气的体积分数为 20%。最后用高纯氮充至略高于常压, 以提供在反应过程中测气样时抽气所需的压力。为防止配气时注射器扎出的孔漏气, 可在胶塞外面贴上胶布以保持体系的稳定性。

仔细振荡反应器, 使催化剂平铺于器壁底部。

2. 测定

开启高压汞灯, 分别在光照 0、0.5h、1.0h、1.5h、2.0h、2.5h 和 3.0h 时从反口胶塞处取样, 用气相色谱仪分析体系中反应物正庚烷和产物 CO 的含量。同样, 为防止取样时注射器扎出的孔漏气, 也需在胶塞外面贴上胶布以保持体系的稳定性。

反应物正庚烷的气相色谱分析条件如下: SE-54 石英毛细管柱 (50m $\times$ 0.245); 载气为氮气 (经过氧化钢管去 O_2); 柱前压为 2.4kgf/cm² (1kgf/cm²=98kPa), 柱温为 60℃; 分流速度为 68mL/min; 吹扫速度分 33mL/min; 气化室温度为 200℃; 检测室温度为 220℃。

产物 CO 的气相色谱分析条件如下: 分子筛柱; 柱温 50℃; 流速为 30mL/min, 电流为 180mA。用 CO 标气定量。

反应结束后, 用高纯氮将反应器中的气体全部赶出, 并使其通入 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 饱和溶液,

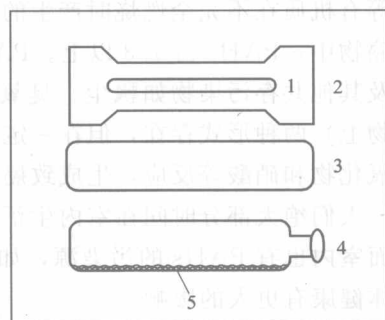


图 1-3 光化学反应系统示意图

1—高压汞灯; 2—金属罩; 3—隔热石英管;
4—反应器; 5—催化剂 (TiO_2 粒子)

应有白色 BaCO_3 沉淀生成，遇盐酸沉淀溶解。

五、数据处理

绘制反应过程中正庚烷的浓度随时间的变化曲线，作相关分析，确定反应动力学级数。

六、思考题

1. 查阅有关资料，推断本实验中正庚烷光催化降解的机理。
2. 影响正庚烷光催化降解的因素有哪些？

实验四 室内空气中多环芳烃的污染分析

多环芳烃 (polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs) 是指两个以上苯环以稠环形式相连的化合物。它是环境中广泛存在的一类有机污染物，是石油、煤炭等化石燃料及木材、烟草等有机质在不完全燃烧时产生的，具有致癌性、致畸性和致突变性。在已知的 1000 多种致癌物中，PAHs 占 1/3 以上。PAHs 的存在形态及分布主要受其本身物理化学性质、气温以及其他共存污染物如飘尘、臭氧等影响。空气中 PAHs 主要以气态、颗粒态（吸附在颗粒物上）两种形式存在，但在一定条件下两者间可以相互转化。空气中 PAHs 可以与臭氧、氮氧化物和硝酸等反应，生成致癌活性或诱变性更强的化合物。

人们绝大部分时间在室内生活或工作。一方面室外空气中的 PAHs 会进入室内；另一方面室内也有 PAHs 的污染源，如抽烟、采暖、烹调等。因此，室内空气中 PAHs 污染对人体健康有更大的影响。

一、实验目的

1. 掌握室内空气中 PAHs 的采集、提取、分析方法。
2. 掌握高效液相色谱仪的测定原理及使用方法。
3. 分析评价室内空气中 PAHs 的污染现状及形态分布。

二、实验原理

室内空气中 PAHs 的含量相对较低，受仪器灵敏度的限制，一般很难直接测定。本实验用 XAD-2 和玻璃纤维滤膜分别采集空气中气态、颗粒态 PAHs；用二氯甲烷作萃取剂，超声提取样品中的 PAHs，氮气吹干浓缩样品中的 PAHs；采用梯度淋洗结合可变波长荧光检测器或紫外检测器的高效液相色谱法测定痕量 PAHs 的峰高或峰面积，以外标法进行定量。通过测定分析，评价室内空气中 PAHs 的污染水平及形态分布。

三、仪器和试剂

1. 仪器

- (1) 高效液相色谱仪 带荧光检测器或紫外检测器。
- (2) 小体积气体采样泵。
- (3) 超声振荡器。
- (4) 电动离心机。
- (5) 比色管 10mL, 25mL。
- (6) 离心管 10mL。
- (7) 移液管 10mL, 25mL。
- (8) 采样管 自制。
- (9) XAD-2 用甲醇在 65°C 下恒温回流洗净至无 PAHs。

(10) 玻璃纤维滤膜 $\phi 25\text{mm}$, 使用前用二氯甲烷洗净。

(11) 过滤器 $0.22\mu\text{m}$ 。

(12) 密封膜。

2. 试剂

(1) PAHs 标准储备液 ($200\mu\text{g/mL}$) 芴、菲、蒽、1-甲基芴、芘、荧蒽、苯并 [e] 芘、蒽、苯并 [a] 芘。

(2) PAHs 标准工作液 根据 HPLC 的灵敏度及样品的浓度配制。

(3) 二氯甲烷、乙腈 分析纯, 经重蒸, $0.22\mu\text{m}$ 过滤器过滤后使用。

(4) 甲醇 色谱纯, 使用前经 $0.22\mu\text{m}$ 过滤器过滤, 超声脱气。

(5) 二甲亚砆 分析纯。

(6) 氮气 高纯。

(7) 重蒸水 使用前经 $0.22\mu\text{m}$ 过滤器过滤, 超声脱气。

四、实验步骤

1. 采样点选择

选 3 个学生寝室作为采样点: 一号点设在吸烟的学生寝室; 二号点设在不吸烟的学生寝室; 三号点设在寝室外的窗台上 (关闭窗门)。

2. PAHs 样品的采集

依次在玻璃采样管中放入塑料垫圈、金属网、2.0g XAD-2、海绵、0.5g XAD-2、金属网, 压牢; 把玻璃纤维滤膜放入采样头中间用垫圈密封好; 用乳胶管把采样头、采样管连接起来 (图 1-4)。采用低噪声、小体积采样泵同时采集气态、颗粒态 PAHs, 即分别用 $\phi 25\text{mm}$ 玻璃纤维滤膜、XAD-2 采集气态、颗粒态 PAHs; 采集时间为 24h, 流量为 0.50L/min , 采样泵的高度为离地面 1.5m 。

3. 样品的预处理

(1) 气态 PAHs 采样后的 XAD-2 转移至 20mL 二氯甲烷和乙腈的混合液 ($V_{\text{二氯甲烷}} : V_{\text{乙腈}} = 3 : 2$) 中, 超声提取 30min, 移取 10mL 上清液至试管中, 加入 $30\mu\text{L}$ 二甲亚砆, 用高纯氮气吹干浓缩, 加入 $970\mu\text{L}$ 乙腈稀释至 1.0mL 。经 $0.22\mu\text{m}$ 过滤器过滤, 然后用 HPLC 进行分析。

(2) 颗粒态 PAHs 采样后的玻璃纤维滤膜剪碎后加入 10mL 二氯甲烷, 超声提取 20min, 离心分离, 取 5mL 上清液至 10mL 试管中, 加入 $30\mu\text{L}$ 二甲亚砆, 用高纯氮气吹干浓缩, 加入 $970\mu\text{L}$ 乙腈稀释至 1.0mL 。经 $0.22\mu\text{m}$ 过滤器过滤, 然后用 HPLC 进行分析。

4. 样品的测定

(1) 色谱柱 Wakosil 5C-18 $\phi 4.6 \times 250\text{mm}$ AR 色谱柱, Supelco 5C-18 $\phi 4.6 \times 250\text{mm}$ 预柱;

(2) 柱温 40°C ;

(3) 流动相 甲醇/水;

(4) 流量 1.0mL/min ;

(5) 进样量 $100\mu\text{L}$;

(6) 检测器 程序化可变波长荧光/紫外检测器。

PAHs 的 HPLC 自动分析系统由两个高压输液泵、荧光/紫外检测器、自动进样器、控

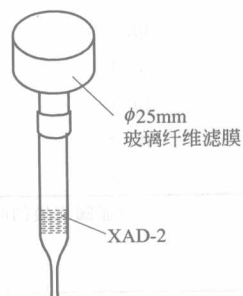


图 1-4 采样装置图