

21世纪高等院校教材·环境类

环境监测实验 (第二版)

HUANJING JIANCE SHIYAN

主 编 孙 成
副主编 于红霞



科学出版社

www.sciencep.com

中国环境科学出版社

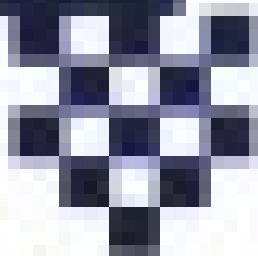
环境监测实验

环境科学专业 实验教材

(第二版)

环境科学出版社

主 编 王 强
副 编 王 强 王 强



中国环境科学出版社
CHINA ENVIRONMENTAL SCIENCE PRESS

21 世纪高等院校教材·环境类

环境监测实验

(第二版)

主 编 孙 成

副主编 于红霞

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本书内容涵盖环境监测过程中各类常用的方法,从样品采集到现代分析仪器的使用,从常规环境监测到复杂环境样品中微量污染物分析,监测对象涉及废水、大气、土壤、生物样品等诸多类型。本书共选择了44个实验,力求将环境样品的多样性和实验方法的互补性相结合,体现实验科学的实用性、知识性和先进性。本书的附录部分还为读者提供了环境监测实验室基本知识、环境样品采集与前处理技术、常用环境标准等内容。

本书可作为高等院校环境科学、环境工程及相关专业环境监测实验课程教材,也可作为相关科研和技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验/孙成主编. —2版. —北京:科学出版社,2010

(21世纪高等院校教材·环境类)

ISBN 978-7-03-028744-1

I. ①环… II. ①孙… 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(2010)第163367号

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

北京市安泰印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2003年2月第一版 开本:B5(720×1000)

2010年8月第二版 印张:16 1/2

2010年8月第九次印刷 字数:330 000

印数:16 201—20 200

定价:28.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《环境监测实验》(第二版)
编委会

主 编 孙 成

副主编 于红霞

编 委 (按姓氏拼音排序)

艾弗逊 冯建昉 蒋丽娟 孙 成

魏钟波 杨绍贵 于红霞 章 敏

朱万森

第二版前言

本书第一版自 2003 年出版以来,受到很多高校师生的好评。随着社会经济的发展,人们对环境质量的要求越来越高,环境监测内容也在不断扩展。编者感到有必要对第一版内容作一次更新,增加一些已在环境监测单位作为常规监测项目的内容,并去除一些过时的实验内容,编写一本知识面广、实验内容全面的教材。

本书仍以环境监测介质对象分类为主线,依据我国环境保护部与环境监测总站颁布的最新标准和方法编写,并注意与国际上最新的分析标准方法和测定技术接轨。全书分为以下几个部分:水质监测、大气污染监测、固体环境样品污染监测、生物监测与物理污染监测等,共 44 个实验。此外,在附录中全面介绍了环境监测实验室基本知识、环境样品采集与前处理技术、常用环境标准等,以供参考。

在本书编写过程中,编者更加强调教材为高等院校的环境监测实验教学服务,在兼顾不同专业特点的同时,注重内容和形式的新颖性,以便于教师教学,并有利于学生自学,或从事环境监测工作的人员参考。

本书的编写工作主要由孙成、于红霞、冯建昉、魏钟波、蒋丽娟、艾弗逊、杨绍贵等完成。在本书编写过程中,南京大学环境学院的学生对本书提出了不少好的建议,在此表示衷心感谢!同时,在本书成稿之时,编者还特别感谢一贯使用本书的高等院校师生,是你们使本书更有活力!

编者

2010 年 3 月 31 日

第一版前言

环境监测是一门应用学科,其实验性很强。目前在全国许多高校相继开设了环境类专业,绝大多数的理科和工科的环境专业都要开设“环境监测实验”课程,但长期以来一直缺乏一本适合环境类各专业使用的正式教材。我院自1985年成立环境科学系后,即开设了环境监测实验课程,1988年出版了《环境化学实验》一书,随后又编写了《环境监测实验》讲义。在以后十几年的教学实践中,我们积累了丰富的实验教学经验,并对该讲义不断进行修改、补充和完善,同时还邀请复旦大学的部分教师参加,编写了这本《环境监测实验》。

本书内容几乎涉及了环境样品的所有类型,从大气、废水到生物,同时也涵盖了环境监测的各种方法,从样品采集到现代分析仪器使用,从常规环境监测到复杂环境样品中微量污染物分析。本书以样品类型为主线,重点介绍各种监测方法,并引进一些环境监测的最新方法,力求实验内容的实用性、适用性、简便性和先进性。在书的附录部分特意介绍了样品采集与处理和一些环境质量标准,以供学生和读者参考。本书可作为大专院校环境类专业的实验教程,也可作为我国广大环境监测工作者的参考书。

全书内容包括水质监测、大气污染监测、固体环境样品污染监测、生物监测与物理污染监测及附录6个部分,共计40个实验。其中,实验8、实验11、实验14、实验25和实验28由孙成编写,实验2~实验5、实验7、实验13、实验24、实验26、实验32、实验33和实验40由冯建昉编写,实验6、实验10、实验18、实验21、实验27、实验29和实验19由于红霞编写,实验1、实验15、实验16、实验20、实验22和实验39由魏钟波编写,实验23由高士祥编写,实验34~实验38由章敏编写,实验9、实验12、实验17、实验30和实验31由复旦大学朱万森、唐尚明编写,附录主要由孙成编写。

在本书的编写过程中,我们还得到南京大学环境学院广大教师和研究生的帮助和支持,有些较为新颖的实验方法是从他们的科研成果转化为教学实验的,所以在此表示衷心的感谢。

由于本书的涉及面较广,编者的水平有限,书中的错误和疏漏在所难免,敬请各位专家和读者指正。

作 者

2002年8月31日

目 录

第二版前言

第一版前言

第一部分 水质监测

实验 1	水样色度和浊度的测定	3
实验 2	水样酸度和碱度的测定	7
实验 3	总硬度——EDTA 滴定法	11
实验 4	碘量法测定水中溶解氧	15
实验 5	高锰酸盐指数的测定	18
实验 6	生物化学需氧量测定——BOD ₅	21
实验 7	化学需氧量的测定——重铬酸钾法	25
实验 8	水中挥发酚的测定	29
实验 9	水中氰化物的测定	33
实验 10	水中氨氮、亚硝酸盐氮和硝酸盐氮的测定	38
实验 11	总磷的测定——钼酸铵分光光度法	44
实验 12	阳极溶出伏安法测定废水中的镉、铅和铜	48
实验 13	流动注射法分析电镀废水中的锌	51
实验 14	离子色谱法测定水样中常见阴离子含量	54
实验 15	工业废水中铬的价态分析	59
实验 16	荧光法测定水中硒	62
实验 17	双波长法与导数光谱法测定废水中苯酚与 2,4-二硝基苯酚	66
实验 18	水中总有机碳的测定——非色散红外吸收法	71
实验 19	原子吸收法测定降水中的钙、镁等离子	74
实验 20	石墨炉原子吸收分光光度法测定水中痕量铍	76
实验 21	水样中镉含量的测定——电感耦合等离子体发射光谱法	79
实验 22	吹扫捕集-GC-MS 法测定水中挥发性有机化合物	84

第二部分 大气污染监测

实验 23	室内空气中甲醛的测定	91
实验 24	室内空气中总挥发性有机物的测定——毛细管气相色谱法	96
实验 25	总悬浮颗粒物的测定	101

实验 26	大气中二氧化硫的测定	104
实验 27	大气中氮氧化物的测定	111
实验 28	大气气溶胶中正构烷烃的测定	115
实验 29	大气中苯系化合物的气相色谱测定	120
实验 30	高效液相色谱法测定环境样品中多环芳烃	123
第三部分 固体环境样品污染监测		
实验 31	冷原子吸收法测定土壤中的汞	129
实验 32	原子吸收分光光度法测定土壤和茶叶样品中铜、锌含量	132
实验 33	土壤中微量砷的测定——二乙基二硫代氨基甲酸银光度法	135
实验 34	离子选择性电极法测定土壤中的氟	138
实验 35	离子选择性电极法连续测定铜和锰	142
实验 36	土壤中农药残留量的测定——气相色谱法	145
实验 37	GC-MS 定性分析沉积物中多氯有机化合物	148
第四部分 生物监测		
实验 38	水中细菌总数的测定	155
实验 39	水中大肠菌群的测定——多管发酵法和滤膜法	158
实验 40	发光菌的生物毒性实验——生物发光光度法	166
实验 41	原生动物的刺泡突变实验	170
实验 42	紫露草微核实验	173
第五部分 物理污染监测		
实验 43	环境噪声监测	179
实验 44	大气中长寿命 α 放射性的测量	183
第六部分 附录		
附录 1	环境监测实验室基本知识	187
附录 2	环境样品采集与前处理技术	208
附录 3	常用环境标准	234
参考文献	251

第一部分
水质监测

实验 1 水样色度和浊度的测定

一、目的和要求

- (1) 了解色度和浊度的基本概念。
- (2) 掌握色度和浊度的测定方法。

二、原理

水中色度和浊度是衡量水质的重要指标,现将它们的定义和测定方法简述如下:

色度是水样颜色深浅的度量。某些可溶性有机物、部分无机离子和有色悬浮微粒均可使水着色。水样的色度应以去除悬浮物后为准。色度通常采用铂钴比色法测定,即用氯铂酸钾和氯化钴配制标准色列,被测水样的颜色与之进行比较,并规定浓度为 1mg/L 的铂所产生的颜色为 1 度。

浊度是表示水中悬浮物对通过光线产生的阻碍程度。它与水样中存在颗粒物的含量、粒径大小、形状及颗粒表面对光散射特性等因素有关。水样中的泥沙、黏土、有机物、无机物、浮游生物和其他微生物等悬浮物与胶体物质都可使水体浊度增加。我国规定 1L 蒸馏水中含有 1mg 二氧化硅所产生的浊度为 1 度。

三、仪器与试剂

(1) 无色度、浊度水。将蒸馏水通过 0.2 μ m 滤膜,弃去最初的 250mL,用以配制色度和浊度的标准溶液。

(2) 铂钴标准溶液。称取 1.246g 氯铂酸钾 (K_2PtCl_6) 及 1.000g 氯化钴 ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$),溶于 200mL 水中,加 100mL 浓盐酸,转入 1000mL 容量瓶后用水稀释至标线,存放暗处,此标准溶液的色度相当于 500 度。

(3) 二氧化硅浊度溶液。称取约 3g 纯白陶土置于研钵中,加入少量水充分研磨成糊状,移入 1000mL 量筒加水至标线。充分搅拌后静置 24h,用虹吸法弃去表面 5cm 深的液层,然后收集 500mL 中间层的溶液。取 50mL 此悬浊液置于已恒量的蒸发皿中,用水浴蒸干,随后置于 105 $^{\circ}C$ 烘箱内烘 2h,冷却,称量。求出每毫升悬浊液中含白陶土的质量(mg)。

边摇边振,吸取含 250mg 白陶土的悬浊液置于 1000mL 容量瓶中,加水至标线,此溶液振摇均匀后的浊度为 250 度。取此溶液 100mL 置于 250mL 容量瓶中,加水至标线,得到浊度为 100 度的标准溶液。在各标准溶液中加入 1g 氯化汞保

存,防止菌类生长。

四、实验步骤

1. 色度的测定

(1) 分别吸取色度为 500 度的标准溶液 1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL、7.00mL、8.00mL、9.00mL、10.00mL、12.00mL、14.00mL 置于 100mL 比色管中,用水稀释至标线。其色度分别为 5 度、10 度、15 度、20 度、25 度、30 度、35 度、40 度、45 度、50 度、60 度、70 度。若封住管口,可长期保存。

(2) 取 100mL 澄清水样(若浑浊,先经离心处理,取上层清液)盛于 100mL 的比色管中,与标准铂钴色度系列作目视比色。比色应在自然光线下进行,比色管底部衬一张白纸或白色瓷板,比色管要稍微倾斜,使光线由液柱底部向上透过。如果水样色度超过 70 度,可用水稀释后比色。

2. 浊度的测定

1) 浊度为 1~10mg/L 的水样

(1) 分别吸取浊度为 100mg/L 的标准溶液 0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 置于 100mL 比色管中,加水至标线,混匀,其浊度依次为 0 度、1.0 度、2.0 度、4.0 度、6.0 度、8.0 度、10.0 度。

(2) 吸取 100mL 均匀水样置于 100mL 比色管中,和(1)配制的标准系列在黑色底板上进行目视比色。

2) 浊度为 10~100mg/L 的水样

(1) 分别吸取浊度为 250mg/L 的标准溶液 0mL、10.0mL、20.0mL、30.0mL、40.0mL、50.0mL、60.0mL、70.0mL、80.0mL、90.0mL、100.0mL 置于 250mL 容量瓶中,加水至标线,混匀,即得浊度分别为 0 度、10 度、20 度、30 度、40 度、50 度、60 度、70 度、80 度、90 度、100 度的标准系列,转入 250mL 具塞无色玻璃瓶中。

(2) 吸取 250mL 水样,置于 250mL 具塞无色玻璃瓶中,摇匀。将瓶底放在有黑线的白纸上作为判别标志,眼睛从瓶前向后看,记录与水样有同样浊度的标准溶液度数。如果水样浊度超过 100 度,需稀释后再测定。

五、数据处理

1. 色度

$$C = \frac{M}{V} \times 500$$

式中:C——水样的色度,度;

M ——铂钴溶液用量, mL;

V ——水样体积, mL。

2. 浊度

$$C = \frac{A \times (B + V)}{V}$$

式中: C ——水样的浊度, 度;

A ——稀释后水样的浊度, 度;

B ——稀释水体积, mL;

V ——原水样体积, mL。

六、注意事项

1. 色度

(1) pH 对色度影响较大, pH 高时往往色度加深, 在测量色度时应测量溶液的 pH。

(2) 当水体受污染, 水样的颜色与标准色列不一致时, 应用文字描述颜色。

(3) 由于氯铂酸钾价格很贵, 也可称取 0.5000g 铂丝, 溶于适量王水中, 于通风橱内, 放在石棉网上加热, 使铂丝溶解生成氯铂酸, 蒸发至干。加少许盐酸, 加热使剩余的硝酸分解, 如此反复处理数次。加入 1.000g 氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 和 100mL 纯水, 再加 100mL 盐酸, 移入 1000mL 容量瓶内, 用纯水定容, 所得标准液的色度为 500 度。

2. 浊度

(1) 配制浊度标准所用的标准品有硅藻土和高岭土, 它们的成分都以 Al_2O_3 及 SiO_2 为主, 但 Al_2O_3 与 SiO_2 的比例相差很大, 且与产地有关。用各种高岭土及硅藻土配制的浊度标准液的吸光度相差很大, 其结果可相差 2~3 倍。

(2) 水样的浊度也可用光度法进行测定, 即在波长为 660nm 处, 用 10mm 比色皿测定浊度标准溶液的吸光度, 绘制标准曲线。然后在同样条件下测量水样的吸光度, 在标准曲线上查得相应的浊度值。

(3) 透明度的含义与浊度相反, 但二者都反映水中杂质对透过光线的阻碍程度。对浊度的精确度要求不高时, 也可测定水样的透明度, 通过透明度与浊度换算表查得浊度。

本实验的水质指标应做平行测定。

七、思考题

- (1) 影响色度和浊度测定的因素有哪些?
- (2) 浊度与悬浮物的质量浓度有无关系? 为什么?

实验 2 水样酸度和碱度的测定

一、目的和要求

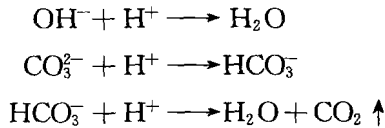
- (1) 了解酸度和碱度的基本概念。
- (2) 掌握酸度和碱度的测定方法。

二、原理

水中酸度和碱度是衡量水质的重要指标,现将它们的定义和测定方法简述如下:

酸度是指水中含有能与强碱发生中和作用的物质的总量,主要来自水样中存在的强酸、弱酸和强酸弱碱盐等物质。酸度用氢氧化钠标准溶液滴定水样测得。通常把用甲基橙作为指示剂滴定的酸度($\text{pH}=4.3$)称为甲基橙酸度或强酸酸度,用酚酞作为指示剂滴定的酸度($\text{pH}=8.3$)称为酚酞酸度或总酸度。

碱度是指水中含有能与强酸发生中和作用的全部物质,主要来自水样中存在的碳酸盐、碳酸氢盐及氢氧化物等。碱度可用盐酸标准溶液进行滴定,其反应为



用酚酞作为指示剂的滴定结果称为酚酞碱度,表示氢氧化物已经中和, CO_3^{2-} 全部转化为 HCO_3^- 。以甲基橙作为指示剂的滴定结果称为甲基橙碱度或总碱度。通过计算可以求出相应的碳酸盐、碳酸氢盐和氢氧根离子的含量,但对废水、污水等,由于组分复杂,这种计算没有实际意义。

酸度和碱度可常用 mg/L 作单位,通常以碳酸钙的 mg/L 表示。此时 1mg/L 的酸度或碱度相当于 50mg/L 的碳酸钙。

三、仪器与试剂

(1) 无二氧化碳水。用于制备标准溶液及稀释的蒸馏水或去离子水,用前煮沸 15min ,冷却至室温。 pH 应大于 6.0 ,电导率小于 $2\mu\text{S/cm}$ 。

(2) 碳酸钠标准溶液(0.0100mol/L)。溶解 1.060g 预先在 $270\sim 300^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的基准无水碳酸钠(Na_2CO_3 ,优级纯),转入 1000mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水(煮沸后冷却的水,下同)稀释至标线。

(3) 盐酸标准溶液(约 0.0200mol/L)。用水稀释 8.3mL 浓盐酸至 1000mL ,

得到 0.1mol/L 储存溶液。取此溶液 200mL 用无二氧化碳的水稀释至 1000mL, 并用碳酸钠标准溶液标定其精确浓度, 以 c_{HCl} 表示。

(4) 氢氧化钠标准溶液(约 0.0200mol/L)。用无二氧化碳的水稀释 20.0mL 1mol/L 氢氧化钠至 1000mL, 其精确浓度可用 0.0200mol/L 盐酸标准溶液标定, 以 c_{NaOH} 表示。

(5) 改良甲基橙溶液(0.1%)。称取甲基橙 1.0g, 用 500mL 水溶解, 另称取 1.8g 蓝色染料二甲苯赛安路 FF, 用 500mL 乙醇溶解, 然后将两种指示剂混合均匀。在一定体积的 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中加入 2 滴此指示剂, 再用 0.1mol/L 盐酸滴定, 检查是否有鲜明的色度。如果终点颜色呈蓝灰色, 可滴加 0.1% 甲基橙少许; 如果终点颜色为灰绿色带有红色, 可滴加少许蓝色染料, 直至有敏锐的终点(从绿色变为淡灰色)。

(6) 酚酞指示剂(0.5%)。称取 0.5g 酚酞溶于 50mL 95% 乙醇中, 然后用水稀释至 100mL。

四、实验步骤

1. 酸度的测定

1) 酚酞酸度

取 100.0mL 水样于 250mL 锥形瓶中, 加 2 滴酚酞指示剂, 以 0.0200mol/L 氢氧化钠溶液滴定至溶液粉红色不褪, 准确读出消耗氢氧化钠溶液的体积(V_1 , mL)。

2) 甲基橙酸度

取 100.0mL 水样于 250mL 锥形瓶中, 加入 2 滴改良甲基橙, 用 0.0200mol/L 氢氧化钠溶液滴定至溶液呈绿色, 准确读出消耗氢氧化钠溶液的体积(V_2 , mL)。

2. 碱度的测定

吸取 100.0mL 水样于 250mL 锥形瓶中, 加入 2 滴酚酞指示剂, 以 0.0200mol/L 盐酸滴定至溶液粉红色刚褪去, 准确读出消耗盐酸溶液的体积(V_3 , mL), 随后加入 2 滴改良甲基橙指示剂, 继续用盐酸滴定至溶液由绿色变为灰色, 准确读出消耗盐酸的体积(V_4 , mL)。

五、数据处理

1. 酸度

$$\text{酚酞酸度(以 CaCO}_3\text{计)}(\text{mg/L}) = \frac{V_1 \times c_{\text{NaOH}} \times 50.05 \times 1000}{V}$$