



全国高等院校环境科学与工程统编教材

环境监测实验

HUANJING JIANCE SHIYAN

李光浩 主编



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

环境监测实验

主 编 李光浩
副主编 韦连喜
参 编 王 安 刘琼玉 孙 杰 闫豫君
耿春香 张书林 冯素珍 郭建辉
黄忠臣 刘君侠

华中科技大学出版社
中国·武汉

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验/李光浩 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2010年1月
ISBN 978-7-5609-5919-1

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

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 237501 号

环境监测实验

李光浩 主编

策划编辑:王新华

封面设计:潘群

责任编辑:程芳

责任监印:周治超

责任校对:祝菲

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录排:华中科技大学惠友文印中心

印刷:通山金地印务有限公司

开本:787mm×1092mm 1/16

印张:6.75

字数:146 000

版次:2010年1月第1版

印次:2010年1月第1次印刷

定价:15.80元

ISBN 978-7-5609-5919-1/X·27

(本书若有印装质量问题,请向出版社发行部调换)

全国高等院校环境科学与工程统编教材 编写指导委员会

(按姓氏拼音排序)

- 陈亮 东华大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员
韩宝平 中国矿业大学教授,2006—2010 环境科学类专业教学指导分委员会委员
胡筱敏 东北大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员
李光浩 大连民族学院教授,2006—2010 环境科学类专业教学指导分委员会委员
刘勇弟 华东理工大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员
刘云国 湖南大学教授,2006—2010 环境科学类专业教学指导分委员会委员
陆晓华 华中科技大学教授,2001—2005 环境科学类专业教学指导分委员会委员
吕锡武 东南大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员
王成端 西南科技大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员
夏北成 中山大学教授,2006—2010 环境科学类专业教学指导分委员会委员
严重玲 厦门大学教授,2006—2010 环境科学类专业教学指导分委员会委员
赵毅 华北电力大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员
郑西来 中国海洋大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员
周敬宣 华中科技大学教授,2006—2010 环境工程专业教学指导分委员会委员

作者所在院校

- | | | | |
|------------|--------|----------|----------|
| 南开大学 | 中山大学 | 中国地质大学 | 东南大学 |
| 湖南大学 | 重庆大学 | 四川大学 | 东华大学 |
| 武汉大学 | 中国矿业大学 | 华东理工大学 | 中国人民大学 |
| 厦门大学 | 华中科技大学 | 中国海洋大学 | 北京交通大学 |
| 北京理工大学 | 大连民族学院 | 成都信息工程学院 | 河北理工大学 |
| 北京科技大学 | 东北大学 | 华东交通大学 | 华北电力大学 |
| 北京建筑工程学院 | 江苏大学 | 南昌大学 | 广西师范大学 |
| 天津工业大学 | 江苏工业学院 | 景德镇陶瓷学院 | 桂林电子科技大学 |
| 天津科技大学 | 扬州大学 | 长春工业大学 | 桂林工学院 |
| 天津理工大学 | 中南大学 | 东北农业大学 | 仲恺农业工程学院 |
| 西北工业大学 | 长沙理工大学 | 哈尔滨理工大学 | 华南师范大学 |
| 西北大学 | 南华大学 | 河南大学 | 嘉应学院 |
| 西安理工大学 | 华中师范大学 | 河南工业大学 | 茂名学院 |
| 西安工程大学 | 华中农业大学 | 河南理工大学 | 浙江工商大学 |
| 西安科技大学 | 武汉理工大学 | 河南农业大学 | 浙江林学院 |
| 长安大学 | 中南民族大学 | 湖南科技大学 | 太原理工大学 |
| 中国石油大学(华东) | 湖北大学 | 洛阳理工学院 | 兰州理工大学 |
| 山东师范大学 | 长江大学 | 河南城建学院 | 石河子大学 |
| 青岛农业大学 | 江汉大学 | 韶关学院 | 内蒙古大学 |
| 山东农业大学 | 福建师范大学 | 郑州大学 | 内蒙古科技大学 |
| 聊城大学 | 西南交通大学 | 郑州轻工业学院 | 内蒙古农业大学 |
| 泰山医学院 | 成都理工大学 | 河北大学 | |

内 容 提 要

本书是根据教育部环境科学与工程教学指导委员会制定的环境监测课程基本内容与要点,结合多年的教学经验和各级环境监测站的实际工作需要编写的,内容涵盖大气污染监测、大气污染源监测、室内环境污染监测、环境噪声与交通噪声污染监测、水污染监测等 23 个环境监测实验。本书实验原理简明扼要,实验方法详细明确,既注重使学生掌握环境监测的基本实验技能,又突出了应用化学、生物、物理等多种仪器与方法进行综合性实验训练。本书编写的 23 个实验,内容丰富,覆盖面广,满足了环境监测课程的内容与要求,各校可根据教学的需要和具体实验条件,从中取舍,灵活使用。

本书可作为高等院校环境科学与工程专业本科生或研究生的专业教材,也可作为环境科学及各级环境监测站工作人员的参考用书。

前 言

环境监测是环境科学与工程专业的核心课程,阐述了环境监测的理论与技术,是综合运用化学、生物、物理等多种仪器与方法对环境污染因子进行采集、处理与分析测试,从而获得反映环境污染或环境质量信息的科学技术。环境监测实验是该课程必须熟练掌握的核心内容和基本要求,是培养学生理论指导实践、实践应用理论的实践能力与创新能力的教学方法,从而使学生熟练掌握环境监测的基本方法与技能,提高学生观察问题、分析问题和解决问题的能力,为毕业论文、毕业设计以及毕业后从事环境保护技术工作奠定基础。

本书参照教育部环境科学与工程教学指导委员会制定的专业建设规范和环境监测核心课程基本内容与要点,并结合我国环境监测的现状和各级环境监测站的实际工作需要,力求突出环境监测方法的实用性、规范性和新方法、新技术的先进性。在实验项目内容的选择上涵盖了大气污染监测、大气污染源监测、室内环境污染监测、环境噪声与交通噪声污染监测、水污染监测等 23 个环境监测实验。本书实验原理简明扼要,实验方法规范准确,实验步骤详细明确,既注重使学生掌握环境监测的基本实验技能,又突出了应用多种仪器与方法进行综合性实验训练。本书编写的 23 个实验,既满足各级环境监测站例行监测规范,又满足了环境监测课程的内容与要求,各校可根据教学的实际需要和具体实验条件,从中取舍,灵活使用。

本书由大连民族学院李光浩教授任主编,河南城建学院韦连喜教授任副主编。参编人员有四川大学王安副教授、江汉大学刘琼玉副教授、中南民族大学孙杰副教授、石河子大学闫豫君副教授、中国石油大学(华东)耿春香副教授、河北理工大学张书林副教授、内蒙古农业大学冯素珍高级工程师、河南大学郭建辉讲师、北京建筑工程学院黄忠臣工程师、江汉大学刘君侠工程师。

本书由多所院校教师联合编写,汇集了各校丰富的教学经验,同时在编写过程中也难免存在一些疏漏和错误,敬请广大读者与专家批评指正,在此表示衷心感谢。

作 者

2009 年 8 月

目 录

| | | |
|-------|-------------------------------|------|
| 实验一 | 大气中总悬浮颗粒物的测定 | |
| | ——中流量采样、滤膜捕集重量法 | (1) |
| 实验二 | 大气中二氧化硫的测定 | |
| | ——甲醛缓冲溶液吸收-盐酸副玫瑰苯胺分光光度法 | (3) |
| 实验三 | 大气中氮氧化物的测定 | |
| | ——盐酸萘乙二胺分光光度法 | (7) |
| 实验四 | 废气污染源颗粒物浓度的测定 | (10) |
| 实验五 | 室内空气中氨的测定 | (18) |
| 实验六 | 室内空气中甲醛的测定 | |
| | ——酚试剂分光光度法 | (21) |
| 实验七 | 室内空气中总挥发性有机化合物(TVOC)的测定 | |
| | ——热解析/毛细管气相色谱法 | (26) |
| 实验八 | 城市功能区域环境噪声监测 | |
| | ——校园环境噪声监测 | (30) |
| 实验九 | 交通噪声的监测 | (32) |
| 实验十 | 水的 pH 值与电导率的测定 | (33) |
| 实验十一 | 水的色度和浊度的测定 | (36) |
| 实验十二 | 水中氟化物的测定 | |
| | ——氟离子选择电极法 | (39) |
| 实验十三 | 水中铜、锌的测定 | (43) |
| 实验十四 | 水中铬离子的测定 | (46) |
| 实验十五 | 水中石油类物质的测定 | (51) |
| 实验十六 | 水中总大肠菌群的测定 | (58) |
| 实验十七 | 水中余氯的测定 | (63) |
| 实验十八 | 天然水中高锰酸盐指数的测定 | (65) |
| 实验十九 | 废水中化学需氧量的测定 | (68) |
| 实验二十 | 水中溶解氧的测定 | (71) |
| 实验二十一 | 水中生物需氧量的测定 | (74) |
| 实验二十二 | 废水中挥发酚的测定 | (78) |
| 实验二十三 | 废水中氨氮的测定 | (82) |
| 附录 | | (86) |
| 参考文献 | | (99) |

实验一 大气中总悬浮颗粒物的测定

——中流量采样、滤膜捕集重量法

【实验目的】

- (1) 掌握大气中总悬浮颗粒物的测定原理、方法和操作过程。
- (2) 掌握干燥平衡、天平称量、采样等操作技术。
- (3) 熟悉颗粒物采样器、分析天平、恒温恒湿箱等的使用。

【实验原理】

中流量采样法的流量为 $0.05 \sim 0.15 \text{ m}^3/\text{min}$ 。其原理是：抽取一定体积的空气，使之通过已恒重的滤膜，则悬浮微粒被阻留在滤膜上，根据采样前、后滤膜质量之差及采气体积（标准状况），即可计算总悬浮颗粒物（TSP）的质量浓度。

【实验仪器】

- (1) 中流量采样器：流量 $0.05 \sim 0.15 \text{ m}^3/\text{min}$ ，经流量校准装置校准。
- (2) 恒温恒湿箱：箱内空气温度要求在 $15 \sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$ 范围内连续可调，控温精度为 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- (3) 分析天平：感量 0.1 mg 。
- (4) 玻璃纤维滤膜：直径 $8 \sim 10 \text{ cm}$ ，实验前经过镜检，检查滤膜有无缺损。
- (5) 干燥器、气压计、温度计、镊子、滤膜袋等。

【实验步骤】

1. 采样器的流量校准

采样器在实验前，需用孔口流量器进行流量校准。

2. 采样

(1) 每张滤膜使用前均需用光照检查，不得使用有针孔或有任何缺陷的滤膜进行采样。

(2) 取出在恒温恒湿箱内已平衡 24 h 的滤膜，迅速称重，读数准确至 0.1 mg ，记下滤膜的编号和质量，将其平展地放在光滑洁净的纸袋内，然后储存于盒内备用。天平放置在平衡室内，平衡室温度在 $20 \sim 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 之间，温度变化小于 $\pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ ，相对湿度小于 50%，湿度变化小于 5%。

(3) 将已恒重的滤膜用小镊子取出，“毛”面向上，平放在采样夹的网托上，拧紧采样夹，按照规定的流量采样。通常情况下，采样流量为 $0.10 \text{ m}^3/\text{min}$ 。

(4) 采样时，对于老式仪器，要随时手动校准流量，同时记录温度、气压和采样时间，对于大气，一般不需要测定湿度。对于现行仪器，可将温度、气压等参数输入，仪器可直接记录空气的标况体积。

(5) 采样后，用镊子小心取下滤膜，使采样“毛”面朝内，以采样有效面积的长边为中线对

叠好,放回表面光滑的滤袋并贮于盒内。将有关参数及现场温度、大气压力等记录在表 1-1 中。

表 1-1 总悬浮颗粒物采样记录

| 月、日 | 滤膜编号 | 采样起始时间 | 采样结束时间 | 采样温度/K | 采样气压/kPa | 流量/(m ³ /min) | 实验人员 | 备注 |
|-----|------|--------|--------|--------|----------|--------------------------|------|----|
| | | | | | | | | |

3. 样品测定

将采样后的滤膜在平衡室内平衡 24 h,迅速称重,结果及有关参数填写于表 1-2 中。

表 1-2 总悬浮颗粒物浓度测定记录

实验者 _____ 指导老师 _____

| 月、日 | 滤膜编号 | 采样体积(标况)/m ³ | 采样前滤膜质量/g | 采样后滤膜质量/g | 样品质量/g | TSP/(mg/m ³) | 备注 |
|-----|------|-------------------------|-----------|-----------|--------|--------------------------|----|
| | | | | | | | |

【实验计算】

$$TSP = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^3}{V_n}$$

式中:TSP——总悬浮颗粒物的浓度,mg/m³;

m_1, m_2 ——采样前、后滤膜的质量,g;

V_n ——标准状态下的采样体积,m³。

【实验提示】

(1) 实验前,要对所用滤膜经 X 光看片机检查,观察滤膜有无缺损。

(2) 在天平室称取滤膜的质量时,速度要尽量迅速;采样前、后滤膜的质量在称取时要尽可能一致。

(3) 要经常检查采样头是否漏气。当滤膜上颗粒物与四周白边之间的界线逐渐模糊时,则表明应更换面板密封垫。

(4) 中流量采样一般适合测定短时间内的空气中总悬浮颗粒物的浓度,欲测定日平均浓度一般从 8:00 开始至第二天 8:00 结束,可用几张滤膜分段采样,总计采样时间应不低于 16 h,合并计算日平均浓度。

实验二 大气中二氧化硫的测定

——甲醛缓冲溶液吸收-盐酸副玫瑰苯胺分光光度法

【实验目的】

- (1) 掌握大气中二氧化硫的测定原理、方法和操作过程。
- (2) 掌握标准溶液配制、显色、比色、工作曲线绘制等操作技术。
- (3) 熟悉大气采样器、分析天平、分光光度计等的使用。

【实验原理】

大气中的二氧化硫被甲醛缓冲溶液吸收后,生成稳定的羟基甲基磺酸加成化合物,加入氧化钠溶液使加成化合物分解,释放出二氧化硫,与盐酸副玫瑰苯胺发生反应,生成紫红色的化合物,其最大吸收波长为 577 nm,用分光光度法测定。当用 10 mL 吸收液采气 10 L 时,最低检出浓度为 0.02 mg/m³。

【实验仪器】

- (1) 大气采样器:用于短时间内空气的采样,流量范围 0~1 L/min。
- (2) 多孔玻板吸收管:10 mL 多孔玻板吸收管,可用于短时间采样。
- (3) 分光光度计。
- (4) 恒温水浴锅。
- (5) 具塞比色管:10 mL。

【实验试剂】

- (1) 实验用水:符合实验室用水质量二级水标准,可用蒸馏、反渗透或离子交换法制备。
- (2) 环己二胺四乙酸二钠溶液(CDTA, $c=0.050$ mol/L):称取 1.82 g 环己二胺四乙酸,加入 1.50 mol/L 的 NaOH 溶液 6.5 mL,溶解后用水稀释至 100 mL。
- (3) 甲醛缓冲吸收液贮备液:称取 2.04 g 邻苯二甲酸氢钾,溶解于少量水中,向其中加入 36%~38% 甲醛溶液 5.5 mL、0.050 mol/L 的环己二胺四乙酸二钠溶液 20.0 mL,用水稀释至 100 mL,贮于冰箱中,可保存 10 个月。
- (4) 甲醛缓冲吸收液:用水将甲醛缓冲吸收液贮备液稀释 100 倍即可,此吸收液每毫升含 0.2 mg 甲醛,临用时现配。
- (5) 氨磺酸钠溶液(0.6%, 质量浓度):称取 0.60 g 氨磺酸(H_2NSO_3H)于烧杯中,加入 NaOH 溶液($c=1.50$ mol/L)4.0 mL,搅拌至完全溶解后稀释至 100 mL,摇匀。此溶液密封保存可使用 10 天。
- (6) 碘贮备液($c_{I_2/2I_2}=0.10$ mol/L):称取 12.7 g 碘于烧杯中,加入 40 g 碘化钾和 25 mL 水,搅拌至全部溶解后,用水稀释至 1 000 mL,贮于棕色试剂瓶中。
- (7) 碘使用液($c_{I_2/2I_2}=0.05$ mol/L):量取 250 mL 碘贮备液,用水稀释至 500 mL,贮于棕

色试剂瓶中。

(8) 淀粉指示剂(0.5%,质量浓度):称取 0.5 g 可溶性淀粉,用少量水调成糊状,慢慢倒入 100 mL 沸水中,继续煮沸至溶液澄清,冷却后贮于试剂瓶中。临用时现配。

(9) 碘酸钾标准溶液($c_{1/6KIO_3} = 0.1000 \text{ mol/L}$):称取 3.5668 g 碘酸钾(KIO_3 ,优级纯,110 °C 烘干 2 h),溶解于水,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

(10) 盐酸(1+9)。

(11) 硫代硫酸钠贮备液($c = 0.10 \text{ mol/L}$):称取 25.0 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$),溶解于 1000 mL 新煮沸并已冷却的水中,加 0.20 g 无水碳酸钠,贮于棕色细口瓶中,放置一周后标定其浓度。若溶液呈现混浊,需过滤。

(12) 硫代硫酸钠标准溶液($c = 0.05 \text{ mol/L}$):取 250.0 mL 硫代硫酸钠贮备液,置于 500 mL 容量瓶中,用新煮沸并已冷却的水稀释至标线,摇匀,待标定。标定方法如下。

吸取三份碘酸钾标准溶液($c_{1/6KIO_3} = 0.1000 \text{ mol/L}$)10.0 mL,分别置于 250 mL 碘量瓶中,加 70 mL 新煮沸并已冷却的水,加 1.0 g 碘化钾,振荡至完全溶解后,再加盐酸(1+9)10.0 mL,立即盖好瓶塞,混匀。在暗处放置 5 min 后,用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色,加淀粉指示剂 2 mL,继续滴定至蓝色刚好消失。按下式计算硫代硫酸钠溶液的浓度:

$$c = 10.0 \times 0.1000 / V$$

式中: V ——消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠溶液浓度, mol/L。

(13) 乙二胺四乙酸二钠盐溶液(EDTA,0.05%,质量浓度):称取 0.25 g 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2Na_2 \cdot 2H_2O$),溶解于 500 mL 新煮沸并已冷却的水中,临用时现配。

(14) 亚硫酸钠标准溶液:称取 0.200 g 亚硫酸钠(Na_2SO_3),溶解于 200 mL 乙二胺四乙酸二钠盐溶液中,轻轻摇匀(避免振荡,以防充氧)。放置 2~3 h 后标定。此溶液每毫升相当于含 320~400 μg 二氧化硫。标定方法如下。

吸取三份 20.00 mL 亚硫酸钠标准溶液,分别置于 250 mL 碘量瓶中,加入 50 mL 新煮沸并已冷却的水、20.00 mL 碘使用液及 1 mL 冰乙酸,盖塞,摇匀。于暗处放置 5 min 后,用硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色,加 2 mL 淀粉指示剂,继续滴定至蓝色刚好褪去,即为终点。记录滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积 V 。平行滴定所用硫代硫酸钠溶液体积之差应不大于 0.04 mL。

另取三份乙二胺四乙酸二钠盐溶液 20.00 mL,用同样的方法进行空白实验。记录滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积 V_0 。平行滴定所用硫代硫酸钠溶液体积之差应不大于 0.04 mL。

亚硫酸钠标准溶液相当于二氧化硫的浓度 C_{SO_2} ($\mu\text{g/mL}$)由下式计算:

$$C_{SO_2} = \frac{(V_0 - V) \times c \times 32.02 \times 1000}{20.00}$$

式中: V_0 ——滴定空白时所用硫代硫酸钠标准溶液体积的平均值, mL;

V ——滴定亚硫酸钠标准溶液时所用硫代硫酸钠标准溶液体积的平均值, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

32.02——相当于 1 mmol/L 硫代硫酸钠溶液的二氧化硫($1/2SO_2$)的质量, mg。

在标定出准确浓度后,立即用甲醛缓冲吸收液稀释为每毫升含 10.00 μg 二氧化硫的标准溶液。临用时再用此吸收液稀释为每毫升含 1.000 μg 二氧化硫的标准使用溶液。此溶液在

冰箱中于 5℃ 下保存,可稳定 30 天。

(15) 盐酸副玫瑰苯胺(PRA,即对品红)贮备液(0.20%,质量浓度):称取 0.20 g 经提纯的盐酸副玫瑰苯胺,溶解于 100 mL、浓度为 1.0 mol/L 的盐酸中。

(16) 盐酸副玫瑰苯胺使用液(0.05%,质量浓度):吸取 0.2% 盐酸副玫瑰苯胺贮备液 25.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 85% 浓磷酸 30 mL、浓盐酸 12 mL,用水稀释至标线。至少放置 24 h 方可使用。存放于暗处,可稳定 9 个月。

【实验步骤】

1. 标准曲线的绘制

取 14 支 10 mL 具塞比色管,分为 A、B 两组,每组 7 支,分别对应编号,A 组各管按表 2-1 所列参数配制二氧化硫标准系列。

表 2-1 二氧化硫标准系列

| 管 号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-----------------------|-------|------|------|------|------|------|-------|
| 二氧化硫标准使用液/mL | 0 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 8.00 | 10.00 |
| 甲醛缓冲吸收液/mL | 10.00 | 9.50 | 9.00 | 8.00 | 5.00 | 2.00 | 0 |
| 二氧化硫含量/ μg | 0 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 8.00 | 10.00 |

B 组各管加入 0.05% 盐酸副玫瑰苯胺使用液 1.00 mL,A 组各管分别加入 0.06% 氨磺酸钠溶液 0.5 mL 和 1.50 mol/L NaOH 溶液 0.5 mL,混匀。再逐管迅速将溶液全部倒入对应编号并装有盐酸副玫瑰苯胺使用液的 B 管中,立即具塞摇匀后放入恒温水浴中显色。显色温度与室温之差应不超过 3℃,根据不同季节和环境条件按下表选择显色温度和显色时间(见表 2-2)。

表 2-2 二氧化硫显色温度与时间对照表

| 显色温度/℃ | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 |
|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 显色时间/min | 40 | 25 | 20 | 15 | 5 |
| 稳定时间/min | 35 | 25 | 20 | 15 | 10 |
| 试剂空白吸光度/ A_0 | 0.030 | 0.035 | 0.040 | 0.050 | 0.060 |

用 1 cm 比色皿,于 577 nm 波长处,以水为参比,测定吸光度。以吸光度对二氧化硫含量绘制标准曲线,或用最小二乘法计算标准曲线的回归方程。

2. 采样

用内装 10 mL 甲醛缓冲吸收液的多孔玻璃吸收管,以 0.5 L/min 流量采样 10~20 L。采样时吸收液温度应保持在 23~29℃。同时测定采样时的大气温度和压力。

3. 样品测定

所采集的环境空气样品溶液中若有混浊时,应离心分离除去。采样后样品放置 20 min,以使臭氧分解。

将吸收管中的吸收液全部移入 10 mL 具塞比色管内,用少量甲醛缓冲吸收液洗涤吸收管,洗涤液并入具塞管中,用吸收液稀释至 10 mL 标线。加入 0.60% 氨磺酸钠溶液 0.50 mL、1.50 mol/L NaOH 溶液 0.5 mL,摇匀,放置 10 min,以除去氮氧化物的干扰,再迅速将溶液全

部倒入装有 1.00 mL 盐酸副玫瑰苯胺使用液的具塞比色管中,立即具塞,摇匀后放入恒温水浴中显色。以下步骤同“标准曲线的绘制”。

【实验计算】

$$C_{\text{SO}_2} = \frac{m}{V_n} \times \frac{V_s}{V_t}$$

式中: C_{SO_2} ——样品中二氧化硫的浓度, mg/m^3 ;

m ——测定时所取样品溶液中二氧化硫的含量, μg , 由标准曲线查知;

V_t ——样品溶液的总体积, mL ;

V_s ——测定时所取样品溶液的体积, mL ;

V_n ——标准状态下的采样体积, L 。

若利用线性回归方程,其结果的计算公式可参阅相应教科书。

【实验提示】

(1) 温度对显色影响较大,温度愈高,空白值愈大。温度高时显色快,褪色也快,最好用恒温水浴控制显色温度。

(2) 对品红试剂,必须经提纯后方可使用,否则,其中所含杂质会使试剂空白值增高,使方法灵敏度降低。提纯方法可参阅有关文献。已有经提纯合格的 0.20% 对品红溶液出售。

(3) 六价铬能使紫红色配合物褪色,产生负干扰,故应避免用硫酸-铬酸洗液洗涤所用玻璃器皿,若已用此洗液洗过,则需用盐酸(1+1)浸洗,再用水充分洗涤。

(4) 用过的具塞比色管及比色皿应及时用酸洗涤,否则红色难于洗净。具塞比色管可用盐酸(1+4)洗涤,比色皿可用盐酸(1+4),加 1/3 体积乙酸混合液洗涤。

(5) 用甲醛缓冲溶液吸收-盐酸副玫瑰苯胺分光光度法测定 SO_2 , 避免了使用剧毒试剂——四氯汞钾溶液,在灵敏度、准确度等方面均可与四氯汞钾溶液吸收法相媲美,且样品采集后相当稳定,已经被列为国家标准分析方法的首选方法,编号为 GB/T 15262—1994。但操作条件要求严格,应用时应该注意。

实验三 大气中氮氧化物的测定

——盐酸萘乙二胺分光光度法

【实验目的】

- (1) 掌握大气中氮氧化物的测定原理、方法和操作过程。
- (2) 掌握标准溶液配制、显色、比色、工作曲线绘制等操作技术。
- (3) 熟悉大气采样器、分析天平、分光光度计等的使用。

【实验原理】

大气中的氮氧化物主要是一氧化氮和二氧化氮。在测定氮氧化物浓度时,应先用三氧化铬或高锰酸钾溶液将一氧化氮氧化成二氧化氮再进行测定。

二氧化氮被吸收液吸收后,生成亚硝酸和硝酸,其中,亚硝酸与对氨基苯磺酸发生重氮化反应,再与盐酸萘乙二胺耦合,生成玫瑰红色偶氮染料,可根据其颜色深浅,用分光光度法定量。因为二氧化氮(气)转变为亚硝酸根的转换系数为 0.88,故在计算结果时应除以 0.88。当空气中二氧化氮浓度高于 0.72 mg/m^3 时,转换系数为 0.77。

【实验仪器】

- (1) 茶色多孔玻板吸收管。
- (2) 双球玻璃管(内装三氧化铬-沙子)。
- (3) 空气采样器:流量范围 $0\sim 1 \text{ L/min}$ 。
- (4) 分光光度计。
- (5) 具塞比色管:10 mL。

【实验试剂】

所有试剂均用不含亚硝酸根的重蒸馏水配制。其检验方法是:所配制的吸收液对 540 nm 光的吸光度不超过 0.005。

(1) 盐酸萘乙二胺贮备液(1.00 g/L):称取 0.50 g 盐酸萘乙二胺于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。此溶液贮于密闭的棕色试剂瓶中,在冰箱中冷藏可稳定 3 个月。

(2) 显色液:称取 5.0 g 对氨基苯磺酸($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$),溶解于 200 mL 热水中,将溶液冷却至室温,全部移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 50.0 mL 盐酸萘乙二胺贮备液和 50 mL 冰乙酸,稀释至标线。此显色液为吸收原液,贮于棕色瓶中,在冰箱内可保存 2 个月。保存时应密封瓶口,防止空气与吸收液接触。

采样时,按 4 份显色液与 1 份水的体积比混合,配成采样用的吸收液。吸收液的吸光度应不超过 0.005(540 nm, 1 cm 比色皿,以水为参比)。否则,应检查水、试剂纯度或显色液的配制时间和贮存方法。

(3) 亚硝酸钠标准贮备液:称取 0.375 0 g 粒状亚硝酸钠(NaNO_2 , 优级纯,预先在干燥器

内放置 24 h 以上), 溶解于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线。此溶液每毫升相当于 250.0 μg 亚硝酸根。贮于棕色瓶内, 于冰箱中保存, 可稳定 3 个月。

(4) 亚硝酸钠标准使用液: 吸取亚硝酸钠贮备液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线。临用前配制, 此溶液每毫升含 2.50 μg 亚硝酸根。

(5) 硫酸溶液 ($c_{1/2\text{H}_2\text{SO}_4} = 1 \text{ mol/L}$)。

(6) 三氧化铬-沙子氧化管: 筛取 20~40 目海沙(或河沙), 用盐酸(1+2)浸泡一夜, 用水洗至中性, 烘干。将三氧化铬与沙子按质量比 1:20 混合, 加少量水调匀, 放在红外灯下或烘箱内于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干, 烘干过程中应搅拌几次。制备好的三氧化铬-沙子应是松散的, 若粘在一起, 说明三氧化铬比例太大, 可适当增加一些沙子, 重新制备。称取约 8 g 三氧化铬-沙子装入双球玻璃管内, 两端用少量脱脂棉塞好, 用乳胶管或塑料管制的小帽将氧化管两端密封, 备用。

(7) 盐酸羟胺溶液(0.2~0.5 g/L)。

【实验步骤】

1. 标准曲线的绘制

取 6 支 10 mL 具塞比色管, 按表 3-1 所列数据配制标准色列。

表 3-1 亚硝酸钠标准色列

| 管 号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---------------|------|------|------|------|------|------|
| 亚硝酸钠使用液的体积/mL | 0 | 0.40 | 0.80 | 1.20 | 1.60 | 2.00 |
| 水的体积/mL | 2.00 | 1.60 | 1.20 | 0.80 | 0.40 | 0 |
| 显色液的体积/mL | 8.00 | 8.00 | 8.00 | 8.00 | 8.00 | 8.00 |
| 标准溶液的体积/mL | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.30 | 0.40 | 0.50 |

以上溶液摇匀, 避开阳光直射放置 20 min(室温低于 20 $^{\circ}\text{C}$ 时, 显色 40 min 以上), 在 540 nm 波长处, 用 1 cm 比色皿, 以水为参比, 测定吸光度。扣除空白试样的吸光度以后, 以吸光度为纵坐标, 相应的标准溶液中 NO_2^- 含量(μg)为横坐标, 绘制标准曲线, 或用最小二乘法计算标准曲线的回归方程。

2. 采样

将一支内装 10.00 mL 吸收液的茶色多孔玻板吸收管进气口连接三氧化铬-沙子氧化管, 并使管口略微向下倾斜, 以免当湿空气将三氧化铬弄湿时污染后面的吸收液。将吸收管的出气口与空气采样器连接, 以 0.4 L/min 的流量避光采样 4~24 L, 至吸收液呈微红色为止, 记下采样时间, 密封好采样管, 带回实验室, 当日测定。若吸收液不变色, 应延长采样时间。在采样的同时, 应测定采样现场的温度和大气压力, 并做好记录。

3. 样品的测定

采样后, 将吸收管中的吸收液全部移入 10 mL 具塞比色管内, 用少量水洗涤吸收管, 洗涤液并入具塞管中, 用水稀释至 10 mL 标线。放置 20 min(室温低于 20 $^{\circ}\text{C}$ 时, 应放置 40 min 以上), 移入 1 cm 比色皿中, 按绘制标准曲线的方法和条件测定试剂空白溶液和样品溶液的吸光度。若样品溶液的吸光度超过标准曲线的测定上限, 可用吸收液稀释后再测定吸光度。计算结果应乘以稀释倍数。

【实验计算】

$$C_{\text{NO}_2} = \frac{m}{KV_n}$$

式中： C_{NO_2} ——样品中二氧化氮的浓度， mg/m^3 ；

m ——从标准曲线上查得的 NO_2^- 含量， μg ；

V_n ——标准状态下的采样体积，L；

K —— NO_2 (气) 转换为 NO_2^- (液) 的系数，视样品浓度而定。

若利用线性回归方程，其结果的计算公式可参阅相应教科书。

【实验提示】

(1) 吸收液应避免光，且不能长时间暴露在空气中，以防止光照时吸收液显色或吸收空气中的氮氧化物而使试管空白值增高。

(2) 氧化管适于在相对湿度为 30%~70% 时使用。当空气相对湿度大于 70% 时，应勤换氧化管；小于 30% 时，则应在使用前，用经过水面的潮湿空气通过氧化管，平衡 1 h。在使用过程中，应经常注意氧化管是否吸湿引起板结或者变为绿色。若板结，会使采样系统阻力增大，影响流量；若变成绿色，表示氧化管已失效。

(3) 亚硝酸钠(固体)应密封保存，防止空气及湿气侵入。部分氧化成硝酸钠或呈粉末状的试剂都不能用直接法配制标准溶液。若无颗粒状亚硝酸钠试剂，可用高锰酸钾容量法标定出亚硝酸钠贮备液的准确浓度后，再稀释为含 $2.50 \mu\text{g}/\text{mL}$ 亚硝酸根的标准溶液。

(4) 溶液若呈黄棕色，表明吸收液已被三氧化铬污染，该样品应报废。

(5) 绘制标准曲线，向各管中加亚硝酸钠标准使用溶液时，都应以均匀、缓慢的速度加入。

(6) 本实验亦可用酸性高锰酸钾溶液(称取 25 g 高锰酸钾，稍微加热使其全部溶解于 500 mL 水中，然后加入 1 mol/L 硫酸溶液 500 mL，混匀，贮于棕色试剂瓶中)代替三氧化铬-沙子氧化管作为氧化剂进行采样。连接方式可参阅相应教科书。

实验四 废气污染源颗粒物浓度的测定

废气污染源是典型的人为污染源,是空气污染的主要来源之一。废气污染源监测通常包括废气固定污染源监测、流动污染源监测。固定污染源是指烟道、烟囱及排气筒等。流动污染源是指汽车、摩托车等交通运输工具。本实验是对固定污染源中废气的含尘浓度的测定。

【实验目的】

掌握预测流速法测定烟气含尘浓度的方法。实验学时为 6~8 h。

【实验原理】

预先测量出烟道内气体的流速,在等速采样的条件下,采集尘粒样品,从而测量出烟道内气体的含尘浓度。

【实验仪器】

SYC-1A 型颗粒物、烟气测试仪(上海宏伟仪表厂)。

【实验步骤】

1. 确定采样位置和采样点

(1) 采样位置。

如图 4-1 所示,在测定烟气流量和采集颗粒物样品时,应尽可能将采样位置设在烟囱或地面管道气流平稳的管段中,距弯头、阀门和其他变径管段下游方向大于 6 倍直径处,在其上游方向大于 3 倍直径处。当测试现场空间位置有限,很难满足上述要求时,应选择比较适宜的管段采样,但采样断面与弯头等距离至少是烟道直径的 1.5 倍,并适当增加测点的数量。采样断面的气流量最好在 5 m/s 以上。此外,应注意在水平烟道中由于尘粒的重力沉降作用,较大尘粒有偏离流线向下运动的趋势,水平烟道中尘粒浓度的分布不如垂直烟道均匀,因此在选择采样位置时,应优先考虑垂直烟道。另外,还应考虑采样地点的方便、安全,必要时应设置工作平台。

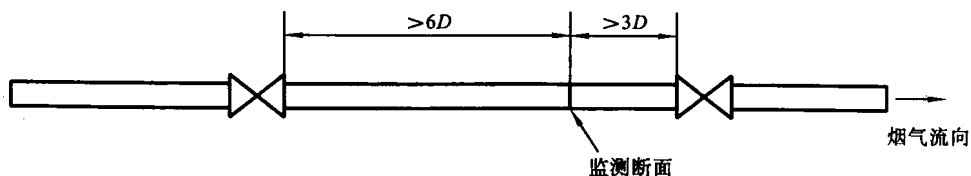


图 4-1 烟道气监测断面布设示意图

(2) 采样孔和采样点。

烟道内同一断面各点的气流速度和颗粒物浓度分布通常是不均匀的,因此,必须按照一定