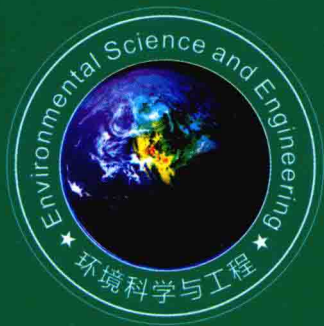




全国高等院校环境科学与工程统编教材

环境监测实践教程

HUANJING JIANCE SHIJIAN JIAOCHENG

周遗品 主编



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

环境监测实践教程

主 编 周遗品
副主编 周康群 邓金川 张 磊
参 编 陶雪琴 冯茜丹 刘 雯 邹梦遥



华中科技大学出版社
中国·武汉

内 容 提 要

本书是一本集环境监测实验室基础知识、环境监测实验和环境监测实习(综合实践)等内容于一体的高等学校环境类专业实践教学教材。

本书分为七章,内容包括环境监测实验室基础、水质监测实验、空气与废气监测实验、土壤污染与固体废物监测实验、生物及生物样品监测实验、物理性污染监测实验与环境监测实习(综合实践)。附录中列出了常用物理化学常数和主要的现行环境标准限值。

本书可作为高等学校环境科学、环境工程、资源环境科学等专业的教学用书和相关专业学生参考用书,也可作为环境保护与环境科学研究人员和高等学校教师参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实践教程/周遗品主编. —武汉:华中科技大学出版社,2017.7

全国高等院校环境科学与工程统编教材

ISBN 978-7-5680-2892-9

I. ①环… II. ①周… III. ①环境监测-高等学校-教材 IV. ①X83

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 126887 号

环境监测实践教程

周遗品 主编

Huanjing Jiance Shijian Jiaocheng

策划编辑:王新华

责任编辑:谢贤燕 王新华

封面设计:潘 群

责任校对:曾 婷

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉) 电话:(027)81321913

武汉市东湖新技术开发区华工科技园 邮编:430223

录 排:华中科技大学惠友文印中心

印 刷:武汉华工鑫宏印务有限公司

开 本:787mm×1092mm 1/16

印 张:17 插页:1

字 数:446 千字

版 次:2017 年 7 月第 1 版第 1 次印刷

定 价:38.00 元



华中出版

本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务
版权所有 侵权必究

前 言

目前我国高等院校环境工程、环境科学、资源环境科学、生态学、农业资源与环境等专业都开设了环境监测课程。环境监测是一门应用性、技术性很强的课程,因此,实践教学是环境监测课程必不可少的教学环节。环境监测实践教学环节主要包括环境监测实验、环境监测实习(或环境监测综合实践)。本书是一本集环境监测实验室基础知识、环境监测实验和环境监测实习(综合实践)等内容于一体的高等学校环境类专业实践教学教材。

本书具有以下特点。

(1) 内容丰富翔实:第1章“环境监测实验室基础”包括环境监测实验室规则、实验室安全知识、环境监测实验室用水的制备与检测、环境监测实验室试剂配制与保存、监测实验室常用仪器的性能和选用、环境监测实验基本要求等内容。第2~6章,包括水质、空气与废气、土壤污染与固体废物、生物及生物样品、物理性污染等环境介质和污染因素的监测实验。第7章“环境监测实习(综合实践)”包括环境监测实习的目的及任务、环境空气质量监测实习方案、地表水和废水监测实习方案、土壤环境质量监测实习方案、环境监测实习报告与实习总结的撰写、现场采样安全注意事项。附录中列出了常用物理化学常数和主要的现行环境标准限值。

(2) 监测实验的代表性、实用性强:本书编入的环境监测实验包括水质监测实验27个、空气与废气监测实验10个、土壤污染与固体废物监测实验8个、生物及生物样品监测实验8个、物理性污染监测实验4个。另外还有水、气、土等环境要素监测的综合实践方案。内容涵盖了环境监测基础实验、提高性实验、综合实践。可供各学校根据教学的实际需要和实验室条件从中取舍。

(3) 规范性和先进性:本书参考了大量现行的最新环境监测标准和环境监测技术规范,包括采样、样品处理、分析测试、数据处理与结果表示,尽量做到与现行环境监测规范一致,力求做到监测实验和综合实践的规范性和先进性。

本书适合高等院校环境监测相关专业的学生使用,同时也可以作为广大的环境保护工作者的工具书。

本书由仲恺农业工程学院环境科学与工程学院环境监测课程组编写,其中第1章、第2章由周遗品、周康群执笔,第3章由张磊、冯茜丹执笔,第4章由邓金川执笔,第5章由陶雪琴执笔,第6章由邹梦遥执笔,第7章由刘雯执笔。全书最后由周遗品、周康群审核、定稿。

本书的编写与出版得到了广东省教育厅创新强校项目的支持和资助,在此表示感谢。

由于编者水平有限,书中不足之处在所难免,敬请使用本书的读者批评指正。

编 者

目 录

第 1 章 环境监测实验室基础	(1)
1.1 环境监测实验室规则	(1)
1.2 实验室安全知识	(2)
1.3 环境监测实验室用水的制备与检测	(6)
1.4 环境监测实验室试剂配制与保存	(11)
1.5 监测实验室常用仪器的性能和选用	(15)
1.6 瓷、石英、玛瑙、铂、银、镍、铁、塑料和石墨等器皿	(23)
1.7 滤纸的性能与选用	(25)
1.8 称量仪器的使用	(25)
1.9 环境监测实验基本要求	(28)
第 2 章 水质监测实验	(30)
实验 1 水中残渣的测定	(30)
实验 2 水的矿化度的测定	(32)
实验 3 水的电导率的测定	(33)
实验 4 水样的浊度与色度的测定	(37)
实验 5 水的 pH 值测定(玻璃电极法)	(42)
实验 6 水中氟化物的测定(离子选择电极法)	(44)
实验 7 水样化学需氧量的测定	(48)
实验 8 水样高锰酸盐指数的测定	(50)
实验 9 碘量法测定水中的溶解氧	(53)
实验 10 水样五日生化需氧量(BOD ₅)的测定	(55)
实验 11 水中氨氮的测定(纳氏试剂比色法)	(59)
实验 12 水中亚硝酸盐氮的测定	(61)
实验 13 水中硝酸盐氮的测定	(64)
实验 14 水中总氮的测定	(67)
实验 15 水中总磷的测定	(69)
实验 16 水中硫化物的测定(碘量法)	(71)
实验 17 水中氰化物的测定(异烟酸-吡唑啉酮分光光度法)	(75)
实验 18 水中挥发酚的测定	(80)
实验 19 水中矿物油的测定	(82)
实验 20 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定水中的总砷	(86)
实验 21 二苯碳酰二肼分光光度法测定废水中的六价铬	(89)
实验 22 冷原子吸收法测定水中的总汞	(92)
实验 23 直接吸入火焰原子吸收法测定水中的镉、铜、铅和锌	(96)
实验 24 石墨炉原子吸收法测定水中的镉、铜、铅	(99)

实验 25	原子荧光法测定水中的汞、砷、硒、锑、铋	(102)
实验 26	顶空气相色谱法测定水中的挥发性卤代烃	(107)
实验 27	高效液相色谱法测定水中的多环芳烃	(112)
第 3 章	空气与废气监测实验	(118)
实验 28	空气总悬浮颗粒物的测定(重量法)	(118)
实验 29	空气中 PM ₁₀ 和 PM _{2.5} 的测定(重量法)	(120)
实验 30	空气中氮氧化物的测定(盐酸萘乙二胺分光光度法)	(123)
实验 31	空气中二氧化硫的测定(甲醛溶液吸收-盐酸副玫瑰苯胺分光光度法)	(127)
实验 32	空气中臭氧浓度的测定(靛蓝二磺酸钠分光光度法)	(132)
实验 33	非分散红外吸收法测定空气中的一氧化碳	(136)
实验 34	空气或废气颗粒物中铅等金属元素的测定(电感耦合等离子体质谱法)	(137)
实验 35	空气中挥发性有机物的测定(吸附管采样-热脱附/气相色谱-质谱法)	(144)
实验 36	室内空气中苯系物的测定(活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法)	(150)
实验 37	室内空气中醛、酮类化合物的测定(高效液相色谱法)	(154)
第 4 章	土壤污染与固体废物监测实验	(158)
实验 38	土壤中六六六和滴滴涕的测定(气相色谱法)	(158)
实验 39	土壤(或固体废物)中总汞的测定(冷原子吸收分光光度法)	(162)
实验 40	土壤(或固体废物)中总砷的测定(硼氢化钾-硝酸银分光光度法)	(166)
实验 41	固体废物浸出液中铜、锌、铅、镉的测定(原子吸收分光光度法)	(169)
实验 42	土壤和沉积物汞、砷、硒、铋、锑的测定(微波消解/原子荧光法)	(172)
实验 43	土壤中铅、镉的测定(石墨炉原子吸收分光光度法)	(177)
实验 44	土壤和沉积物中多氯联苯的测定(气相色谱-质谱法)	(180)
实验 45	土壤中氰化物的测定(异烟酸-巴比妥酸分光光度法)	(187)
第 5 章	生物及生物样品监测实验	(191)
实验 46	农产品中有机磷农药的测定(气相色谱法)	(191)
实验 47	生物样品中六六六和滴滴涕的测定(气相色谱法)	(195)
实验 48	石墨炉原子吸收光谱测定法测定食品中镉、铅	(200)
实验 49	电感耦合等离子体质谱法测定食品中总砷	(204)
实验 50	氢化物发生原子荧光光谱法测定食品中总砷	(207)
实验 51	原子荧光光谱分析法测定食品中总汞	(210)
实验 52	多管发酵法测定水中总大肠菌群	(214)
实验 53	纸片快速法测定水中总大肠菌群和粪大肠菌群	(219)
第 6 章	物理性污染监测实验	(227)
实验 54	校园声环境质量监测	(227)
实验 55	道路交通噪声监测	(230)
实验 56	建筑施工场界环境噪声监测	(232)
实验 57	大气中长寿命 α 放射性的测量	(234)
第 7 章	环境监测实习(综合实践)	(236)
7.1	环境监测实习的目的及任务	(236)
7.2	环境空气质量监测实习方案	(237)

7.3	地表水和污水环境质量监测实习方案	(241)
7.4	土壤环境质量监测实习方案	(245)
7.5	环境监测实习报告与实习总结的撰写	(251)
7.6	现场采样安全注意事项	(254)
附录		(255)
附录 A	国际相对原子质量表	(255)
附录 B	常用酸碱和过氧化氢溶液的密度与浓度	(256)
附录 C	常用基准物质及其干燥条件	(256)
附录 D	环境空气质量标准(GB 3095—2012)	(257)
附录 E	室内空气质量标准(GB/T 18883—2002)	(258)
附录 F	地表水环境质量标准(GB 3838—2002)	(259)
附录 G	食用农产品产地环境质量评价标准(HJ/T 332—2006)	(260)
附录 H	声环境质量标准(GB 3096—2008)	(261)
附录 I	生活饮用水卫生标准(GB 5749—2006)	(261)
主要参考文献		(265)
彩图		(266)

第1章 环境监测实验室基础

1.1 环境监测实验室规则

环境监测实验是环境监测课程的重要组成部分,也是环境类专业实践教学的重要环节,通过环境监测实验,加深对环境监测基本理论的认识与理解;通过环境监测实验的基本操作与综合实践,养成严谨、认真、求实的科学态度和工作作风,提高分析问题和解决问题的能力。实验室是进行科学研究和实践教学的重要场所,同时也存在各种危及人身和财产安全的危险因素。为了保证学生人身和实验室财产安全,顺利进行实验,学生进入实验室之前必须了解实验室安全知识,遵守实验室规则。环境监测实验室规则如下。

(1) 牢固树立“安全第一”的思想,认真学习实验室安全条例,实验前要知道电源总开关和灭火器材的位置及正确的使用方法;熟悉实验室环境,特别是安全疏散通道。

(2) 进入实验室要穿戴整齐,不允许穿拖鞋、高跟鞋、短裤、短裙进入实验室,应按规定穿着长袖、过膝的实验服进行实验。长发(过衣领)必须束起或盘于头顶或藏于帽内。

(3) 实验室内严禁饮食,实验室不允许储存、烹煮食品。一切化学试剂严禁入口。

(4) 实验室内禁止吸烟,严禁追逐嬉戏、大声喧哗。

(5) 实验前必须做好预习,明确实验的目的、原理、操作步骤,特别是要了解每个实验步骤的目的和注意事项、仪器设备的使用方法,写好预习报告。

(6) 实验时严格遵守实验操作规程。常温下或者加热时,对有挥发性、有毒有害物质产生的操作必须在通风橱内或抽风管道下进行,必要时戴好防护口罩;高温操作实验必须戴防高温手套;取用强腐蚀性液体要戴橡皮手套或乳胶手套;易燃易爆试剂要远离明火;任何化学试剂未经教师批准不允许带出实验室。在使用不熟悉性能的仪器和药品时,应查阅有关说明书或请教指导教师,不要随意进行实验,以免损坏仪器,更重要的是预防意外事故的发生。

(7) 实验时认真观察实验现象,客观地记录实验现象和数据,不得任意修改、伪造或抄袭他人实验结果。所用药品不得随意丢弃和散失。实验过程中始终保持实验台面和地面的整洁,仪器应摆放整齐。腐蚀性废液、有毒有害废液、固体废物不允许倾入水槽内,应倒入指定的废液(物)桶内,始终保持水槽清洁干净,防止有毒有害物质污染环境。

(8) 实验公用仪器和试剂,用后应立刻归还原处,切不可随意乱放,养成良好的习惯,节约试剂、水、电、燃气等。

(9) 发生意外事故时不要慌乱,应采取正确的应急措施,并及时报告,妥善处理,必要时要及时疏散。损坏仪器、设备应如实说明情况,予以登记。

(10) 实验结束,需将实验记录交教师审阅、签字。整理好仪器和药品,关好水、电、燃气开关,做好实验室的清洁、整理工作。经检查合格,方可离开实验室。

1.2 实验室安全知识

1.2.1 实验室常见危险化学品

国家标准 GB 13690—2009《化学品分类和危险性公示》对有关《化学品分类及标记全球协调制度》(GHS)的化学品进行了分类及其危险公示,并详细列述了危险符号在 GHS 中应当使用的标准符号。下面就环境监测实验室中一些常见的危险化学品进行简要介绍。

1. 环境监测实验室常见理化危险

1) 爆炸物

爆炸物(或混合物)是这样一种固态或液态物质(或物质的混合物),其本身能够通过化学反应产生气体,而产生气体的温度、压力和速度能对周围环境造成破坏。其中也包括发火物质,即使它们不放出气体。

发火物质(或发火混合物)是这样一种物质或物质的混合物,它旨在通过非爆炸自持放热化学反应产生的热、光、声、气体、烟或所有这些的组合来产生效应。

2) 易燃气体和压力下气体

(1) 易燃气体是在 20 °C 和标准压力(101.3 kPa)下,与空气有易燃范围的气体。

(2) 压力下气体是指高压气体在压力大于或等于 200 kPa(表压)下装入贮器的气体、液化气体或冷冻液化气体。压力下气体包括压缩气体、液化气体、溶解气体和冷冻液化气体。

3) 易燃液体和自燃液体

(1) 易燃液体是指闪点不高于 93 °C 的液体。

(2) 自燃液体是指即使数量少也能在与空气接触后 5 min 之内引燃的液体。

4) 易燃固体和自燃固体

(1) 易燃固体是容易燃烧或通过摩擦可能引燃或助燃的固体。易于燃烧的固体为粉末、颗粒状或糊状物质,它们在与燃烧着的火柴等火源短暂接触和火焰迅速蔓延的情况下,都非常危险。

(2) 自燃固体是指即使数量少也能在与空气接触后 5 min 之内引燃的固体。

5) 金属腐蚀剂

腐蚀金属的物质或混合物,是通过化学作用显著损坏或毁坏金属的物质或混合物。

2. 环境监测实验室常见健康危险

1) 急性毒性

急性毒性是指在单剂量或在 24 h 内多剂量口服或皮肤接触或吸入、接触一种物质 4 h 之后出现的有害效应。

2) 皮肤腐蚀和皮肤刺激

(1) 皮肤腐蚀是指对皮肤造成不可逆性损伤,即施用试验物质达到 4 h 后,可观察到表皮和真皮坏死。

(2) 皮肤刺激是指施用试验物质达到 4 h 后对皮肤造成可逆性损伤。

3) 严重眼损伤和眼刺激

(1) 严重眼损伤是在眼前部表面施加试验物质之后,对眼部造成在施用 21 天内并不完全可逆的组织损伤或严重的视觉物理衰退。

(2) 眼刺激是在眼前部表面施加试验物质之后,在眼部产生在施用 21 天内完全可逆的变化。

4) 呼吸或皮肤过敏

呼吸过敏物是吸入后会导致气管发生过敏反应的物质。皮肤过敏物是皮肤接触后会导致过敏反应的物质。

3. 环境监测实验室常见氧化性物质

1) 氧化性气体

氧化性气体一般是指通过提供气体,比空气更能导致或促使其他物质燃烧的气体。

2) 氧化性液体

氧化性液体是指它本身可能并不燃烧,但放出氧气后可能引起或促使其他物质燃烧的液体。

3) 氧化性固体

氧化性固体是指它本身可能并不燃烧,但放出氧气后可能引起或促使其他物质燃烧的固体。

1.2.2 事故的预防及应急处理

1. 中毒的预防及处理

1) 中毒的预防

(1) 实验中用到挥发性或者操作过程中会产生有毒、恶臭、有刺激性的气体时,应该在通风橱内或者抽风管道下进行操作,并打开抽风管道开关抽风。

(2) 用鼻子鉴别试剂气味时,应将试剂瓶远离鼻子,用手轻轻扇动,稍闻其味即可,严禁用鼻子直接对着瓶口或试管口嗅闻气味。

(3) 使用有毒试剂(如氟化物、氰化物、铅盐、钡盐、六价铬盐、汞的化合物和砷的化合物等)时,严防进入口内或接触伤口,剩余药品或废液不得倒入下水道或废液桶内,应倒入专用回收瓶中集中处理。

2) 中毒的应急处理

当发生急性中毒时,紧急处理十分重要。若在实验中出现咽喉灼痛、嘴唇脱色、胃部痉挛或恶心呕吐、心悸、头晕等症状,则可能是中毒所致,应立即急救。急救方法如下。

(1) 一氧化碳、乙炔、稀氨水及灯用煤气中毒时,应将中毒者移至空气新鲜流通处(勿使身体着凉),进行人工呼吸并输氧。

(2) 生物碱中毒时,用活性炭水溶液灌入,引起呕吐。

(3) 汞等重金属化合物中毒,误入口者,应吃生鸡蛋或喝牛奶(约 1 L)引起呕吐。

(4) 苯中毒,误入口者,应服涌吐剂,引起呕吐;进行人工呼吸,输氧。

(5) 苯酚(石炭酸)中毒,可大量饮水、石灰水或石灰粉水,引起呕吐。

(6) NH_3 中毒,口服者应饮带有醋或柠檬汁的水,或植物油、牛奶等,引起呕吐。

(7) 酸中毒,饮入苏打水(NaHCO_3)和水,吃氧化镁,引起呕吐。

(8) 氟化物中毒,应饮 20 g/L 的氯化钙,引起呕吐。

(9) 氰化物中毒,饮浆糊、蛋白、牛奶等,引起呕吐。

(10) 高锰酸盐中毒,饮浆糊、蛋白、牛奶等,引起呕吐。

如果中毒是因吞入不明化学试剂,最有效的办法是借呕吐排出胃中的毒物,同时应将中毒

者送往医务部门,救护越及时,中毒影响越小。

2. 燃烧、爆炸预防及处理

1) 燃烧、爆炸预防

(1) 应将挥发性的药品、试剂存放于通风良好处;易燃药品(如乙醇、苯、丙酮、乙醚、石油醚等)应远离明火或热源。防止易燃有机溶剂的蒸气外逸,切勿将易燃有机溶剂倒入废液缸、水槽(下水道),更不能用开口容器(如烧杯)盛放有机溶剂,不可用明火直接加热装有易燃有机溶剂的容器。回流或蒸馏液体时应放沸石,以防液体过热暴沸,引起火灾。开启易挥发的试剂瓶时(尤其在夏季),不可将瓶口对着自己或他人的脸部,因在开启时极易有大量气液冲出,发生伤害事故。

(2) 加热易挥发或易燃烧的有机溶剂时,应在水浴锅或密封的电热板上缓慢地进行,严禁用明火直接加热。在蒸馏可燃性物质时,应先通冷凝水,确信有水流出冷凝管后再加热。

(3) 身上或手上沾有易燃物时,应立即清洗干净,不得靠近灯火;沾有氧化剂溶液的衣服,稍微遇热就会着火而引发火灾,应注意及时予以清洗。

(4) 一些有机化合物如过氧化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等,均具有爆炸性,必须严格按照操作规程进行实验,以防爆炸。

(5) 当实验室不慎起火时,不要惊慌失措,而应根据不同的着火情况,采取不同的灭火措施。由于物质燃烧需要空气和一定的温度,所以灭火的原则是降温或将燃烧的物质与空气隔绝。

2) 化学实验室常用的灭火措施

(1) 小火用湿布、石棉布覆盖燃烧物即可灭火,大火可用泡沫灭火器灭火。

(2) 对活泼金属 Na、K、Mg、Al 等引起的着火,应用干燥的细沙覆盖灭火。

(3) 有机溶剂着火,切勿用水灭火,应用二氧化碳灭火器、沙子和干粉灭火器等灭火。

(4) 电器设备着火时,应先切断电源,再用四氯化碳灭火器灭火,也可用干粉灭火器灭火。

(5) 当衣服上着火时,切勿慌张跑动,应立即脱下衣服或用石棉布覆盖着火处或就地卧倒打滚,起到灭火的作用。

(6) 在加热时着火,应立即停止加热,切断电源,把一切易燃易爆物移至远处。

(7) 遇到火灾应及时报火警,并及时疏散。

3. 腐蚀性化学品伤害的预防及处理

1) 腐蚀性化学品伤害的预防

(1) 使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱、溴、洗液时,应避免接触皮肤和溅在衣服上,要戴橡皮手套操作,更要注意保护眼睛,需要时应配备防护眼镜。

(2) 稀释浓硫酸时必须在烧杯等耐热容器内进行,而且必须在玻璃棒的不断搅拌下,仔细缓慢地将浓硫酸加入水中,而绝对不能将水加注到浓硫酸中。

(3) 溶解氢氧化钠、氢氧化钾等发热物质应在耐热容器内进行,且不要一次加入太多,在不断搅拌的情况下分批加入水中。

(4) 加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视正在加热的液体,以免溅出的液体将眼、面灼伤。取下正在沸腾的水或溶液时,必须先用烧杯夹子摇动后才能取下使用,以防使用时突然沸腾溅出伤人。用试管加热液体时,试管口不要对着人,以免液体冲出伤害他人。

(5) 进行灼烧、蒸发等操作时,要有专人看管。烘箱不能做蒸发之用,能产生腐蚀性气体的物质或易燃烧的物质均不得放入烘箱内。

(6) 一切固体不溶物、浓酸和浓碱废液,严禁直接倒入水槽中,以防堵塞和腐蚀下水道。残余毒物更应尽快妥善处理,切勿任意丢弃或倒在水槽中。

2) 腐蚀性化学品伤害的处理

(1) 若强酸溅洒在皮肤或衣服上,先用大量水冲洗,及时脱下被化学药品污染的衣服,然后用 50 g/L 的碳酸氢钠或 1:9 的氨水清洗。

(2) 若被氢氟酸灼伤,先用水洗伤口至苍白,再用新鲜配制的 20 g/L 的氧化镁甘油悬液涂抹;若眼睛被酸伤,先用水冲洗,然后用 30 g/L 的碳酸氢钠洗,严重者请医生医治。

(3) 强碱溅洒在皮肤或衣服上,先用大量水冲洗,再用 20 g/L 的硼酸或 20 g/L 的乙酸清洗;眼睛碱伤先用水冲洗,再用 20 g/L 的硼酸清洗。

(4) 如被有机化合物灼伤,用乙醇擦去有机物特别有效。溴灼伤,先用乙醇擦至患处不再有黄色,然后涂上甘油以保持皮肤滋润。

任何较为严重的伤害都应及时到医院处理。

4. 烧伤、烫伤的预防及处理

1) 烧伤、烫伤的预防

(1) 灼热的仪器不可直接与冷物体接触,以免破裂;不可用手直接接触加热容器或物体,移动时要用隔热手套、抹布或专用工具,以免烫伤;灼热物体不可立即放入橱内或桌上,以免引起燃烧和灼焦,最好放在隔热材料上,使其自然冷却。

(2) 通常玻璃试剂瓶如容量瓶等不可加热,也不可用于溶解或进行其他反应,以免过热破裂或使量度不准确。密闭的玻璃仪器,不可加热,以免爆裂伤人。

2) 烧伤、烫伤的应急处理

(1) 如果烧伤,应立即用冷水冷却。轻度的火烧伤,用冰水冲洗是有效的急救方法。如果皮肤并未破裂,可涂擦治疗烧伤药物,以使患处及早恢复。当大面积的皮肤表面受到伤害时,可以先用湿毛巾冷却,然后用洁净纱布覆盖伤处以防止感染,随后立即送医院请医生处理。

(2) 被火焰、蒸汽、红热的玻璃或铁器等烫伤,应立即将伤处用大量水冲淋或浸泡,以迅速降温,避免深度烧伤。

(3) 一度烫伤(发红):轻微烫伤,将棉花用无水乙醇或 90%~96% 乙醇浸湿盖于伤处或用麻油浸过的纱布盖敷,可在伤处涂烫伤油膏或万花油。

(4) 二度烫伤(起水疱):不宜挑破水疱,用上述处理也可,或用 30~50 g/L 的高锰酸钾或 50 g/L 的现制单宁溶液处理,然后请医生诊治。

(5) 严重烫伤的应及时送医院治疗。

5. 割伤的预防及处理

在插入或拔出玻璃管的瓶塞时,要涂上水或凡士林等润滑剂,并用布垫手,以防玻璃管破碎时割伤手部。把瓶塞插入玻璃管内时,必须握住瓶塞的侧面,不要把瓶塞撑在手掌上。

轻微割伤,先将伤口处的玻璃碎片取出,再用水洗净伤口,挤出一点血后,可用 3% 的过氧化氢将伤口周围擦净,涂上红汞或碘酒,必要时洒上一些磺胺消炎粉,包扎,也可在洗净的伤口贴上创可贴。创口较大时,须先涂上甲紫,然后洒上消炎粉,用纱布按压伤口,立即就医缝治。严重割伤、出血多时,必须立即用手指压住或把相应动脉扎住,使血不流出,包上压定布,而不能用脱脂棉,若压定布被血浸透,不要换掉,要再盖上一块施压,立即送医院治疗。

1.3 环境监测实验室用水的制备与检测

1.3.1 纯水标准与纯水分级

目前世界上比较通用的纯水标准主要有国际标准化组织(ISO)标准、临床试验标准国际委员会(NCCLS)标准、美国临床病理学会(CAP)试药级用水标准、美国测试和材料实验社团组织(ASTM)标准、美国药学会(USP)标准等。我国的纯水标准主要有《电子级水》(GB/T 11446.1—2013)和《分析实验室用水规格和试验方法》(GB/T 6682—2008)。

《电子级水》(GB/T 11446.1—2013)适用于电子元器件生产和清洗用水。《分析实验室用水规格和试验方法》(GB/T 6682—2008)(表 1.3.1)适用于化学分析和无机痕量分析等试验用水,规定了分析实验室用水的级别、规格、取样及储存、试验方法和试验报告,将分析实验室用水分为一级水、二级水和三级水三个级别。

一级水用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验。如高效液相色谱分析用水。二级水用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。三级水用于一般化学分析试验。

也有人根据纯水的制备方法和质量不同,将纯水分为蒸馏水、去离子水、高纯水、超纯水等。

表 1.3.1 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008)

名 称	一级	二级	三级
pH 值范围(25 ℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 ℃)/(μS/cm)	≤0.1	≤1.0	≤5.0
可氧化物质(以 O 计)含量/(mg/L)	—	≤0.08	≤0.4
吸光度(254 nm,1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣(105 ℃±2 ℃)含量/(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)含量/(mg/L)	≤0.01	≤0.02	—

注 1:由于在一级水、二级水的纯度下,难于测定其真实的 pH 值,因此,对一级水、二级水的 pH 值范围不做规定。
注 2:由于在一级水的纯度下,难于测定可氧化物质和蒸发残渣,对其限量不做规定,可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

1.3.2 纯水的制备

纯水的制备是将原水中的悬浮性、可溶性和非可溶性杂质全部除去的水处理方法。制备纯水的方法很多,通常多用蒸馏法、离子交换法、电渗析法、反渗透法、超滤法等。

1. 蒸馏法

以蒸馏法制备的纯水常称为蒸馏水,主要去除水中在 100 ℃ 以下难挥发的离子化合物和有机物,蒸馏水中常含可溶性气体和挥发性物质。蒸馏水的质量因蒸馏器的材料与结构的不同而异。制造蒸馏器的材料通常有金属、普通玻璃和石英玻璃三种,下面分别介绍几种不同的蒸馏器及其蒸馏水。

1) 金属蒸馏器

金属蒸馏器内壁为不锈钢(图 1.3.1)、纯铜、黄铜、青铜,也有镀锡的。金属蒸馏器蒸馏所得水含有微量金属杂质,如含 Cu^{2+} $10\sim 200\text{ mg/L}$;电阻率为 $30\sim 100\text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)(电导率为 $10\sim 33\text{ }\mu\text{S/cm}$),这种蒸馏水的质量劣于三级水的要求,只适用于清洗容器和配制一般试液。

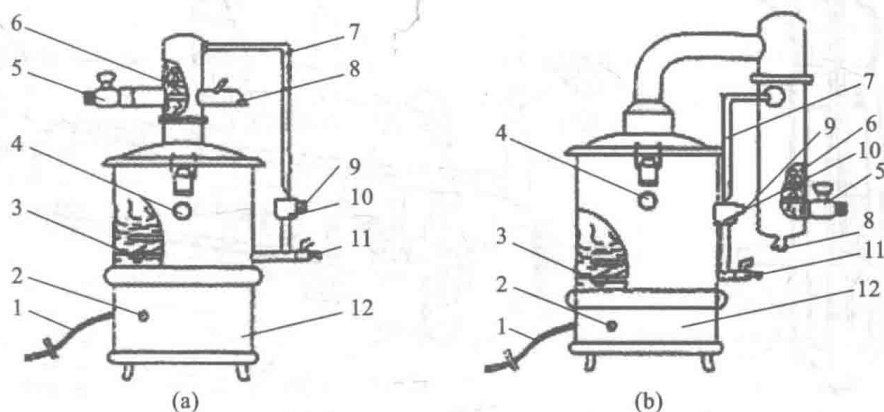


图 1.3.1 两种不同结构的不锈钢蒸馏器

1—电源线;2—工作指示灯;3—加热管;4—水位窗;5—进水阀;6—冷凝管;
7—回水管;8—蒸馏水出口;9—溢水管;10—加水杯;11—放水阀;12—蒸发锅

2) 普通玻璃蒸馏器

普通玻璃蒸馏器由含低碱高硼硅酸盐的硬质玻璃制成,含二氧化硅约 80%,经蒸馏所得的蒸馏水中含痕量金属,如含 Cu^{2+} $5\text{ }\mu\text{g/L}$,还可能有微量玻璃溶出物,如硼、砷等。其电阻率为 $100\sim 200\text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ (电导率为 $5\sim 10\text{ }\mu\text{S/cm}$),适用于配制一般定量分析试液,不宜用于配制分析重金属或痕量非金属的试液。

3) 石英玻璃蒸馏器

石英玻璃蒸馏器所用材料为石英玻璃,石英玻璃含二氧化硅 99.9%以上。所得蒸馏水仅含痕量金属,不含玻璃溶出物。其电阻率为 $200\sim 300\text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ (电导率为 $3\sim 5\text{ }\mu\text{S/cm}$)。特别适用于配制对痕量非金属进行分析的试液。

将两个单级普通玻璃或石英玻璃蒸馏器串联起来,就成为双蒸水器,可以提高蒸馏水的质量,双蒸水器的结构如图 1.3.2 所示。

4) 石英亚沸蒸馏器

石英亚沸蒸馏器是制取高纯水的全封闭石英玻璃仪器,它在保持液相温度低于沸点温度的条件下蒸发冷凝制取高纯水。石英亚沸蒸馏器避免了玻璃杂质的污染,使水在沸点以下缓慢蒸发,不会因沸腾而在蒸汽中夹带水珠,使蒸馏水质量降低,即气液分离完全。因此,所得蒸馏水质量极高,蒸馏水中几乎不含金属杂质(超痕量),为高纯水。该高纯水可用于极谱分析、高效液相色谱、离子电极、原子吸收分析、临床生化、火焰光度计和各种微量及痕量分析。亚沸蒸馏器是由石英制成的自动补液蒸馏装置,其热源功率很小,因此适用于配制除可溶性气体和挥发性物质外的各种物质的痕量分析用试液。亚沸蒸馏器常作为最终的纯水器与其他纯水装置(如离子交换纯水器等)联用,所得高纯水的电阻率可高达 $16\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ (电导率可低至 $0.06\text{ }\mu\text{S/cm}$),要注意保存,一旦接触空气,其电阻率在 5 min 内可降为 $2\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ (电导率迅速升高至 $0.5\text{ }\mu\text{S/cm}$)。

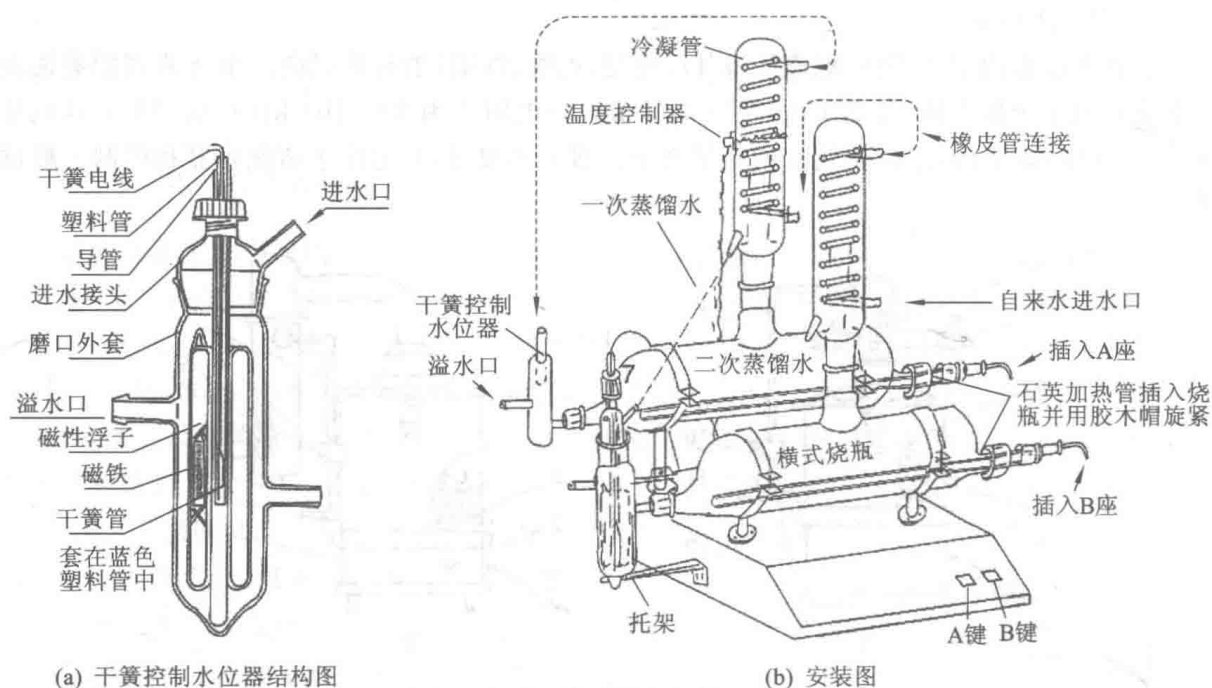


图 1.3.2 双蒸水器的结构示意图

另外,一次蒸馏的效果差,有时需要多次蒸馏。例如,第一次蒸馏时加入几滴硫酸,可以减少蒸馏水中的重金属和氨氮;第二次蒸馏时加少许碱溶液,可以减少蒸馏水中的挥发性酸、酚等物质;第三次蒸馏不加入酸或碱。

2. 离子交换法

以离子交换法制备的水称为去离子水或无离子水。水中不能完全除去有机物和非电解质,因此较适用于配制痕量金属分析用的试液,而不适用于配制有机分析试液。

在实际工作中,常将离子交换法和蒸馏法联用,即将去离子水再蒸馏一次或以蒸馏水代替原水进行离子交换处理,这样就可以得到既无电解质,又无微生物及热原质等杂质的纯水。

3. 电渗析法

采用电渗析法可制取电阻率大于 $2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (电导率小于 $0.5 \mu\text{S}/\text{cm}$) 的纯水。它具有比离子交换法的设备和操作管理简单、不需使用酸碱再生等优点,实用价值较大。其缺点是在水的纯度提高后,水的电导率会逐渐降低,如继续增大电压,就会迫使水分子电离为 H^+ 和 OH^- ,使大量的电耗在水的电离上,水质却提高得很少。目前,也有将电渗析法和离子交换法结合起来制备纯水的方法,即先用电渗析法把水中大量离子除去后,再用离子交换法除去少量离子,这样制得的纯水纯度高,电阻率为 $5 \sim 10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (电导率为 $0.1 \sim 0.2 \mu\text{S}/\text{cm}$),具有不需使用酸碱再生,操作方便的优点,易于设备化,易于搬迁,灵活性大,可以置于生产用水设备旁边,就地取纯水使用。

4. 反渗透法

反渗透法制备纯水的原理是水分子在压力的作用下,通过反渗透膜成为纯水,水中的杂质被反渗透膜截留排出。通过反渗透法所得纯水克服了蒸馏水和去离子水的许多缺点,利用反渗透技术可以有效去除水中的溶解盐、胶体、细菌、病毒、细菌内毒素和大部分有机物等杂质,但反渗透膜的质量对纯水的质量影响很大。反渗透膜的孔径一般为 $1 \sim 10 \text{ nm}$,它能够去除 95% 以上的离子态杂质。

5. 多种方法联合使用制备高纯水和超纯水

高纯水是化学纯度极高的水,是将水中的导电介质几乎全部去除,又将水中不离解的胶体物质、气体和有机物均去除至很低浓度的水。其中杂质的含量小于 0.1 mg/L , 25°C 时电阻率大于 $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (电导率小于 $0.1 \mu\text{S/cm}$), pH 值为 $6.8 \sim 7.0$ 。高纯水相当于《分析实验室用水规格和试验方法》(GB/T 6682—2008)中的一级水。超纯水的要求更高, 25°C 时电阻率大于或接近 $18.3 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的极限值(电导率小于 $0.055 \mu\text{S/cm}$)。

高纯水和超纯水一般采用预处理、反渗透技术、超纯化处理以及后级处理四大步骤,多级过滤、高性能离子交换单元、终端过滤器、紫外灯、TOC 脱除装置等多种处理方法。如图 1.3.3 所示为超纯水制备流程图。

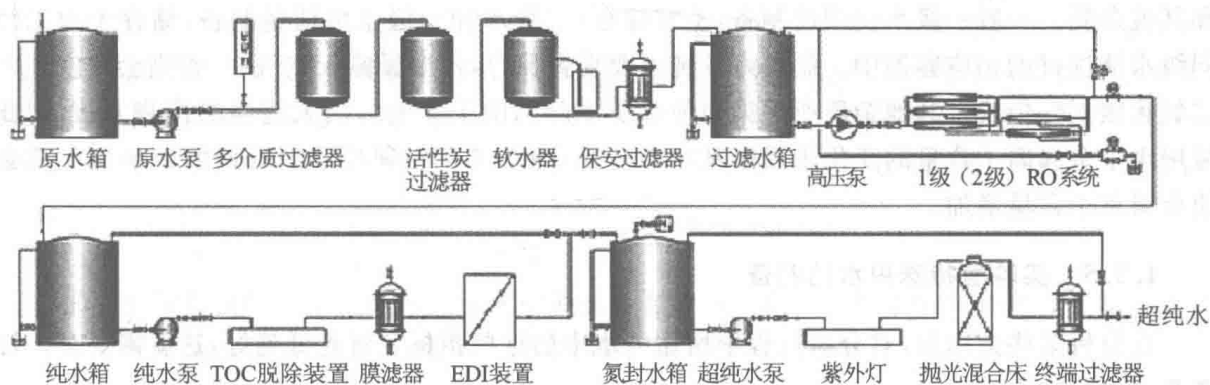


图 1.3.3 超纯水制备流程图

1.3.3 纯水质量的检测

纯水质量的检测方法较多,常用的有电测法和化学分析法两种,有时也用光谱法和极谱法。

1. 电测法

纯水质量的检测最常用的方法是利用电导仪或电导率仪测定水的电阻率或电导率,用于一、二级水测定的电导率仪配备电极常数为 $0.01 \sim 0.1 \text{ cm}^{-1}$ 的电导池,并具有温度自动补偿功能。用于三级水测定的电导率仪配备电极常数为 $0.1 \sim 1 \text{ cm}^{-1}$ 的电导池,具有温度自动补偿功能。在 25°C 时,以电导率仪测得水的电阻率大于 $0.5 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (或电导率不大于 $2.0 \mu\text{S/cm}$) 则为去离子水。

2. 化学分析法

1) 阳离子定性检测

取纯水 10 mL 于试管中,加入 $3 \sim 5$ 滴 pH 值为 10 的氨-氯化铵缓冲溶液,加入少许铬黑 T 粉状指示剂(铬黑 T 与氯化钠的比为 $1:100$, 研磨混匀),搅拌溶解后,若溶液呈天蓝色表示无阳离子存在,若溶液呈紫红色表示有阳离子存在。

2) 氯离子的定性检测

取纯水 10 mL 于试管中,加入 $2 \sim 3$ 滴硝酸溶液($1:1$), $2 \sim 3$ 滴 0.1 mol/L 的硝酸银溶液,混匀,无白色浑浊出现即表示无氯离子存在。

3) 可溶性硅的定性检测

取纯水 10 mL 于试管中,加入 15 滴 1% 钼酸铵溶液,加入 8 滴草酸-硫酸混合酸[4% 草酸

和 4 mol/L 的硫酸($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$),按 1 : 3 的比例混合],摇匀。放置 10 min,加 5 滴 10% 新配制的硫酸亚铁铵溶液,摇匀,若溶液呈蓝色,则表示有可溶性硅,否则,可认为无可溶性硅。

4) 还原性物质的检测

取纯水 100 mL,加稀硫酸(1 : 5)10 mL,煮沸后,加高锰酸钾滴定液 [$c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.02 \text{ mol/L}$] 0.10 mL,再煮沸 10 min,粉红色消失则表示有还原性物质存在。

1.3.4 纯水的储存

各级纯水均可使用密闭的专用聚乙烯容器储存。三级水也可使用密闭的专用玻璃容器储存。各级纯水储存期间,其污染的主要来源是容器材料可溶成分的溶解和空气中的二氧化碳和其他杂质。一般一级水使用前制备,不宜储存;二级水和三级水可适量制备,储存于预先经同级水清洗过的相应容器中。制备好的纯水要妥善保存,不要暴露于空气中,否则会被空气中二氧化碳、氨、尘埃及其他杂质所污染而使水质下降。由于非电解质无适当的检测方法,因此可用水中金属离子含量的变化来观察其污染情况,纯水储存在硬质或涂石蜡的玻璃瓶中都会使金属离子含量增加。

1.3.5 实验室特殊用水的制备

在分析某些指标时,对分析过程中所用纯水中的这些指标含量越低越好,这就需要某些特殊要求的蒸馏水。

1. 无氯水

加入亚硫酸钠等还原剂将自来水中的余氯还原为氯离子,以 DPD(N, N'-二乙基对苯二胺)检测不显色,再用附有缓冲球的全玻璃蒸馏器(以下各项中的蒸馏均同此)进行蒸馏制取。

2. 无氨水

向水中加入硫酸使其 pH 值小于 2,并使水中各种形态的氨或胺最终都变成不挥发的铵盐,再蒸馏,收集馏出液即为无氨水,无氨水的制备应在无氨气的实验室进行。

3. 无亚硝酸盐水

1) 在 1 L 蒸馏水中加 1 mL 浓硫酸,0.2 mL 硫酸锰溶液(36.4 g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶于 100 mL 水中),滴加 0.04% 高锰酸钾溶液至溶液呈红色(1~3 mL),使用硬质玻璃蒸馏器进行再次蒸馏,弃去最初 50 mL 馏出液,收集约 700 mL 的不含锰盐的馏出液,即得无亚硝酸盐水。

2) 在 1 L 蒸馏水中加少许高锰酸钾溶液,使其呈红色,加氢氧化钡(或氢氧化钙)至溶液呈碱性,使用硬质玻璃蒸馏器进行再次蒸馏,弃去最初 50 mL 馏出液,收集约 700 mL 的不含锰盐的馏出液,即得无亚硝酸盐水。

4. 无二氧化碳水

将蒸馏水或去离子水煮沸至少 10 min,或者使水量蒸发 10% 以上,加盖放冷即为无二氧化碳水。或者将惰性气体(如纯氮气等)通入蒸馏水或去离子水至饱和也可得无二氧化碳水。无二氧化碳水应储存于一个附有碱石灰管的用橡皮塞盖严的瓶中。

5. 无砷水

一般蒸馏水或去离子水都能达到基本无砷的要求。应注意避免使用软质玻璃(钠钙玻璃)制成的蒸馏器、树脂管和储水瓶。在进行痕量砷的分析时,必须使用石英蒸馏器或聚乙烯的树