



“十二五”环境科学与工程系列规划教材

主 编◎岳 梅

副主编◎马明海 陈世勇

环境监测实验

ENVIRONMENT

(第2版)



合肥工业大学出版社
HEFEI UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

主 编 李 俊
副主编 李俊梅 陈 明

环境监测实验

ENVIRONMENTAL MONITORING EXPERIMENT

(第2版)



中国环境出版社



“十二五”环境科学与工程系列规划教材

主 编◎岳 梅

副主编◎马明海 陈世勇

环境监测实验

(第2版)



合肥工业大学出版社

封面设计 汪哂秋

环境监测实验(第2版)/岳梅主编. —合肥:合肥工业大学出版社,2014.6
ISBN 978-7-5650-1830-5

I. ①环... II. ①岳... III. ①环境监测-实验 IV. ①X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 102684 号

副主编 马明海 陈世勇

出 版	合肥工业大学出版社	版 次	2012 年 8 月第 1 版
地 址	合肥市屯溪路 193 号	版 次	2014 年 6 月第 2 版
邮 编	230009	印 次	2014 年 7 月第 2 次印刷
电 话	综合编辑部:0551—62903204 市场营销部:0551—62903198	开 本	710 毫米×1010 毫米 1/16
网 址	www.hfutpress.com.cn	印 张	15.5 字 数 304 千字
E-mail	hfutpress@163.com	印 刷	中国科学技术大学印刷厂
		发 行	全国新华书店

主编信箱 13855165692@163.com 责编信箱/热线 zrsg2020@163.com 13965102038

ISBN 978 - 7 - 5650 - 1830 - 5

定价: 35.00 元(含教学光盘 1 张)

如果有影响阅读的印装质量问题,请与出版社市场营销部联系调换

前 言

本教材以近年来各本科院校环境监测课程内容及课时安排为依据，确定编写教材的内容和篇幅，力求具有代表性和实用性。选择编入的实验项目均为常规环境监测项目，同时兼顾学习的监测方法尽量不重复，以便让学生在有限的学习时间里，可以熟悉更多的测定仪器和设备。

本教材根据实验性质不同，共编入基础性实验和综合设计性实验 24 个，由安徽省内几所高校中实验教学经验丰富的老师共同编写：实验一、二、十、十七由安徽科技学院陈世勇执笔，实验三、八、九、十三、十六、二十二由黄山学院马明海执笔，实验四、二十、二十四由蚌埠学院朱兰保执笔，实验五、七、十四、十五、十八、二十三由安徽工业大学钟梅英和戴波执笔，实验六、十一、十二、十九、二十一由合肥学院岳梅和刘盛萍执笔。岳梅教授对全书进行设计、修改、审核和定稿。

本教材兼有实验指导书和工具书的特点，详细介绍了水、空气、土壤和微生物等常规监测指标的取样、预处理、测定方法和测定步骤，对不同环境要素的质量评价及综合性指数的监测布点与数据处理，也选择性地编入和注释了测定过程中常遇到的技术问题。本教材突出应用型本科特点，在每个实验部分都设有技能训练，对相关实验中涉及的关键技术、仪器原理或操作规范和规程等进行详细介绍，有助于学生在实验过程中掌握要点和细点。

本教材在第 1 版的基础上，根据最新的行业标准进行了内容的修订，改正了原书中的个别问题，书后增设了光盘，方便老师、学生和相关人士教学和自学。

本教材适合环境、生物、食品和化工等相关专业的本科生、研究生使用，也可供从事环境监测和食品安全检测部门的专业人士使用和参考。

编 者

2014 年 6 月

目 录

实验一	废水悬浮物和电导率的测定	(001)
实验二	水中六价铬的测定	(010)
实验三	水中化学需氧量 (COD_{Cr}) 的测定	(015)
实验四	水中溶解氧的取样与测定 (碘量法)	(023)
实验五	废水中氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法	(028)
实验六	水中总有机碳 (TOC) 的测定	(033)
实验七	水中总氮、硝酸盐氮和亚硝酸盐氮的测定	(039)
实验八	水中 TP 的测定 钼酸铵分光光度法	(049)
实验九	水中氰化物的测定 异烟酸-吡唑啉酮分光光度法	(056)
实验十	水中石油类的测定	(066)
实验十一	水中细菌总数和大肠菌群数的测定	(075)
实验十二	空气中 TSP 的采样与测定	(084)
实验十三	大气中二氧化硫的采样与测定	(088)
实验十四	大气中二氧化氮的采样与测定	(100)
实验十五	室内空气中甲醛的采样与测定 AHMT 分光光度法	(105)
实验十六	室内空气中苯系物的测定	(110)
实验十七	室内环境空气中氡的取样与测定	(116)
实验十八	环境空气中铅的测定 火焰原子吸收分光光度法	(128)
实验十九	环境噪声监测	(133)
实验二十	土壤中镉的测定 原子吸收分光光度法	(137)
实验二十一	河流监测方案制订及水质评价	(144)
实验二十二	市区空气污染指数 (API) 的监测布点与评价	(152)
实验二十三	室内空气质量监测与评价	(162)
实验二十四	土壤环境质量监测与评价	(169)

附录一 实验室安全规则 (176)

附录二 常用酸碱的浓度（近似值） (181)

附录三 标准滴定溶液的制备 (182)

附录四 生活饮用水卫生标准（GB 5749—2006） (204)

附录五 环境空气质量标准（GB 3095—2012） (211)

附录六 室内空气质量标准（GB 18883—2002） (216)

附录七 城镇污水处理厂污染物排放标准（GB 18918—2002） (221)

附录八 声环境质量标准（GB 3096—2008） (229)

附录九 土壤环境质量标准（GB 15618—1995） (235)

参考文献 (239)

实验一 废水悬浮物和电导率的测定

一、实验提要

废水包括生活污水、工业废水和雨水径流入排水管渠等其他无用水。废水中通常含有大量非水物质（残渣），如各种颗粒物，有机物质，无机酸、碱、盐等。水中残渣分为可滤残渣和不可滤残渣，悬浮物（suspended solids, SS）指不可滤残渣，即无法通过 $0.45\mu\text{m}$ 滤纸或过滤器的有机和无机的固体物质，包括不溶于水中的无机物、有机物及泥沙、黏土、微生物等。悬浮物含量是反映水质污染程度的指标之一，为必测指标。

纯水几乎不导电，但水中溶有离子之后，导电能力增强。水的电导率是反映水导电性能的指标，与水中所含无机酸、碱、盐的量有一定关系。通常，在离子组成相同的情况下，电导率越大，水中离子浓度越高。该指标常用于推测水中离子的总浓度或含盐量。

（一）实验目的

1. 明确水体物理指标对水质评价的意义。
2. 掌握悬浮性固体、电导率的测定原理与方法。

（二）实验原理

1. 悬浮物的测定

水中悬浮物可以用滤器过滤出来，经 $103^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C}$ 烘干、称重，即可计算水中悬浮物的量。

常用的滤器有滤纸、滤膜、石棉坩埚。由于它们的滤孔大小不一，报告结果时应注明。石棉坩埚通常用于过滤酸或碱浓度高的水样。

2. 电导率的测定

将两块平行的极板，放到被测溶液中，在极板的两端加上一定的电势（通常为正弦波电压），然后测量极板间流过的电流。根据欧姆定律和两极板的面积及距离，可计算电阻率，电阻率的倒数即为电导率。图 1-1 为电阻分压式电导仪原理示意图。

电导率仪是测定溶液电导或电导率的专用仪器，由电导池系统和测量仪器组成。根据仪器的测量电导原理不同，电导率仪分为平衡电桥式、电阻分压式、电流测量式、电磁诱导式等类型。电导率仪法检出限为 $1\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C)。

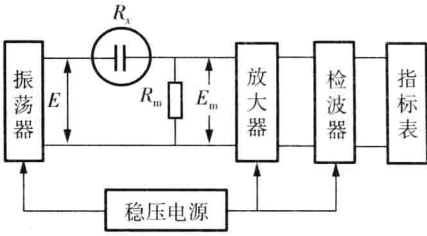


图 1-1 电阻分压式电导仪原理示意图

二、仪器、试剂及材料

(一) 仪器材料

1. 全玻璃微孔滤膜过滤器。
2. CN-CA 滤膜（混合纤维素滤膜），孔径 $0.45\mu\text{m}$ ，直径 60mm。
3. 吸滤瓶、真空泵。
4. 无齿扁嘴镊子。
5. 中速定量滤纸、漏斗。
6. 恒温干燥箱。
7. 电导率仪。

(二) 实验试剂

1. 蒸馏水或同等纯度的水。
2. 0.01mol/L KCl 标准溶液。

三、实验内容

(一) 悬浮物的测定

1. 采样及样品贮存

(1) 采样

所用聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶要用洗涤剂洗净，再依次用自来水和蒸馏水冲洗干净。在采样之前，再用即将采集的水样清洗三次。然后，采集具有代表性的水样 $500\sim 1000\text{ml}$ ，盖严瓶塞。

(2) 样品贮存

采集的水样应尽快分析测定。如需放置，应贮存在 4°C 冷藏箱中，但最长不得超过 7d。

2. 标准测定操作步骤

(1) 滤膜准备

用扁嘴无齿镊子夹取微孔滤膜放于事先恒重的称量瓶里，移入烘箱中于

103℃~105℃烘干 30min 后取出，置干燥器内冷却至室温，称其重量。反复烘干、冷却、称量，直至两次称量的重量差 $\leq 0.2\text{mg}$ 。将恒重的微孔滤膜正确地放在滤膜过滤器的滤膜托盘上，加盖配套的漏斗，并用夹子固定好。以蒸馏水湿润滤膜，并不断吸滤。

(2) 测定

量取充分混合均匀的试样 100ml，抽吸过滤。使水分全部通过滤膜，再以每次 10ml 蒸馏水连续洗涤三次，继续吸滤以除去痕量水分。停止吸滤后，仔细取出载有悬浮物的滤膜放在原恒重的称量瓶里。

移入烘箱中于 103℃~105℃下烘干 1h 后移入干燥器中，使冷却到室温，称其重量。反复烘干、冷却、称量，直至两次称量的重量差 $\leq 0.4\text{mg}$ 为止。

3. 简易测定操作步骤

(1) 将中速定量滤纸在 103℃~105℃烘至恒重。

(2) 剧烈振荡水样，迅速用量筒取 100ml 水样，并使之全部通过滤纸，如悬浮物质太少，可增加取样体积。

(3) 将滤纸及悬浮物在 103℃~105℃下至少烘干 1h，放入干燥器内冷却 30min，称量，并重复烘干、冷却、称量，直至恒重（两次称量之差小于 0.4mg）。

(二) 电导率的测定

1. 按电导率仪的使用要求预热、调试仪器，使其进入正常使用状态。

2. 将一定体积澄清的水样移入 50ml 烧杯中，插入电导电极直接测定，从仪器上读得电导率。（常用电导率仪使用规程附后）

注：测定悬浮物时采用干过滤法获得的滤液亦可直接用于电导率的测定。

四、实验数据整理

(一) 数据记录

测定数据分别填入表 1-1、表 1-2 中。

表 1-1 悬浮物测定实验数据记录表

采样时间：

年 月 日

测试人：

分析 编号	样品名称	样品体积 (ml)	(滤器+悬浮物) 干重 (g)	滤器干重 (g)	悬浮物含量 (mg/L)

表 1-2 电导率测定实验数据记录表

采样时间：		年 月 日		测试人：		
分析编号	样品名称	电极常数	溶液温度（℃）	温度补偿	仪器读数	电导率（μS/cm）

注：若进行了温度补偿操作，则“温度补偿”栏打“√”；若没有，则打“×”。

(二) 计算

1. 悬浮物（SS）含量 c （mg/L）按式（1-1）计算：

$$c \text{ (mg/L)} = \frac{(A-B) \times 10^6}{V} \tag{1-1}$$

式中： A ——悬浮物+滤膜+称量瓶重量（滤纸加残渣质量），g；

B ——滤膜+称量瓶重量（滤纸质量），g；

V ——试样体积，ml。

2. 电导率计算

若所用电极的电极常数为 1，仪器具有温度补偿功能并且进行了温度补偿操作，则测定时仪器读数即为 25℃时溶液的电导率，无需计算。若电极常数不是 1，则测定结果需要计算。

溶液电导率按下式计算：

$$\text{电导率} = \text{电导率仪读数} \times \text{电极常数}$$

温度不是 25℃，则还需要换算成 25℃下的电导率（标准电导率）。实测电导率可按式（1-2）换算成溶液标准电导率：

$$K_T = \frac{K_{T'}}{1 + \alpha (T - T')} \tag{1-2}$$

式中： T' ——参考温度（25℃）；

T ——测量时水样温度；

K ——电导率；

α ——温度补偿系数，一般约为 2%/℃。

五、实验前应准备的问题

(一) 悬浮物的测定

- 1. 漂浮或浸没的不均匀固体物质不属于悬浮物质，应从水样中除去。
- 2. 样品贮存，不能加入任何保护剂，以防止破坏物质在固、液间的分配平衡。
- 3. 滤膜上截留过多的悬浮物可能夹带过多的水分，除延长干燥时间外，还

可能造成过滤困难。遇此情况，可酌情少取试样。滤膜上悬浮物过少，则会增大称量误差，影响测定精度，必要时，可增大试样体积。一般以 5~10mg 悬浮物量作为量取试样体积的实用范围。

(二) 电导率的测定

1. 对未知电导池常数的电极（或需要校正电导池常数时），可用该电极测定已知电导率的氯化钾标准溶液（25℃±5℃）的电导，然后按所测结果算出该电极的电导池常数。为了减少误差，应当选用电导率与待测水样相近的氯化钾标准溶液进行标定。电极常数具体测定方法如下：

(1) 参比溶液法：先清洗电极，然后将电极插入标准溶液中（已知电导率值为 K ），控制溶液的温度为 25℃±0.1℃。仪器测出标准溶液的电导值为 K_1 ，按公式 $J_1=K/K_1$ ，即可得出电极常数 J_1 。

(2) 比较法：用一已知常数 J 的电极和未知常数 J_1 的电极测量同一溶液的电导率，分别测出的电导率为 K 和 K_1 ，按公式 $J_1/J=K/K_1$ ，即可得出电极常数 $J_1=J\times K/K_1$ 。

测定电极常数的 KCl 标准浓度见表 1-3 所列。

表 1-3 测定电极常数的 KCl 标准浓度

电极常数 (1/cm)	0.01	0.1	1	10
KCl 近似浓度 (mol/L)	0.001	0.001	0.01	0.1 或 1

注：KCl 应使用一级试剂，并且在 110℃ 烘干箱中烘制 4h，取出在干燥器中冷却后方可称量。

KCl 校准浓度及其电导率值见表 1-4 所列。

表 1-4 KCl 校准浓度及其电导率值

电导率 (S/cm) 浓度 (mol/L) 温度 (℃)	1	0.1	0.01	0.001
15	0.09212	0.010455	0.0011414	0.0001185
18	0.09780	0.011163	0.0012200	0.0001267
20	0.10170	0.011644	0.0012737	0.0001322
25	0.11131	0.012852	0.0014083	0.0001465
35	0.13110	0.015351	0.0016876	0.0001765

注：1：20℃下每升溶液中 KCl 为 74.2460g；
0.1：20℃下每升溶液中 KCl 为 7.4365g；
0.01：20℃下每升溶液中 KCl 为 0.7440g；
0.001：20℃下将 100ml 的 0.01mol/L 溶液稀释至 1L。

2. 水样采集后应尽快测定,并且测定时水样应保持澄清,如含有粗大悬浮物质、油和脂,干扰测定,应过滤或萃取除去。

3. 使用中如发现电极的铂黑脱落或读数不正常,则需按下述步骤重新镀铂黑或更换电极。先将电极浸入王水中电解数分钟,每分钟改变电流方向一次,使铂黑溶解,待铂片恢复光亮后,用温热的铬酸洗液或盐酸(1+1)浸洗,再用自来水和去离子水冲洗干净。然后将电极浸入氯铂酸-乙酸铅溶液[分别称取1g氯铂酸($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)和0.012g乙酸铅($[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$)于烧杯中,用100ml去离子水溶解,搅匀,贮于棕色瓶中]中,以1.5V干电池为电解电源,电流强度应只允许产生少量气泡,每5min改变电流一次,直到镀上一层均匀的铂黑为止。电极用去离子水洗净,并用滤纸吸干表面水分,装入盒内保存备用。

六、实验技能训练——数据记录及有效数字读取

(一) 原始数据记录方法

1. 水和污水现场监测采样、样品保存、样品传输、样品交接、样品处理和实验室分析的原始记录是监测工作的重要凭证,应在记录表格或专用记录本上按规定格式,对各栏目认真填写。原始记录表(本)应有统一编号,个人不得擅自销毁,用毕按期归档保存。

2. 原始记录使用墨水笔或档案用圆珠笔书写,做到字迹端正、清晰。如原始记录上数据有误而要改正时,应在错误的数字上划以斜线;如需改正的数据成片,亦可将其画以框线,并添加“作废”两字,再在错误数据的上方写上正确的数字,并在右下方签名(或盖章)。不得在原始记录上涂改或撕页。

3. 监测人员必须具有严肃认真的工作态度,对各项记录负责,及时记录,不得以回忆方式填写。

4. 每次报出数据前,原始记录上必须有测试人和校核人签名。

5. 站内外其他人员查阅原始记录时,需经有关领导批准。

6. 原始记录不得在非监测场合随身携带,不得随意复制、外借。

(二) 测量数据的有效数字读取

1. 有效数字用于表示测量数字的有效意义。指测量中实际能测得的数字,由有效数字构成的数值,其倒数第二位以上的数字应是可靠的(确定的),只有末位数是可疑的(不确定的)。对有效数字的位数不能任意增删。

2. 由有效数字构成的测定值必然是近似值,因此,测定值的运算应按近似计算规则进行。

3. 数字“0”,当它用于指小数点的位置,而与测量的准确度无关时,不是

有效数字；当它用于表示与测量准确程度有关的数值大小时，即为有效数字。这与“0”在数值中的位置有关。

4. 一个分析结果的有效数字的位数，主要取决于原始数据的正确记录和数值的正确计算。在记录测量值时，要同时考虑到计量器具的精密度和准确度，以及测量仪器本身的读数误差。对检定合格的计量器具，有效位数可以记录到最小分度值，最多保留一位不确定数字（估计值）。

以实验室最常用的计量器具为例：

(1) 用天平（最小分度值为 0.1mg）进行称量时，有效数字可以记录到小数点后面第四位，如 1.2235g，此时有效数字为五位；称取 0.9452g，则为四位。

(2) 用玻璃量器量取体积的有效数字位数是根据量器的容量允许差和读数误差来确定的。如单标线 A 级 50ml 容量瓶，准确容积为 50.00ml；单标线 A 级 10ml 移液管，准确容积为 10.00ml，有效数字均为四位；用分度移液管或滴定管，其读数的有效数字可达到其最小分度后一位，保留一位不确定数字。

(3) 分光光度计最小分度值为 0.005，因此，吸光度一般可记到小数点后第三位，有效数字位数最多只有三位。本次使用的电导率仪的最小分度值是 0.1。

(4) 带有计算机处理系统的分析仪器，往往根据计算机自身的设定，打印或显示结果，可以有很多位数，但这并不增加仪器的精度和可读的有效位数。

(5) 在一系列操作中，使用多种计量仪器时，有效数字以最少的一种计量仪器的位数表示。

5. 表示精密度的有效数字根据分析方法和待测物的浓度不同，一般只取 1~2 位有效数字。

6. 分析结果有效数字所能达到的位数不能超过方法最低检出浓度的有效位数所能达到的位数。例如，一个方法的最低检出浓度为 0.02mg/L，则分析结果报 0.088mg/L 就不合理，应报 0.09mg/L。

7. 以一元线性回归方程计算时，校准曲线斜率 b 的有效位数，应与自变量 x_i 的有效数字位数相等，或最多比 x_i 多保留一位。截距 a 的最后一位数，则和因变量 y_i 数值的最后一位取齐，或最多比 y_i 多保留一位数。

8. 在数值计算中，当有效数字位数确定之后，其余数字应按修约规则一律舍去。

9. 在数值计算中，某些倍数、分数、不连续物理量的数值，以及不经测量而完全根据理论计算或定义得到的数值，其有效数字的位数可视为无限。这类数值在计算中需要几位就定几位。

七、建议教学时数：3 学时

思考题

1. 废水中悬浮物和电导率的测定有何意义?
2. 电导率测定前, 水样是否需要处理, 为什么?
3. 本次使用的电导率仪有效数字位数是几位?

附：雷磁 DDS—307 型电导率仪

(一) 仪器结构 (图 1-2)

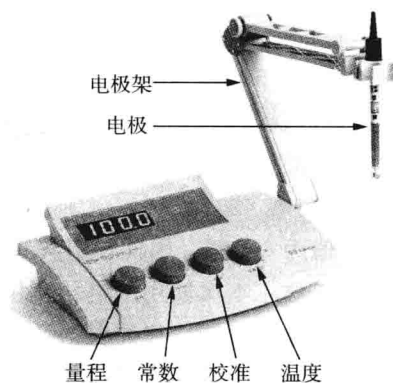


图 1-2 电导率仪 (雷磁 DDS—307 型)

(二) 性能指标

仪器级别：1.0 级

1. 测量范围：0.00 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ~ 100 mS/cm 。
2. 基本误差： $\pm 0.5\% \text{FS}$ 。
3. 稳定性：($\pm 0.33\% \text{FS} \pm 1$ 个字) / 3h。
4. 温度补偿范围：手动 (15.0 ~ 35.0) $^{\circ}\text{C}$ 。
5. 温度补偿系数：2%。
6. 电源：AC (220 $\pm$ 22) V；(50 $\pm$ 1) Hz。
7. 外形尺寸 (mm)：290 $\times$ 210 $\times$ 95。
8. 仪器重量：1.5 kg。
9. 机箱外形编号：WXS—A000—1。

(三) 使用方法

1. 开机：按下电源开关，预热 30 min。
2. 校准：将“量程”开关旋钮指向“检查”，“常数”补偿调节旋钮指向

“1” 刻度线，“温度” 补偿调节旋钮指向“25” 刻度线，调节“校准” 调节旋钮，使仪器显示 $100.0\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

3. 测量

- (1) 调节“常数” 补偿旋钮使显示值与电极上所标常数值一致；
- (2) 调节“温度” 补偿旋钮至待测溶液实际温度值；
- (3) 调节“量程” 开关至显示器有读数，若显示值熄灭表示量程太小；
- (4) 先用蒸馏水清洗电极，滤纸吸干，再用被测溶液清洗一次，把电极浸入被测溶液中，用玻璃棒搅拌溶液，使溶液均匀，读出溶液的电导率值。

4. 结束：用蒸馏水清洗电极；关机。

实验二 水中六价铬的测定

一、实验提要

水中的铬有三价、六价两种价态，含铬的污染源主要来源于电镀、冶炼、制革、纺织、制药等工业废水。自然中的铬常以元素或三价状态存在。

铬通过在生物体内蓄积对生物健康产生危害。三价铬和六价铬对人体健康都有害，一般认为，六价铬的毒性更强，更易为人体吸收而且可在体内蓄积。用含铬的水灌溉农作物，铬可富集于果实中。

铬的测定可采用比色法、原子吸收分光光度法和滴定法。水样中铬含量较高时，可使用硫酸亚铁铵滴定法测定其含量。受轻度污染的地面水中的六价铬，可直接用比色法测定，污水和含有机物的水样可使用氧化比色法测定总铬含量。

本次实验所学习的二苯碳酰二肼比色法是水及废水例行分析中铬测定的常用方法。

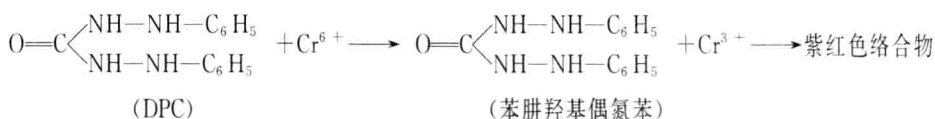
(一) 实验目的

1. 了解水中铬的来源及测定水中铬的意义。
2. 掌握二苯碳酰二肼分光光度法测定铬的基本原理和方法。

(二) 实验原理

比色法测定水中铬常用显色剂为二苯碳酰二肼。使用二苯碳酰二肼比色法测定铬时，可直接比色测定六价铬，如果先将三价铬氧化成六价铬后再测定就可以测得水中的总铬。

酸性溶液中，六价铬与二苯碳酰二肼(DPC)反应生成紫红色产物使溶液呈现紫红色，在一定浓度范围内，颜色深浅与溶液中铬的浓度呈正相关，可用分光光度法测定。



本方法的最低检出质量浓度为 0.004mg/L 铬，使用 1cm 比色皿，测定上限为 1mg/L 铬。