



环境

HUANJING

GONGCHENG SHIYAN

工程实验

银玉容 朱能武 主编



华南理工大学出版社
SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

环境工程实验

银玉容 朱能武 主编



华南理工大学出版社
SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

· 广州 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

环境工程实验/银玉容, 朱能武主编. —广州: 华南理工大学出版社, 2014. 5
ISBN 978 - 7 - 5623 - 4251 - 9

I. ①环… II. ①银… ②朱… III. 环境工程 - 实验 - 高等学校 - 教材
IV. ①X5 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 110516 号

环境工程实验

银玉容 朱能武 主编

出版人: 韩中伟

出版发行: 华南理工大学出版社

(广州五山华南理工大学 17 号楼, 邮编 510640)

<http://www.scutpress.com.cn> E-mail: scutc13@scut.edu.cn

营销部电话: 020 - 87113487 87111048 (传真)

责任编辑: 张 媛 潘宜玲

印刷者: 广州市新怡印务有限公司

开 本: 787mm × 1092mm 1/16 印张: 14.5 字数: 345 千

版 次: 2014 年 5 月第 1 版 2014 年 5 月第 1 次印刷

印 数: 1 ~ 1 000 册

定 价: 30.00 元

版权所有 盗版必究 印装差错 负责调换

前 言

环境工程专业是一个涉及理学和工学的多学科交叉新兴专业，该专业的实践教学环节在大学本科教学中占有十分重要的地位。《环境工程实验》以教育部环境工程教学指导委员会制定的基本教学要求为指导，为环境工程专业的实验教学而编写。教材根据教学内容和学科发展的需要，将环境监测实验、水处理技术实验、水污染控制实验、固体废物处理实验、大气污染控制实验和环境微生物实验等进行整合编写而成。

本教材分为五部分，第一部分是水质监测及水污染控制实验，第二部分是大气污染监测及控制实验，第三部分是固体环境样品污染监测及固体废物处理实验，第四部分是物理污染监测，第五部分是环境微生物和分子生物学实验。

本教材可作为高等学校环境工程及相关专业的实验教材，为实践教学提供较为系统的教学参考，也可供相关领域的技术人员参考。参加本教材编写工作的有银玉容、朱能武、史伟、施召才、马伟文等老师。

由于编者的水平有限，对本书中存在的缺点和错误，恳请读者批评指正。

编 者
2013年12月

目 录

第一部分 水质监测及水污染控制实验	(1)
实验 1 水的物理性质的监测	(1)
实验 2 碘量法测定水中溶解氧	(3)
实验 3 生物化学需氧量的测定	(5)
实验 4 化学需氧量的测定	(8)
实验 5 混凝实验	(11)
实验 6 总磷的测定	(18)
实验 7 水中氨氮、亚硝酸盐氮和硝酸盐氮的测定	(21)
实验 8 水中铬的测定	(26)
实验 9 水中挥发酚的测定	(29)
实验 10 活性污泥性质的测定	(33)
实验 11 污泥比阻的测定	(34)
实验 12 废水可生化性实验	(38)
实验 13 曝气设备充氧能力测定实验	(40)
实验 14 膜法水处理实验	(44)
实验 15 气浮实验	(46)
实验 16 酸性废水过滤中和及吹脱实验	(48)
实验 17 电渗析实验	(51)
实验 18 SBR 法水处理工艺	(54)
实验 19 接触氧化池	(57)
实验 20 颗粒自由沉降实验	(60)
实验 21 成层沉淀实验	(63)
实验 22 絮凝沉淀实验	(67)
实验 23 普通快滤池	(71)
实验 24 虹吸滤池	(72)
实验 25 V 型滤池	(74)
实验 26 机械反应斜板(斜管)沉淀池	(77)
实验 27 平流式沉淀池	(79)
实验 28 竖流式沉淀池	(82)
第二部分 大气污染监测及控制实验	(85)
实验 29 总悬浮颗粒物(TSP)的测定	(85)
实验 30 大气中氮氧化物的测定	(87)
实验 31 大气中二氧化硫的测定	(90)

实验 32	大气中甲醛的测定	(95)
实验 33	模拟有机废气的催化净化	(101)
实验 34	吸附法废气处理	(104)
实验 35	碱液吸收法测 SO ₂	(107)
实验 36	数据采集旋风除尘装置	(110)
实验 37	数据采集板式静电除尘装置	(112)
实验 38	数据采集机械振打袋式除尘装置	(114)
第三部分	固体环境样品污染监测及固体废物处理实验	(116)
实验 39	土壤有机质含量测定	(116)
实验 40	土壤和茶叶中铜和锌的含量	(118)
实验 41	土壤中农药残留量的测定	(120)
实验 42	固体废物的采样和制样	(123)
实验 43	固体废物化学性质测定实验	(127)
实验 44	厨房垃圾好氧堆肥化处理实验	(129)
实验 45	废塑料的热分解	(133)
实验 46	有机固体废物热值测定	(135)
第四部分	物理污染监测	(137)
实验 47	环境噪声监测	(137)
实验 48	城市区域环境振动的测量	(140)
第五部分	环境微生物和分子生物学实验	(146)
实验 49	培养基的制备和灭菌	(146)
实验 50	显微镜的使用及微生物基本形态的观察	(150)
实验 51	微生物的分离、接种及培养方法	(156)
实验 52	水中细菌菌落数和大肠菌群数的测定	(160)
实验 53	微生物生理生化实验	(167)
实验 54	苯酚降解菌的驯化与分离	(172)
实验 55	质粒 DNA 的提取、纯化与鉴定	(174)
实验 56	聚合酶链式反应 (PCR) 扩增 DNA 片段实验	(179)
附 录		(182)
附录一	仪器使用说明	(182)
附录二	常用环境标准及常用试剂的配制	(194)
附录三	水体监测布点及样品采集和保存	(200)
附录四	气体监测布点及样品采集和保存	(208)
附录五	室内空气监测布点及样品采集和保存	(214)
附录六	土壤环境监测布点及样品采集和保存	(217)
参考文献		(224)

第一部分 水质监测及水污染控制实验

实验 1 水的物理性质的监测

一、实验目的

- (1) 了解色度、浊度、透明度、pH、电导率、悬浮物的基本概念。
- (2) 掌握色度、浊度、透明度、pH、电导率、悬浮物的测定方法。

二、实验原理

(1) 透明度：是指水样的澄清程度。采用十字法测定，其原理是根据检验人员的视力观察水样的澄清程度，一般记录能清楚地见到放在透明度计底部画有宽度为 1mm 的黑色十字而看不见 4 个点时的水柱的高度，单位为 cm。

(2) 悬浮物 (SS)：水样通过孔径为 $0.45\mu\text{m}$ 的滤膜或中速定量滤纸，截留在滤膜上并在 $103 \sim 105^\circ\text{C}$ 烘干至恒重的固体物质。

(3) 电导率：表示溶液导电能力的指标。常用于间接推测水中离子成分的总浓度，单位为 $\mu\text{s}/\text{cm}$ 。用电导率仪测定。

(4) 色度：水的颜色深浅。水质分析中所表示的颜色就是指水的真实颜色。因此在测定水的色度前，水样需要先澄清或经离心机分离或经 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤除去悬浮物，但不能用滤纸过滤，因为滤纸能吸附部分颜色。水的真实颜色仅指溶解物质产生的颜色，又称“真色”。

测定水的色度有两种方法：一是铂钴比色法，该法适用于清洁水、轻度污染并略带黄色的水，比较清洁的地面水、地下水和饮用水等。二是稀释倍数法，该法适用于污染较严重的地面水和工业废水。两种方法应独立使用，一般没有可比性。

(5) 浊度：表示水中悬浮物对光线通过时所发生的阻碍程度。它与水样中存在的颗粒物的含量、粒径大小、形状及颗粒表面对光的散射特性等有关。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和胶体物质都可使水体浊度增加。本次实验以硫酸肼和六次甲基四胺的聚合物作为浊度标准液，用浊度仪测定浊度。

(6) pH：是溶液中 H^+ 活度的负对数，是水化学中常用的和最重要的检验项目之一。天然水的 pH 多在 $6 \sim 9$ 范围内，这也是我国污水排放标准中的 pH 控制范围。通常采用玻璃电极法测定 pH。

三、实验仪器和试剂

pH 计、2100P 浊度仪、电导率仪、抽滤装置、透明度计、50mL 比色管等。

四、实验步骤

1. 色度的测定

(1) 将水样倒入 250mL 或体积更大的量筒中，静置 15min，取上层液体作为试样待测。

(2) 取 1 支 50mL 比色管，加入纯水至 50mL 标线，作为色度空白对比液。然后取适量试样于另 1 支 50mL 比色管中，加纯水至 50mL 标线。将上述 2 支比色管并排斜放于白色纸上，使光线经比色管底部反射通过液柱进入观察者眼睛，观察 2 支比色管内液体的颜色深浅。

(3) 若观察到装有试样的比色管中液体颜色较深，则取此比色管中 25mL 的液体倒入另 1 支比色管，再加纯水至标线，再与空白对比液进行对比。如此类推，直到将试样稀释至刚好与光学纯水无法区别为止，记下此时的稀释倍数。

(4) 若试样的色度较大，先用容量瓶进行稀释，把色度稀释至低于 50 倍时，再用比色管进行稀释。

(5) 试样或经稀释试样色度很低时，应用量筒量取适量的试样或经稀释后的试样置于比色管中，再用纯水稀释至标线，然后与空白对比液比较颜色深浅。

(6) 将逐级稀释的各次倍数相乘（最后一次的稀释倍数一般都小于 2），所得之积取整数，以此来表示样品的色度。

2. 透明度的测定

(1) 将水样倒入透明度计内。

(2) 松开弹簧夹，观察水样，直到明显见到黑色十字线而又看不见 4 个黑点为止，记下液面高度（cm）。

3. 悬浮物（SS）的测定

(1) 安装抽滤装置。用胶管连接好抽气口和抽滤瓶，将布氏漏斗安放在抽滤瓶上。

(2) 将恒重好的滤纸称重并记下滤纸重量，然后将滤纸折好放在布氏漏斗中，用蒸馏水润湿滤纸，使其紧贴漏斗。

(3) 取一定体积的均匀水样，倒入漏斗中抽滤。抽至将干时，每次用蒸馏水 10mL 连续洗涤三次，继续抽滤至干。

(4) 取出载有悬浮物的滤纸，放在用纯水清洗干净的培养皿上，移入烘箱中于 103 ~ 105℃ 烘干至恒重。称量时，把培养皿盖上，用减重法称量，算出悬浮物的重量。

五、实验结果

把计算好的实验结果填入表 1 中。

表1 数据记录统计表

	色度	透明度/cm	浊度/NTU	pH	电导率/ ($\mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$)	SS/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
水样 1						
水样 2						
水样 3						
水样 4						
水样 5						

实验2 碘量法测定水中溶解氧

一、实验目的

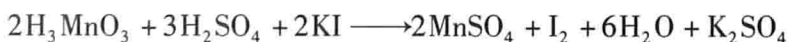
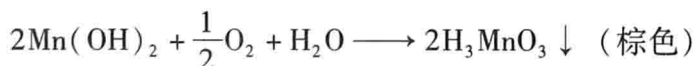
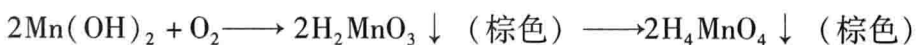
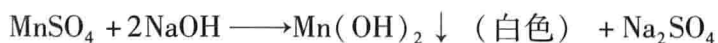
- (1) 了解测定溶解氧的意义和方法。
- (2) 掌握碘量法测定溶解氧的操作技术。

二、实验原理

溶于水中的氧称为溶解氧，当水体受到还原性物质污染时，溶解氧下降；而有藻类繁殖时，溶解氧呈过饱和。因此，水体中溶解氧的变化情况，在一定程度上反映了水体受污染的程度。

碘量法测定溶解氧的依据是利用氧的氧化性，在碱性环境中将低价锰氧化成高价锰，生成四价锰的氢氧化物沉淀。加酸后，氢氧化物沉淀溶解并与碘离子反应释出游离碘，以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定释出的碘，可计算溶解氧的含量。

反应按下列各式进行：



根据硫代硫酸钠的用量，可计算出水中溶解氧的含量。

三、实验试剂

- (1) 具塞碘量瓶、溶氧瓶 (250mL 或 300mL)。
- (2) 硫酸锰溶液：480g 硫酸锰 ($\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 溶解后，稀释为 1L，若有不溶物，应过滤。

(3) 碱性碘化钾溶液：500g 氢氧化钠溶解于 400mL 水中，150g 碘化钾溶解于 200mL 水中，待氢氧化钠溶液冷却后，将两溶液混匀，用水稀释至 1000mL，储于塑料瓶中，用黑纸包裹避光。

(4) (1+1) 硫酸。(1+1，指 1 体积硫酸加入 1 体积水中，以下的表示方法同)

(5) 3mol/L 硫酸溶液，即约为 (1+5) 的硫酸。

(6) 0.01g/mL 淀粉溶液：称取 1g 可溶性淀粉，用少量水调成糊状，再用刚煮沸的水稀释至 100mL (也可加热 1~2min)。冷却后加入 0.1g 水杨酸或 0.4g 氧化锌防腐。

(7) 0.025mol/L 重铬酸钾标准溶液：称取 7.3548g 在 105~110℃ 烘干 2h 后的重铬酸钾，溶解后转入 1000mL 容量瓶内，用水稀释至刻度、摇匀。

(8) 0.025mol/L 硫代硫酸钠溶液：称取 6.2g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，溶于经煮沸冷却的水中，加入 0.2g 无水碳酸钠，稀释至 1000mL，储于棕色试剂瓶内，使用前用 0.025mol/L 重铬酸钾溶液标定。标定方法如下：

在 250mL 碘量瓶中加入 100mL 水、1.0g 碘化钾、5.00mL 0.0250mol/L 重铬酸钾溶液和 5mL 3mol/L (1+5) 硫酸，摇匀，加塞后置于暗处 5min，用待标定的硫代硫酸钠溶液滴定至浅黄色，然后加入 0.01g/mL 淀粉溶液 1.0mL，继续滴定至蓝色刚好消失，记录用量。平行做 3 份。

硫代硫酸钠溶液的浓度 c_1 为

$$c_1 = \frac{6 \times c_2 \times V_2}{V_1}$$

式中 c_2 ——重铬酸钾标准溶液的物质的量浓度；

V_1 ——消耗的硫代硫酸钠溶液的体积；

V_2 ——重铬酸钾标准溶液的体积。

四、实验步骤

(1) 将洗净的 250mL 溶氧瓶用待测水样荡洗 3 次。用虹吸法取水样注满溶氧瓶，迅速盖紧瓶盖，瓶中不能留有气泡。平行做 3 份水样。

(2) 取下瓶塞，分别加入 MnSO_4 溶液 1mL 和碱性碘化钾溶液 2mL (加溶液时，移液管顶端应插入液面以下)。盖上瓶塞，注意瓶内不能留有气泡，然后将碘量瓶反复摇动数次，静置，当沉淀物下降至瓶高一半时，再颠倒摇动一次。继续静置，待沉淀物下降至瓶底后，轻启瓶塞，加入 2mL (1+1) H_2SO_4 (移液管插入液面以下)。小心盖好瓶塞，颠倒摇匀。此时沉淀应溶解，若溶解不完全，可再加入少量浓硫酸至溶液澄清且呈黄色或棕色 (因析出游离碘)，置于暗处 5min。

(3) 从每个溶氧瓶内取出 2 份 100mL 水样，分别置于 2 个 250mL 碘量瓶中，用硫代硫酸钠溶液滴定。当溶液呈微黄色时，加入 0.01g/mL 淀粉溶液 1mL，继续滴定至蓝色刚好消失为止，记录用量。

五、数据处理

$$\text{溶解氧质量浓度 (mg/L)} = \frac{c_1}{2} \times V_1 \times 16 \times 1000$$

式中 c_1 ——硫代硫酸钠溶液的浓度；

V_1 ——消耗的硫代硫酸钠溶液的体积。

六、注意事项

(1) 水样呈强酸或强碱性时，可用氢氧化钠或盐酸溶液调至中性后测定。

(2) 水样中游离氯大于 0.1mg/L 时，应先加入硫代硫酸钠除去，方法如下：

取 250mL 的溶氧瓶装满水样，加入 5mL 3mol/L 硫酸和 1g 碘化钾，摇匀，此时应有碘析出，吸取 100mL 该溶液于一个 250mL 碘量瓶中，用硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色，加入 0.01g/mL 淀粉溶液 1mL，再滴定至蓝色刚好消失。根据计算得到的氯离子浓度，向待测水样中加入一定量的硫代硫酸钠溶液，以消除游离氯的影响。

(3) 水样采集后，应加入硫酸锰和碱性碘化钾溶液以固定溶解氧，当水样含有藻类、悬浮物、氧化还原性物质时，必须进行预处理。

实验 3 生物化学需氧量的测定

一、实验目的

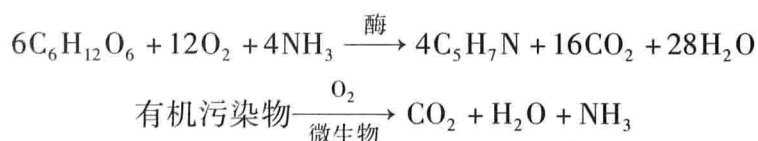
(1) 了解 BOD 测定的意义及稀释法测定 BOD 的基本原理。

(2) 掌握本方法的操作技能，如稀释水的制备、稀释倍数的选择、稀释水的校核和溶解氧的测定等。

二、实验原理

生物化学需氧量是指在好氧条件下，微生物分解有机物质的生物化学过程中所需要的溶解氧量。

根据参加反应的物质和最终生成的物质，可用下列的反应式来概括生物化学反应过程：



微生物分解有机物是一个缓慢的过程，要把可分解的有机物全部分解掉通常需要 20d 以上的时间，微生物的活动与温度有关，所以测定生化需氧量时，常以 20℃ 作为测定的标准温度。一般来说，在第 5d 消耗的氧量大约是总需氧量的 70%，为便于测定，

目前国内外普遍采用 20℃ 培养 5d 所需要的氧作为指标, 以氧的 mg/L 表示, 简称 BOD₅。

水体发生生物化学过程必须具备的条件有:

(1) 水体中存在能降解有机物的好氧微生物。对易降解的有机物, 如碳水化合物、脂肪酸、油脂等, 一般微生物均能将其降解。而硝基或磺酸基取代芳烃等, 则必须进行生物菌种驯化。

(2) 有足够的溶解氧。为此, 实验用的稀释水要充分曝气以达到氧的饱和或接近饱和。稀释还可以降低水中有机污染物的浓度, 使整个分解过程在有足够的溶解氧的条件下进行。

(3) 有微生物生长所需的营养物质。必须加入一定量的无机营养物质, 如磷酸盐、钙盐、镁盐和铁盐等。

稀释法测定 BOD₅是将水样经过适当稀释后, 使其中含有足够的溶解氧供微生物和生化需氧的要求, 将此水样分成两份。一份测定培养前的溶解氧; 另一份放入 20℃ 恒温箱内培养 5d 后测定溶解氧, 两者的差值即为 BOD₅。

水中有机污染物的含量越高, 水中溶解氧消耗愈多, BOD 值也愈高, 水质愈差。BOD 是一种量度水中可被生物降解部分有机物 (包括某些无机物) 的综合指标, 常用来评价水体有机物的污染程度, 并已成为污水处理过程中的一项基本指标。

三、实验仪器与试剂

- (1) 恒温培养箱 (20℃ ± 1℃)。
- (2) 抽气泵 (或无油压缩泵)。
- (3) 20L 细口玻璃瓶。
- (4) 特制搅拌棒。在玻璃棒下端装一个 2mm 厚, 大小和量筒相匹配的有孔橡皮片。
- (5) 250 ~ 300mL 溶氧瓶。
- (6) 氯化钙溶液: 称取 27.5g 无水氯化钙, 溶于水中, 稀释至 1L。
- (7) 三氯化铁溶液: 称取 0.25g 三氯化铁 (FeCl₃ · 6H₂O), 溶于水中, 稀释至 1L。
- (8) 硫酸镁溶液: 称取 22.5g 硫酸镁 (MgSO₄ · 7H₂O), 溶于水中, 稀释至 1L。
- (9) 磷酸盐溶液: 称取 8.5g 磷酸二氢钾 (KH₂PO₄)、21.75g 磷酸氢二钾 (K₂HPO₄)、33.4g 磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄ · 7H₂O) 和 1.7g 氯化铵 (NH₄Cl), 溶于水中, 稀释至 1L, 此溶液的 pH 应为 7.2。
- (10) 葡萄糖 - 谷氨酸溶液: 分别称取 150mg 葡萄糖和谷氨酸 (均于 130℃ 烘过 1h), 溶于水中, 稀释至 1L。
- (11) 1mol/L 盐酸溶液。
- (12) 1mol/L 氢氧化钠溶液。
- (13) 稀释水: 在 20L 玻璃瓶内加入 18L 水, 用抽气泵或无油压缩机通入清洁空气 2 ~ 8h, 使水中溶解氧饱和或接近饱和 (20℃ 时溶解氧大于 8mg/L)。使用前, 每升水中加入上述氯化钙溶液、三氯化铁溶液、硫酸镁溶液和磷酸盐溶液各 1mL, 混匀。稀释水 pH 应为 7.2, BOD₅值应小于 0.2mg/L。

(14) 接种稀释水：取适量生活污水于 20℃ 放置 24 ~ 36h，上层清液即为接种液，每升稀释水中加入 1 ~ 3mL 接种液，即为接种稀释水。对某些特殊工业废水最好加入专门培养驯化过的菌种。

(15) 硫酸锰溶液：称取 480g $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 溶于 1000mL 水中，若有不溶物，应过滤。

(16) 碱性碘化钾溶液：称取 500g 氢氧化钠溶于 300 ~ 400mL 水中，另取 150g 碘化钾溶于 200mL 水中，待氢氧化钠溶液冷却后，将两种溶液混合，稀释至 1000mL，储于塑料瓶内，用黑纸包裹避光。

(17) 浓硫酸。

(18) 0.025mol/L 硫代硫酸钠标准溶液（配制方法见溶解氧的测定）。

(19) 0.01g/mL 淀粉溶液。

四、实验步骤

1. 水样的采集、储存和预处理

(1) 采集水样于适当大小的玻璃瓶中（根据水质情况而定），用玻璃塞塞紧，且不留气泡。采样后，需在 2h 内测定；否则，应在 4℃ 或 4℃ 以下保存，且应在采集后 10h 内测定。

(2) 用 1mol/L 氢氧化钠或 1mol/L 盐酸溶液调节 pH 为 7.2。

(3) 游离氯大于 0.10mg/L 的水样，加亚硫酸钠或硫代硫酸钠除去（见注意事项）。

(4) 确定稀释倍数（见注意事项）。

2. 水样的稀释

根据确定的稀释倍数，用虹吸法把一定量的污水引入 1L 量筒中，再沿筒壁慢慢加入所需稀释水（接种稀释水），用特制搅拌棒在水面以下慢慢搅匀（不应产生气泡），然后沿瓶壁慢慢倾入两个预先编号、体积相同的（250mL）碘量瓶中，直到充满后溢出少许为止。盖严并水封，注意瓶内不应有气泡。

用同样方法配制另两份稀释比水样。

3. 对照样的配制

另取两个有编号的碘量瓶加入稀释水或接种水作为空白。

4. 培养

将各稀释比的水样，稀释水（接种稀释水）空白各取一瓶放入 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的培养箱内培养 5d，培养过程中需每天添加封口水。

5. 溶解氧的测定

(1) 用碘量法测定未经培养的各份稀释比的水样和空白水样中的剩余溶解氧。

(2) 用同样的方法测定经培养 5d 后各份稀释水样和溶解水样中的剩余溶解氧。

五、计算

根据公式计算 BOD_5 。

$$\text{BOD}_5 \text{质量浓度 (以 } \text{O}_2 \text{计, mg/L)} = [(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) \times f_1] / f_2$$

式中 D_1 ——稀释水样培养前的溶解氧量, mg/L;
 D_2 ——稀释水样培养 5d 后残留溶解氧量, mg/L;
 B_1 ——稀释水 (或接种稀释水) 培养前的溶解氧量, mg/L;
 B_2 ——稀释水 (或接种稀释水) 经培养 5d 后残留溶解氧量, mg/L;
 f_1 ——稀释水 (或接种稀释水) 在培养液中所占比例;
 f_2 ——水样在培养液中所占比例。

六、注意事项

(1) 为除去水样中游离氯而加入亚硫酸钠或硫代硫酸钠的量可用实验方法得到。取 100.0mL 待测水样于碘量瓶中, 加入 1mL 1% 硫酸溶液, 1mL 10% 碘化钾溶液, 摇匀, 以淀粉为指示剂, 用标准硫代硫酸钠或亚硫酸钠溶液滴定, 计算 100mL 水样所需硫代硫酸钠溶液的量, 推算所用水样应加入的量。

(2) 稀释比应根据水中有机物的含量来确定。

①较为清洁的水样, 不需稀释。

②污染严重的水样, 稀释 100 ~ 1000 倍。

③常规沉淀过污水, 稀释 20 ~ 100 倍。

④受污染的河水, 稀释 0 ~ 4 倍。

⑤性质不了解的水样, 稀释倍数从 COD 值估算, 取大于酸性高锰酸盐指数值的 1/4, 小于 COD_{Cr} 值的 1/5, 原则上以培养后减少的溶解氧占培养前溶解氧的 40% ~ 70% 为宜。

(3) 操作最好在 20℃ 左右室温下进行, 稀释水和水样应保持在 20℃ 左右。

(4) 所用试剂和稀释水如发现浑浊有细菌生长时, 应弃去重新配制, 或用葡萄糖-谷氨酸标准溶液校核。当测定 2% 稀释度的葡萄糖-谷氨酸标准溶液时, 若 BOD_5 超过 (200 ± 37) mg/L 范围, 则说明试剂或稀释水有问题或操作技术有问题。

七、思考题

(1) 本实验误差的主要来源是什么? 如何使实验结果较准确?

(2) BOD_5 在环境评价中有何作用? 有何局限性?

实验 4 化学需氧量的测定

一、实验目的

(1) 了解测定 COD 的意义和方法。

(2) 掌握重铬酸钾法测定 COD 的原理和方法。

二、实验原理

在强酸性溶液中, 一定量的重铬酸钾可氧化水中的还原性物质, 过量的重铬酸钾以

试亚铁灵作为指示剂，用硫酸亚铁铵溶液回滴，根据用量算出水样中还原性物质消耗氧的量。

酸性重铬酸钾氧化性很强，可氧化大部分有机物，加入硫酸银作催化剂时，直链脂肪族化合物可完全被氧化，而芳香族有机物却不易被氧化，吡啶不被氧化，挥发性直链脂肪族化合物、苯等有机物存在于蒸气相，不能与氧化剂液体接触，氧化不明显。氯离子能被重铬酸盐氧化，并且能与硫酸银作用产生沉淀，影响测定结果，故在回流前向水样中加入硫酸汞，使之成为络合物以消除干扰。氯离子含量高于2000mg/L的样品应先做定量稀释，使含量降至2000mg/L以下，再进行测定。

用0.25mol/L浓度的重铬酸钾溶液可测定大于50mg/L的COD值，用0.025mol/L浓度的重铬酸钾可测定5~50mg/L的COD值，但准确度较差。

三、实验仪器与试剂

(1) 回流装置。带250mL锥形瓶的全玻璃回流装置。

(2) 加热装置。电热板或变阻电炉。

(3) 50mL酸式滴定管。

(4) 重铬酸钾标准溶液 [$c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0.2500\text{mol/L}$]：称取预先在120℃烘干2h的基准或优级纯重铬酸钾12.2580g溶于水中，移入1000mL容量瓶，稀释至标线，摇匀。

(5) 试亚铁灵指示液：称取1.485g邻菲罗啉 ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ 1,10-phenanthroline)，0.695g硫酸亚铁 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) 溶于水中，稀释至100mL，储于棕色瓶内。

(6) 硫酸亚铁铵标准溶液 [$c((NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O) \approx 0.1\text{mol/L}$]：称取39.5g硫酸亚铁铵溶于水中，边搅拌边缓缓加入20mL浓硫酸，冷却后移入1000mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。临用前，用重铬酸钾标准溶液标定。

标定方法：吸取10.00mL重铬酸钾标准溶液于500mL锥形瓶中，加水稀释至110mL，缓慢加入30mL浓硫酸，混匀。冷却后，加入3滴试亚铁灵指示液（约0.15mL），用硫酸亚铁铵滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色到红褐色，即为终点。

$$c = \frac{0.2500 \times 10.00}{V}$$

式中 c ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度，mol/L；

V ——硫酸亚铁铵标准溶液滴定的用量，mL。

(7) 硫酸-硫酸银溶液：于2500mL浓硫酸溶液中加入25g硫酸银。放置1~2d，不时摇动使其溶解。

(8) 硫酸汞：结晶或粉末。

四、实验步骤

(1) 取20.00mL混合均匀的水样（或适量水样稀释至20.00mL）置于250mL磨口的回流锥形瓶中，准确加入10.00mL 0.2500mol/L重铬酸钾标准溶液及数粒洗净的玻璃珠或沸石，连接磨口回流冷凝管，从冷凝管上口慢慢地加入30mL硫酸-硫酸银溶液，

轻轻摇动锥形瓶使溶液混匀，加热回流 2h（自开始沸腾时计时）。

①化学需氧量高的废水样，可先取上述操作所需体积 1/10 的废水样和试剂于玻璃试管中，摇匀，加热后观察是否变成绿色。如溶液显绿色，再适当减少废水取水量，直至溶液不变绿色为止。从而确定废水样分析时应取用的体积。稀释时，所取废水样量不少于 5mL，如果化学需氧量很高，则废水应多次稀释。

②氯离子含量超过 30mg/L 时，应先把 0.4g 硫酸汞加入回流锥形瓶中，再加 20.00mL 废水样，摇匀。以下操作同实验步骤（1）。

（2）冷却后，用 90mL 水从上部慢慢冲洗冷凝管壁，取下锥形瓶。溶液总体积不得少于 140mL，否则因酸度太大，滴定终点不明显。

（3）溶液再度冷却后，加 3 滴试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色，即为终点，记录硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

（4）测定水样的同时，以 20.00mL 蒸馏水代替水样，按同样的操作步骤做空白试验。记录滴定空白时硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

五、数据处理

$$\text{COD}_{\text{Cr}} \text{质量浓度 (以 O}_2 \text{ 计) (mg/L)} = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 8 \times 1000}{V}$$

式中 c ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度，mol/L；

V_0 ——滴定空白时硫酸亚铁铵标准溶液的用量，mL；

V_1 ——滴定水样时硫酸亚铁铵标准溶液的用量，mL；

V ——水样的体积，mL；

8——氧（1/2O）摩尔质量，g/mol。

六、注意事项

（1）使用 0.4g 硫酸汞络合氯离子的最高量可达 40mg，如取用 20.00mL 水样，最高可络合 2000mg/L 氯离子浓度的水样。若氯离子浓度较低，也可少加硫酸汞，保持硫酸汞:氯离子 = 10:1（质量分数）。若出现少量氯化汞沉淀，并不影响测定。

（2）水样取用体积可在 10.00 ~ 50.00mL 范围之内，但试剂用量及浓度需按表 1 进行相应调整。

表 1 水样取用量和试剂用量表

水样体积 /mL	0.2500mol/L 重铬酸钾溶液/mL	硫酸-硫酸银溶液 /mL	硫酸亚铁铵 / (mol · L ⁻¹)	硫酸汞 /g	滴定前体积 /mL
10.0	5.0	15	0.050	0.2	70
20.0	10.0	30	0.100	0.4	140
30.0	15.0	45	0.150	0.6	210
40.0	20.0	60	0.200	0.8	280
50.0	25.0	75	0.250	1.0	350

(3) 对于化学需氧量小于 50mg/L 的水样, 应改用 0.0250mol/L 的重铬酸钾标准溶液, 回滴时用 0.01mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液。

(4) 水样加热回流后, 溶液中重铬酸钾剩余量应为加入量的 1/5 ~ 4/5。

(5) 用邻苯二甲酸氢钾标准溶液检查试剂的质量和操作技术时, 由于每克邻苯二甲酸氢钾的理论 COD_{Cr} 为 1.176g, 所以溶解 0.4251g 邻苯二甲酸氢钾于重蒸馏水中, 转入 1000mL 容量瓶中, 用重蒸馏水稀释至标线, 使之成为 500mg/L 的 COD_{Cr} 标准溶液, 用时新配。

(6) COD_{Cr} 的测定结果保留三位有效数字。

(7) 每次实验时, 应对硫酸亚铁铵标准溶液进行标定, 室温较高时尤其应注意浓度的变化。

七、思考题

- (1) 为什么需要做空白实验?
- (2) 测定化学需氧量时, 有哪些影响因素?

实验 5 混凝实验

一、实验目的

分散在水中的胶体颗粒带有电荷, 同时在布朗运动及其表面水化作用下, 长期处于稳定分散状态, 不能用自然沉淀方法去除。向这种水中投加混凝剂后, 可以使分散颗粒相互结合聚集而增大, 从水中分离出来。

由于各种原水差别很大, 混凝效果不尽相同。混凝剂的混凝效果不仅取决于混凝剂的投加量, 同时还取决于水的 pH、水流速度梯度等因素。

通过本实验, 希望达到下述目的:

- (1) 学会求一般天然水体最佳混凝条件 (包括投药量、pH、水流速度梯度) 的基本方法。
- (2) 加深对混凝机理的理解。

二、实验原理

胶体颗粒 (胶粒) 带有一定电荷, 它们之间的静电斥力是影响胶体稳定性的主要因素。胶粒表面的电荷值常用电动电位 ζ 来表示, 又称为 Zeta 电位。Zeta 电位的高低决定了胶体颗粒之间斥力的大小和影响范围。

Zeta 电位可通过在一定的外加电压下带电颗粒的电泳迁移率来计算:

$$\zeta = \frac{Ku\pi\eta}{HD}$$

式中 ζ ——Zeta 电位值, mV;