

孔令仁 等编

环境化学实验

南京大学环境科学系环境化学教研室

南京大学出版社

环 境 化 学 实 验

孔令仁 章蕙珠 陈禹珍 等 编

南京大学出版社

1989 · 南京

内 容 简 介

全书包括39个实验,其中19个为环境样品中污染物的分离和测定,13个为研究污染物在环境中行为的方法,7个为废水处理技术,内容较为系统和完整。在附录部分,列出了与实验有关的较大型仪器的操作以及环境化学工作者必需掌握的一些基础知识。

本书可作为大专院校“环境分析化学实验”或“环境化学实验”等课程的参考教材,也可供大专院校有关专业师生、从事环境保护和环境科学研究的科技工作者参考。

环 境 化 学 实 验

孔令仁 章蕙珠 陈禹玲 等编

南京大学出版社出版

(南京大学校内)

江苏省新华书店发行 江苏阜宁印刷厂印刷

开本: 787×1092 1/32 印张: 11.25 字数: 253千

1989年12月第1版 1989年12月第1次印刷

印数: 1—1800册

ISBN 7-305-00417-0

X·6

定价: 2.30元

责任编辑: 王兆先

前 言

掌握环境化学实验技能，是研究污染物在环境中的质和量、行为和变化，从而采取防治措施的必要手段。近年来，由于环境化学实验技术发展较快，许多院校对环境化学实验教材的需要又较迫切，因此，我们将南京大学环境科学系使用数年的《环境分析化学实验》和《环境化学实验》教材修改充实，编成此书，以供实验教学参考之用。同时，本书也可作为从事环境科学事业工作人员的参考书。

本书共有39个实验，内容较为新颖、广泛。它既包括环境化学基础理论的研究方法，又有废水处理的基本技术，还有许多环境样品的分析方法。实践并掌握书中内容，学生可为以后的独立工作打下良好基础。实验内容可概括为三方面：

1. 污染物的分析

该部分包括污染物在水、土、大气和生物等环境样品中的定性、定量和形态分析，以及化合物的结构测定。就测定方法而言，既有经典的滴定、柱层析和薄层层析法，又有现代仪器分析法，如分光光度法、电化学法、发射光谱法、原子吸收法、气相色谱法、高效液相色谱法、质谱法、红外光谱法和核磁共振法等。为避免重复，水样中COD的测定方法列入“Fenton试剂氧化法处理有机废水”实验中，因而未单独编写。

2. 污染物的环境行为

该部分包括污染物在环境中的行为和变化，如吸附、挥发、转化、积累、分配、光解、光化学烟雾、水解和微生物降解等。另外，还编入了用微机处理污染物环境行为模式的内容。

2、废水处理

该部分包括常用的废水处理方法，如氧化、还原、吸附、混凝、中和、过滤和气浮法等。

本书实验一般分为七个部分阐述：目的和要求、原理、仪器和试剂、实验步骤、数据处理、讨论和思考题。对实验内容的说明都列入讨论中，以帮助理解。实验采用的样品、试剂、设备和仪器，是根据我们实验室的条件选定的，各单位可按照自己的条件作相应变动。

书中一些简化用语解释如下：除特别说明外，实验中提到的水为一次普通蒸馏水，试剂纯度为分析纯(A.R.级)，“重蒸馏”是指试剂在全玻璃磨口容器内蒸馏，“准确称取”是指称量准确度为0.0001克，“准确量取”是指量取准确度为0.01毫升，“恒重”是指连续两次烘干或灼烧后的重量差不超过0.2毫克。

关于环境样品的采集和保存，实验涉及的较大型仪器使用方法，国家最近颁布的环境标准和水质分析方法索引，以及其他一些内容都编成附录。同时，将实验和附录的参考文献也在书的最后列出，以供参阅和引用。

参加本书编写的人员有马文漪、王炳坤、王晓蓉、王新光、孔令仁、包燕雏、冯建昉、孙成、汪小江、吴德军、周玳、邹惠仙、严蔚芸、陈建林、陈禹玲、陈亮曾、杨晓芸、杨际红、高松亭、徐良基、盛光遥、章蕙珠、黄华、耿士锁、龚俊、龚静怡、蒋新、韩朔葵等同志。孔令仁同志最后

对全稿作了统一修改和审定。由于水平有限，该书的缺点和错误在所难免，希望读者批评指正。

本书在编写过程中，王连生、许鸥泳、田笠卿教授看阅了书稿并提出许多宝贵意见，唐孝焱教授对光化学烟雾实验给于热情指导。陶锦英、高松亭同志参加了绘图工作，在此一并表示感谢。

编 者

1989年春于南京大学

目 录

实验一	水样色度、浊度、酸度和碱度的测定	1
实验二	水中溶解氧的测定(碘量法)	9
实验三	生物化学需氧量(BOD ₅)的测定(标准稀释法)	13
实验四	水中油的测定	19
实验五	水中挥发酚的测定	22
实验六	水中氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮的测定	28
实验七	阳极溶出伏安法测定废水中的痕量镉	37
实验八	离子选择性电极法测定土壤中的氟	42
实验九	冷原子荧光法测定水、茶叶和土壤中的微量汞	47
实验十	土壤中微量砷的测定	52
实验十一	底泥和植物试样的发射光谱分析	56
实验十二	土壤中六六六的气相色谱测定	61
实验十三	柱层析和薄层层析法分离有机污染物	67
实验十四	自来水中有机物的全分析	71
实验十五	大气中二氧化硫的测定(盐酸付玫瑰苯胺比色法)	78
实验十六	8-羟基喹啉的红外光谱测定	87
实验十七	核磁共振法测定C ₈ H ₁₀ 、C ₄ H ₆ O、C ₄ H ₈ O ₂ 的结构	93
实验十八	沉积物中铜、锌的形态分析	102
实验十九	底泥中磷的形态分析	107
实验二十	土壤对铜的吸附	113
实验二十一	可溶性有机碳对沉积物上铜吸附的影响	118
实验二十二	苯和间二甲苯挥发速率的测定	123
实验二十三	对二甲苯、萘的辛醇—水分配系数的测定(紫外 分光光度法)	131

实验二十四	萘在水溶液中的光化学氧化.....	137
实验二十五	顺、反式偶氮苯的热化学和光化学转化.....	142
实验二十六	对硝基苯甲腈水解速率常数的测定.....	149
实验二十七	苯酚的微生物降解.....	155
实验二十八	放射性核素 ^{137}Cs 在鱼体的积累和分布—— γ 射线 测量.....	163
实验二十九	放射性核素 ^{45}Ca 在鱼体的积累和分布—— β 射线 测量.....	168
实验三十	丙烯—二氧化氮—空气体系中光化学烟雾的模拟 试验.....	172
实验三十一	EXAMS模式用于研究湖泊中甲基对硫磷的迁移 转化规律.....	177
实验三十二	MINTEQ模式用于研究河流中铜、镉的形态分布.....	184
实验三十三	Fenton试剂氧化法处理有机废水.....	191
实验三十四	铁屑还原法除去废水中的六价铬.....	196
实验三十五	活性炭吸附法处理废水.....	200
实验三十六	化学混凝法在处理废水中的应用.....	204
实验三十七	中和—吹脱法处理废水.....	208
实验三十八	过滤法处理废水.....	211
实验三十九	气浮法处理废水.....	215

附 录

一	大气样品的采集和保存.....	219
二	水样的采集和保存.....	225
三	底质(沉积物)样品的采集和保存.....	232
四	土壤及背景值样品的采集和保存.....	236
五	生物样品的采集和保存.....	239

六	常用标准溶液的配制和储存	243
七	WYX-401型原子吸收分光光度计的使用方法	246
八	常用元素原子吸收的吸收线和非吸收线	252
九	LC-5020型高效液相色谱仪的使用方法	254
十	SC-7气相色谱仪的使用方法	263
十一	SP-2305气相色谱仪的使用方法	271
十二	高压气瓶的颜色和标志	277
十三	VG ZAB-HS质谱仪的电子轰击法	278
十四	VG ZAB-HS质谱仪的色谱—质谱联用法	284
十五	微型计算机IBM PC的基本操作	287
十六	市售浓酸和浓氨水的密度和浓度	289
十七	放射性操作须知	290
十八	摄谱显影、定影液的配制	291
十九	TOC-201型总有机碳分析仪的使用及维护	292
二十	DPM-1型微电泳仪的使用及维护	297
二十一	BECKMAN LS 9800 液体闪烁计数器的组成、 功能和基本操作	304
二十二	环境质量标准	313
	(一)地面水环境质量标准	313
	(二)生活饮用水水质标准	315
	(三)污水综合排放标准	317
	(四)大气环境质量标准	338
二十三	我国水质标准分析方法索引	340
	(一)地面水	340
	(二)污水	344

参考文献

实验一 水样色度、浊度、酸度和碱度的测定

一、目的和要求

1. 了解色度、浊度、酸度和碱度的基本概念。
2. 掌握色度、浊度、酸度和碱度的测定方法。

二、原理

水中色度、浊度、酸度和碱度均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量度。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。水样的色度应以除去悬浮物后为准。通常采用铂钴比色法测定，即把氯铂酸钾和氯化钴配成标准色列，与被测水样的颜色进行比较，并规定浓度为 1 毫克/升的铂所产生的颜色为 1 度。

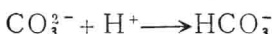
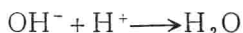
浊度是表示水中悬浮物对光线通过时所发生的阻碍程度。它与水样中存在颗粒物的含量、粒径大小、形状及颗粒表面对光散射特性等有关。水样中的泥沙、粘土、有机物、无机物、浮游生物和其他微生物等悬浮物和胶体物质都可使水体呈现浊度。我国采用 1 升蒸馏水中含有 1 毫克二氧化硅所产生的浊度为 1 度。

注：1. 本实验参考文选见(1)、(2)、(3)、(4)。

2. 本实验的酸度和碱度单位仍沿用毫克当量/升。

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。酸度采用氢氧化钠标准溶液滴定水样测得。通常把用甲基橙作指示剂滴定的酸度（pH4.3）称为强酸度；用酚酞作指示剂滴定的酸度（pH8.3）称为总酸度。

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、重碳酸盐及氢氧化物。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总碱度。

酸度和碱度单位常用毫克当量/升表示^(注2)，有些国家以碳酸钙的毫克/升表示。此时1毫克当量/升的酸度或碱度相当于50毫克/升的碳酸钙。

三、仪器和试剂

1. 铂钴标准溶液

称取1.246克氯铂酸钾（ K_2PtCl_6 ）及1.000克氯化钴（ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ），溶于100毫升水中，加100毫升浓盐酸，转入1000毫升容量瓶后用水稀释至刻度，此标准溶液の色度相当于500度。

2. 二氧化硅浊度溶液

称取约3克纯白陶土置于研钵中，加入少量水充分研磨成糊状，移入1000毫升量筒中加水至标线。充分搅拌后静置

24小时，用虹吸法先弃去表面5厘米深的液层，然后收集500毫升中间层的溶液。取50毫升此悬浊液置于已恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干，随后置于105℃烘箱内烘2小时，冷却，称重。求出每毫升悬浊液中含白陶土的重量(毫克)。

边摇边振，吸取含250毫克白陶土的悬浊液置于1000毫升容量瓶中，加水至标线，此溶液振摇均匀后的浊度为250度。取此溶液100毫升置于250毫升容量瓶中，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1克氯化汞保存，防止菌类生长。

3. 碳酸钠标准溶液(0.0100M)

溶解1.060克预先在270—300℃干燥至恒重的基准无水碳酸钠，并转入1000毫升容量瓶中，用无二氧化碳的水(即煮沸后的冷却水，下同)稀释至刻度。

4. 盐酸标准溶液(约0.0200M)

用水稀释8.3毫升浓盐酸至1000毫升，得到0.1M贮存溶液。取此溶液200毫升用无二氧化碳的水稀释至1000毫升，并用碳酸钠标准溶液标定其精确浓度，以 C_{HCl} 表示。

5. 氢氧化钠标准溶液(0.0200M)

用无二氧化碳的水稀释20.0毫升1M氢氧化钠至1000毫升，其精确浓度可用标准的0.0200M盐酸标定，以 C_{NaOH} 表示。

6. 改良甲基橙溶液(0.1%)

称取甲基橙1.0克，用500毫升水溶解，另称取1.8克兰色染料二甲苯赛安路FF用500毫升乙醇溶解，然后将两种指示剂混合均匀。在一定体积的0.1M氢氧化钠溶液中加入2滴此指示剂，再用0.1M盐酸滴定，检查是否有鲜明的色度。如终点呈兰灰色，可滴加0.1%甲基橙少许，如终点颜色为灰绿色带有红色，可滴加少许兰色染料，直至有敏锐的终点(即从绿

色变为淡灰色)。

7. 酚酞指示剂(0.5%)

称取0.5克酚酞溶于50毫升95%乙醇中,然后用水稀释至100毫升。

四、实验步骤

1. 色度的测定

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

(2)取100毫升澄清水样(若浑浊,先经离心处理,取上层清液)盛于100毫升的比色管中,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,比色管要稍倾,使光线由液柱底部向上透过。如水样色度超过70度,可用水稀释后比色。

2. 浊度的测定

(1)浊度为1—10毫克/升的水样

①吸取浊度为100毫克/升的标准溶液0, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00毫升,置于100毫升比色管中,加水至标线,混匀。其浊度依次为0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0度。

②取100毫升均匀水样置于100毫升比色管中,和步骤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—100毫克/升的水样

①取浊度为250毫克/升的标准溶液0, 10.0, 20.0,

30.0, 40.0, 50.0、60.0、70.0、80.0、90.0、100.0 毫升置于250毫升容量瓶中,加水至标线,混匀,即得浊度为0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100度的标准系列,转入250毫升具塞无色玻璃瓶中。

②取250毫升水样,置于250毫升具塞无色玻璃瓶中,摇匀。将瓶底放在有黑线的白纸上做为判别标志,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。如水样浊度超过100度时,需稀释后再测定。

3. 酸度的测定

(1)总酸度

取100.0毫升水样于250毫升锥形瓶中,加2滴酚酞指示剂,以0.0200M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毫升数(V_1)。

(2)强酸酸度

取100.0毫升水样于250毫升锥形瓶中,加入2滴改良甲基橙,用氢氧化钠溶液滴定至溶液为绿色,准确读出消耗氢氧化钠溶液的毫升数(V_2)。

4. 碱度的测定

吸取100.0毫升水样于250毫升锥形瓶中,加入2滴酚酞指示剂,以0.0200M盐酸滴定至溶液粉红色刚褪去,准确读出消耗盐酸溶液的毫升数(V_3),随后再加入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毫升数(V_4)。

五、数据处理

1. 色度

相当于铂钴色列的色度 $\times$ 水样稀释倍数

2. 浊度

相当于标准系列的浊度 × 水样稀释倍数

3. 酸度

$$\text{总酸度 (毫克当量/升)} = \frac{V_1 \times C_{\text{NaOH}} \times 1000}{V_{\text{样品毫升数}}}$$

$$\text{强酸酸度 (毫克当量/升)} = \frac{V_2 \times C_{\text{NaOH}} \times 1000}{V_{\text{样品毫升数}}}$$

若以毫克/升 CaCO_3 表示酸度单位时, 则将上述结果乘以50。

4. 碱度

$$\text{酚酞碱度 (毫克当量/升)} = \frac{V_3 \times C_{\text{HCl}} \times 1000}{V_{\text{样品毫升数}}}$$

$$\text{总碱度 (毫克当量/升)} = \frac{(V_3 + V_4) \times C_{\text{HCl}} \times 1000}{V_{\text{样品毫升数}}}$$

若以毫克/升 CaCO_3 表示碱度单位时, 则将上述结果乘以50。

六、讨论

1. 色度

(1) pH值对色度影响较大, 故在测量色度时应测量溶液的pH值。

(2) 当水体受污染, 水样的颜色与标准色列不一致时, 应做颜色的文字描述。

2. 浊度

(1) 由于氯铂酸钾价格甚贵, 亦可用重铬酸钾代替, 即称取0.0437克重铬酸钾及1.000克硫酸钴 ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 溶于少量水中, 加入0.50毫升浓硫酸, 用水稀释至500毫升,

此溶液色度为500度。

(2)水样的浊度亦可用光度法进行测定，即在波长为660纳米处，用1厘米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。当对浊度的精确度要求不高时，亦可测定水样的透明度，通过透明度与浊度换算表查得浊度。

3. 酸度与碱度

(1)水样（尤其是废水和污染水）的酸度及碱度范围很广，测定时样品和试剂的用量、浓度不能统一规定。表1-1列出在不同酸度和碱度范围时，可供选择的样品量和标准溶液的浓度。

表1-1

样 品 范 围 (毫克/升 CaCO_3)	滴定标准溶液浓度 (M)	样 品 量 (毫升)
0—500	0.0200	100
400—1000	0.0200	50
500—1250	0.0500	100
1000—2500	0.0500	50
1000—2500	0.1000	100
2000—5000	0.1000	50
4000—10000	0.1000	25

(2)亦可用电位滴定法进行酸度和碱度测定，结果以pH

值和酸、碱消耗量作图计算得到。此法不受余氯、色度、浊度的干扰并消除个人感官误差。

(3)水样中若有余氯存在,会使甲基橙褪色,可加少量 0.1M 硫代硫酸钠除去。

(4)以酚酞作指示剂做酸度滴定时,若水样中存在硫酸铝(铁),可生成氢氧化铝(铁)沉淀物,使终点褪色造成误差,这时可加些氟化钾掩蔽或将水样煮沸 2 分钟,趁热滴定至红色不褪。

(5)由于用甲基橙指示剂终点不够明显,故本实验采用改良甲基橙(pH3.8)代替甲基橙。

4. 本实验的四项水质指标应作平行测定。

七、思考题

1. 采集的水样如不立即进行酸度和碱度测定而长期暴露于空气中,对测定有何影响?

2. 影响酸度和碱度测定的因素有哪些?

(王晓蓉 王炳坤 编写)