

高等院校环境科学与工程系列规划教材

冯国刚 韩承辉 主编

环境监测实验




南京大学出版社

高等院校环境科学与工程系列规划教材

环境监测实验

主 编 冯国刚 韩承辉

 南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验/冯国刚,韩承辉主编. —南京:南京大学出版社,2008.12

(高等院校环境科学与工程系列规划教材)

ISBN 978-7-305-05698-7

I. 环… II. ①冯… ②韩… 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(2008)第 210811 号

出版者 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮 编 210093
网 址 <http://press.nju.edu.cn>
出版人 左 健
丛 书 名 高等院校环境科学与工程系列规划教材
书 名 环境监测实验
总 主 编 左玉辉
主 编 冯国刚 韩承辉
责任编辑 蔡文彬 编辑热线 025-83686531
照 排 南京南琳图文制作有限公司
印 刷 南京人民印刷厂
开 本 787×1092 1/16 印张 12 字数 292 千
版 次 2008 年 12 月第 1 版 2008 年 12 月第 1 次印刷
印 数 1—4000
ISBN 978-7-305-05698-7
定 价 22.00 元
发行热线 025-83594756
电子邮件 nupress1@public1.ptt.js.cn

* 版权所有,侵权必究

* 凡购买南大版图书,如有印装质量问题,请与所购
图书销售部门联系调换

高等院校环境科学与工程系列规划教材

编 委 会

总主编 左玉辉

编 委 (按姓氏笔画排序)

王连军 王 远 王正萍

王毓秀 孔志明 冯国刚

成 岳 孙秀云 伏广龙

李健生 张志生 张晋华

周学铁 钱 瑜 韩承辉

序

随着世界范围内的环境污染和资源短缺问题日益恶化,环境保护和可持续发展已成为时代的主题。为满足目前我国各层次环境类专业人才的需要,国家教指委提出高等学校环境类专业“宽口径、厚基础、重特色”的专业人才培养要求。“厚基础”体现环境类专业人才的一般要求,需要建设一批具有共性的专业核心课程,包括环境学、生态学、环境化学、环境生物学、环境经济学、环境管理学、环境工程学、环境监测、水污染控制、大气污染控制、物理性污染控制、固体废物处置及资源化、环境影响评价、环境规划、环境微生物学等;“重特色”体现对环境类专业各层次人才的特征性需求和学校办学目标,为各高等学校专业教学计划的制定提供个性化的发展空间,以适应不同学校的学生来源、教育资源及培养目标上的差异,建设一批具有针对性的特色课程。

环境类专业教学改革的关键在于建设一批高水平的教材。南京大学作为全国最早开展环境科学研究和教学的单位,拥有优质的教学资源 and 一支优秀的教师队伍,在环境类专业教学改革和课程建设方面领跑国内同行。南京大学联合其他兄弟院校环境类专业的骨干教师,共同编著了“高等院校环境科学与工程系列规划教材”,该套教材具有以下特点:

前沿性 本套教材均采用最新理论,借鉴了国内外大量资料,紧跟学科前沿,缩短了知识更新的周期,加快了知识应用的节奏。

全面性 重视知识领域、知识单元的设计与课程体系的有效结合,既包括环境科学与工程专业核心课程,也有特色课程;既有理论课教材,也有实验教材紧密配套。

实用性 将理论课教学与实验实践教学有机结合,培养具备环境保护理论探索、环境监测、技术开发、政策设计、环境评价与规划、环境管理等综合集成与应用能力的人才,满足社会各界对各类环境保护人才的能力要求。

服务性 配套相关的教学课件(电子教案),可供任课教师参考使用,同时作者和出版社会提供相关的服务支持。

本套系列教材的编写和出版是我们工作的一项尝试,在教材中难免会出现一些疏漏或者不当之处,敬请读者和专家提出批评意见,以便今后修改和订正。

左玉辉

2008.12

前 言

随着科学技术和环境保护工作的不断向前发展,人们对环境监测工作也提出了更高的要求。《环境监测》课程是一门实践性很强的专业课程,为了更好地使学生对《环境监测》课程理论教学的理解和掌握,培养学生的动手能力,满足高等学校环境类及相关专业对《环境监测》课程的实验教学的需求,我们编写了《环境监测实验》。

本书在编写过程中参考了国家环境保护部和国家监测总站颁布的最新标准和方法,并借鉴了国际上最新的分析标准方法和测试技术,介绍了与环境监测相关的基础知识及相关的环保标准,故该书也适合环境类以及其他相关专业的学生使用。

参加本书编写的人员有冯国刚(第一篇、第二篇实验 1~10、实验 12~17、实验 20~22、实验 24~25),韩承辉(第二篇实验 11、实验 18、实验 19、实验 23、实验 26、第三篇)。李智渝教授对全书进行了审核。

由于编者水平有限,编写时间仓促,书中不足之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2008 年 10 月

目 录

第一篇 环境监测基础知识

第 1 章 监测实验室基础	1
§ 1.1 实验用水	1
§ 1.2 试剂与试液	5
§ 1.3 器皿及其清洗	9
§ 1.4 实验室安全	14
第 2 章 环境样品的采集和保存	18
§ 2.1 水样的采集和保存	18
§ 2.2 底质(沉积物)样品的采集和保存	21
§ 2.3 大气样品的采集和保存	23
§ 2.4 土壤及背景值样品的采集和保存	25
§ 2.5 生物样品的采集和保存	30
第 3 章 环境监测质量保证	32
§ 3.1 质量保证的意义和内容	32
§ 3.2 实验室质量控制	32
§ 3.3 监测数据的统计处理和结果表述	34

第二篇 环境监测实验

第 4 章 水质、底质监测	38
实验 1 水和废水物理性质的测定	38
(I) pH 的测定	38
(II) 浊度的测定	41
(III) 色度的测定	43
(IV) 电导率的测定	44
(V) 残渣的测定	47
实验 2 总硬度的测定	50
实验 3 溶解氧的测定	53
实验 4 化学需氧量的测定	56
(I) 重铬酸钾法(COD _{Cr})	56
(II) 库仑滴定法	59
实验 5 高锰酸盐指数的测定	61

实验 6	生化需氧量的测定	64
实验 7	含氮化合物的测定	68
	(I) 非离子氨(氨氮)的测定	68
	(II) 亚硝酸盐氮的测定	70
	(III) 硝酸盐氮的测定	72
	(IV) 凯氏氮的测定	75
	(V) 总氮的测定	78
实验 8	水中挥发酚的测定	81
实验 9	水中氰化物的测定	84
实验 10	原子吸收法测定废水中的铜	88
实验 11	高效液相色谱法测水中酚类化合物	90
实验 12	污水和废水中石油类污染物的测定	92
实验 13	底质中总砷的测定	97
实验 14	底质中总铬的测定	100
第 5 章	空气和废气监测	102
实验 15	环境空气中降尘的测定	102
实验 16	空气中二氧化硫的测定	105
实验 17	空气中氮氧化物的测定	109
实验 18	气相色谱法测定空气中苯系化合物	112
实验 19	酚试剂分光光度法测定室内空气中甲醛	115
第 6 章	固体样品监测	118
实验 20	原子吸收法测定土壤中的铅	118
实验 21	离子选择电极法测定土壤中的氟	120
实验 22	头发中含汞量的测定	123
实验 23	气相色谱法测定土壤中的有机磷农药	125
第 7 章	生物监测	128
实验 24	水的细菌学检验	128
第 8 章	物理污染监测	134
实验 25	环境噪声监测	134
实验 26	室内空气中氡的测定	136

第三篇 常用环境质量标准

附录一	《地表水环境质量标准》	140
附录二	《生活饮用水卫生标准》	151
附录三	《土壤环境质量标准》	160
附录四	《空气质量标准》	163
附录五	《室内空气质量标准》	167
参考文献	179

第一篇 环境监测基础知识

第 1 章 监测实验室基础

§ 1.1 实验用水

一、实验室纯水的质量和求

1. 外观与等级

实验室纯水应在独立的制水间制备,本身为无色透明的液体,不得有肉眼可辨的颜色及纤絮杂质。实验室纯水可分为三个等级:

(1) 一级水

不含有溶解性杂质或胶态质有机物,常用于制备标准水样或超痕量物质的分析。一级水可用二级水经进一步处理制得,如:可将二级水经过再蒸馏、通过离子交换混合床、 $0.2\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤等方法处理。

(2) 二级水

常含有微量的无机、有机或胶态杂质,常用于精确分析和研究工作。二级水可用蒸馏、电渗析或离子交换法制得的水进行再蒸馏的方法制备。

(3) 三级水

适用于一般实验室工作。可用蒸馏、电渗析或离子交换等方法制备。

2. 质量指标

为满足水质分析要求,纯水的纯度指标中主要应控制无机离子、还原性物质、尘埃粒子等的含量。实验室用水应符合表 1-1 的规定。

表 1-1 实验室纯水的级别与标准

指 标	一级水	二级水	三级水
pH(25 °C)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 °C)/($\mu\text{s}/\text{cm}$)	≤ 0.1	≤ 1.0	≤ 5.0
可氧化物的限度试验	—	符合	符合
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
二氧化硅/(mg/L)	≤ 0.02	≤ 0.05	—

二、常用纯水及其制备方法

1. 蒸馏水

以蒸馏法制备的纯水常称为蒸馏水,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、化学玻璃和石英玻璃三种。下面分别介绍几种不同蒸馏器及其蒸馏水。

(1) 金属蒸馏器。金属蒸馏器内壁为纯铜、黄铜、青铜,也有镀纯锡的。用这种蒸馏器所制得的水含有微量金属杂质,如含 Cu^{2+} 约 $10\sim 200\text{ mg/L}$,电阻率小于 $0.1\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ($25\text{ }^\circ\text{C}$),只适用于清洗容器和配制一般试液。

(2) 玻璃蒸馏器。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% 。经蒸馏所得的水中含痕量金属,如含 Cu^{2+} 约 $5\text{ }\mu\text{g/L}$,还可能含微量玻璃溶出物,如硼、砷等;其电阻率约为 $0.5\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ($25\text{ }^\circ\text{C}$)。适用于配制一般定量分析试液,不宜配制分析重金属或痕量非金属试液。

(3) 石英蒸馏器。石英蒸馏器含二氧化硅 99.9% 以上,所得蒸馏水仅含痕量金属杂质,不含玻璃溶出物。电阻率约为 $2\sim 3\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ($25\text{ }^\circ\text{C}$)。特别适用于配制对痕量非金属元素进行分析的试液。

(4) 亚沸蒸馏器。它是由石英制成的自动补液蒸馏装置,其热源功率很小,使水在沸点以下缓慢蒸发,故而不存在雾滴污染问题,所以蒸馏水几乎不含金属杂质(超痕量)。适用于配制除可溶性气体和挥发性物质以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,所得纯水的电阻率高达 $16\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ($25\text{ }^\circ\text{C}$)以上,但应注意保存,一旦接触空气,在 5 min 内迅速降至约 $2\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

此外,一次蒸馏的效果通常较差,有时需要多次蒸馏。例如,第一次蒸馏时加入几滴硫酸,除去重金属;第二次蒸馏时加少许碱溶液,中和可能存在的酸;第三次不加入酸或碱。

2. 去离子水

以离子交换法制备的水称为去离子水或无离子水。由于水中不能完全除去有机物和非电解质,但金属杂质含量极少,故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,即将离子交换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. 电渗析法制备的纯水

一般采用电渗析法可制取电阻率为 $1.03\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ($25\text{ }^\circ\text{C}$)的纯水。它和离子交换法相比,具有设备和操作简单、不需酸碱再生使用的优点,实用价值较大。其缺点是在水的纯度提高后,水的电导率逐渐降低,如继续增高电压,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,水质提高却极少。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(已达 $5\sim 10\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$),不仅纯度高,而且有如下优点:

① 不需用酸碱再生使用。

② 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。

③ 操作方便。

4. 特殊要求的纯水

在分析某些指标时,对分析过程中所用纯水有着特殊要求,这就需要使用相应的技术条件处理和检验。

(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(以邻甲苯胺检查不显黄色),然后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。

取实验用水 10 mL 于试管中,加入 2~3 滴(1:1)硝酸、2~3 滴 0.1 mol/L 硝酸银溶液,混匀,不得有白色混浊出现。

(2) 无氨水

可任选一种方法制备:

① 向水中加入硫酸使其 $\text{pH} < 2$,并使水中各种形态的氨或胺最终都变成不挥发的盐类,收集馏出液即得(注意:避免实验室内空气中含有氨而重新污染,应在无氨气的实验室进行蒸馏)。

② 向蒸馏制得的纯水中加入数毫升再生好的阳离子交换树脂振摇数分钟,即可除氨,或者通过交换树脂柱也能除氨。

(3) 无二氧化碳水

① 煮沸法:将蒸馏水或去离子水煮沸至少 10 min(水多时),或者使水量蒸发 10% 以上(水少时),加盖放冷即得。

② 曝气法:将惰性气体或高纯氮通入蒸馏水或去离子水至饱和即得。

制得的无二氧化碳水应贮存于一个附有碱石灰管的橡皮塞盖严的瓶中。

(4) 无铅(无重金属)水

用氢型强酸性阳离子交换树脂处理原水即得。所用贮水器应预先用 6 mol/L 硝酸溶液浸泡过夜后,再用无铅水洗净。

(5) 无砷水

一般蒸馏水或去离子水多可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、树脂管和贮水瓶。进行痕量砷的分析时,必须使用石英蒸馏器或聚乙烯的树脂管和贮水瓶。

(6) 无酚水

① 加碱蒸馏法。向水中加入氢氧化钠至 $\text{pH} > 11$,使水中酚生成不挥发的酚钠后进行蒸馏制得(或可同时加入少量高锰酸钾溶液使水呈紫红色,再行蒸馏)。

② 活性炭吸附法。将粒状活性炭加热至 150~170 °C 烘烤 2 h 以上进行活化,放入干燥器内冷却至室温后,装入预先盛有少量水(避免炭粒间存留气泡)的层析柱中,使蒸馏水或去离子水缓慢通过柱床,按柱容量大小调节其流速,一般以每分钟不超过 100 mL 为宜。开始流出的水(略多于装柱时预先加入的水量)需再次返回柱中,然后正式收集。此柱所能净化的水量,一般约为所用炭粒表观容积的 1 000 倍。

(7) 不含有机的水

加入少量高锰酸钾的碱性溶液于水中使之呈紫红色,再进行蒸馏即得。在整个蒸馏过程中水应始终保持紫红色,否则应及时补加高锰酸钾。

三、纯水的检验

水质的检验方法较多,常用的方法主要有两种:电测法和化学分析法。此外,光谱法和极谱法有时也用于水质的检验。

1. 电测法

电测法最简单,它是利用水中所含导电杂质与电阻率之间的关系,间接确定水质纯度的一种方法。在 25℃ 时,以电导率仪测得水中电阻率在 $0.5 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上者为去离子水。

2. 化学分析法

(1) pH 的检查

用精密 pH 试纸进行检查,纯水的 pH 见表 1-1。

(2) 阳离子定性检查

取纯水 10 mL 于试管中,加入 3~5 滴氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液($\text{pH}=10$),加少许铬黑 T 粉状指示剂(铬黑 T:氯化钠=1:100,研磨混匀),搅拌,溶解后,如溶液呈天蓝色表示无阳离子存在,若呈紫红色表示有阳离子存在。

(3) 氯离子的定性检查

其检测方法同前(无氯水的制备及检验)。

(4) 可溶性硅的定性检查

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,按 1:3 比例混合),摇匀。放置 10 min,加入 5 滴 1% 硫酸亚铁铵溶液(新配制),摇匀。若溶液呈蓝色,则表示有可溶性硅;如不呈蓝色,则认为无可溶性硅。

由于化学分析法具有过程比较复杂、操作麻烦、分析时间较长等特点,因而一般都采用电测法,只有在无电导率仪的情况下才采用化学分析法。

四、纯水的贮存

制备好的纯水要妥为保存,不要暴露在空气中,否则由于空气中二氧化碳、氨、尘埃及其他杂质的污染会使水质下降。由于非电解质无适当的检验方法,因此可用水中金属离子含量的变化来观察其污染情况,表 1-2 中列出纯水在不同容器中贮存 2 周后其金属离子含量的变化情况。因纯水贮存在硬质或涂石蜡的玻璃瓶中都会使金属离子含量增加,故宜贮存于聚乙烯容器中或衬有聚乙烯膜的瓶中,最好是贮存于石英或高纯聚四氟乙烯容器中。

表 1-2 重蒸馏水和去离子水在不同容器中贮存 2 周后,金属离子含量的变化

水 样	贮 存 容 器	金属离子含量/ $(\mu\text{g/L})$				
		Al	Fe	Cu	Pb	Zn
重蒸馏水	(新制备)	10.2	0.9	0.5	0.9	1.4
	硬质玻璃瓶	10.2	4.5	1.2	3.0	4.6
	涂石蜡玻璃瓶	15.0	10.5	1.4	4.1	5.6
去离子水	(新制备)	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5
	聚乙烯容器	1.3	1.5	0.6	1.5	1.5

§ 1.2 试剂与试液

一、试剂的质量规格

化学试剂在监测分析实验中是不可缺少的物质,试剂的质量及实际选择是否恰当,将直接影响到监测分析结果,因此,对分析人员来说,应当对试剂的性质、用途、配制方法等进行充分的了解,以免因试剂选择不当而影响监测分析结果。

在监测分析实验中,往往要求使用较高纯度的试剂,但由于试剂制造厂家的生产水平不同,很难保证全部达到最高水平。目前我国生产的试剂质量标准分为四级,如表 1-3 所示。

表 1-3 国产试剂规格

级别	习惯等级	标签颜色	用途
一级	保证试剂 (优级纯, G·R)	绿色	纯度很高,适用于精确分析和研究工作,有的可作基准物质
二级	分析试剂 (分析纯, A·R)	红色	纯度较高,适用于一般分析及科研用
三级	化学试剂 (化学纯, C·P)	蓝色	纯度不高,适用于工业分析及化学实验
四级	实验试剂 (L·R)	蓝色	纯度较差,只适用于一般化学实验用

对于质量高于一级品的高纯试剂(超纯试剂)目前在国际上也无统一的规格,常以“9”的数目表示产品的纯度。在规格栏中标以 4 个 9, 5 个 9, 6 个 9, ……。

4 个 9 表示纯度为 99.99%, 杂质总含量不大于 $1 \times 10^{-2} \%$;

5 个 9 表示纯度为 99.999%, 杂质总含量不大于 $1 \times 10^{-3} \%$;

6 个 9 表示纯度为 99.9999%, 杂质总含量不大于 $1 \times 10^{-4} \%$; 依此类推。

除此之外,还有一些特殊规格的试剂,这些试剂虽尚未经有关部门明确规定和正式公布,但多年来已为广大的化学试剂厂生产、销售与使用者所熟悉和沿用,如表 1-4 所示。

表 1-4 其他规格的化学试剂

规格	代号	用途	备注
高纯物质	E·P	配制标准溶液	包括超纯、特纯、高纯等
色谱纯试剂	G·C	气相色谱分析专用	液相色谱用代号 L·C
生化试剂	B·R	配制生物化学检验试液	瓶标签为黄色等
生物染色剂	B·S	配制微生物标本染色液	
光谱纯试剂	S·P	用于光谱分析	
指示剂	Ind.	配制 pH 指示液等	
基准试剂		用于标定标准溶液	
pH 基准缓冲物质		配制 pH 标准缓冲溶液	
特殊专用试剂		用于特定监测项目,如无砷等	

二、试剂的选用与保管

1. 试剂的选用原则

在监测分析过程中,每一反应都需要加入一定试剂,如果试剂中含有被测成分或干扰物质时,会导致测量结果偏高或偏低。由于试剂的不纯所引起的误差,对分析者来说必须高度重视。选用试剂应以实验条件、分析方法和分析结果要求的准确度等为依据,一般来说,要求分析准确度高时,应选用较纯的试剂。当然也没必要过分强调使用高纯试剂,如果二级品试剂能够保证分析质量,就不一定使用一级品,因为试剂等级提高一级,其价格有时相差几倍以上,会大大增加分析成本。总之,在选择分析试剂时应作全面考虑,以满足分析结果准确度为前提,本着节约的原则选用合格试剂。

2. 试剂的保管

分析试剂必须妥善保存以防变质而影响分析结果。所有的试剂瓶外面应擦干净,标签上涂蜡,贮存在干燥、清洁的药品柜内,最好置于阴面避光房间内。试剂种类较多时,应分类摆放,取用后应放回原处,以免放乱后下次使用时不易寻找。剧毒药品应贮存于保险柜内,并有专人保管(双锁)。易挥发的药品应贮放在有抽风设施的房间里;易燃、易爆药品则应贮存于铁皮柜或沙箱中。

三、试剂的提纯与精制

如短时间内难以找到合适的分析试剂,可将化学纯或实验试剂用重结晶或蒸馏等方法提纯后使用,从而达到降低杂质含量和提高试剂本身的含量(%)。

1. 蒸馏法

该法适用于提纯挥发性液体试剂,如氨水、盐酸、硝酸、氢氟酸、氢溴酸、高氯酸等无机酸和石油醚、氯仿、四氯化碳等多种有机溶剂。

2. 重结晶法

该法是纯化固体物质的重要方法之一。利用被提纯化合物及杂质在溶剂中,于不同温度时溶解度的不同来分离杂质,从而达到纯化的目的。

3. 萃取法

该法适用于某些在不同条件下,在互不相溶的两种溶剂中溶解度不同的试剂的精制。对有些试剂,可先配成试液,再用萃取法分离出其中的杂质以达到纯化目的。

(1) 萃取精制:用改变溶液酸碱性等条件,使溶质在两种溶剂间反复溶解、结晶而达到精制的目的。

(2) 萃取提纯:某些试剂,如酒石酸钠、盐酸羟胺等,可在配成溶液后,用双硫脲的氯仿溶液直接萃取,以除去某些金属杂质(注意:冷原子吸收法测定汞时,所用盐酸羟胺试剂不能用此法提纯,以免因试液中的残留氯仿吸收紫外线而带来分析误差)。

(3) 蒸发干燥:将萃取液中的溶剂蒸发赶除,所得试剂可干燥后保存。对热不稳定的试剂,应低温或真空低温干燥。例如,双硫脲可放于真空干燥箱中,抽气减压并于 50℃ 干燥。

4. 等温扩散法

该法适用于常温下溶质可强烈挥发的水溶液试剂,如盐酸、硝酸、氢氟酸、氨水等。此法设备简单,容易操作,所制得的产品纯度和浓度较高。缺点是产量小、耗时、耗酸较多。

该法常在玻璃干燥器中进行,将分别盛有试剂和吸收液(常为高纯水)的容器分放在隔板上下或同放在隔板上,密闭放置即可。

试剂和吸收液的比例按精制品所需浓度而定,试剂愈多而吸收液愈少,则精制品浓度愈高。如浓盐酸与纯水的比例为3:1时,吸收液含氯化氢的最终浓度可高达10 mol/L。扩散时间依气温高低而定,大约为1~2周。

5. 醇析法

该法适用于在其水溶液中加入乙醇时即析出结晶的试剂,如邻苯二甲酸氢钾、草酸等。

加醇沉淀是将试剂溶解于水中,使之成为近饱和溶液,慢慢加入乙醇至沉淀开始明显析出。过滤,弃去最初析出的少量沉淀,再向滤液中加入一定量的乙醇进行沉淀,直至不再有沉淀析出为止。过滤,以少量乙醇分次洗涤沉淀,于适当温度下干燥。

对某些在乙醇中易溶的试剂(如联邻甲苯胺),则可向其乙醇溶液中加水,使之析出沉淀,以进行提纯。

6. 其他方法

有些试剂可在配成试液后,分别采用电解法、层析法、离子交换法、活性炭吸附法、共沉淀法等进行提纯。提纯后的试液可直接使用或将溶剂分离后保存备用。

四、试液的浓度表示、质量及配制

1. 试液的浓度表示

(1) 物质的量浓度

物质的量浓度即通常所讲的摩尔浓度,指每立方米溶液中含有的溶质的物质的量,单位摩尔/立方米(mol/m^3),常用单位为 mol/L 。

(2) 质量百分浓度

质量百分浓度是指溶质质量占溶液质量的百分数,以 $\%(m/m)$ 表示。一般化学手册、市售化学试剂所指百分浓度即属这种表示法。

由于一般用质量百分浓度表示的,不是标准溶液的浓度,不要求那么准确,故在环境监测中,可作简略计算。如:40% KF 溶液,可以把40 g KF 溶解于水中,再以水稀释至100 mL,即质量-体积百分浓度。本书中用“%”表示的浓度若无特殊说明,即为质量-体积百分浓度。

(3) 体积百分浓度

体积百分浓度是指100份体积溶液中所含溶质体积的份数。当溶质是液体时常用此种浓度,符号为 $\%(V/V)$ 。例如配制90%乙醇溶液,量取90 mL 无水乙醇,加水稀释至100 mL 即成。

(4) 体积比例表示法

一些液体试剂配成溶液时,常用这种浓度表示。例如用 $a+b$ 或 $a:b$ 表示,第一个 a 代表溶质的体积,第二个 b 代表溶剂的体积。如 $(1:5)\text{H}_2\text{SO}_4$ 表示1体积的浓硫酸溶于5体积的蒸馏水中。

(5) 滴定度表示法

用每毫升溶液所滴定的被测物质的克数表示(符号为 T)。

用单位体积溶液中所含溶质(分子或某种元素)的质量表示。即每升(或毫升)溶液中所含

溶质的质量(g、mg 或 μg)。一般有下列几种:g/L、mg/L、g/mL、mg/mL、 $\mu\text{g/mL}$ 、ng/mL。

常用这种浓度表示方法来表示标准溶液的浓度,也可以用来表示被测成分的分析结果。

2. 试液质量的影响因素

试液的质量除主要受试剂质量的影响外,还会受其他多种因素的影响。

(1) 试液的稳定性

稳定性较好的试剂配制成试液后,其稳定性可能变差。一般来讲,浓溶液的稳定性较好,稀溶液的稳定性较差,因而许多试液常配成浓的贮备液,临时时再稀释成所需浓度。此外,配制好试液后,在试液标签上应注明配制日期,并根据需要定期检查。

(2) 试液的贮存期

一般浓溶液在贮存期内的变化不大,而稀溶液则随贮存时间的延长,其浓度会发生变化。除本身不稳定试剂外,一般而言,稳定性较好的试剂,其 10^{-3} mol/L 的溶液可贮存一个月以上, 10^{-1} mol/L 的溶液只能贮存一周,而 10^{-5} mol/L 的溶液则需使用当日配制。

(3) 容器的耐蚀性

玻璃容器的耐碱性都较差,玻璃被碱腐蚀后可释放出某些杂质污染试液,所以,应采用聚乙烯瓶盛放碱性试液。软质玻璃的耐酸性和耐水性也较差,不应采用此种玻璃制成的容器长期贮存试液。

(4) 容器的密闭性

试剂瓶的磨口塞必须能与瓶口密合,以防杂质侵入、溶剂或溶质挥发逸出等。试剂瓶在使用前应认真检查,将玻璃塞插入瓶口后从各个方向摇动检查,严密无隙者方可使用。

3. 试液的配制

(1) 溶质

① 固体试剂:按所需数量直接称取即可。但如配制标准溶液和滴定溶液时,所用无水试剂都必须在 $105\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内烘 $1\sim 2\text{ h}$ 以上,再放入干燥器中冷却至室温后,立刻称重以供配制。如果某种试剂不宜在 $105\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥,则应按该试剂的保存及使用规定执行。水合盐类可放在干燥器内适当干燥即可使用。使用时应按“只出不进,量用为出”的原则称取,即多余的试剂不允许再放回原试剂瓶中,以免污染原瓶中试剂。称取时应使用洁净干燥的容器,对易吸潮、易变质试剂应使用称量瓶。

② 液体试剂:以体积百分浓度(V/V)配制时,按所需数量直接量取即可;以质量体积百分浓度(m/V%)配制时,应先将瓶签上标示的质量百分浓度乘以相对密度,换算成质量体积百分浓度,再算出所需体积后量取。

常用液体试剂的浓度换算见表 1-5。

表 1-5 常用液体试剂的浓度换算表

试剂名称	质量/质量(%)	相对密度	质量/体积(%)	摩尔浓度(mol/L)
盐酸(HCl)	37	1.18	44	12
硝酸(HNO ₃)	71	1.42	100	16
硫酸(H ₂ SO ₄)	96	1.84	177	18
冰醋酸(CH ₃ COOH)	99.5	1.05	104	17
氨水(NH ₃ OH)	28	0.90	25	7

液体试剂应按“只准倾出,不准吸出”的原则取用,即先倾出适量液体试剂至洁净干燥的容器内,再用吸管吸取,而不准直接从原装试剂瓶内吸取,以防污染原装瓶中的试剂或带入水分。

(2) 溶剂

① 水:本书中配制的溶液,除明确规定外,均为蒸馏水或去离子水所配制的水溶液。各种特殊要求的纯水见前所述。

② 有机溶剂:有机溶剂与所用溶质的纯度应相当,若其纯度偏低,需经蒸馏或分馏,收集规定沸程内的馏出液,必要时应进行检验,质量合格后才能使用。

(3) 配制试液的注意事项

① 配制时所用试剂的名称、数量及有关计算,均应详细写在原始记录本上,以备核查。

② 因溶质常需加热助溶,或在溶解过程中放出大量溶解热,故应在烧杯内配制,待溶解完全并冷至室温后,再转移到容量瓶定容或加足溶剂倾入试剂瓶中备用。

③ 碱性试液或浓盐类试液勿贮于磨口塞玻璃瓶内,以免瓶塞与瓶口固结后不易打开。遇光易变质的试液应贮于棕色瓶中,并放置在暗处保存。

④ 应以不褪色的墨水在标签上写明试液名称、浓度及配制日期,必要时还可注明所用试剂的级别、溶剂的种类及配制者。盛装易燃、易爆、有毒或有腐蚀性试液的试剂瓶,应使用红色边框的试剂标签。

§ 1.3 器皿及其清洗

环境监测实验室所用的器皿是用各种各样的材料制成的,主要有化学玻璃、化学瓷、石英、塑料以及金属材料等。当器皿与样品(尤其是溶液)接触时,这些材料可能以三种方式影响待测痕量组分的浓度。

(1) 痕量组分可能被吸附在容器壁上,从而降低它们在溶液中的浓度。

(2) 器皿材料的组分可能被浸出到溶液中,增大了待测组分的浓度。

(3) 吸着在壁上的前一种溶液组分可能解吸而进入后一种溶液。

低浓度时,吸附、浸出和解吸之间建立起平衡通常很慢,故在诸如移液、过滤、在容量瓶中稀释溶液以及测量吸光度等持续时间短的分析操作中,上述三种影响通常可以忽略;而在诸如加热蒸发和升温溶解样品等持续时间较长的分析操作中,以及用容器贮存样品、标准溶液和试剂溶液时,这三种影响就甚为明显。因此,在监测分析中,分析人员应当熟悉各种器皿的成分、性能、适用的场合、局限性、保养以及洗涤方法等。

一、玻璃器皿

实验室所用的玻璃器皿均用化学玻璃制成,就成分而论,大多数是含有少量碱金属的硼硅酸盐。

化学玻璃对于酸碱及其化学试剂有一定的耐腐蚀性能,并且具有一定的耐热性能。

化学玻璃的耐酸碱和耐化学试剂侵蚀的性能并不一致,必要时在使用前应加以检验。

化学玻璃的耐热性能有重要意义。例如耐热性能较强的硼硅玻璃一般在 $500\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$