

高等教育“十三五”规划教材

PUTONG GAODENG JIAOYU “13·5” GUIHUA JIAOCAI

环境监测实验

主 编 陈井影

副主编 李文娟



冶金工业出版社
www.cnmp.com.cn





普通高等教育“十三五”规划教材

环境监测实验

主 编 陈井影

副主编 李文娟



北京
冶金工业出版社

2018

内 容 提 要

本书主要内容包括：环境监测实验室基本知识、环境监测基础性实验及环境监测综合性和研究性实验。其中环境监测基础性实验涉及大气、水、固体、噪声、辐射等环境介质中典型污染因子的常规监测以及生物监测技术，共 30 多个实验项目。

本书可作为高等学校环境科学与工程类专业类实验教学用书，也可供相关专业及环保技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验 / 陈井影主编. —北京：冶金工业出版社，2018.8

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5024-7844-5

I. ①环… II. ①陈… III. ①环境监测—实验—高等学校—教材 IV. ①X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 167594 号

出 版 人 谭学余

地 址 北京市东城区嵩祝院北巷 39 号 邮编 100009 电话 (010)64027926

网 址 www.cnmp.com.cn 电子信箱 yjeds@cnmp.com.cn

责任编辑 卢 敏 美术编辑 吕欣童 版式设计 禹 蕊

责任校对 卿文春 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-7844-5

冶金工业出版社出版发行；各地新华书店经销；三河市双峰印刷装订有限公司印刷

2018 年 8 月第 1 版，2018 年 8 月第 1 次印刷

787mm×1092mm 1/16；10 印张；237 千字；151 页

28.00 元

冶金工业出版社 投稿电话 (010)64027932 投稿信箱 tougao@cnmp.com.cn

冶金工业出版社营销中心 电话 (010)64044283 传真 (010)64027893

冶金书店 地址 北京市东四西大街 46 号(100010) 电话 (010)65289081(兼传真)

冶金工业出版社天猫旗舰店 yjgycbs.tmall.com

(本书如有印装质量问题，本社营销中心负责退换)

前 言

“环境监测实验”是环境工程和环境科学专业重要的实践必修课，是环境监测课程的重要组成部分。本课程的学习，使学生巩固和加深对环境监测课程理论知识的理解，初步掌握环境监测技术的基本实践方法、手段和操作技能，培养学生独立思考、分析问题和解决问题的能力，同时提高学生的动手能力和创新思维能力。

本实验教材内容是在参考国家有关标准并结合多年科研和教学实践的基础上确定的。环境监测实验内容涉及水质监测、空气监测、土壤质量监测、环境污染生物监测、噪声监测等，另外，在水质和土壤监测中纳入了放射性核素铀的测定方法。其中水质监测部分由李文娟负责编写，其余部分由陈井影负责编写。全书由陈井影负责统稿。在本书编写过程中，得到了东华理工大学环境工程专业老师的大力支持和帮助，同时参阅了一些专家学者的相关文献资料，在此一并表示感谢！

本教材对每个实验的原理、方法、操作步骤、所用的实验仪器、试剂、实验注意事项进行了详细的介绍，同时对学生实验的组织形式、人员安排、实验报告所涉及的内容作了具体的要求。

本教材得到了江西省“环境工程特色专业”“环境工程专业综合改革试点”和东华理工大学“水污染控制工程教学培育团队”等质量工程建设项目资助。

由于编者水平有限，书中难免有不妥之处，敬请读者批评指正。

编 者

2018年5月

目 录

1 环境监测实验室基本知识	1
第一节 环境监测实验的基本要求	1
第二节 实验室基本知识	1
一、实验室用水	1
二、溶液的配制	5
三、化学试剂	7
四、玻璃器皿的洗涤	8
五、常用干燥剂	10
第三节 实验室安全知识	10
一、易燃易爆物质	10
二、剧毒和致癌物质	11
第四节 环境监测实验室安全管理制度	12
2 水质监测实验	14
实验一 水样色度的测定	14
实验二 水样浊度的测定	17
实验三 水中残渣的测定（重量法）	21
实验四 水电导率的测定（电导率仪法）	23
实验五 水和废水 pH 值的测定（玻璃电极法）	26
实验六 溶解氧（DO）的测定	29
实验七 水样氨氮的测定（纳氏试剂比色法）	32
实验八 水中总氮的测定（碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法）	35
实验九 水中总磷的测定（钼酸铵分光光度法）	38
实验十 水中硫酸盐的测定（重量法）	41
实验十一 自来水中氯化物的测定（硝酸银滴定法）	44
实验十二 水中氟化物的测定（氟离子选择电极法）	47
实验十三 自来水中铁含量的测定（火焰原子吸收分光光度法）	50
实验十四 污水中铜含量的测定（电感耦合等离子体发射光谱法）	53
实验十五 水中钙离子的测定（EDTA 滴定法）	55
实验十六 水样中铀的测定（铀分析法）	57
实验十七 水质总铬的测定	59

实验十八 水中六价铬的测定 (二苯碳酰二肼分光光度法)	64
实验十九 水质化学需氧量 COD 的测定	66
实验二十 高锰酸盐指数的测定 (氧化-还原滴定法)	72
实验二十一 五日生化需氧量的测定 (稀释与接种法)	75
实验二十二 水中挥发酚类的测定 (4-氨基安替比林分光光度法)	79
实验二十三 水中大肠菌群的测定 (多管发酵法)	82
3 环境空气质量监测实验	86
实验一 空气中二氧化硫的测定 (甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法)	86
实验二 空气中二氧化氮的测定 (盐酸萘乙二胺分光光度法)	91
实验三 空气中总悬浮颗粒物的测定 (重量法)	93
实验四 环境空气 PM ₁₀ 、PM ₅ 和 PM _{2.5} 的测定 (重量法)	96
实验五 环境空气中的苯系物测定 (气相色谱法)	98
实验六 空气中臭氧的测定 (紫外光度法)	101
实验七 空气中一氧化碳的测定	105
4 土壤质量监测实验	110
实验一 土壤水分的测定 (烘干法)	110
实验二 土壤 pH 值的测定 (电位法)	112
实验三 土壤样品中铜、锌、铅的测定 (AAS 法)	114
实验四 土壤中汞的测定 (原子荧光法)	117
实验五 土壤中砷的测定 (氢化物原子荧光法)	120
实验六 土壤中铀的测定	122
5 噪声监测实验	126
实验一 环境噪声监测	126
实验二 工业企业厂界噪声测量	128
实验三 城市区域环境噪声测量	131
6 综合设计性实验	134
实验一 校园环境空气质量监测	134
实验二 校园水环境监测	137
附录 环境监测相关标准	140

第一节 环境监测实验的基本要求

- (1) 认真预习实验教材，了解实验仪器、设备。
- (2) 写好实验预习报告。对于综合性实验，要求学生预习报告中拟出实验方案和操作步骤，分析影响测定准确度的因素及控制方法。
- (3) 实验开始后，按操作规范进行准确操作，对实验现象的观察要力求客观、深入、全面、细致，积极思考、认真分析，及时记录实验中出现的现象和数据。
- (4) 实验结束后，对记录的数据进行处理，并对各种实验现象进行分析和讨论，得出实验结论，写出实验报告。
- (5) 实验报告内容包括：
 - 1) 实验名称；
 - 2) 实验目的、要求；
 - 3) 实验原理；
 - 4) 实验方法、步骤；
 - 5) 实验数据处理及实验结果；
 - 6) 实验现象的分析、讨论；
 - 7) 结论。

第二节 实验室基本知识

一、实验室用水

(一) 普通纯水

1. 纯水质量标准

水是最常用的溶剂，配制试剂、标准溶液、洗涤均需大量使用。它的质量对分析结果有着广泛和根本的影响，对于不同用途，应使用不同质量的水。

表 1-1 中 KMnO_4 呈色持续时间是指用这种水配制 $c(1/5) \text{KMnO}_4 = 0.01 \text{mol/L}$ 溶液的呈色持续时间，它反映水中还原性杂质含量的多少。

表 1-1 纯水的级别与标准

指 标	I	II	III	IV
可溶性物质/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	<0.1	<0.1	<0.1	<2.0

续表 1-1

指 标	I	II	III	IV
电导率(25℃)/ $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$	<0.06	<1.0	<1.0	<5.0
电阻率(25℃)/ $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$	>16.66	>1.0	>1.0	>0.20
pH 值(25℃)	6.8~7.2	6.6~7.2	6.5~7.5	5.0~8.0
KMnO_4 呈色持续时间 (最小)/min	>60	>60	>10	>10

在制备痕量元素测定用的标准水样时,最好使用相当于 ASTM-I 级的纯水;制备微量元素测定用的标准水样,使用 ASTM-II 级的纯水。

2. 纯水的制备

纯水的制备是将原水中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、离子交换法和电渗析法。

A 蒸馏法

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。

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。这种蒸馏所得水含有微量金属杂质,如含 Cu^{2+} $(10 \sim 200) \times 10^{-6}$,电阻率为 $30 \sim 100 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25℃),只适用于清洗容器和配制一般试液。

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+} 5×10^{-9} ,还可能有微量玻璃溶出物,如硼、砷等。其电阻率为 $100 \sim 200 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。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试液。

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。电阻率为 $20 \sim 300 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。特别适用于配制对痕量非金属进行分析的试液。

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 $16 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上。要注意保存,一旦接触空气,在 5min 内迅速降至约 $2 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

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,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。

各种纯化法制得的纯水中,所含几种痕量元素的量,如表 1-2 所示。

B 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,而不适用于有机分析试液。

表 1-2 水的各种纯化法

序号	纯 化 方 法	痕量元素含量/ $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$			
		Cu	Zn	Mn	Mo
1	铜制蒸馏器（内壁为锡）蒸馏	10	2	1	2
2	铜制蒸馏器（内壁为锡）蒸馏的蒸馏水用硬质（pyrex）玻璃蒸馏器蒸馏一次	1	0.12	0.2	0.002
3	铜制蒸馏器（内壁为锡）蒸馏的蒸馏水用硬质（pyrex）玻璃蒸馏器蒸馏二次	0.5	0.04	0.1	0.001
4	铜制蒸馏器（内壁为锡）蒸馏的蒸馏水用硬质（pyrex）玻璃蒸馏器蒸馏三次	0.4	0.04	0.1	0.001
5	硬质（pyrex）玻璃蒸馏器蒸馏一次	1.6	0		
6	耶纳（Jena）玻璃蒸馏器蒸馏一次	0.1	3		
7	Amberlite IR-100 树脂处理一次	3.5	0		

在实际工作中，常将离子交换法和蒸馏法联用，即将离子交换水在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。

C 电渗析法

一般采用电渗析法可制取电阻率为 $2 \times 10^6 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ (18°C) 的纯水。它比离子交换法有设备和管理简单、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，水的电导率就逐渐降低，如继续增高电压，就会迫使水分子电离为 H^+ 和 OH^- ，使大量的耗电在水的电离上，水质却提高的很少。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（已达 $5 \times 10^6 \sim 6 \times 10^6 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ），不仅纯度高，而且有如下优点：

(1) 不需将酸碱再生使用。

(2) 易于设备化，易于搬迁，灵活性大。可以置生产用水设备旁边，就地取纯水使用。

(3) 操作方便。

3. 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。光谱法和极谱法有时也用于水质检验。

A 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°C 时，以电导仪测得水中电阻率在 $5 \times 10^5 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上者为去离子水。

B 化学分析法

阳离子定性检查。取纯水 10mL 于试管中，加入 3~5 滴氯化铵-氢氧化钠缓冲溶液 ($\text{pH}=10$)，加少许铬黑 T 粉状指示剂（铬黑 T：氯化钠 = 1：100，研磨混匀），搅拌待溶

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。

(1) 氯离子的定性检查。取纯水 10mL 于试管中,加入 2~3 滴 (1:1 硝酸),2~3 滴 0.1mol/L 硝酸银,混匀,无白色浑浊出现即表示无氯离子存在。

(2) 可溶性的定性检查。取纯水 10mL 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 4mol/L 的硫酸,按 1:3 比例混合),摇匀。若溶液呈蓝色,则表示有可溶性硅;如不呈蓝色,可认为无可溶性硅。

由于化学分析过程比较复杂、操作麻烦、分析时间较长等特点,因而一般都采用电测法,只有在无电导仪的情况下再采用化学分析法。

4. 纯水的储存

制备好的纯水要妥为保存,不要暴露于空气中,否则由于空气中二氧化碳、氨、尘埃及其他杂质的污染使水质下降。由于非电解质无适当地检验方法,因此可用水中金属离子含量的变化来观察其污染情况,表 1-3 中列出纯水在不同容器中储存 2 周后其金属离子含量的变化情况。因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,故宜储存于聚乙烯容器中或衬有聚乙烯膜的瓶中为妥,最好是储存于石英或高纯聚四氟乙烯容器中。

表 1-3 容器与纯水中金属离子含量的变化

水 样	储存容器	金属离子含量/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$				
		Al	Fe	Cu	Pb	Zn
蒸馏水再经硬质玻璃蒸馏器重蒸馏		10.2	0.9	0.5	0.9	1.4
蒸馏水再经硬质玻璃蒸馏器重蒸馏	储存于硬质玻璃瓶中经 2 周后	10.2	4.5	1.2	3.0	4.6
蒸馏水再经硬质玻璃蒸馏器重蒸馏	储存于涂石蜡玻璃瓶中经 2 周后	15.0	10.5	1.4	4.1	5.6
蒸馏水再通过离子交换树脂混合床处理		1.0	0.5	0.5	0.5	0.5
蒸馏水再通过离子交换树脂混合床处理	储存于聚乙烯容器中经 2 周后	1.3	1.5	0.6	1.5	1.5

(二) 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及制取方法。

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 检查不显色),继续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。DPD, 即 N, N'-二乙基-对苯二胺 (N, N'-p-phenylene-diamine)。

2. 无氨水

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）。

3. 无二氧化碳水

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

（2）曝气法。将惰性气体或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储存于一个附有碱石灰管的橡皮塞盖严的瓶中。

4. 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。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储水桶。

5. 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。注意储水器应预先做无铅处理，用 6mol/L 硝酸溶液浸泡过夜后，用无铅水洗净。

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℃ 烘烤 2h 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，按柱床容量大小调节其流速，一般以每分钟不超过 100mL 为宜。开始流出的水（略多于装柱时预先加入的水量）必须再次返回柱中，然后正式收集。此柱所能净化的水量，一般约为所用炭粒表现容积的 1000 倍。

7. 不含有机物的蒸馏水

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，否则应随时补加高锰酸钾）。

二、溶液的配制

（一）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 105~110℃ 的烘箱内烘 1~2h 以上，在有效的干燥器内冷却至室温后，立刻称重以供配制。如果某试剂不宜在 105~110℃ 干燥，则应按该试剂之规定执行。水和盐类可在有效的干燥器内适当干燥，不用加热法烘干。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，以免污染原瓶试剂。称取试剂应使用洁净干燥的容器，对易吸潮的试剂应以有盖容器（如称量瓶）称取。

（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；以重量体积百分浓度（m/V%）配制时，应先将瓶签上标示的重量百分浓度乘以比重，换算成重量体积百分浓度，再算出所需体积后量取之。常用液体试剂的浓度换算见表 1-4。

表 1-4 常用液体试剂的浓度换算

试剂名称	重量/重量/%	比重	重量/体积/%	摩尔浓度/ $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$
硝酸 (HNO_3)	71	1.42	100	16
盐酸 (HCl)	37	1.18	44	12
硫酸 (H_2SO_4)	96	1.84	177	18
冰醋酸 (CH_3COOH)	99.5	1.05	104	17
氨水 (NH_4OH)	28	0.90	25	14

(二) 溶剂

(1) 水：本书中所配制的溶液，除明确规定者外，均为蒸馏水或去离子水所配制的水溶液。为使配制试液时所用纯水与试剂的纯度大致相当，以保证试液的质量，现将纯水划分为几个相应的等级，如表 1-5 所示。

各种特殊要求的蒸馏水，见本章第二节中纯水的制备。

(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，质量合格后再使用。

表 1-5 纯水分级

级别	电阻率 (25°C) $/\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$	治 水 设 备	用 途
特	>16	混合床离子交换柱- $0.45\mu\text{m}$ 滤膜-亚沸蒸馏器	配制标准水样
1	$10\sim 16$	混合床离子交换柱-石英蒸馏器	配制分析超痕量 ($<10^{-9}$ 级) 物质用的试液
2	$2\sim 10$	双级复合床或混合床离子交换柱	配制分析痕量 ($10^{-9}\sim 10^{-6}$ 级) 物质用的试液
3	$0.5\sim 2$	单级复合床离子交换柱	配制分析 10^{-6} 级以上含量物质用的试液
4	<0.5	金属或玻璃蒸馏器	配制测定有机物 (如 CDO、 BOD_5 等) 用的试液

(三) 配制试液的注意事项

(1) 当配制准确浓度的溶液时，如溶解已知量的某种基准物质或稀释某一已知浓度的溶液时，必须用经校准过的容量瓶，并准确地稀释至标线，然后充分混匀。

(2) 本书中一般都介绍每次配制 1000mL 溶液。实际上有时需要少一些或多一些，分析人员可按书中的比例配制所需要的体积，而不必拘于 1000mL。有些地方要求配 100mL，有些溶液不易保存或用量很小，配 1000mL 就造成浪费了。配溶液时的安全规定：一定要将浓酸或浓碱缓慢地加入水中，并不断搅拌，待溶液温度冷却到室温后，才能稀释到规定的体积。

(3) 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上，以备查对。

(4) 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,再加足溶剂倾入试剂瓶中。

(5) 碱性试液和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,放暗处保存。

(6) 应以不褪色的墨水在瓶签上写明试剂名称、浓度、酸度和配制日期(必要时注明所用试剂的级别和溶剂的种类)。盛装易燃、易爆、有毒或有腐蚀性试液的试剂瓶,应使用红色边框的瓶签。

三、化学试剂

(一) 化学试剂的质量规格

化学试剂在分析监测试验中是不可缺少的物质,试剂的质量及实际选择恰当与否,将直接影响到分析监测结果的成败,因此,对从事分析监测的人员来说,应对试剂的性质、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分析监测的结果。

表 1-6 是我国化学试剂等级标志与某些国家化学试剂标志的对照表。

表 1-6 化学试剂等级对照表

质量次序		1	2	3	4	
我国化学试剂等级标志	级别	一级品	二级品	三级品	四级品	
	中文标志	保证试剂	分析试剂	化学试剂		生物试剂
		优级纯	分析纯	化学纯	实验试剂	
	符号	GR	AR	CP	LR	BR
	瓶签颜色	绿	红	蓝	棕色等	黄色等
德、美、英等国通用等级和符号		GR	AR	CP		
前苏联等级和符号		化学纯 X. II	分析纯. II. II A	纯		

此外,还有一些特色用途的所谓高纯试剂。例如,“色谱纯”试剂,是在最高灵敏度 10^{-10} 以下无杂质峰来表示;“光谱纯”试剂,它是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目强度大小来衡量的,它不能认为是化学分析的基准试剂,这点必须特别注意;“放射化学纯”试剂,它是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的;“MOS”试剂,它是“金属-氧化物-半导体”试剂的简称,是电子工业专用的化学试剂,等等。

在环境样品的分析监测中,一级品可用于配制标准溶液;二级品常用于配制定量分析中普通试液,在通常情况下,未注明规格的试剂,均指分析纯试剂(即二级品);三级品只能用于配制半定量或定性分析中的普通试液和清洁液等。

(二) 试剂的提纯与精制

如一时找不到合适的分析试剂时,可将化学纯或试验试剂经重结晶或蒸馏等提纯试剂的方法进行纯化,以降低杂质的含量和提高试剂本身的含量(%)。

(1) 蒸馏法。蒸馏法适用于提纯挥发性液体试剂,如烟酸、氢氟酸、氢溴酸、高氟酸、氨水等无机酸和氯仿、四氯化碳、石油醚等多种有机溶剂。

(2) 等温扩散法。等温扩散法适用于在常温下溶质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。

此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。

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

(3) 重结晶法。重结晶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,在不同温度时溶解度的不同以分离出杂质,从而达到纯化的目的。

(4) 萃取法。萃取法适用于某些能在不同条件下,分别溶于互不相溶的两种溶剂中试剂的精制。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提纯的目的。

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导致分析误差)。

3) 蒸发干燥:将萃取液中的溶剂蒸发赶出,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。

(5) 醇析法。醇析法适用于在其水溶液中加入乙醇时即析出结晶的试剂,如EDTA- Na_2 、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。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),则向其乙醇沉淀中加水,使沉淀析出,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、玻璃器皿的洗涤

玻璃器皿的清洁与否直接影响试验结果的准确性与精密度,因此,必须十分重视玻璃仪器的清洗工作。

实验室中所用的玻璃器皿必须是洁净的,洁净的玻璃器皿在用水洗过后,内壁应留下一层均匀的水膜,不挂有水珠。不同的玻璃器皿洗涤的方法不同,同时也要根据器皿被污染的情况选择适当的洗涤剂。

(一) 洁净剂及使用范围

最常用的洁净剂是肥皂、肥皂液、洗衣粉、去污粉、洗液、有机溶剂等。肥皂、肥皂液、洗衣粉、去污粉用于刷子直接涮洗的仪器,如烧杯、锥形瓶、试剂瓶、试管等。

洗液多用于不便使用刷子洗刷的仪器,如滴定管、移液管、容量瓶、比色管、量筒等刻度仪器或特殊形状的仪器等。有机溶剂是针对污物属于某一种类型油腻性,而借助有机溶剂能溶解油脂的作用洗除之,或者借助某种有机溶剂能与水混合而又挥发快的特殊性,冲洗一下带水的仪器将水洗净,如甲苯、二甲苯、汽油等可以洗油垢。乙醇、乙醚、丙酮可以冲洗刚洗净而带水的仪器。

(二) 洗涤液的制备及使用注意事项

(1) 强酸性氧化剂洗液。强酸性氧化剂洗液是用 $K_2Cr_2O_7$ 和 H_2SO_4 配制,浓度一般为 3%~5%。配制 5% 的洗液 400mL,取工业级。

(2) 碱性洗液。常用的碱洗液有碳酸钠溶液 (Na_2CO_3 , 即纯碱)、碳酸氢钠 ($NaHCO_3$, 即小苏打)、磷酸钠液 (磷酸三钠)、磷酸氢二钠,个别难洗的油污器皿也有用稀氢氧化钠溶液的。以上稀碱洗液的浓度一般都在 5% 左右,碱洗液用于洗涤有油污的仪器,因此洗涤是采用长时间 (24h 以上) 浸泡法,或者浸泡法。

(3) 有机溶剂。带有油脂性污物较多的器皿,如旋塞内孔、移液管尖头、滴定管尖头、滴管小瓶等可以用汽油、甲苯、二甲苯、丙酮、乙醇、三氯甲烷、乙醚等有机溶剂擦洗或浸泡。

(三) 玻璃器皿的洗涤方法

(1) 常规洗涤法。对于一般的玻璃仪器,应先用自来水冲洗 1~2 遍除去灰尘。如用强酸性氧化剂洗涤时,应将水沥干,以免过多地耗费洗液的氧化能力。若用毛刷蘸取热肥皂液 (洗涤剂或去污粉等) 仔细刷净内外表面,尤其应注意容器磨砂部分,然后用水冲洗,一般刷洗至看不出有肥皂液时,用自来水冲洗 3~5 次,再用蒸馏水或去离子水充分冲洗 3 次。洗净的清洁玻璃仪器壁上应能被水均匀润湿 (不挂水珠)。玻璃仪器经蒸馏水冲洗干净后,残留的水分用指示剂或 pH 试纸检查应为中性。

洗涤时应按少量多次的原则用水冲洗,每次充分振荡后倾倒干净。凡能使用刷子洗的玻璃仪器,都应尽量用刷子蘸取肥皂液进行刷洗,但不能用硬质刷子猛力擦洗容器内壁,因这样易使容器内壁表面毛糙、易吸附离子或其他杂质,影响测定结果或造成污染而难以清洗。测定痕量金属元素后的仪器清洗后,应用硝酸浸泡 24h 左右,再用水洗干净。

(2) 不便刷洗的玻璃仪器的洗涤法。可根据污垢的性质选择不同的洗涤液进行浸泡或共煮,再按常法用水冲净。

(3) 水蒸气洗涤法。有的玻璃仪器,主要是成套的组合仪器,除按上述要求洗涤外,还要安装起来用水蒸气蒸馏法洗涤一定的时间。例如,凯氏微量定氮仪,每次使用前应将整个装置连同接受瓶用热蒸汽处理 5min,以便除去装置中的空气和前次试验所遗留的氮污染物,从而减少试验误差。

(4) 特殊清洁要求的洗涤。在某些实验中,对玻璃仪器有特殊的清洁要求,如分光光度计上的比色皿,用于测定有机物后,应以有机溶剂洗涤,必要时可用硝酸浸泡,但要避免用重铬酸钾洗液洗涤,以免重铬酸钾附着在玻璃上。用酸浸后,先用水冲净,再以去离子水或蒸馏水洗净晾干,不宜在较高温度的烘箱中烘干。如应急使用而要除去比色皿内的水分时,可先用滤纸吸干大部分水分后,再用无水乙醇或丙酮洗涤除尽残存水分,晾干即可使用。

五、常用干燥剂

常用的干燥剂有无水 CaCl_2 、变色硅胶、 P_2O_5 、 MgO 、 Al_2O_3 和浓 H_2SO_4 等。干燥剂的性能以能除去产品水分的效率来衡量。表 1-7 是一些无机干燥剂的种类及其相对效率。

表 1-7 某些无机干燥剂的种类及其相对效率

干燥剂种类	残余水 ^① / $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	干燥剂种类	残余水 ^① / $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$
$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$	约 1.0	变色硅胶 ^②	70
BaO (96.2%)	2.8	NaOH (91%) (碱石棉剂)	93
Al_2O_3 (无水)	2.9	CaCl_2 (无水)	13.7
P_2O_5	3.5	NaOH	约 500
分隔筛 5A (Linde)	3.2	CaO	656
LiClO_4 (无水)	13		

①残余水是将湿的含 N_2 气体，通到干燥剂上吸附，以一定方法称量得到的结果；

②变色硅胶是含 CoCl_2 盐的二氧化硅凝胶，烘干后可重复使用。

第三节 实验室安全知识

实验室本身就存在着某些危险因素，但只要实验室分析人员严格遵守操作规程和规章制度，无论做什么实验都要牢记安全第一，经常保持警惕，事故就可以避免。如果预防措施可靠，发生事故后处理得当，就可使损害减到最小程度。有关水质监测实验室的安全知识可参阅《环境水质监测质量保证手册》中的有关论述。以下简要介绍水质监测实验室可能存在的某些危险因素及注意要点。

一、易燃易爆物质

(一) 易燃液体

实验室常用的有机溶剂中除了少数几种外，大多数都是易燃易爆的。它们的沸点低、挥发性大、闪火点都在室温甚至 0°C 以下，极易着火。

在使用闪火点低于室温的溶剂时，应遵守下列防火安全规定：

(1) 不准使用明火加热蒸发，尽可能用水浴加热。如果用电炉加热时，电炉丝密封不裸露在外面。

(2) 不准在敞口容器如烧杯、三角瓶之类的容器中加热或蒸发。

(3) 溶剂存放或使用地点距明火火源至少 3m 以上。

(4) 减压蒸馏时，应先减压后加热，蒸馏完毕准备结束实验时，应先停止加热，待冷至适当温度无自燃危险时再停真空泵。

(5) 实验室内应装有防爆抽气通风机，每日在进实验室前应抽气 5~10min，再使用其他电器，包括点灯。

(6) 在实验室内易燃溶剂的存放量一般不应超过 3L，特别是在夏天，大量存放易燃

溶剂，既不安全，对人又有较大的危害。装易燃溶剂的玻璃瓶不要装满，装 2/3 左右即可。

以上仅是关于防火安全方面最主要的，也是经常遇到的一些应注意的事项。万一不慎失火时，首先要冷静，并迅速切断电源，用石棉布或防火沙子将火扑灭。绝对不可用水去灭火，用水不但不能灭火，反而会助长火势，因为水的密度较大，使有机溶剂上浮更易燃烧，应特别注意。在可能的情况下，最好不要用泡沫灭火器或四氯化碳灭火器去灭火，前者污染环境，后者易在高温下生成对人体有毒的光气，只有在火势较大，用简单的方法难以扑灭时，才用这类灭火器。

(二) 强氧化剂

强氧化剂都是氧化物或具有很强氧化能力的含氧酸及其盐类，在适当的条件下会发生爆炸。例如，硝酸铵、硝酸钾（钠）、高氯酸（也属强腐蚀剂）、高氯酸钾（钠）、过硫酸铵及其他过硫酸盐、过氧化钠（钾）、过氧化钡、过氧化二苯甲酰等，这类物质严禁与还原性物质，如有机酸、木屑、碳粉、硫化物、糖类易燃、可燃物质或易被氧化的物质接触，并应严格隔离，存放在低于 30℃ 的阴凉通风处。

实验室中常用高氯酸与硝酸或硫酸的混酸消解有机物，试验时要小心操作，严禁将高氯酸加到热的含有有机物的溶液中（注意：在加高氯酸之前，先用硝酸进行预消解，将大量还原性的有机物破坏之后，才能加入高氯酸进行最后消解）。高氯酸盐常积聚在通风橱或排气系统中，积聚的高氯酸盐与有机物相遇会发生猛烈爆炸，故应定期进行清洗。

(三) 压缩气和液化气

压缩气和液化气，如氢气、氧气、乙炔气、二氧化碳、氮气、液化石油气，在受热、撞击、日光照射、热源烘烤等条件下易发生爆炸。压缩氧气若与油类接触也能燃烧爆炸。此类物品应储存于防火仓库，并应避免日晒和受热，放置要平稳，避免振动，运输时不许在地面上滚动。

二、剧毒和致癌物质

(一) 砷及其化合物

无机砷的化合物用于制备标准溶液，也可能存在于工业废水中。砷的毒性很大，特别是有机砷化物，可引起肺癌和皮肤癌，要避免吸入口中和接触皮肤。

(二) 汞及其化合物

汞盐常用于制备标准溶液，液态汞是一种具有毒性的挥发性物质。有机汞的毒性更大，因此对含汞的废水样品处理要在通风橱中操作，避免汞的蒸气污染环境。如有液态汞撒落在地上，要立刻将硫磺粉撒在汞上面以减少汞的蒸发量。

(三) 氰化物

氰化物常用做络合剂、滴定钙镁时的掩蔽剂，大多数氰化物是有毒的。严禁入口。氰化物常存在于工业废水中，因此处理含氰化物的样品时要在通风橱内进行操作，防止吸入。因含氰的酸性溶液会产生有毒气体氰化物，所以切忌酸化氰化物溶液，严禁将氰化物直接倒入下水道。