

高等学校理工科环境类规划教材

环境科学与工程实验教程

EXPERIMENTS OF ENVIRONMENTAL SCIENCE & ENGINEERING

大连理工大学生物与环境实验室 组编

全 燮 主编



大连理工大学出版社
DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

高等学校理工科环境类规划教材

环境科学与工程实验教程

EXPERIMENTS OF ENVIRONMENTAL SCIENCE & ENGINEERING

大连理工大学生物与环境实验室 组编

全 燮 主编

第 110280 号 (7008) 字 第 0000 号 第 110280 号



大连理工大学出版社
DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

环境科学与工程实验教程 / 全燮主编;大连理工大学
生物与环境实验室组编. —大连:大连理工大学出版社,
2007. 3

高等学校理工科环境类规划教材

ISBN 978-7-5611-3533-4

I. 环… II. ①全… ②大… III. ①环境科学—实验—高
等学校—教材 ②环境工程—实验—高等学校—教材
IV. X—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 039014 号

大连理工大学出版社出版

地址:大连市软件园路 80 号 邮政编码:116023

发行:0411-84708842 邮购:0411-84703636 传真:0411-84701466

E-mail: dulp@dulp. cn URL: <http://www.dulp. cn>

大连理工印刷有限公司印刷 大连理工大学出版社发行

幅面尺寸:185mm×260mm	印张:10.25	字数:236千字
2007年3月第1版	2007年3月第1次印刷	

责任编辑:于建辉

责任校对:欣 宇

封面设计:宋 蕾

ISBN 978-7-5611-3533-4

定 价:15.00 元

序

近年来,环境保护类专业人才培养在我国快速发展,200 多所高校相继开设了这类专业。各高校在环境类专业人才的培养模式、课程体系建设等方面作了诸多有益的探索,其目的在于提高学生的创新能力和实践能力,以适应社会所需。

实验教学是培养学生创新能力和实践能力的重要途径之一,而实验教材建设是实验教学建设的基础。优秀的实验教材应当全面把握本学科的基本知识和发展趋势,使学生在实验中加深理解理论的内涵,提升实践技能,启发创新思维。

近年来,大连理工大学环境学科在本科实验教学建设上倾注了大量心血,以培养面向 21 世纪的创新型、实践型人才为目标,大胆探索环境类专业本科实验教学的新模式,积极构建创新特色明显的实验课程体系,在教学中取得了良好的效果,受到国内同行的好评,为其他高校相关本科实验教学改革提供了有益经验。

《环境科学与工程实验教程》是他们在建设示范性环境专业本科实验室过程中的经验结晶,涵盖了环境类本科生应掌握的主要基础知识和专业技能。除此之外,书中不少内容涉及环境科学与工程的新技术,体现了实验内容的先进性、典型性和实用性。本教材经过在该校本科生中试用,教学效果良好,在培养学生正确和良好的实验习惯及严谨的科学作风方面起到了重要作用。相信该实验教材的出版将会重要环境类专业实验教学的改革,对学生实践能力和创新能力的培养发挥重要作用。

教育部高等学校环境科学与工程教学指导委员会

郝吉明

2007 年 3 月于清华园

前 言

实验教学是本科教学的重要组成部分,也是提高学生能力的重要途径。大连理工大学生物与环境实验室在多年的教学实践过程中,以培养面向 21 世纪创新型、实践型人才为目标,积极探索环境类人才培养的新模式。在本科实验教学建设方面,紧密围绕国家重大需求,优化实验课程及实验内容,增设综合性、设计性实验,并将最新的环境科学技术融入到实验内容中,培养学生的实践能力、创新能力和理论联系实际的能力。

本书所选实验内容均在大连理工大学本科生教学中开设,涵盖环境监测、环境微生物、环境化学、环境毒理、环境生态、水污染控制和大气污染控制等环境专业必修的实验内容。

参加本书编写的人员均为具有丰富教学经验,并承担本科实验教学任务的教师:陈景文、陈硕、赵慧敏、赵雅芝、吕红、蔡喜云、项学敏、金一和、张爱丽、王奕、王栋、张捍民、金若菲、张耀斌、曹同川、李新勇、乔显亮、柳丽芬、曲振平、张玉等。清华大学郝吉明院士审阅了书稿,并提出了宝贵的意见。全书由全燮统稿并最后定稿。

本书是我们对实验教学研究与实践的一个阶段总结。我们热切希望与有关教师和专家共同探讨与研究,大家有任何意见或建议,请通过以下方式与我们联系:

邮箱 jcjf@dutp.cn

电话 0411-84707962 84708947

编 者
2007 年 3 月

目 录

- 实验 1 化学需氧量的测定 / 1
- 实验 2 五日生化需氧量的测定 / 6
- 实验 3 空气中氮氧化物的测定(盐酸萘乙二胺比色法) / 10
- 实验 4 水中六价铬的测定(二苯碳酰二肼分光光度法) / 16
- 实验 5 室内空气中甲醛的测定 / 20
- 实验 6 环境噪声监测 / 25
- 实验 7 浊度、电导率、溶解氧水质环境综合指标的测定 / 28
- 实验 8 微生物培养基的配制与灭菌 / 34
- 实验 9 微生物的培养和镜检 / 36
- 实验 10 细菌菌落总数的测定 / 38
- 实验 11 环境污染物高效降解菌的筛选 / 41
- 实验 12 植物表面多环芳烃类典型污染物的测定 / 43
- 实验 13 植物果实中有机农药残留的测定 / 47
- 实验 14 有机污染物的环境化学参数的测定 / 51
- 实验 15 持久性有毒物质 Fenton 体系的高级氧化实验 / 59
- 实验 16 经口急性毒性试验 / 62
- 实验 17 小鼠骨髓细胞微核试验 / 66
- 实验 18 污染物的生态毒理学实验 / 69
- 实验 19 不同群落环境中生态因子的观测与测定 / 84
- 实验 20 水体富营养化的评价 / 89
- 实验 21 植物他感作用的测定 / 94
- 实验 22 混凝实验 / 97
- 实验 23 电致微气泡气浮实验 / 103
- 实验 24 离子交换法处理含铜废水 / 106
- 实验 25 活性炭吸附处理硝基酚废水 / 109
- 实验 26 混凝气浮实验 / 112
- 实验 27 曝气生物滤池处理污水实验 / 115
- 实验 28 膜生物反应器处理印染废水实验 / 118
- 实验 29 序批式活性污泥法处理污水实验 / 124
- 实验 30 上流式厌氧污泥床处理污水实验 / 128

-
- 实验 31 臭氧高级氧化水处理实验 / 132
- 实验 32 废水处理单元集成实验 / 135
- 实验 33 吸收法脱除废气中的 SO_2 / 140
- 实验 34 生物法净化甲苯废气 / 144
- 实验 35 空气中 CO 的催化氧化实验 / 147
- 实验 36 静电除尘实验 / 152

实验 1 化学需氧量的测定

I 标准法

【实验目的】

- (1) 了解化学需氧量(COD_{Cr})的含义。
- (2) 掌握加热回流-氧化还原滴定法测定 COD_{Cr}的原理和方法。

【实验原理】

在水样中加入准确过量的重铬酸钾,并在强酸性及硫酸银作催化剂的条件下,加热回流,将水样中还原性物质(主要是有机物)氧化,过量的重铬酸钾以试亚铁灵作指示剂用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,根据消耗的硫酸亚铁铵的量换算成消耗氧的质量浓度,即为水样的化学需氧量(COD_{Cr})。

本法可将大部分有机物氧化,在硫酸银催化作用下,直链脂肪族化合物可有效地被氧化,但对某些芳香烃无效。

【仪器与试剂】

(1) 仪器

加热装置;回流装置(带有标准磨口 250 mL 锥形瓶的全玻璃回流装置);酸式滴定管(25 mL 或 50 mL);移液管;容量瓶。

(2) 试剂

① 重铬酸钾标准溶液, $c\left(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right) = 0.2500 \text{ mol/L}$ 。称取 120 °C 烘干 2 h 的优级纯重铬酸钾 12.258 g 溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

② 硫酸亚铁铵标准溶液, $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0.10 \text{ mol/L}$ 。称取 39 g $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶于水,边搅拌边缓慢加入浓硫酸 20 mL,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。临用前,用重铬酸钾标准溶液标定。

标定方法:准确吸取 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加水稀释至约 100 mL,缓慢加入浓硫酸 30 mL,混匀。冷却后,加入 3 滴试亚铁灵指示剂(约 0.15 mL),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。

$$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = \frac{0.2500 \times 10.00}{V} \quad (1-1)$$

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的滴定用量, mL。

③硫酸银-硫酸催化剂。于 1 000 mL 浓硫酸中加入 10 g 硫酸银放置 1~3 d, 不时摇动使其溶解。

④试亚铁灵指示剂。称取 1.485 g 邻菲罗啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)和 0.695 g 硫酸亚铁溶于水中, 稀释至 100 mL, 储于棕色瓶中。

【实验步骤】

(1)用移液管吸取 20.00 mL 水样(或适量水样稀释至 20.00 mL)置于 250 mL 磨口锥形瓶中, 准确加入 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液及几粒防爆沸玻璃珠或沸石, 将锥形瓶连接到回流装置冷凝管下端, 接通冷凝水。从冷凝管上端缓慢加入 30 mL 硫酸银-硫酸溶液, 不断轻轻摇动锥形瓶使之混合均匀, 加热回流 2 h (自溶液开始沸腾起计时)。

对于污染严重的水样, 可选取所需体积 1/10 的水样和试剂, 放入 10×150 mm 硬质玻璃管中, 摇匀后加热至沸腾数分钟, 观察溶液是否变成蓝绿色, 如呈蓝绿色, 应适当减少废水取样量。重复上述试验, 直至溶液不变成蓝绿色为止, 从而确定待测水样适当的稀释倍数。

若废水中氯离子浓度超过 30 mg/L, 应先在回流锥形瓶中加入 0.4 g 硫酸汞, 再加入水样摇匀。

测定水样的同时, 取 20.00 mL 蒸馏水代替水样, 按同样操作步骤做空白试验。

(2)冷却后, 用 20~30 mL 水自冷凝管上端冲洗冷凝管后, 取下锥形瓶, 再用水稀释至 140 mL 左右(若溶液总体积太低, 会因酸度大而使滴定终点不明显)。

(3)溶液冷却至室温后, 加入 3 滴试亚铁灵指示剂, 用硫酸亚铁铵标准溶液回滴, 溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。记录滴定水样及空白样品时硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

【数据处理】

COD 的计算公式为

$$COD(O_2, \text{mg/L}) = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 8 \times 1\,000}{V} \quad (1-2)$$

式中 V_0 ——空白样消耗硫酸亚铁铵量, mL;

V_1 ——水样消耗硫酸亚铁铵量, mL;

V ——水样体积, mL;

c ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;

8——氧($\frac{1}{2}O$)的摩尔质量, g/mol。

【注意事项】

(1)水样采集后应尽快分析, 如不能立即分析, 应加入浓硫酸至 $pH < 2$, 置 4 °C 下保存, 但保存时间不得多于 5 d。采集水样的体积不得少于 100 mL。

(2)使用 0.4 g 硫酸汞最高可络合 40 mg 氯离子。如取用 20.00 mL 水样, 则最高可络合 2 000 mg/L 氯离子浓度的水样。可视水样情况增减硫酸汞, 保持硫酸汞: 氯离子 = 10:1 (w/w)。少量沉淀出现并不影响测定。

(3)水样取用体积可在 10.00~50.00 mL, 但试剂用量及浓度需按表 1-1 作相应调整。

(4)对于 COD 小于 50 mg/L 的水样, 可改用 0.025 0 mol/L 重铬酸钾标准溶液。回滴时用 0.01 mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液。

(5)用邻苯二甲酸氢钾($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$)标准溶液检查 COD 测定的质量和操作技术时,因为每克邻苯二甲酸氢钾的理论 COD 为 1.176 g,所以溶解 0.4251 g 邻苯二甲酸氢钾于重蒸馏水中,转入 1 000 mL 容量瓶,用重蒸馏水稀释至标线,使之成为 500 mg/L 的 COD 标准溶液。用时新配。

(6)COD 的测定结果一般应保留三位有效数字。

(7)每次实验时,应对硫酸亚铁铵标准溶液进行标定。

表 1-1 水样取用量和试剂用量

水样体积 mL	0.250 0 mol/L $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液体积/mL	$\text{Ag}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4$ 溶液体积/mL	HgSO_4/g	$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ mol/L	滴定前总体积 mL
10.0	5.0	15	0.2	0.050	70
20.0	10.0	30	0.4	0.100	140
30.0	15.0	45	0.6	0.150	210
40.0	20.0	60	0.8	0.200	280
50.0	25.0	75	1.0	0.250	350

II 微波消解快速测定法

【实验目的】

掌握 COD 微波消解快速测定的原理和方法。

【实验原理】

测定原理与标准法相同,利用微波消解技术高效、快速的特点,取代标准法中的 2 h 加热回流,大大降低了消解时间,同时可减少水样及各种试剂的消耗量。

【仪器与试剂】

(1)仪器

微波消解仪;聚四氟乙烯消解罐;酸式滴定管(25 mL 或 50 mL);锥形瓶(150 mL);移液管(5 mL)。

(2)试剂

①含 Hg^{2+} 重铬酸钾标准溶液, $c\left(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right) = 0.200 0 \text{ mol/L}$ 。称取 120 °C 烘干 2 h 的优级纯重铬酸钾 9.806 g,溶于 600 mL 水中,再加入硫酸汞 25.0 g,边搅拌边慢慢加入浓硫酸 250 mL,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度并摇匀。适用于含氯离子浓度大于 100 mg/L 的水样。

②无 Hg^{2+} 重铬酸钾标准溶液, $c\left(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right) = 0.200 0 \text{ mol/L}$ 。称取 120 °C 烘干 2 h 的分析纯或优级纯重铬酸钾 9.806 g,溶于 500 mL 水中,边搅拌边慢慢加入浓硫酸 250 mL,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度并摇匀。适用于含氯离子浓度小于 100 mg/L 的水样。

上述重铬酸钾标准溶液仅作为 $\text{COD}=10\sim 1\,300\text{ mg/L}$ 的样品消解用。 COD 大于 $1\,300\text{ mg/L}$ 的样品稀释后测定。

③硫酸亚铁铵标准溶液, $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.042\text{ mol/L}$ 。称取 16.6 g $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中,边搅拌边缓慢加入 20 mL 浓硫酸,冷却后移入 $1\,000\text{ mL}$ 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。其浓度约为 0.042 mol/L 。临用前,用重铬酸钾标准溶液标定。或称取硫酸亚铁铵 83 g 溶于水中,加入浓硫酸 50 mL ,定容至 $1\,000\text{ mL}$,配制成 0.2 mol/L 的储备液,临用前以 $1:4$ 稀释,标定后作为滴定液。

标定方法:准确吸取 5.00 mL 重铬酸钾标准溶液于 150 mL 锥形瓶中,加水稀释至约 30 mL ,缓慢加入 5 mL 浓硫酸,混匀。冷却后,加入 2 滴试亚铁灵指示剂(约 0.10 mL),用硫酸亚铁铵溶液滴定,溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。

$$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = \frac{0.2000 \times 5.00}{V} \quad (1-3)$$

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的滴定用量, mL 。

④硫酸银-硫酸催化剂:同标准法。

⑤试亚铁灵指示液:同标准法。

【实验步骤】

(1)用直吹式移液管吸取 5.00 mL 水样置于消解罐中(若用其他类型移液管,可先在消解罐中放入一小段圆头玻璃棒,再让移液管与棒体接触放液,以减少误差),准确加入 5.00 mL 重铬酸钾标准溶液和 5.00 mL 硫酸银-硫酸催化剂,摇匀。简称“三·五”法。注意加入各种溶液时,移液管不得接触消解罐内壁。避免破坏内壁的光洁度,造成分析误差。

在分析含 Cl^- 水样时,罐内加入水样和含 Hg^{2+} 的重铬酸钾标准溶液后,应及时摇匀(约 1 min),使 Cl^- 和 Hg^{2+} 充分反应,再加入催化剂。若以固体硫酸汞形式加入以消除 Cl^- 干扰,则罐内加入水样后,再加入所需量的硫酸汞粉末,并及时摇匀 1 min ,使 Cl^- 和 Hg^{2+} 充分反应后,再加入重铬酸钾标准溶液和催化剂。

测定水样的同时,取 5.00 mL 蒸馏水代替水样,按同样操作步骤做空白试验。

(2)旋紧密封盖,注意使消解罐密封良好,将罐均匀放置在消解炉玻璃盘上,离转盘边沿约 2 cm 圆周上单圈排好。

(3)样品的消解时间取决于盘上放置的消解罐数目,在设置时间时,参照表 1-2。

表 1-2 消解时间设定

消解罐数目	消解时间/min	消解罐数目	消解时间/min
3	5	8	11
4	6	9	12
5	7	10	13
6	8	11	14
7	10	12	15

注意 本方法要求装置以全功率来消解样品。

消解过程中时间会递减计数,至“0”即消解完成,接着发出鸣叫,过 2 min 后,将消解罐取出冷却。

(4)消解结束后,消解罐内有压力且反应液温度较高,用水冷却后,打开密封盖,将反应液转移至 150 mL 锥形瓶中,用蒸馏水冲洗消解罐帽 2~3 次,冲洗液并入锥形瓶,控制体积约 30 mL,加入两滴试亚铁灵指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液回滴,溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。记录滴定水样及空白样品时硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

【数据处理】

$$\text{COD}(\text{O}_2, \text{mg/L}) = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 8 \times 1\,000}{V} \quad (1-4)$$

式中 V_0 ——空白样消耗硫酸亚铁铵量, mL;

V_1 ——水样消耗硫酸亚铁铵量, mL;

V ——水样体积, mL;

c ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;

8——氧($\frac{1}{2}\text{O}$)的摩尔质量, g/mol。

【注意事项】

(1)对于 COD 小于 50 mg/L 的水样,可改用 0.100 0 mol/L 重铬酸钾标准溶液。回滴时用 0.021 mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液(Fe^{2+} 浓度过低滴定终点不明显)。

(2)消解后,反应液中重铬酸钾剩余量应为加入量的 1/5~4/5 为宜。

(3)其他注意事项参见标准法。

【思考题】

(1)水样测定时,为什么需要做空白试验?

(2)汞盐具有剧毒,除了用汞盐消除水样中氯离子的影响外,请设计 1~3 种方案以消除氯离子的影响。

【参考文献】

[1] 中华人民共和国国家标准 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法 GB 11914—89

[2] 陈若曦,等. 环境监测实验. 上海: 同济大学出版社, 1993

[3] 奚旦立, 孙裕生, 刘秀英. 环境监测. 3 版. 北京: 高等教育出版社, 2004

实验2 五日生化需氧量的测定

【实验目的】

(1)了解五日生化需氧量(BOD_5)的测定间接表示水体中有机物含量的意义和稀释法测定 BOD_5 的基本原理。

(2)掌握一般稀释水、接种稀释水的制备和稀释倍数的选择。

(3)掌握 BOD_5 测定方法与操作规程。

【实验原理】

在实际工作中,人们常常利用水中有机物在一定条件下所消耗氧的量,来间接表示水体中有机物的含量,生化需氧量(BOD_5)就是这样的一个重要指标。 BOD_5 是反映水体被有机物污染程度的一个综合指标,是评价废水可生化降解性和生化处理效果的一个重要指标,同时也是研究生化处理废水工艺设计和动力学的重要参数。

生化需氧量是指在有溶解氧的条件下,好氧微生物在分解水中有机物的生物化学氧化过程中所消耗的溶解氧量。

本方法适用于测定 BOD_5 大于或等于 2 mg/L,最多不超过 6 000 mg/L 的水样。若水样 BOD_5 大于 6 000 mg/L,会因稀释带来一定的误差。

【仪器与试剂】

(1)仪器

恒温培养箱($20\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$);250 mL 楔形磨口溶解氧瓶及三角瓶;25 mL 酸式滴定管;各种规格的移液管(或移液器)和试剂瓶;5~20 L 细口玻璃瓶;气泵;1 000~2 000 mL 量筒;

玻璃搅拌棒;棒的长度应比所用量筒高度长 200 mm 左右,在棒的底端固定一个直径比量筒底小的橡胶板,在橡胶板上分布几个均匀的小孔;

虹吸管,供分取水样和添加稀释水用。

(2)试剂

①硫酸锰溶液。称取 480 g $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ 溶于水中,过滤后稀释至 1 L。该溶液在酸性条件下,加入碘化钾后遇到淀粉不得变色。

②碱性碘化钾溶液。称取 500 g 氢氧化钠溶于 300~400 mL 水中,另称取 150 g 碘化钾溶于 200 mL 水中,待氢氧化钠溶液冷却后,将两种溶液混合,用水稀释至 1 L。若有沉淀则放置过夜取上清液,储于塑料瓶中,存放时避光。

③(1+5)硫酸溶液。

④0.5%淀粉溶液。称取 0.5 g 可溶性淀粉,用少量的水调成糊状,再加刚煮沸的水稀释至 100 mL(亦可煮沸 1~3 min)。冷却后,加入 0.1 g 水杨酸或 0.4 g 二氧化锌

防腐。

⑤10%碘化钾溶液。称取10 g 固体碘化钾,用水溶解后稀释至100 mL。

⑥硫代硫酸钠溶液。称取32 g 硫代硫酸钠溶于1 L 煮沸放冷的蒸馏水中,加入0.5 g 氢氧化钠,储于棕色瓶中。此溶液临用前稀释10倍,并用0.025 00 mol/L 重铬酸钾标准溶液标定。

⑦0.025 00 mol/L 重铬酸钾标准溶液。称取在105 °C 烘干2 h 并冷却至室温的重铬酸钾1.225 8 g 溶于水中,移入1 000 mL 容量瓶稀释至标线。

⑧3 mol/L 硫酸。

⑨0.5 mol/L 盐酸溶液。将40 mL($\rho=1.18$ g/mL)盐酸溶于水,稀释至1 000 mL。

⑩0.5 mol/L 氢氧化钠溶液。将20 g 氢氧化钠溶于水,稀释至1 000 mL。

⑪磷酸盐缓冲液。将8.5 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)、21.75 g 磷酸氢二钾(K_2HPO_4)、33.4 g 七水合磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)和1.7 g 氯化铵(NH_4Cl)溶于水中,稀释至1 000 mL。此溶液的pH 应为7.2。

⑫硫酸镁溶液。将22.5 g 七水合硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至1 000 mL。

⑬氯化钙溶液。将27.5 g 无水氯化钙溶于水中,稀释至1 000 mL。

⑭氯化铁溶液。将0.25 g 六水合氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至1 000 mL。

【实验步骤】

(1)水样预处理

根据学过的理论知识对实验提供的三种废水进行预处理。

(2)稀释倍数的确定

根据被测水样的 COD_{Cr} 值确定稀释倍数,由 COD_{Cr} 值分别乘以系数0.075、0.15、0.225,即获得三个稀释倍数。本实验使用250 mL 溶解氧瓶,根据被测水样 COD_{Cr} 值,计算取样体积。

(3)水样稀释方法(本实验采用直接稀释法)

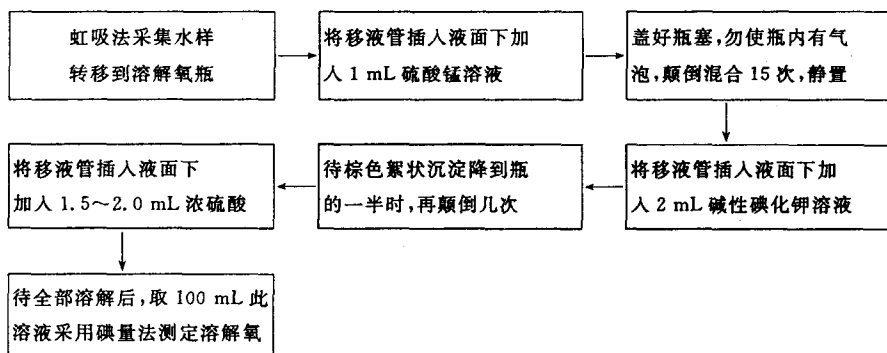
①一般稀释法。按照选定的稀释比例,用虹吸法沿量筒壁先引入部分稀释水(或接种稀释水)于1 000 mL 量筒中,准确加入根据稀释比例计算出的水样量,再引入稀释水(或接种稀释水)至所需刻度,用带橡胶板的玻璃棒小心上下搅匀。搅拌时,勿使搅拌棒露出水面,防止产生气泡。

②直接稀释法。直接稀释法是在溶解氧瓶内直接稀释。在已知两个容积相同(其差小于1 mL)的溶解氧瓶内,用虹吸法加入部分稀释水(或接种稀释水),再加入根据瓶容积和稀释比例计算出的水样量,然后加入稀释水(或接种稀释水)使之刚好充满后加塞,注意不要将气泡留在瓶内。

(4)溶解氧(DO)的测定(碘量法)

用溶解氧瓶虹吸法采集2 瓶空白水样、2 瓶被测水样,分别测定当天的溶解氧和培养5 天后的溶解氧。

溶解氧的固定:



如果溶解不完全, 可继续加入少量浓硫酸, 但此时不可溢流出溶液。然后放置暗处 5 min, 用移液管吸取 100 mL 上述溶液, 注入 250 mL 锥形瓶中, 用 0.025 0 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈微黄色, 加入 1 mL 淀粉溶液, 继续滴定至蓝色刚好褪去为止, 记录硫代硫酸钠的用量。

(5) BOD_5 的测定

(6) 硫代硫酸钠溶液的标定

于 250 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL 水和 1 g 碘化钾, 加入 10.00 mL 0.025 0 mol/L 重铬酸钾标准溶液, 5 mL (1+5) 硫酸溶液, 密闭放置并摇匀。静置 5 min 后, 用硫代硫酸钠标准溶液滴定, 待溶液变成淡黄色后, 加入 1 mL 淀粉溶液, 继续滴定至蓝色刚好褪去为止, 记录硫代硫酸钠溶液的用量。

(7) 一般稀释水制备

在 5~20 L 玻璃瓶内装入一定量的水, 控制水温在 20 °C 左右。然后用无油空气压缩机或薄膜泵, 将吸入的空气先后经活性炭吸附罐及水洗涤后, 导入稀释水内曝气 2~8 h, 使稀释水中的溶解氧接近饱和。瓶口盖以两层经洗涤晾干的纱布, 置于 20 °C 培养箱中放置数小时, 使水中溶解氧含量达 8 mg/L 左右。临用前每升水中加入氯化钙溶液、氯化铁溶液、硫酸镁溶液、磷酸盐缓冲溶液各 1 mL, 并混合均匀。

稀释水的 pH 应为 7.2, 其 BOD_5 应小于 0.2 mg/L。

(8) 接种稀释水制备

可选择以下任一方法获得适用的接种液。

①城市污水。一般采用生活污水, 在室温下放置一昼夜, 取上清液用。

②表层土壤浸出液。取 100 g 花园或植物生长土壤, 加入 1 L 水, 混合并静置 10 min, 取上清液用。

③用含城市污水的河水或湖水。

④污水处理厂的出水。

取适量接种液加入稀释水中, 混匀。每升稀释水中接种液的加入量为: 生活污水 10 mL, 或表层土壤浸出液 20~30 mL, 或河水、湖水 10~100 mL。接种稀释水的 pH 应为 7.2, BOD_5 在 0.3~1.0 mg/L 为宜。接种稀释水配置后应立即使用。

【数据处理】

(1) 溶解氧的计算

$$\text{溶解氧}(\text{O}_2, \text{mg/L}) = \frac{c \times V \times 8 \times 1\,000}{100}$$

式中 c ——硫代硫酸钠溶液浓度, mol/L;

V ——滴定时消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL。

(2) BOD 测定结果计算

①对不经稀释直接培养的水样:

$$\text{BOD}_5 (\text{mg/L}) = c_1 - c_2$$

式中 c_1 ——水样在培养前溶解氧的浓度, mg/L;

c_2 ——水样经 5 天培养后剩余溶解氧的浓度, mg/L。

②对稀释后培养的水样:

$$\text{BOD}_5 (\text{mg/L}) = \frac{(c_1 - c_2) - (b_1 - b_2) f_1}{f_2}$$

式中 b_1 ——稀释水(或接种稀释水)在培养前溶解氧的浓度, mg/L;

b_2 ——稀释水(或接种稀释水)在培养后溶解氧的浓度, mg/L;

f_1 ——稀释水(或接种稀释水)在培养液中所占的比例;

f_2 ——水样在培养液中所占的比例。

(3) 硫代硫酸钠溶液浓度的计算

$$c = \frac{10.00 \times 0.025\,0}{V}$$

式中 c ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/L;

V ——滴定时消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL。

【思考题】

(1) 对稀释水的配制有哪些要求?

(2) 如何配制接种稀释水?

(3) 水样含有游离氯如何作预处理?

(4) 水样中含有重金属对稀释水有什么要求?

(5) 被测水样含有哪些物质时测定 BOD_5 需要用接种稀释水稀释? 阐述其目的与原理。

(6) 选择稀释倍数有几种方法?

【参考文献】

[1] 奚旦立, 孙裕生, 刘秀英. 环境监测. 3 版. 北京: 高等教育出版社, 2004

[2] 陈若曦, 等. 环境监测实验. 上海: 同济大学出版社, 1993

[3] 孙成. 环境监测实验. 北京: 科学出版社, 2003

[4] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法.

4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002

实验 3 空气中氮氧化物的测定 (盐酸萘乙二胺比色法)

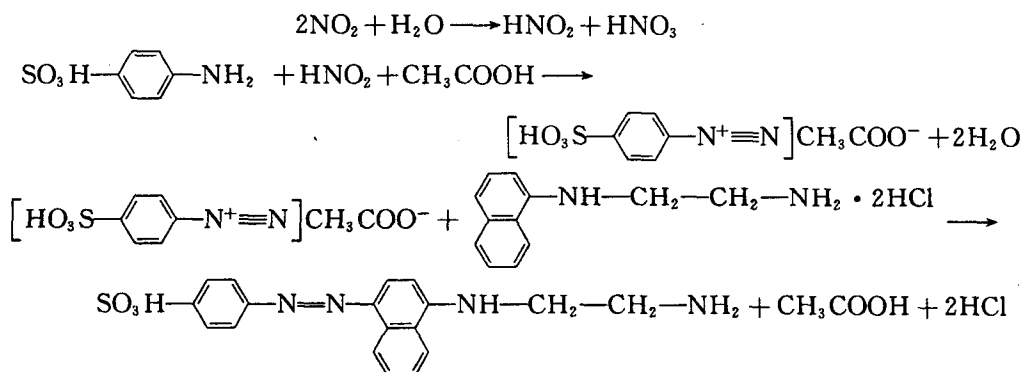
【实验目的】

- (1)掌握大气采样器的使用方法。
- (2)掌握盐酸萘乙二胺比色法测定空气中一氧化氮和二氧化氮的原理及方法。
- (3)掌握分光光度计的使用方法。

【实验原理】

空气中的氮氧化物主要以一氧化氮(NO)和二氧化氮(NO₂)形式存在,在空气中 NO 易被氧化为 NO₂。它们主要来源于石化燃料高温燃烧和硝酸、化肥等生产排放的废气,以及汽车尾气。

用冰醋酸、对氨基苯磺酸(NH₂C₆H₄SO₃H)和盐酸萘乙二胺配成吸收液进行采样时,将发生如下反应过程:空气中的 NO₂ 被吸收转变成亚硝酸和硝酸,其中亚硝酸将与对氨基苯磺酸发生重氮化反应,然后再与盐酸萘乙二胺偶合,生成玫瑰红色偶氮染料,具体反应方程式如下:



生成物质颜色的深浅与空气中 NO₂ 浓度成正比,因此可用分光光度法于 540 nm 比色测定。

而 NO 不与吸收液发生反应,所以在测定空气中氮氧化物浓度时,应先用三氧化铬将 NO 氧化成 NO₂,再通过吸收液吸收和显色测量;不经过三氧化铬氧化测得的是空气中 NO₂ 浓度,二者之差为空气中 NO 的浓度。

一般情况下,空气中 CO、SO₂、H₂S 和氟化物对本法均无干扰。臭氧浓度大于 0.25 mg/m³ 时(或臭氧浓度是氮氧化物浓度的 5 倍时)对本法有正干扰。过氧乙酰硝酸酯(PAN)对本法略有正干扰,但在一般情况下,空气中的 PAN 浓度较低,不会产生明显的误差。