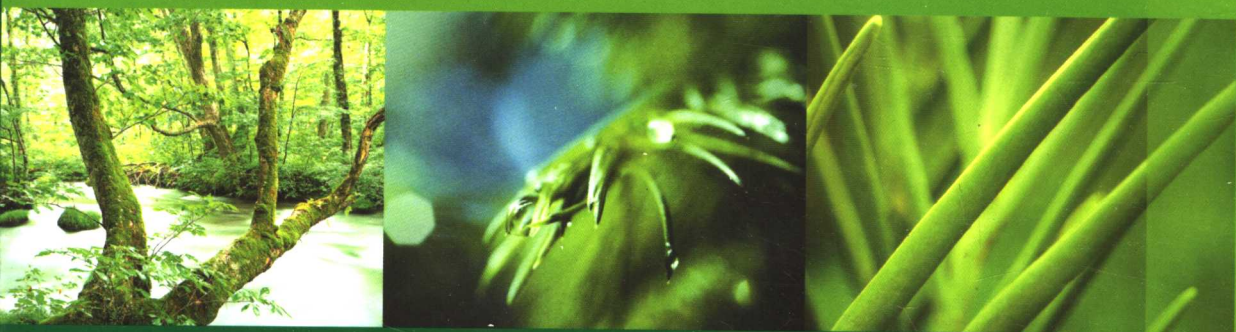


环境监测实验



孙福生 张丽君 等编



化学工业出版社

环境监测实验



环境监测实验

环境监测实验



孙福生 张丽君 等编



化学工业出版社

· 北京 ·

《环境监测实验》一书与《环境监测》、《环境监测例题与习题集》配套,以环境监测介质对象分类为主线,依据国家环保总局和国家监测总站颁布的最新标准和方法,引入某些国际上最新的分析标准方法和测定技术,全面介绍了测定各种环境监测介质主要污染物的采样、保存、样品处理、检测和数据处理实验的方法。书中介绍了水质和水污染监测、空气污染和废气监测、降水监测、土壤污染监测、固体废物监测、物理污染监测、室内环境监测、放射性污染监测、生物污染监测、生物监测等方面的实验。

本书主要作为环境类和其他相关专业本专科学生的实验教学用书,也可供各类环境监测站和从事环境保护的工作者参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验/孙福生,张丽君等编. —北京:化学工业出版社, 2007. 7
ISBN 978-7-122-00543-4

I. 环… II. ①孙…②张… III. 环境监测-实验
IV. X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 076001 号

责任编辑:徐娟
责任校对:吴静

装帧设计:关飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:北京市兴顺印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张10 $\frac{3}{4}$ 字数274千字 2007年7月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:25.00元

版权所有 违者必究

前言

随着科学技术和环境保护工作的不断发展,对环境监测工作提出了更高的要求。《环境监测》课程是一门实践性很强的专业基础或专业课程,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,我们编写了与《环境监测》、《环境监测例题与习题集》配套的《环境监测实验》。

本书在编写过程中参考了国家环保总局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定技术,介绍了各环境监测对象中主要污染物以及污染状况的测定方法和技术。因此,本教材适合环境类和其他相关专业的学生使用,也可作为环境监测工作者的参考用书。

参加本书编写的人员有张丽君(第一章实验1~实验21)、孙福生(第一章实验22和实验23,第二章、第七章)、董杰(第三、四章)、马丹(第五章及附录)、曹鹏(第六、八章)、王宗芳(第九、十章)。孙福生教授对全书进行了统稿、审核和定稿。

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

2007年4月于苏州科技学院

目 录

第一章 水质和水污染监测 / 1

实验 1	水样色度的测定	1
实验 2	水样浊度的测定	2
实验 3	水中残渣的测定	4
实验 4	废水酸度的测定	6
实验 5	废水碱度的测定	8
实验 6	水的硬度的测定——EDTA 滴定法	10
实验 7	高锰酸盐指数的测定	12
实验 8	化学需氧量的测定	15
实验 9	溶解氧的测定	17
实验 10	生化需氧量的测定	20
实验 11	水中挥发酚的测定	24
实验 12	水中总氰化物的测定	28
实验 13	废水中总磷和溶解性磷酸盐的测定	31
实验 14	水中氨氮的测定	33
实验 15	水中亚硝酸盐氮的测定——N-(1-萘基)-乙二胺光度法	38
实验 16	水中硝酸盐氮的测定	40
实验 17	水中总氮的测定	46
实验 18	工业废水中铬的价态分析——二苯碳酰二肼分光光度法	48
实验 19	火焰原子吸收法测定水中的铜	50
实验 20	石墨炉原子吸收光谱法测定水中痕量铍	52
实验 21	ICP-AES 测定水中镉	54
实验 22	ICP-MS 测定饮用水中镉	55
实验 23	GC-MS 分析水中多氯联苯有机化合物	59

第二章 空气污染和废气监测 / 62

实验 24	总悬浮颗粒物的测定	62
实验 25	空气中可吸入颗粒物 (PM ₁₀) 的测定	64
实验 26	空气中灰尘自然沉降量的测定	65
实验 27	空气中氮氧化物的测定	67
实验 28	空气中二氧化硫的测定	70
实验 29	硫酸盐化速率的测定	75
实验 30	空气中苯系物的测定——气相色谱法	77

实验 31	空气颗粒物中多环芳烃的高效液相色谱法分析	79
-------	----------------------	----

第三章 降水监测 / 83

实验 32	降水电导率的测定	83
实验 33	降水 pH 值的测定	84
实验 34	降水中常见阴离子的离子色谱法测定	86
实验 35	原子吸收光谱法测定降水中钾、钠离子	88

第四章 土壤污染监测 / 92

实验 36	石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅	92
实验 37	冷原子吸收光谱法测定土壤中的汞	94
实验 38	土壤中总砷的测定	96
实验 39	土壤中农药残留量的测定	98

第五章 固体废物监测 / 101

实验 40	固体废物总铬的测定——硫酸亚铁铵滴定法	101
实验 41	固体废物浸出毒性实验	103
实验 42	固体废物腐蚀性鉴别	104
实验 43	危险废物急性毒性初筛实验	106

第六章 物理污染监测 / 108

实验 44	环境噪声监测	108
实验 45	城市区域环境振动监测	110
实验 46	辐射环境监测	113

第七章 室内环境监测 / 115

实验 47	室内空气中甲醛的测定	115
实验 48	室内空气中总挥发性有机物的测定	118
实验 49	室内空气中氡的测量	121

第八章 放射性污染监测 / 124

实验 50	水中镭的 α 放射性核素的测定	124
实验 51	空气中微量铀的分析方法——激光荧光法	126
实验 52	土壤中钷的测定——离子交换法	129
实验 53	植物、动物甲状腺中碘-131 的测定	131

第九章 生物污染监测 / 135

实验 54	水中细菌总数的测定	135
实验 55	水中总大肠菌群的测定	138
实验 56	水中粪大肠菌群的测定	142
实验 57	植物体中氟含量的测定——氟试剂比色法	144

第十章 生物监测 / 147

实验 58	水污染的生物测试	147
实验 59	空气污染的细菌总数测定	149
实验 60	空气污染的植物测定	151
实验 61	土壤生化性能的测定	153
实验 62	土壤酶活性的测定	156

附录 / 160

附录 1	常用酸、碱溶液的配制	160
附录 2	常用酸溶液和碱溶液的相对密度和浓度	161
附录 3	常用的缓冲溶液	162

参考文献 / 165

第一章

水质和水污染监测

实验 1 水样色度的测定

此法依据 GB 11903—89。

一、实验目的和要求

了解色度的基本概念；掌握水样色度的测定方法。

二、原理

水的色度单位是度，即在每升溶液中含有 2mg 六水合氯化钴（Ⅱ）（相当于 0.5mg 钴）和 1mg 铂〔以六氯铂（Ⅳ）酸的形式〕时产生的颜色为 1 度。

测定较清洁的、带有黄色色调的天然水和饮用水的色度，用铂钴标准比色法，以度数表示结果。此法操作简单，标准色列的色度稳定，易保存。

对受工业废水污染的地表水和工业废水，可用文字描述颜色的种类和深浅程度，并以稀释倍数法测定色的强度。

要注意水样的代表性。所取水样应为无树叶、枯枝等漂杂物。将水样盛于清洁、无色的玻璃瓶内，尽快测定。否则应在约 4℃ 冷藏保存，48h 内测定。

铂钴标准比色法的原理是用氯铂酸钾与氯化钴配成标准系列，与水样进行目视比色。

如水样浑浊，则放置澄清，亦可用离心法或用孔径为 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤以去除悬浮物。但不能用滤纸过滤，因滤纸可吸附部分溶解于水的颜色。

三、仪器和试剂

1. 仪器

50mL 具塞比色管，其刻线高度应一致。

2. 试剂

铂钴标准溶液：称取 1.246g 氯铂酸钾（ K_2PtCl_6 ）（相当于 500mg 铂）及 1.000g 氯化钴（ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）（相当于 250mg 钴），溶于 100mL 水中，加 100mL 盐酸，用水定容至 1L。此溶液色度为 500 度，保存在密塞玻璃瓶中，放于暗处。

四、步骤

1. 标准色列的配制

向 50mL 比色管中加入 0mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、2.50mL、3.00mL、3.50mL、4.00mL、4.50mL、5.00mL、6.00mL 及 7.00mL 铂钴标准溶液，用水稀释至标线，混匀。各管的色度依次为 0 度、5 度、10 度、15 度、20 度、25 度、30 度、35 度、40 度、45 度、50 度、60 度和 70 度。密塞保存。

2. 水样的测定

(1) 分取 50.0mL 澄清透明水样于比色管中，如水样色度较大，可酌情少取水样，用水稀释至 50.0mL。

(2) 将水样与标准色列进行目视比较。观测时，可将比色管置于白瓷板或白纸上，使光线从管底部向上透过液柱，目光自管口垂直向下观察。记下与水样色度相同的铂钴标准色列的色度。

五、计算

$$\text{色度} = \frac{A \times 50}{B}$$

式中，A 为稀释后水样相当于铂钴标准色列的色度；B 为水样的体积，mL。

六、注意事项

(1) 可用重铬酸钾代替氯铂酸钾配制标准色列。方法是：称取 0.0437g 重铬酸钾和 1.000g 硫酸钴 ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)，溶于少量水中，加入 0.50mL 硫酸，用水稀释至 500mL。此溶液的色度为 500 度。不宜久存。

(2) 如果样品中有泥土或其他分散很细的悬浮物，虽经预处理而得不到透明水样时，则只测“表观颜色”。

实验 2 水样浊度的测定

此法依据 GB 13200—91。

一、实验目的和要求

了解浊度的基本概念；掌握浊度的测定方法。

二、原理

浊度是由于水中含有泥沙、黏土、有机物、无机物、浮游生物和微生物等悬浮物质所造成的，可使光散射或吸收。天然水经过混凝、沉淀和过滤等处理，使水变得清澈。

样品收集于具塞玻璃瓶内，应在取样后尽快测定。如需保存，可在 4℃ 冷藏、暗处保存 24h，测试前要激烈振摇水样并恢复到室温。

浊度的测定可采用分光光度法或目视比色法。

分光光度法的基本原理是：在适当温度下，硫酸肼与六次甲基四胺聚合，形成白色高分子聚合物。以此作为浊度标准液，在一定条件下与水样浊度相比较。

水样应无碎屑及易沉降的颗粒。器皿不清洁及水中溶解的空气泡会影响测定结果。如在 680nm 波长下测定，天然水中存在的淡黄色、淡绿色无干扰。

该法适用于测定天然水、饮用水的浊度，最低检测浊度为 3 度。

三、仪器和试剂

1. 仪器

(1) 50mL 比色管。

(2) 分光光度计。

2. 试剂

(1) 无浊度水 将蒸馏水通过 0.2μm 滤膜过滤，收集于用滤过水荡洗两次的烧瓶中。

(2) 浊度贮备液

① 硫酸肼溶液 称取 1.000g 硫酸肼 $[(\text{NH}_2)_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 溶于水中，定容至 100mL。

② 六次甲基四胺溶液 称取 10.00g 六次甲基四胺 $[(\text{CH}_2)_6\text{N}_4]$ 溶于水中，定容至 100mL。

③ 浊度标准溶液 吸取 5.00mL 硫酸肼溶液与 5.00mL 六次甲基四胺溶液于 100mL 容量瓶中，混匀。于 25℃ ± 3℃ 下静置反应 24h。冷却后用水稀释至标线，混匀。此溶液浊度为 400 度。可保存一个月。

四、步骤

1. 标准曲线的绘制

吸取浊度标准溶液 0mL、0.50mL、1.25mL、2.50mL、5.00mL、10.00mL 和 12.50mL，置于 50mL 比色管中，加无浊度水至标线。摇匀后即得浊度为 0mL、4mL、10mL、20mL、40mL、80mL、100mL 的标准系列。于 680nm 波长，用 3cm 比色皿，测定吸光度，绘制校准曲线。

2. 水样的测定

吸取 50.0mL 摇匀水样（无气泡，如浊度超过 100 度可酌情少取，用无浊度水稀释至 50.0mL），于 50mL 比色管中，按绘制校准曲线步骤测定吸光度，由校准曲线上查得水样浊度。

五、计算

浊度(度)=A(B+C)/C

式中，A 为稀释后水样的浊度，度；B 为稀释水体积，mL；C 为原水样体积，mL。
不同浊度范围测试结果的精度要求如下：

浊度范围（度）	精度（度）
1~10	1
10~100	5
100~400	10
400~1000	50
大于 1000	100

六、注意事项

硫酸肼毒性较强，属致癌物质，取用时注意。

实验 3 水中残渣的测定

此法依据 GB 11901—89。

一、实验目的和要求

了解残渣的基本概念；掌握残渣的测定方法。

二、103~105℃ 烘干的总残渣

1. 原理

将混合均匀的水样，在称至恒重的蒸发皿中于蒸汽浴或水浴上蒸干，放在 103~105℃ 烘箱内烘至恒重，增加的质量为总残渣。

2. 仪器

- (1) 瓷蒸发皿，直径 90mm（也可用 150mL 硬质烧杯，或玻璃蒸发皿）。
- (2) 烘箱。
- (3) 蒸汽浴或水浴。

3. 步骤

- (1) 将蒸发皿每次在 103~105℃ 烘箱中烘 30min，冷却后称重，直至恒重（两次称重相差不超过 0.0005g）。

(2) 分别取适量振荡均匀的水样 (如 50mL), 使残渣量大于 25mg, 置上述蒸发皿内, 在蒸汽浴或水浴上蒸干 (水浴面不可接触皿底)。移入 103~105℃烘箱内每次烘 1h, 冷却后称重, 直至恒重 (两次称重相差不超出 0.0005g)。

4. 计算

$$\text{总残渣}(\text{mg/L}) = \frac{(A-B) \times 10^6}{V}$$

式中, A 为总残渣和蒸发皿重, g; B 为蒸发皿重, g; V 为水样体积, mL。

三、103~105℃烘干的可滤残渣

1. 原理

将过滤后水样放在称至恒重的蒸发皿内蒸干, 然后在 103~105℃烘至恒重, 增加的质量为可滤残渣。

2. 仪器

滤膜 (孔径 0.45μm) 及配套滤器, 其余同 103~105℃烘干的总残渣测定所用仪器。

3. 步骤

(1) 将蒸发皿每次在 103~105℃烘箱中烘 30min, 冷却后称重, 直至恒重 (两次称重相差不超过 0.0005g)。

(2) 用孔径 0.45μm 滤膜过滤水样。

(3) 分取适量过滤后水样, 使残渣量大于 25mg, 置上述蒸发皿内, 在蒸汽浴或水浴上蒸干 (水浴面不可接触皿底)。移入 103~105℃烘箱内每次烘 1h, 冷却后称重, 直至恒重 (两次称重相差不超出 0.0005g)。

4. 计算

$$\text{可滤残渣}(\text{mg/L}) = \frac{(A-B) \times 10^6}{V}$$

式中, A 为可滤残渣和蒸发皿重, g; B 为蒸发皿重, g; V 为水样体积, mL。

注: 采用不同滤料所测得的结果会存在差异。必要时, 应在分析结果报告上加以注明。

四、103~105℃烘干的不可滤残渣 (悬浮物)

1. 原理

不可滤残渣 (悬浮物) 是指不能通过孔径为 0.45μm 滤膜的固体物。用 0.45μm 滤膜过滤水样, 经 103~105℃烘干后得到不可滤残渣 (悬浮物) 含量。

2. 试剂

蒸馏水或同等纯度的水。

3. 仪器

(1) 全玻璃或有机玻璃微孔滤膜过滤器。

(2) 滤膜, 孔径 0.45μm、直径 45~60mm。

(3) 吸滤瓶、真空泵。

(4) 无齿扁嘴镊子。

(5) 称量瓶, 内径 30~50mm。

4. 采样及样品贮存

(1) 采样 所用聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶要用洗涤剂洗净。再依次用自来水和蒸馏水冲洗干净。在采样之前,再用即将采集的水样清洗三次。然后采集具有代表性的水样 500~1000mL,盖严瓶塞。

(2) 样品贮存 采集的水样应尽快分析测定。如需放置,应贮存在 4℃ 冷藏箱中,但最长不得超过 7 天。

5. 步骤

(1) 滤膜准备 用扁嘴无齿镊子夹取滤膜放于事先恒重的称量瓶里,移入烘箱中于 103~105℃ 烘干 0.5h 后取出置干燥器内冷却至室温,称其重。反复烘干、冷却、称量,直至两次称量的质量差 < 0.2mg。将恒重的滤膜正确地放在滤膜过滤器的滤膜托盘上,加盖配套的漏斗,并用夹子固定好。以蒸馏水湿润滤膜,并不断吸滤。

(2) 测定 量取充分混合均匀的试样 100mL 抽吸过滤,使水分全部通过滤膜。再以每次 10mL 蒸馏水连续洗涤三次,继续吸滤以除去痕量水分。停止吸滤后,仔细取出载有悬浮物的滤膜放在原恒重的称量瓶里,移入烘箱中于 103~105℃ 下烘干 1h 后移入干燥器中,使冷却到室温,称其重量。反复烘干、冷却、称量,直至两次称量的质量差 < 0.4mg 为止。

6. 计算

$$C(\text{mg/L}) = \frac{(A-B) \times 10^6}{V}$$

式中, C 为水中悬浮物 (SS) 含量, mg/L; A 为悬浮物、滤膜、称量瓶质量, g; B 为滤膜和称量瓶质量, g; V 为试样体积, mL。

7. 注意事项

(1) 漂浮或浸没的不均匀固体物质不属于悬浮物质,应从采集的水样中除去。

(2) 贮存水样时不能加入任何保护剂,以防止破坏物质在固、液相间的分配平衡。

(3) 滤膜上截留过多的悬浮物可能夹带过多的水分,除延长干燥时间外,还可能造成过滤困难,遇此情况,可酌情少取试样。滤膜上悬浮物过少,则会增大称量误差,影响测定精度,必要时,可增大试样体积。一般以 5~100mg 悬浮物量作为量取试样体积的实用范围。参照校准曲线的绘制,依次于反应瓶中测定空白及各种样品溶液 (空白和样品溶液均吸取 2.00mL)。

实验 4 废水酸度的测定

一、实验目的和要求

了解酸度的基本概念;掌握水样酸度的测定方法。

二、原理

在水中,由于溶质的解离或水解 (无机酸类、硫酸亚铁和硫酸铝等) 而产生的 H^+ , 与

碱标准溶液作用至一定 pH 值所消耗的量, 定为酸度。酸度数值的大小, 随所用指示剂指示终点 pH 值的不同而异。滴定终点的 pH 值有两种规定, 即 8.3 和 3.7。用氢氧化钠溶液滴定到 pH 值为 8.3 (以酚酞作指示剂) 的酸度, 称为“酚酞酸度”, 又称总酸度, 包括强酸和弱酸。用氢氧化钠溶液滴定到 pH 值为 3.7 (以甲基橙为指示剂) 的酸度, 称为“甲基橙酸度”, 代表一些较强的酸。

对酸度产生影响的溶解气体 (如 CO_2 、 H_2S 、 NH_3), 在取样、保存或滴定时, 都可能增加或损失。因此, 在打开试样容器后, 要迅速滴定到终点, 防止干扰气体溶入试样。为了防止 CO_2 等溶解气体损失, 在采样后, 要避免剧烈摇动, 并要尽快分析, 否则要在低温下保存。

含有三价铁和二价铁、锰、铝等可氧化或易水解的离子时, 在常温滴定时的反应速率很慢, 且生成沉淀, 导致终点时指示剂褪色。遇此情况, 应在加热后进行滴定。

水样中的游离氯会使甲基橙指示剂褪色, 可在滴定前加入少量 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液去除。

对有色或浑浊的水样, 可用无 CO_2 水稀释后滴定, 或选用电位滴定法 (pH 指示终点值仍为 8.3 和 3.7), 其操作步骤按所用仪器说明进行。

三、仪器和试剂

1. 仪器

- (1) 25mL 和 50mL 碱式滴定管。
- (2) 250mL 锥形瓶。

2. 试剂

(1) 无 CO_2 水 将 pH 值不低于 6.0 的蒸馏水, 煮沸 15min, 加盖冷却至室温。如蒸馏水 pH 值较低, 可适当延长煮沸时间。最后水的 $\text{pH} > 6.0$ 。

(2) 氢氧化钠标准溶液 (0.1mol/L) 称取 60g 氢氧化钠溶于 50mL 水中, 转入 150mL 的聚乙烯瓶中, 冷却后, 用装有碱石灰管的橡皮塞塞紧, 静止 24h 以上。吸取上层清液约 7.5mL 置于 1000mL 容量瓶中, 用无 CO_2 水稀释至标线, 摇匀, 移入聚乙烯瓶中保存。按下述方法进行标定。

称取在 105~110℃ 下干燥过的基准试剂级邻苯二甲酸氢钾约 0.5g (称准至 0.0001g), 置于 250mL 锥形瓶中, 加无 CO_2 水 100mL 使之溶解, 加入 4 滴酚酞指示剂, 用待标定的氢氧化钠标准溶液滴定至浅红色为终点。同时用无 CO_2 水做空白滴定, 按下式进行计算。

$$\text{氢氧化钠标准溶液浓度 (mol/L)} = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_0) \times 204.23}$$

式中, m 为称取邻苯二甲酸氢钾的质量, g; V_0 为滴定空白时所消耗氢氧化钠标准溶液体积, mL; V_1 为滴定邻苯二甲酸氢钾时氢氧化钠标准溶液体积, mL; 204.23 为邻苯二甲酸氢钾摩尔质量, g/mol。

(3) 甲基橙指示剂 称取 0.05g 甲基橙, 溶于 100mL 水中。

(4) 酚酞指示剂 称取 0.5g 酚酞, 溶于 50mL 95% 乙醇中, 用水稀释至 100mL。

四、步骤

(1) 取适量水样置于 250mL 锥形瓶中, 用无 CO_2 水稀释至 100mL, 瓶下放一白瓷板。

向锥形瓶中加入 2 滴甲基橙指示剂, 用上述氢氧化钠标准溶液滴定至溶液由橙红色变为橘黄色为终点, 记录氢氧化钠标准溶液用量 (V_1)。

(2) 另取一份水样于 250mL 锥形瓶中, 用无 CO_2 水稀释至 100mL, 加入 4 滴酚酞指示剂, 用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液刚变为浅红色为终点, 记录用量 (V_2)。

如水样中含硫酸铁、硫酸铝时, 加酚酞后加热煮沸 2min, 趁热滴至红色。

五、计算

$$\text{甲基橙酸度}(\text{CaCO}_3, \text{mg/L}) = \frac{MV_1 \times 50.05 \times 1000}{V}$$

$$\text{酚酞酸度}(\text{总酸度 CaCO}_3, \text{mg/L}) = \frac{MV_2 \times 50.05 \times 1000}{V}$$

式中, M 为氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L; V_1 为用甲基橙作滴定指示剂时, 消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL; V_2 为用酚酞作滴定指示剂时, 消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL; V 为水样体积, mL; 50.05 为碳酸钙 ($1/2\text{CaCO}_3$) 摩尔质量, g/mol。

六、注意事项

(1) 水样取用体积, 参考滴定时所耗氢氧化钠标准溶液用量, 在 10~25mL 之间为宜。

(2) 采集的样品用聚乙烯瓶或硅硼玻璃瓶贮存, 并要使水样充满不留空间, 盖紧瓶盖。若为废水样品, 接触空气易引起微生物活动, 容易减少或增加 CO_2 及其他气体, 最好在 1d 之内分析完毕。对生物活动明显的水样, 应在 6h 内分析完。

七、思考题

为什么用甲基橙作指示剂测得的酸度只代表强酸的酸度?

实验 5 废水碱度的测定

一、实验目的和要求

学习用酸标准溶液滴定法测定废水的碱度。

二、原理

水的碱度是指水中所含能与强酸定量作用的物质总量。

碱度的测定值因使用的指示剂终点 pH 值不同而有很大的差异, 只有当试样中的化学组成已知时, 才能解释为具体的物质。对于天然水和未污染的地表水, 可直接以酸滴定至 pH 值为 8.3 时消耗的量, 为酚酞碱度。以酸滴定至 pH 值为 4.4~4.5 时消耗的量, 为甲基橙碱度。通过计算, 可求出相应的碳酸盐、重碳酸盐和 OH^- 的含量; 对于废水、污水, 则由于组分复杂, 这种计算无实际意义, 往往需要根据水中物质的组分确定其与酸作用达到终点时的 pH 值。

样品采集后应在 4℃ 保存, 分析前不应打开瓶塞, 不能过滤、稀释或浓缩。样品应于采集后的当天进行分析, 特别是当样品中含有可水解盐类或含有可被氧化的阳离子时, 应及时分析。

水样浑浊、有色均干扰测定, 遇此情况, 可用电位滴定法测定。能使指示剂褪色的氧化还原性物质也干扰测定。例如水样中余氯可破坏指示剂 (含余氯时, 可加入 1~2 滴 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液消除)。

三、仪器和试剂

1. 仪器

(1) 酸式滴定管, 25mL 或 50mL。

(2) 锥形瓶, 250mL。

2. 试剂

(1) 无 CO_2 水 用于制备标准溶液及稀释用的蒸馏水或去离子水, 临用前煮沸 15min, 冷却至室温。pH 值应大于 6.0, 电导率小于 $2\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

(2) 酚酞指示液 参见实验 4。

(3) 甲基橙指示剂 参见实验 4。

(4) 碳酸钠标准溶液 [$C(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.0250\text{mol/L}$] 称取 1.3249g (于 250℃ 烘干 4h) 的基准试剂无水碳酸钠, 溶于少量无 CO_2 水中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于聚乙烯瓶中。

(5) 盐酸标准溶液 (0.025mol/L) 用分度吸管吸取 2.1mL 浓盐酸, 并用蒸馏水稀释至 1000mL, 其准确浓度按下法标定。

用无分度吸管吸取 25.00mL 碳酸钠标准溶液于 250mL 锥形瓶中, 加入无 CO_2 水稀释至约 100mL, 加入 3 滴甲基橙指示剂, 用盐酸标准溶液滴定至由橘黄色刚变成橘红色, 记录盐酸标准溶液用量。按下式计算其准确浓度。

$$C = \frac{25.00 \times 0.0250}{V}$$

式中, C 为盐酸标准溶液浓度, mol/L; V 为盐酸标准溶液用量, mL。

四、步骤

(1) 分取适量水样于 250mL 锥形瓶中, 加入 4 滴酚酞指示剂, 摇匀。当溶液呈红色时, 用盐酸标准溶液滴定至刚刚褪至无色, 记录盐酸标准溶液用量 (V_1)。若加酚酞指示剂后溶液无色, 则不需用盐酸标准溶液滴定, 并接着进行下一步操作。

(2) 向上述锥形瓶中加入 3 滴甲基橙指示剂, 摇匀。继续用盐酸标准溶液滴定至溶液由