

高等院校环境类系列教材

环境科学实验教程

李元 主编



**HUANJING KEXUE
SHIYAN JIAOCHENG**

中国环境科学出版社

高等院校环境类系列教材

环境科学实验教程

主 编 李 元

副主编 祖艳群 陈建军

中国环境科学出版社·北京

图书在版编目(CIP)数据

环境科学实验教程/李元主编. —北京: 中国环境科学出版社, 2007.10

ISBN 978-7-80209-636-3

I. 环 II. 李… III. 环境科学—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 151805 号

责任编辑 黄晓燕 任海燕

责任校对 扣志红

封面设计 龙文视觉/陈莹

出版发行 中国环境科学出版社
(100062 北京崇文区广渠门内大街 16 号)
网 址: <http://www.cesp.cn>
联系电话: 010-67112765 (总编室)
发行热线: 010-67125803

印 刷 北京东海印刷有限公司
经 销 各地新华书店
版 次 2007 年 10 月第一版
印 次 2007 年 10 月第一次印刷
印 数 1—3 000
开 本 787×960 1/16
印 张 23.75
字 数 420 千字
定 价 30.00 元

【版权所有。未经许可请勿翻印、转载，侵权必究】
如有缺页、破损、倒装等印装质量问题，请寄回本社更换

编 委 会

主 编 李 元

副主编 祖艳群 陈建军

编 者 王吉秀 王 静 李 元 李明锐

高召华 陈建军 陈海燕 祖艳群

秦 丽 湛方栋 魏兰芳

前 言

环境科学是研究人类环境质量以及保护与改善的科学。环境科学是一个庞大的学科体系，是具有较强的交叉性、综合性和实践性的学科。在环境科学的教学中，既有理论教学，又有实践教学。对于培养学生的实践能力和创新能力，实践教学显得越来越重要。实验教学是实践教学的重要基础和重要内容。构建环境科学专业的实验教学体系，编写综合、系统、规范的环境科学实验教程，提高环境科学专业的实验教学水平，是环境科学教育工作者面临的重要任务之一。

加强高等学校环境科学专业的实验教学，培养学生的实践能力和创新能力，提高实验教学水平，是高校环境科学专业教学的重要任务。然而，高等学校环境科学专业的教材主要为课堂教学课本，专业基础课和专业课的实验指导教材还不能满足实验教学的需要。目前，高等学校环境科学专业各门课程分别编写实验指导教材，校内印刷或正式出版，未见包括了环境科学专业所有专业基础课和专业课的实验指导教程。《环境科学实验教程》就是在这种情况下应运而生的。

本教程主要包括环境化学、环境微生物学、环境生态学、环境土壤学、水体污染及防治、环境工程学、环境监测、大气污染控制、农用化学物质污染及防治 9 门课程的实验教学内容，是一部综合、系统、规范的环境科学专业实验指导书。本书避免了各门课程分别开设实验带来的重复或漏洞，能够满足环境科学专业所修专业基础课和专业课实验教学的需求。对于环境科学专业的实验教学以及学生实践能力和创新能力的培养，将具有积极的推动作用。

环境科学实验教程由李元提出编写提纲，李元、祖艳群、陈建军共同确定提纲。然后由多位学者共同执笔编写。环境化学实验由

秦丽、祖艳群编写；环境微生物学实验由魏兰芳、湛方栋编写；环境生态学实验由李明锐、李元编写；环境土壤学实验由王吉秀编写；水体污染及防治实验由高召华编写；环境工程学实验由秦丽编写；环境监测实验由陈建军编写；大气污染控制实验由王吉秀、陈海燕编写；农用化学物质污染及防治实验由王静编写。最后，由湛方栋协助统稿，李元、祖艳群、陈建军共同定稿。本书在编写过程中得到了云南农业大学和中国环境科学出版社的大力支持，参考了多部相关的实验指导书和资料，在此一并表示感谢。由于我们的水平有限，本教程难免有不足之处，恳请各位专家、学者和读者批评指正，以便改进和完善。

本书主要读者对象为各大专院校环境科学专业、环境工程专业、农业资源与环境专业、生态学专业及相关专业学生、教师等，也可作为从事相关专业教学、研究的人员和研究生的实验参考书。

李元

2007年1月28日

目 录

| | |
|-----------------------------------|-----|
| 第一章 环境化学实验 | 1 |
| 实验一 室内空气中多环芳烃的污染分析 | 1 |
| 实验二 水体自净程度的指标 | 6 |
| 实验三 土壤阳离子交换量的测定 | 12 |
| 实验四 废水中有机污染综合指标评价与分析 | 16 |
| 实验五 有机物的正辛醇-水分配系数 | 23 |
| 实验六 水中苯系物的挥发速率 | 26 |
| 实验七 苯酚的光降解速率常数 | 30 |
| 实验八 底泥对苯酚的吸附作用 | 33 |
| 实验九 农药在土壤中的迁移 | 37 |
| 实验十 鱼体内氯苯类有机污染物的分析 | 40 |
| | |
| 第二章 环境微生物学实验 | 43 |
| 实验一 显微镜的结构及使用技术 | 43 |
| 实验二 培养基的制作与灭菌技术 | 50 |
| 实验三 细菌涂片制作及革兰氏染色技术 | 54 |
| 实验四 细菌的特殊染色技术(荚膜、鞭毛、芽孢) | 57 |
| 实验五 微生物的分离纯化与培养 | 61 |
| 实验六 环境条件对微生物的影响 | 66 |
| 实验七 水、空气、食品中微生物的检测 | 71 |
| 实验八 微生物的生理生化反应 | 78 |
| 实验九 活性污泥中微生物多样性分析 | 85 |
| 实验十 表面活性剂降解菌的分离 | 94 |
| | |
| 第三章 环境生态学实验 | 97 |
| 实验一 低温对植物叶片细胞膜透性的影响 | 97 |
| 实验二 单种及两种以上种子萌发情况比较 | 99 |
| 实验三 大气中氯气污染对植物叶片澄清液 pH 值的影响 | 102 |

| | | |
|------------|--------------------------------------|------------|
| 实验四 | 紫外辐射对植物叶片叶绿素 a、b 含量及比例的影响..... | 104 |
| 实验五 | 重金属 Pb、Cd、Zn、Hg 对种子萌发及幼苗生长发育的影响 | 106 |
| 实验六 | 土壤中的 Cd、Pb 含量对植物中的 Cd、Pb 含量的影响..... | 108 |
| 实验七 | 生态因子的综合测定技术 | 111 |
| 实验八 | 水分胁迫对植物的影响 | 117 |
| 实验九 | 盐胁迫对植物的影响 | 121 |
| 实验十 | 农药污染对植物的影响 | 125 |
| 实验十一 | 溶解氧对水生动物的影响 | 128 |
| 第四章 | 环境土壤学实验 | 133 |
| 实验一 | 土壤样品的采集与制备 | 133 |
| 实验二 | 土壤 pH 值的测定 | 136 |
| 实验三 | 土壤有机质的测定 | 141 |
| 实验四 | 土壤中砷的测定 | 145 |
| 实验五 | 土壤脲酶活性的测定 | 148 |
| 实验六 | 土壤中汞的测定 | 152 |
| 实验七 | 土壤可溶盐总量的测定 | 155 |
| 实验八 | 土壤速效钾的测定 | f61 |
| 实验九 | 土壤速效磷的测定 | 163 |
| 实验十 | 土壤碱解氮的测定 | 166 |
| 实验十一 | 土壤中铬的测定 | 169 |
| 实验十二 | 土壤中有机化合物苯并[a]芘的测定 | 172 |
| 第五章 | 水体污染及防治实验 | 176 |
| 实验一 | 废水色度测定 | 176 |
| 实验二 | 水中化学需氧量 (COD) 的测定及高锰酸盐指数 | 179 |
| 实验三 | 水中生化需氧量的 (BOD) 测定 | 186 |
| 实验四 | 水样溶解氧 (DO) 的测定 | 189 |
| 实验五 | 污水、污泥厌氧消化实验 | 192 |
| 实验六 | 活性炭吸附实验 | 199 |
| 实验七 | 离子交换软化实验 | 204 |
| 实验八 | 活性污泥性质的测定实验 | 208 |
| 实验九 | 污染物生物可降解性快速测定 | 213 |
| 实验十 | 活性污泥或生物膜微生物的显微镜观察及微型动物的计数 | 218 |

| | |
|----------------------------|-----|
| 第六章 环境工程学实验 | 221 |
| 实验一 混凝 | 221 |
| 实验二 自由沉淀 | 227 |
| 实验三 过滤 | 232 |
| 实验四 折点加氯消毒实验 | 238 |
| 实验五 工业废水可生化性实验 | 241 |
| 实验六 厌氧污泥活性的测试 | 245 |
| 实验七 废水中铜的回收 | 250 |
| 实验八 化学氧化法在有机废水处理中的应用 | 252 |
| 实验九 酸性废水过滤中和实验 | 256 |
| 实验十 热解焚烧条件实验 | 260 |
| 实验十一 好氧堆肥模拟实验 | 263 |
| 实验十二 吸收法净化气体中的二氧化硫 | 266 |
| | |
| 第七章 环境监测实验 | 271 |
| 实验一 废水悬浮固体和浊度的测定 | 271 |
| 实验二 水中氨氮的测定 | 275 |
| 实验三 水中氟化物的测定 | 277 |
| 实验四 水中六价铬的测定 | 280 |
| 实验五 废水中酚类的测定 | 283 |
| 实验六 水样中总氮的测定 | 287 |
| 实验七 水样中磷的测定 | 290 |
| 实验八 鱼类急性毒性试验监测废水废物毒性 | 294 |
| 实验九 大气中氮氧化物的测定 | 301 |
| 实验十 人体头发中汞含量的测定 | 304 |
| 实验十一 环境噪声监测 | 306 |
| | |
| 第八章 大气污染控制实验 | 309 |
| 实验一 大气中总悬浮颗粒物的测定 | 309 |
| 实验二 大气中二氧化硫的测定 | 313 |
| 实验三 大气中一氧化碳的测定 | 318 |
| 实验四 臭氧检测 | 320 |
| 实验五 大气中氯气的测定 | 323 |
| 实验六 大气中氟化物的测定 | 325 |

| | |
|-----------------------------------|------------|
| 实验七 甲醛的测定 | 329 |
| 实验八 酚的测定 | 332 |
| 实验九 气态酸污染指数 | 335 |
| 第九章 农用化学物质污染及防治实验 | 338 |
| 实验一 农用化学物质对植物生长影响的症状观察及分析 | 338 |
| 实验二 蔬菜中乐果残留量测定 | 340 |
| 实验三 黄瓜和土壤中乙烯菌核利残留量检测 | 344 |
| 实验四 玉米中噻吩磺隆残留量测定 | 347 |
| 实验五 葡萄酒中乙撑硫脲残留量测定 | 350 |
| 实验六 食品中甲萘威残留量测定 | 352 |
| 实验七 蔬菜中有机磷杀虫剂的多残留测定 | 356 |
| 实验八 蔬菜中农药残留快速检测 | 358 |
| 实验九 土壤中广灭灵残留量测定 | 361 |
| 实验十 水果和蔬菜及其制品中亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定 | 363 |
| 参考文献 | 368 |

第一章

环境化学实验

实验一 室内空气中多环芳烃的污染分析

一、目的

多环芳烃 (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, PAHs) 是指两个以上苯环以稠环形式相连的化合物。它是环境中广泛存在的一类有机污染物, 是石油、煤炭等化石燃料及木材、烟草等有机质在不完全燃烧时产生的, 具有致癌性、致畸性和致突变性。在已知的 1 000 多种致癌物中, PAHs 占 1/3 以上。PAHs 的存在形态及分布主要受其本身物理化学性质、气温以及其他共存污染物如飘尘、臭氧等影响。空气中 PAHs 主要以气态、颗粒态 (吸附在颗粒物上) 两种形式存在, 但在一定条件下两者间可以相互转化。空气中 PAHs 可以与臭氧、氮氧化物和硝酸等反应, 生成致癌活性或诱变性更强的化合物。

通过本实验, 能够掌握室内空气中 PAHs 的采集、提取和分析的方法; 掌握高效液相色谱仪的测定原理及使用方法; 能够分析评价室内空气中 PAHs 的污染水平及形态分布。

二、原理

室内空气中 PAHs 的含量相对较低, 受仪器灵敏度的限制, 一般很难直接测定。本实验用 XAD-2 和玻璃纤维滤膜分别采集空气中气态、颗粒态 PAHs; 用二氯甲烷作萃取剂, 超声提取样品中的 PAHs, 氮气吹干浓缩样品中的 PAHs; 采用梯度淋洗结合可变波长荧光检测器或紫外检测器的高效液相色谱法测定痕量 PAHs 的峰高或峰面积, 以外标法进行定量。通过测定分析, 评价室内空气中 PAHs 的污染水平及形态分布。

三、仪器和试剂

1. 仪器

带荧光检测器或紫外检测器的高效液相色谱仪 (HPLC); 小体积气体采样泵; 超声振荡器; 电动离心机; 比色管 (10 mL, 25 mL); 离心管 (10 mL); 移液管 (10 mL, 25 mL); 采样管 (自制); XAD-2 (用甲醇在 65°C 下恒温回流洗净至无 PAHs); 玻璃纤维滤膜 ($\phi 25$ mm, 使用前用二氯甲烷洗净); 过滤器 (0.22 μm); 密封膜。

2. 试剂

(1) PAHs 标准储备液 (200 mg/L): 芴、菲、葱、1-甲基芘、芘、荧葱、苯并[e]芘、苯并[a]芘。

(2) PAHs 标准工作液: 根据 HPLC 的灵敏度及样品的浓度配制。

(3) 二氯甲烷、乙腈: 分析纯, 经重蒸, 0.22 μm 过滤器过滤后使用。

(4) 甲醇: 色谱纯, 使用前经 0.22 μm 过滤器过滤, 超声脱气。

(5) 二甲基亚砜: 分析纯。

(6) 氮气: 高纯。

(7) 重蒸水: 使用前经 0.22 μm 过滤器过滤, 超声脱气。

四、步骤

1. 采样点选择

选 3 个学生寝室作为采样点: 一号点设在吸烟的学生寝室; 二号点设在在吸烟的学生寝室; 三号点设在寝室外的窗台上 (关闭窗门)。

2. PAHs 样品的采集

依次在玻璃采样管中放入塑料垫圈、金属网、2.0 g XAD-2、海绵、0.5 g XAD-2、金属网, 压牢; 把玻璃纤维滤膜放入采样头中用垫圈密封好; 用乳胶管把采样头、采样管连接起来 (图 1-1)。采用低噪声、小体积采样泵同时采集气态、颗粒态 PAHs, 即分别用 $\phi 25$ mm 玻璃纤维滤膜、XAD-2 采集气态、颗粒态 PAHs; 采集时间为 24 h, 流量为 0.50 L/min, 采样泵的高度为离地面 1.5 m。

3. 样品的预处理

(1) 气态 PAHs: 采样后的 XAD-2 转移至 20 mL 二氯甲烷和乙腈的混合液 ($V_{\text{二氯甲烷}}:V_{\text{乙腈}}=3:2$) 中, 超声提取 30 min, 移取 10 mL 上清液至试管中, 加入 30 μL 二甲基亚砜, 用高纯氮气吹干浓缩, 加入 970 μL 乙腈稀释至 1.0 mL。经 0.22 μm 过滤器过滤, 然后用 HPLC 进行分析。

(2) 颗粒态 PAHs: 采样后的玻璃纤维滤膜剪碎后加入 10 mL 二氯甲烷, 超

声提取 20 min，离心分离，取 5 mL 上清液至 10 mL 试管中，加入二甲基亚砜，用高纯氮气吹干浓缩，加入 970 μL 乙氰（稀释至 1.0 mL），经 0.22 μm 过滤器过滤，然后用 HPLC 进行分析。

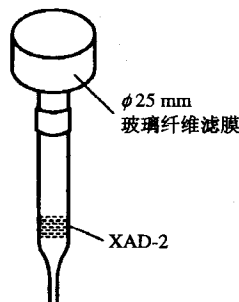


图 1-1 采样装置

4. 样品的测定

色谱柱: Wakosoil 5C-18 ϕ 4.6 \times 250 mm AR 色谱柱, Supelco 5C-18 ϕ 4.6 \times 250 mm 预柱; 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$; 流动相: 甲醇-水, 流量: 1.0 mL/min; 进样量: 100 μL ; 检测器: 程序化可变波长荧光/紫外检测器。

PAHs 的 HPLC 自动分析系统由两个高压输液泵、荧光/紫外检测器、自动进样器、计算机控制界面等组成 (图 1-2)。教师应根据色谱测定条件调好仪器。表 1-1 和表 1-2 分别列出了 HPLC-荧光检测法测定 8 种 PAHs 的流动相线性梯度和荧光测定条件, 以供参考。

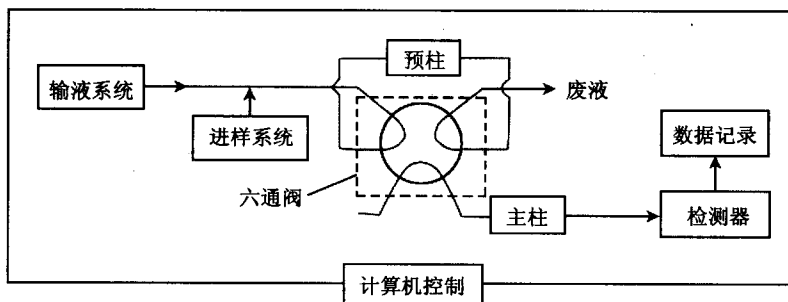


图 1-2 HPLC 装置

将处理好的样品放入自动进样器中 (根据编号顺序自动进样), 样品中 PAHs 先用短预柱浓缩, 然后进入主柱, 用甲醇-水作流动相进行梯度淋洗分离; 同时用程序化荧光或紫外检测器测定, 荧光激发波长及发射波长或紫外测定波长应根

据相应 PAHs 的保留时间而变, 从而选择最佳的测定波长。样品分析全过程及数据处理均由计算机控制完成。

5. 标准曲线的绘制

以峰高(或峰面积)为纵坐标, PAHs 浓度为横坐标, 绘制每一种多环芳烃的标准曲线。多环芳烃的浓度范围应根据 HPLC 的灵敏度及样品的浓度而定。

表 1-1 测定 8 种 PAHs 流动相线性梯度

| 时间/min | 甲醇/% | 水/% | 六通阀切换 |
|--------|------|-----|-------|
| 0.0 | 50 | 50 | On |
| 5.5 | 70 | 30 | Off |
| 16.0 | 80 | 20 | Off |
| 20.0 | 85 | 15 | Off |
| 25.0 | 90 | 10 | Off |
| 30.0 | 95 | 5 | Off |
| 35.0 | 95 | 5 | Off |
| 40.0 | 100 | 0 | Off |
| 45.0 | 100 | 0 | Off |
| 50.0 | 50 | 50 | Off |

表 1-2 PAHs 荧光测定条件

| 编号 | PAHs | 时间/min | 激发波长/nm | 发射波长/nm |
|----|--------|--------|---------|---------|
| 1 | 芴 | 5.5 | 262 | 315 |
| 2 | 菲 | 18.8 | 250 | 370 |
| 3 | 蒽 | 21.6 | 254 | 400 |
| 4 | 荧蒽 | 25.2 | 287 | 460 |
| 5 | 芘 | 26.6 | 336 | 394 |
| 6 | 1-甲基芘 | 32.5 | 336 | 394 |
| 7 | 苯并[e]芘 | 36.9 | 285 | 385 |
| 8 | 苯并[a]芘 | 38.5 | 296 | 404 |

五、数据处理

按各 PAHs 的回归方程(以峰高或峰面积定量)计算其气态、颗粒态中 PAHs 浓度, 总 PAHs 浓度, 气、固两态所占的比例及各 PAHs 在总量中所占的比例。将所得数据填在表 1-3 中。

六、思考题

(1) 室内空气中 PAHs 的污染程度如何?

- (2) 分析实验数据, 说明室内空气中 PAHs 的主要来源。
 (3) 试述影响室内空气中 PAHs 存在形态的主要因素。

表 1-3 实验数据记录

| 记录项目 | 气态 PAHs | 颗粒态 PAHs | 计算过程 |
|--|---------|----------|---|
| 空气采样体积 V/m^3 | | | 采样时间 \times 流量 |
| 测定峰高 (峰面积) | | | 仪器测定值 |
| 溶液测定浓度 $c_i/\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ | | | 由工作曲线查得 |
| 空气中 PAHs 浓度 $\text{ng}\cdot\text{m}^{-3}$ | | | $2c_i/V$ |
| 空气中 PAHs 总浓度 $c_{i\text{总}}/\text{ng}\cdot\text{m}^{-3}$ | | | $c_{i\text{气态}}+c_{i\text{颗粒态}}$ |
| 气、固态 PAHs 所占比例/% | | | $c_{i\text{气态}}/c_{i\text{总}}, c_{i\text{颗粒态}}/c_{i\text{总}}$ |
| i 种 PAHs 在总量中所占比例/% | | | $c_{i\text{总}}/c_{\text{总}}$ |

注: $c_{i\text{气态}}$ 、 $c_{i\text{颗粒态}}$ 分别是空气中 i 种 PAHs 在气态、颗粒态中的浓度; i 种 PAHs 总浓度 $c_{i\text{总}}=c_{i\text{气态}}+c_{i\text{颗粒态}}$; i 种 PAHs 在气态、颗粒态中所占比例分别为 $c_{i\text{气态}}/c_{i\text{总}}$ 、 $c_{i\text{颗粒态}}/c_{i\text{总}}$; i 种 PAHs 在总量中所占比例为 $c_{i\text{总}}/c_{\text{总}}$, 其中 $c_{\text{总}}$ 为一个样品中所有 PAHs 的 $c_{i\text{总}}$ 之和。

实验二 水体自净程度的指标

一、目的

各种形态的氮相互转化和氮循环的平衡变化是环境化学和生态系统研究的重要内容之一。水体中氮化合物的主要来源是生活污水和某些工业废水及农业面源。当水体受到含氮有机物污染时，其中的含氮化合物由于水中微生物和氧的作用，可以逐步分解氧化为氨(NH_3)或铵(NH_4^+)、亚硝酸盐(NO_2^-)、硝酸盐(NO_3^-)等简单的无机氮化物。氨氮($\text{NH}_3\text{-N}$)以游离氨(NH_3)或铵盐(NH_4^+)形式存在于水中；亚硝酸盐氮($\text{NO}_2^-\text{-N}$)是氮循环的中间产物，不稳定，可被氧化成硝酸盐，也可被还原成氨；硝酸盐中的氮称为硝酸盐氮($\text{NO}_3^-\text{-N}$)，是水中硝酸盐在有氧条件下，各种形态的含氮化合物中最稳定的氮化合物。通常把氨氮、亚硝酸盐氮和硝酸盐氮称为“三氮”。这几种形态氮的含量都可以作为水质指标，分别代表有机氮转化为无机氮的各个不同阶段。

有机氮、氨氮、亚硝酸盐氮和硝酸盐氮的相对含量，在一定程度上可以反映含氮有机物污染的时间长短，对了解水体污染历史以及分解趋势和水体自净状况等有很高的参考价值。目前常用测定“三氮”的方法是比色法，其中最常用的是纳氏试剂光度法测定氨氮，盐酸萘乙二胺光度法测定亚硝酸盐氮，二磺酸酚光度法测定硝酸盐氮。

通过本实验，能够掌握测定三氮的基本原理和方法；了解测定三氮对环境化学研究的作用和意义。

二、仪器

玻璃蒸馏装置；pH计；恒温水浴；分光光度计；电炉(220 V/kW)；比色管(50 mL)；陶瓷蒸发皿(100 mL或200 mL)；移液管(1 mL, 2 mL, 5 mL)；容量瓶(250 mL)。

三、实验过程

(一) 氨氮的测定——纳氏试剂光度法

1. 原理

氨与纳氏试剂反应可生成黄色的络合物，其色度与氨的含量成正比，可在

410~425 nm 波长下比色测定, 检出下限为 0.025 mg/L, 测定上限为 2 mg/L。

2. 试剂

(1) 不含氨的蒸馏水: 水样稀释及试剂配制均需用无氨蒸馏水。配制方法包括蒸馏法(每升蒸馏水中加入 0.1 mL 浓硫酸进行重蒸)和离子交换法(让蒸馏水通过强酸型阳离子交换树脂来制备较大的无氨水)。

(2) 磷酸盐缓冲溶液(pH 为 7.4): 称取 14.3 g 磷酸二氢钾和 68.8 g 磷酸氢二钾, 溶于水中并稀释至 1 L。用 pH 计测定其 pH, 并用磷酸二氢钾或磷酸氢二钾调 pH 为 7.4。

① 2% 硼酸溶液: 称取 20 g 硼酸溶解于水中, 稀释至 1 L。

② 0.01 mol/L 硫酸: 量取 20 mL 0.5 mol/L 的硫酸, 用水稀释至 1 L。

(3) 纳氏试剂: 称取 5 g 碘化钾, 溶于 5 mL 水中, 加入少量氯化汞溶液(2.5 g HgCl_2 溶于 40 mL 水中, 必要时可微热溶解), 不断搅拌至微有朱红色沉淀为止。冷却后加入氢氧化钾溶液(15 g 氢氧化钾溶于 30 mL 水中), 充分冷却, 加水稀释至 100 mL。静置一天, 取上层清液贮于塑料瓶中, 盖紧瓶盖, 可保存数月。

(4) 酒石酸钾钠溶液: 称取 50 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶于水中, 加热煮沸以驱除氨, 冷却后稀释至 100 mL。

(5) 氨标准溶液: 称取 3.819 g 无水氯化铵(NH_4Cl) (预先在 100°C 干燥至恒重), 溶于水中, 转入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 即配得 1.00 mg/mL 的氨标准储备液。取此溶液 10.00 mL, 稀释至 1 000 mL, 即为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氨标准溶液。

3. 步骤

较清洁水样可直接测定, 如水样受污染一般按下列步骤进行。

(1) 水样蒸馏: 为保证蒸馏装置不含氨, 须先在蒸馏瓶中加入 200 mL 无氨水, 加 10 mL 磷酸盐缓冲溶液和几粒玻璃珠, 加热蒸馏至馏出液中不含氨为止(用纳氏试剂检验), 冷却。然后将此蒸馏瓶中的蒸馏液倾出(留下玻璃珠), 量取水样 200 mL, 放入蒸馏瓶中(如试验水样含氨量较大, 则取适量的水样, 用无氨水稀释至 200 mL, 然后加入 10 mL 磷酸盐缓冲液)。另准备一只 250 mL 的容量瓶, 移入 50 mL 吸收液(吸收液为 0.01 mol/L 硫酸或 2% 硼酸溶液), 然后将导管末端浸入吸收液中, 加热蒸馏, 蒸馏速度为 6~8 mL/min, 至少收集 150 mL 馏出液, 蒸馏到最后 1~2 min 时, 把容量瓶放低, 使吸收液的液面脱离冷凝管出口, 再蒸馏几分钟以洗净冷凝管和导管, 用无氨水稀释至 250 mL, 混匀, 以备比色测定。

(2) 测定: 如水样较清洁, 可直接取 50 mL 澄清水样置于 50 mL 比色管中。一般水样则取用上述方法蒸馏出的水样 50 mL, 置于 50 mL 比色管中, 若氨氮含量太高可酌情取适量水样用无氨水稀释至 50 mL。

另取 8 支 50 mL 比色管, 分别加入氨标准溶液(含氨氮 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 0.00 mL、