

高等学校“十一五”规划教材

# 环境监测实验

刘玉婷 主编

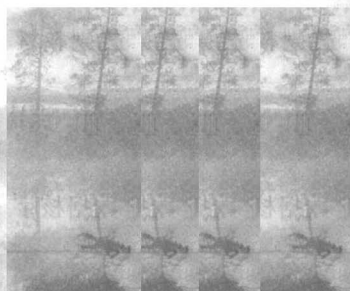


化学工业出版社

高等学校“十一五”规划教材

# 环境监测实验

刘玉婷 主编



化学工业出版社

·北京·

本教材以环境监测实验基础开篇,介绍了环境监测实验操作规则、常用玻璃仪器及称量仪器的种类、使用;实验中常用的基本操作如回流、过滤、滴定等操作;紫外-可见分光光度计工作原理及测定方法,离子选择电极、电位滴定法、极谱分析法的工作原理及测定方法;水质监测、大气废气监测、土壤污染物监测、生物污染监测、环境噪声监测等实验。教材最后为设计实验,旨在培养学生独立思考、设计实验、独立分析问题和解决问题的能力。

本书为高等学校环境科学、环境工程及相关专业环境监测实验课程教材,也可供相关科研和技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验/刘玉婷主编. —北京:化学工业出版社, 2007.7  
高等学校“十一五”规划教材  
ISBN 978-7-122-00712-4

I. 环… II. 刘… 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 (2007) 第 096051 号

---

责任编辑: 满悦芝  
责任校对: 李 林

文字编辑: 郑 直 管景岩  
装帧设计: 尹琳琳

---

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: 北京云浩印刷有限责任公司  
787mm×1092mm 1/16 印张 8 $\frac{1}{4}$  字数 192 千字 2007 年 8 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: 16.00 元

版权所有 违者必究

# 前 言

环境监测实验是环境监测理论课的必要组成部分，也是环境保护工作的重要基础和有效手段。环境监测力求及时、准确、全面地反映环境现状及发展趋势，为环境管理、环境规划、环境评测、污染控制等提供科学依据。为满足环境工程、环境科学、化学、化工类专业对环境监测技术的要求，并考虑到环境监测标准的更新和技术的发展，编者结合环境监测课程的基础，编写了本环境监测实验教材。

在编写过程中，编者力求教材在内容和形式上的新颖性，兼顾不同专业的特点，并编有设计实验以利于教学和自学。

本教材共9章，第1章为环境监测实验基础，包括环境监测实验操作规则、常用玻璃仪器及称量仪器的种类及使用；第2章为环境监测基本操作；第3章为环境监测常用的仪器分析方法，包括紫外-可见分光光度法、离子选择性电极法、电位滴定法、极谱分析法等仪器及分析方法；第4章为水质监测；第5章为大气废气监测；第6章为土壤污染物监测；第7章为生物污染监测；第8章为环境噪声监测；第9章为设计实验。教师可根据专业特点，有重点地选择部分实验进行教学。通过实验，学生可在掌握基本实验技能的同时加深对环境监测课程的理解。

本教材由刘玉婷主编。第1、3、4、5章及附录由刘玉婷编写，第6、8、9章由吕博编写，第2、7章由尹大伟编写。全书由刘玉婷统稿。在编写过程中，研究生刘聪同学完成了部分打印工作，杨冬老师编写了部分思考题，在此表示衷心的感谢。

由于编者水平所限，书中的疏漏敬请读者批评和指正。

编者

2007年6月

# 目 录

<b>第 1 章 环境监测实验基础</b> .....	1
1.1 环境监测实验室规则 .....	1
1.2 环境监测实验室安全守则 .....	2
1.2.1 实验室安全常识 .....	2
1.2.2 事故发生时的急救处理 .....	2
1.2.3 现场取样安全注意事项 .....	5
1.3 实验预习、实验记录和实验报告 .....	5
1.3.1 预习与预习笔记 .....	5
1.3.2 实验记录 .....	5
1.3.3 实验报告 .....	6
1.4 环境监测实验常用玻璃仪器 .....	7
1.4.1 环境监测实验常用玻璃仪器种类 .....	7
1.4.2 玻璃仪器的洗涤 .....	8
1.4.3 玻璃仪器的干燥 .....	9
1.4.4 主要玻璃仪器的使用方法 .....	9
1.4.5 玻璃仪器的保管 .....	13
1.5 称量仪器的使用 .....	13
1.5.1 托盘天平 .....	13
1.5.2 全机械加码电光天平 .....	13
1.5.3 电子天平 .....	16
<b>第 2 章 环境监测实验基本操作</b> .....	17
2.1 蒸馏 .....	17
2.1.1 实验原理 .....	17
2.1.2 实验方法 .....	17
2.1.3 注意事项 .....	18
2.2 加热 .....	18
2.2.1 空气浴 .....	18
2.2.2 水浴 .....	19
2.2.3 油浴 .....	19
2.2.4 沙浴 .....	20
2.3 滴定 .....	20

2.4 过滤 .....	21
<b>第3章 环境监测实验中常用的仪器分析方法 .....</b>	<b>23</b>
3.1 紫外-可见分光光度法 .....	23
3.1.1 紫外-可见分光光度法的基本原理 .....	24
3.1.2 测定仪器和测定方法 .....	28
3.2 离子选择性电极法 .....	32
3.2.1 离子选择性电极概述 .....	32
3.2.2 衡量离子选择性电极的性能指标 .....	34
3.2.3 定量测定方法 .....	35
3.3 电位滴定法 .....	35
3.3.1 E-V 曲线法 .....	36
3.3.2 一级微商法 .....	36
3.3.3 二级微商法 .....	36
3.4 极谱分析法 .....	37
3.4.1 半波电位——定性分析依据 .....	39
3.4.2 定量分析基础——扩散电流方程 .....	40
3.4.3 定量分析方法 .....	42
3.5 溶出伏安法 .....	43
<b>第4章 水质监测 .....</b>	<b>45</b>
4.1 概述 .....	45
4.1.1 水质监测分析方法 .....	45
4.1.2 水样的采集和保存 .....	46
4.1.3 水样预处理 .....	48
4.2 废水物理指标的测定 .....	49
4.2.1 色度的测定 .....	49
实验一 铂钴标准比色法测定水的色度 .....	50
实验二 铬钴标准比色法测定水的色度 .....	51
实验三 稀释倍数法测定水的色度 .....	52
4.2.2 浊度的测定 .....	52
实验四 目视比浊法测定水的浊度 .....	53
4.3 电导率 .....	54
实验五 电导率的测定 .....	55
4.4 悬浮性固体 .....	56
实验六 悬浮性固体的测定 .....	56
4.5 化学需氧量 .....	57
实验七 重铬酸钾法测定废水化学需氧量 (COD) .....	57
实验八 酸性高锰酸钾法测定废水化学需氧量 (COD) .....	59
4.6 废水中溶解氧 (DO) .....	61

实验九 废水中溶解氧的测定 .....	61
4.7 酚类 .....	63
实验十 4-氨基安替比林分光光度法 .....	63
实验十一 气相色谱法(酸提取巯基棉法)测定废水中的酚类 .....	65
4.8 废水中铬的测定 .....	67
实验十二 二苯碳酰二肼分光光度法测定废水中的六价铬 .....	67
实验十三 电化学分析法测定水体中六价铬及总铬的含量 .....	69
4.9 废水中生化需氧量的测定 .....	70
实验十四 标准稀释法测定废水中生化需氧量 .....	71
4.10 废水中氯化物的测定 .....	74
实验十五 废水中氯化物的测定 .....	74
4.11 工业废水中镉、铜、锌、铅的连续测定 .....	77
实验十六 工业废水中镉、铜、锌、铅的连续测定 .....	77
4.12 废水中大肠菌群总数检验 .....	79
4.12.1 发酵法 .....	79
4.12.2 滤膜法 .....	80
实验十七 发酵法检验废水中的大肠菌群总数 .....	80
实验十八 滤膜法检查废水中的大肠菌群总数 .....	83
4.13 水的硬度 .....	84
实验十九 水的硬度测定 .....	85
<b>第5章 大气、废气监测 .....</b>	<b>87</b>
5.1 监测目的 .....	88
5.2 监测项目 .....	88
5.3 采样时间、频率 .....	88
5.4 采样方法和仪器 .....	89
5.5 监测方法 .....	89
实验二十 大气中总悬浮微粒的测定 .....	89
实验二十一 非色散红外吸收法测定大气中的一氧化碳 .....	90
实验二十二 酚试剂分光光度法测定大气中的甲醛 .....	91
<b>第6章 土壤污染物监测 .....</b>	<b>95</b>
实验二十三 土壤中有有机氯农药(PCB)的测定 .....	95
实验二十四 原子吸收分光光度法测定土壤中的镉、铜、铅、锌 .....	97
实验二十五 土壤中砷的测定 .....	99
<b>第7章 生物污染监测 .....</b>	<b>102</b>
7.1 生物污染监测的目的 .....	102
7.2 生物污染物的监测方法 .....	102
7.3 生物样品的采集和制备 .....	103

7.3.1 植物样品的采集和制备 .....	103
7.3.2 动物样品的采集和制备 .....	105
实验二十六 气相色谱法测定粮食中的六六六、滴滴涕残留量 .....	106
实验二十七 薄层色谱法测定粮食中的六六六、滴滴涕残留量 .....	107
实验二十八 气相色谱法测定鱼中的甲基汞 .....	108
实验二十九 冷原子吸收法测定鱼中的甲基汞 .....	110
<b>第8章 环境噪声监测</b> .....	<b>112</b>
实验三十 区域环境噪声监测 .....	112
实验三十一 城市交通噪声监测 .....	113
实验三十二 工业企业噪声监测 .....	114
<b>第9章 设计实验</b> .....	<b>116</b>
9.1 设计实验的意义和要求 .....	116
9.2 设计实验的报告 .....	116
9.3 设计实验参考课题 .....	117
实验三十三 地表水的监测 .....	117
实验三十四 大气中总挥发性有机物的监测 .....	118
实验三十五 土壤中汞的测定 .....	118
实验三十六 扰民噪声监测 .....	118
<b>附录</b> .....	<b>120</b>
附录1 生活饮用水水质标准 .....	120
附录2 中国现行的室内主要污染物浓度限值 .....	121
附录3 土壤环境质量标准选配分析方法 .....	121
附录4 国际组织及各国室内氡浓度上限值及行动水平 .....	122
<b>参考文献</b> .....	<b>123</b>



# 第1章

## 环境监测实验基础

### 1.1 环境监测实验室规则

通过环境监测实验，可以加深对其基本理论的理解及环境监测实验基本操作技能的掌握，养成严谨、认真和求实的科学态度，提高观察、分析和解决问题的能力。为了保证实验的顺利进行，培养严谨的科学态度和良好的实验习惯，实验者进入实验室必须遵守以下规则。

① 牢固树立“安全第一”的思想，时刻注意实验室安全。熟悉安全设施及存放位置，安全用具不得挪作他用。

② 实验前必须做好预习工作，明确实验的目的、原理、要求、步骤，特别是要了解每个实验环节（或步骤）的目的和注意事项，写好预习报告。

③ 实验中严格遵守操作规程，认真观察实验现象，忠实记录。所用药品不得随意丢弃和散失。

④ 实验过程中始终保持实验台面、地面和公用实验台面的整洁。仪器应排列整齐，废纸屑应投入废纸箱内，废酸、碱应倒入指定的废液缸内，水槽内应始终保持干净。

⑤ 实验时公用的仪器和试剂，用后应立即归还原处，切不可随意乱放，要注意节约试剂，切不可浪费。

⑥ 爱护仪器，节约药品，节约使用水、电、燃气。严防水银及毒物流失污染实验室，破损温度计及发生意外事故要及时报告，在教师指导下，采取应急措施，妥善处理。严禁把废酸、废碱和固体物质倒入水槽。损坏仪器、设备应如实说明情况，按规定予以赔偿。

⑦ 在使用不熟悉性能的仪器和药品时，应查阅有关书籍或请教指导老师，不要随意进行实验，以免损坏仪器，更重要的是预防发生意外事故。

⑧ 实验时应严格遵守操作程序及注意事项，执行一切必要的安全措施，保证实验安全进行。实验室内应始终保持安静，严禁大声喧哗。

⑨ 实验结束，需将实验记录交教师审阅、签字。应实事求是地记录实验结果与数据，不得任意修改、伪造或抄袭他人实验结果。

⑩ 实验完毕，整理好仪器和药品，清理实验环境，关好水、电、燃气开关，做好实验

室的整理工作。经检查合格，方可离开实验室。

## 1.2 环境监测实验室安全守则

### 1.2.1 实验室安全常识

在进行环境监测实验时，经常用到腐蚀性的、易燃的、易爆炸的或有毒的化学试剂，大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器，同时还会使用各种电热设备、高压或真空等器具和燃气、水电等。如果不按规则操作，就有可能造成中毒、火灾、爆炸、触电等事故。因此为确保实验的正常进行和实验人员的安全，必须严格遵守实验室的安全规则。

① 必须了解和熟悉实验的环境，要熟悉安全用具，如灭火器、灭火毯、沙桶及急救管的放置地点、使用方法，并经常检查，妥善保管。

② 绝对禁止在实验室内饮食、吸烟。一切化学药品禁止入口。养成实验完毕洗手后再离开实验室的习惯。

③ 水、电、燃气等使用完毕后，应立即关闭。离开实验室时，应仔细检查水、电、燃气、门、窗是否均已关好。

④ 实验室内的药品严禁任意混合，以免发生意外事故。注意试剂、溶剂的瓶盖、瓶塞不能互相混淆使用。

⑤ 使用电器设备时，应特别细心，切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。禁止使用有漏电嫌疑的仪器设备。

⑥ 任何试剂瓶和药品瓶要贴有标签，注明药品名称、浓度、配制日期等。剧毒药品必须严格遵守保管和使用制度。倾倒试剂时，手掌要遮住标签，以保证标签的完整。试剂一经倒出，严禁倒回。

⑦ 禁止用手直接取用任何化学药品，使用毒物时除用药匙、量器外，必须佩戴橡皮手套，原则上应避免药品与皮肤接触，实验后应马上清洗仪器用品，立即用肥皂洗手。

⑧ 为了防止火灾的发生，应避免在实验室中使用明火。大量的易燃品（如溶剂）不要放在实验台附近。实验台上要整齐、清洁，不得放与本次实验无关的仪器和药品。不要把食品放在实验室。严禁在实验室吸烟、喝水和进食，禁止赤脚穿拖鞋。

⑨ 不要一个人单独在实验室里工作，同事（或同学）在场可以保证紧急情况下互相救助。一般不应把实验室的门关上。

### 1.2.2 事故发生时的急救处理

#### 1.2.2.1 中毒预防及处理

① 实验中产生有毒的、恶臭的、有刺激性的气体时，应该在通风橱内进行操作。

② 用鼻子鉴别试剂气味时，应将试剂瓶远离鼻子，用手轻轻煽动，稍闻其味即可，严禁用鼻子直接对着瓶口或试管口嗅闻气味。

③ 使用有毒试剂（如氟化物、氰化物、铅盐、钡盐、六价铬盐、汞的化合物和砷的化合物等）时，严防进入口内或接触伤口，剩余药品或废液不得倒入下水道或废液桶内，应倒

入回收瓶中集中处理。

当发生急性中毒时，紧急处理十分重要。若在实验中出现咽喉灼痛、嘴唇脱色或发绀、胃部痉挛或恶心呕吐、心悸、头晕等症状时，则可能是中毒所致，应立即急救中毒者。如果是吸入煤气或硫化氢气体，应将中毒者移到新鲜空气中；如果是吸入刺激性或有毒气体如溴蒸气、氯气、氯化氢，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒；因口服引起中毒时，可饮温热的食盐水（1杯水中放3~4小勺食盐），并触及咽后部（把手指放在嘴中），使其呕吐。当中毒者失去知觉，或因溶剂、酸、碱溶液引起中毒时，不要使其呕吐。误食碱者，先饮大量水再喝些牛奶。误食酸者，先喝水，再服 $Mg(OH)_2$ 乳剂，再饮些牛奶，不要用催吐剂，也不要服用碳酸盐或碳酸氢盐。重金属盐中毒者，喝一杯含有几克 $MgSO_4$ 的水溶液，立即就医，也不得用催吐剂。如果中毒是由于吞入不明化学试剂，最有效的办法是借呕吐以排除胃中的毒物，同时应将中毒者送往医务部门，救护越及时，中毒影响越小。

### 1.2.2.2 燃烧、爆炸及处理

① 应将挥发性的药品、试剂存放于通风良好处；易燃药品（如酒精、苯、丙酮、乙醚等）应远离火源或热源。防止易燃有机物的蒸气外逸，切勿将易燃有机溶剂倒入废液缸，更不能用开口容器（如烧杯）盛放有机溶剂，不可用火直接加热装有易燃有机溶剂的烧瓶。回流或蒸馏液体时应放沸石，以防止液体过热暴沸，引起火灾。

② 启开易挥发的试剂瓶时（尤其在夏季），不可将瓶口对着自己或他人的脸部，因在启开时极易有大量气液冲出，如不小心，会引起严重伤害事故。

③ 加热易挥发或易燃烧的有机溶剂时，应在水浴锅或密封的电热板上缓慢地进行。严禁用明火直接加热。在蒸馏可燃性物质时，应首先将水充入冷凝器内，并确信水流已通过时，再进行加热。

④ 身上或手上沾有易燃物时，应立即清洗干净，不得靠近灯火。沾有氧化剂溶液的衣服，稍微遇热就会着火而引发火灾，应注意及时予以清除。

⑤ 一些有机化合物如过氧化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等，均具有爆炸性，必须严格按照操作规程进行实验，以防爆炸。

⑥ 当实验室不慎起火时，一定不要惊慌失措，而应根据不同的着火情况，采取不同的灭火措施。由于物质燃烧需要空气和一定的温度，所以灭火的原则是降温或将燃烧的物质与空气隔绝。

化学实验室常用的灭火措施如下：

a. 小火用湿布、石棉布覆盖燃烧物即可灭火，大火可用泡沫灭火器灭火。对活泼金属Na、K、Mg、Al等引起的着火，应用干燥的细沙覆盖灭火。有机溶剂着火，切勿用水灭火，而应用二氧化碳灭火器、沙子和干粉等灭火。电器设备着火时，先切断电源，再用四氯化碳灭火器灭火，也可用干粉灭火器或1211灭火器灭火。

b. 当衣服上着火时，切勿慌张跑动，应赶快脱下衣服或用石棉布覆盖着火处，或在地上卧倒打滚，起到灭火的作用。

c. 在加热时着火，立即停止加热，关闭燃气总阀，切断电源，把一切易燃易爆物移至远处。

d. 遇到火灾应及时报火警。

### 1.2.2.3 腐蚀的预防及处理

使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱、溴、洗液时，应避免接触皮肤和溅在衣服上，更要注意保护眼睛，需要时应配备防护眼镜。

一切固体不溶物、浓酸和浓碱废液，严禁直接倒入水槽中，以防堵塞和侵蚀下水道。残余毒物更应采取妥善处理，切勿任意丢弃或倒在水槽中。

身体的一部分被腐蚀时，应立即用大量的水冲洗。被碱腐蚀时，再用1%的醋酸水溶液洗。被酸腐蚀时，用1%的碳酸氢钠水溶液洗。应及时脱下被化学药品污染的衣服。

### 1.2.2.4 烧伤的预防及处理

① 加热、浓缩液体的操作要十分小心，不能俯视正在加热的液体，以免溅出的液体将眼、脸灼伤。取下正在沸腾的水或溶液时，必须先用烧杯夹子摇动后才能取下使用，以防使用时突然沸腾溅出伤人。

② 稀释硫酸时必须在烧杯等耐热容器内进行，而且必须在玻璃棒不断搅拌下，仔细缓慢地将浓硫酸加入水中，而绝对不能将水加注到硫酸中去；应在耐热容器内溶解氢氧化钠、氢氧化钾等发热物质。

③ 进行灼烧、蒸发等工作时，不能擅自离开实验室。烘箱不能作蒸发之用。能产生腐蚀性气体的物质或易燃烧的物质均不得放入烘箱内。

如系化学烧伤，必须立刻用大量水充分冲洗患处。如系有机化合物灼伤，用乙醇擦去有机物是特别有效的。溴的灼伤要用乙醇擦至患处不再有黄色时为止，然后再涂上甘油以保持皮肤滋润。酸灼伤，先用大量水冲洗，以免深部受伤，要用稀  $\text{NaHCO}_3$  溶液或稀氨水浸洗，最后用水洗。碱灼伤，先用大量水冲洗，再用1%硼酸或2%醋酸溶液浸洗，最后用水洗。

如果着火，立即离开着火处。若是烧瓶上的小火，通常只需用一块石棉网或表玻璃盖住瓶即可迅速将其熄灭。当用火时，手头备一块石棉网或表玻璃是一种习惯。如这一办法无济于事，就得用灭火器灭火。

万一衣服着火，切勿奔跑，而要有目的地走向最近的灭火毯或灭火喷淋器。用灭火毯把身体包住，火会很快熄灭。

如果烧伤，立即用冷水冷却。轻度的火烧伤，用冰水冲洗是极有效的急救方法。如果皮肤并未破裂，可涂擦治疗烧伤用药物，可使患处及早恢复。当大面积的皮肤表面受到伤害时，可以用湿毛巾冷却，然后用洁净纱布覆盖患处防止感染，随后立即送医院请医生处理。

### 1.2.2.5 烫伤的预防及处理

① 灼热的仪器不可直接与冷物体接触，以免破裂；不可和人体直接接触，以免烫伤；不可立即放入橱内或桌上，以免引起燃烧和灼焦的危险；最好放在隔热材料上，自然冷却。

② 通常玻璃瓶（如容量仪器）均不可任意加热，也不可用于溶解或进行其他反应，以免过热破裂或使量度不准确。密闭的玻璃仪器，不可任意加热，以免引起爆裂伤人。

被火焰、蒸汽、红热的玻璃或铁器等烫伤，应立即将伤处用大量水冲淋或浸泡，以迅速降温避免深度烧伤。若起水疱，不宜挑破。对轻微烫伤，可在伤处涂烫伤油膏或万花油。严重烫伤应送医院治疗。

### 1.2.2.6 割伤的预防及处理

在插入或拔出玻璃管、温度计或漏斗等的瓶塞时，要涂上水或凡士林等润滑剂，并用布垫手，以防玻璃管破碎时割伤手部。把玻璃管插入塞内时，必须握住塞子的侧面，不要把塞子撑在手掌上。

小规模割伤（经常是不正确地处理玻璃管、玻璃棒引起的），先将伤口处的玻璃碎片取出，用水洗净伤口，挤出一点血后，再消毒、包扎。也可在洗净的伤口贴上“创可贴”，可立即止血，且易愈合。

若严重割伤，出血多的时候，必须立即用手指压住或把相应动脉扎住，使血不流出，包上压定布，而不能用脱脂棉。若压定布被血浸透，不要换掉，要再盖上一块施压，立即送医院治疗。

### 1.2.3 现场取样安全注意事项

许多情况下，环境监测应在现场取样或现场测定，所以分析者应格外注意自身安全。一般现场取样时应注意以下事项：

- ① 进入现场时根据需要佩戴安全帽。
- ② 经过酸、碱、氨等管线下时，如发现滴漏现象，不得抬头仰望。
- ③ 登高取样时应注意安全，必要时应戴安全带。
- ④ 不得在运动的设备上通行。禁止以电线作扶手。切忌靠近高压电线。
- ⑤ 自高压设备中取气体试样时，应先将气样通过减压设备，然后再取样。
- ⑥ 取有害物质试样时要完全消除有害物质与皮肤接触、侵入呼吸器官或消化道的可能性。根据具体情况，使用防毒面具、呼吸罩、强力橡皮手套、保护软膏和防护眼镜等。

## 1.3 实验预习、实验记录和实验报告

### 1.3.1 预习与预习笔记

为了做好实验、避免事故，在实验前必须对所要做实验有尽可能全面和深入的认识。这些认识包括实验的目的和要求，实验原理（化学反应原理和操作原理），实验所用试剂及产物的物理、化学性质及规格用量，实验所用的仪器装置，实验的操作程序和操作要领，实验中可能出现的现象和可能发生的事故等。为此，需要认真阅读实验的有关章节（含理论部分、操作部分），查阅适当的手册，做出预习笔记。预习笔记也就是实验提纲，它包括实验名称、实验目的、实验原理、主要试剂和产物的物理常数、试剂规格用量、装置示意图和操作步骤。在操作步骤的每一步后面都需留出适当的空白，以供实验时做记录之用。

### 1.3.2 实验记录

环境监测实验室经验中有一点是很重要的，那就是要保存所做每个实验和每个数据的记录。完整收集和记录的数据、实验现象及结果对于科研和生产的成功有很大帮助。在实验中除有良好的实验技术和操作方法外，还必须具备完整、真实地做好记录的本领。

将原始记录记在不耐用的纸上实验室中的一种坏习惯。数据都必须用不褪色的墨水书写，绝不允许随意涂改数据。

当开始做预定实验时，应该把记录本放在近旁，以便把所做过的操作记在记录本上。必须把下列反应实施的经过记入记录本中。

- ① 日期。
- ② 计划实验的名称、目的、原理。
- ③ 引用的文献。
- ④ 写出必要的化学试剂和其他原料、溶剂以及试剂的纯度、生产厂家和用量。
- ⑤ 实验步骤，用略图表示反应装置，把特别的操作技术或附加的装置也记到实验记录本中。实验过程详细记录，记下实验过程的操作和所观察到的现象，特别重要的是：要真实客观地记下对原有规程的改动和事先没有估计到的反常现象。记下颜色的变化、气体的放出和沉淀的生成。

⑥ 数据处理。

在实验中要做到操作认真、观察仔细、积极思考。应该强调指出：实验过程的记录要清楚，有重现性。必须在实验进行的过程中记录，而不要根据记忆做记录。在实验操作完成之后，必须对实验进行总结，即讨论观察到的现象，分析出现的问题，整理归纳实验数据等。这是完成整个实验的一个重要组成部分，也是把各种实验现象提高到理性认识的必要步骤。

应该强调的是，实验记录中写错的部分可以用笔划去，但不能用修正液涂抹或用橡皮拭去，更不能撕毁。

### 1.3.3 实验报告

实验报告是将实验操作、实验现象及所得的各种数据综合归纳、分析提高的过程，是把直接的感性认识提高到理性概念的必要步骤，也是向导师报告、与他人交流及储存备查的手段。实验报告是将实验记录整理而成的，不同类型的实验有不同的格式。环境监测实验报告的格式，包括以下内容：

- ① 实验名称。
- ② 实验目的。
- ③ 实验原理。
- ④ 仪器与药品。
- ⑤ 实验装置图。
- ⑥ 实验步骤。记录实验过程及实验现象。
- ⑦ 数据记录及处理。
- ⑧ 结果与讨论。

填写实验报告注意事项：

- ① 条理清楚。
- ② 详略得当。陈述清楚，又不繁琐。
- ③ 语言准确。除讨论栏外尽可能不使用“如果”，“可能”等模棱两可的字词。
- ④ 数据完整。重要的操作步骤、现象和实验数据不能漏掉。
- ⑤ 讨论栏可写实验体会、成功经验、失败教训、改进的设想等。如果实验做得平平淡淡

淡, 无甚体会, 也无新的建议, 则不讨论亦可。

⑥ 真实。无论装置图或操作规程, 如果自己使用的或做的与书上不同, 则按实际使用的装置绘制, 按实际操作的程序记载, 不要照搬书上的, 更不可伪造实验现象和数据。

## 1.4 环境监测实验常用玻璃仪器

### 1.4.1 环境监测实验常用玻璃仪器种类

表 1-1 中介绍了环境监测实验中最常用的玻璃仪器的用途及注意事项。在这些玻璃仪器中, 有些是磨口仪器。标准的磨口仪器具有标准的内磨口和外磨口。使用时可以根据实验的需要选择合适的容量和合适的口径。相同编号的磨口仪器, 它们的口径是统一的, 连接是紧密的, 是可以互换的, 用少量的仪器可以组装多种不同的实验装置。非标准的磨口仪器, 在使用时是不可以互换的。注意: 仪器使用前首先将内外磨口擦拭干净, 再涂少许凡士林, 然后口与口相转动, 使口与口之间形成一层薄薄的油层, 再固定好, 以提高严密度和防粘连。常用标准磨口玻璃仪器口径编号见表 1-2。

表 1-1 环境监测实验中最常用玻璃仪器用途及注意事项

仪器名称	用途及注意事项
烧杯、锥形瓶	加热时烧杯应置于石棉网上, 使受热均匀, 所盛反应液体一般不能超过烧杯容积的 2/3
量筒	不能量取热的液体, 不能加热, 不可用作反应容器
移液管、吸量管	管口上无“吹出”字样者, 使用时末端的溶液不允许吹出; 不能加热
酸式、碱式滴定管	量取溶液时应先排除滴定管尖端部分的气泡; 不能加热以及量取热的液体; 酸、碱滴定管不能互换使用
漏斗	不能加热, 不能量热的液体; 瓶与磨口瓶塞配套使用, 不能互换
抽滤瓶	不能用火加热; 过滤用
蒸发皿	能耐高温, 但不能骤冷; 蒸发溶液时一般放在石棉网上, 也可直接用火加热
坩埚	依试样性质选用不同材料的坩埚; 瓷坩埚加热后不能骤冷
干燥器	不得放入过热物体; 温度较高的物体放入后, 在短时间内应把干燥器开一两次, 以免器内造成负压
称量瓶	精确称量试样和基准物; 质量小, 可以直接在天平上称量; 称量瓶盖要密合
研钵	视固体性质选用不同材质的研钵; 不能用火加热; 不能研磨易爆物质
分液漏斗	不能加热, 玻璃活塞不能互换; 用做分离和滴加
冷凝管	用做冷凝和回流; 140℃ 以上时用空气冷凝器; 回流冷凝器要直立使用
洗瓶	用蒸馏水洗涤沉淀和容器用; 不能装自来水; 塑料洗瓶不能加热
碘量瓶	用于碘量法; 塞子及瓶口边缘磨口勿擦伤, 以免产生漏隙; 滴定时打开塞子, 用蒸馏水将瓶口及塞子上的碘液洗入瓶内

表 1-2 标准磨口玻璃仪器口径编号

编 号	10	12	14	19	24	29	35
口径(大端)/mm	10.0	12.5	14.5	18.5	24	29.2	34.5

## 1.4.2 玻璃仪器的洗涤

在环境监测实验中，洗净玻璃仪器不仅是一个实验前必须做的准备工作，也是一个技术性的工作。一般玻璃仪器的洗涤应包括用水刷洗和用洗涤剂或化学试剂清洗两个环节。在实验前后，都必须将所用玻璃仪器清洗干净。因为用不干净的仪器进行实验时，仪器上的杂质和污物将会对实验产生影响，使实验得不到正确的结果，严重时可导致实验失败。而实验后的玻璃仪器，如不及时清洗，长期放置后会以后的洗涤工作更加困难。

环境监测实验对仪器的洗涤提出了较高的要求，不仅要求洗去污垢，还要求不能引进任何干扰离子。玻璃仪器清洗干净的标准是用水冲洗后，仪器内壁能均匀地被水润湿而不沾附水珠；晾干后，应不留水痕迹。如果仍有水珠沾附内壁，说明仪器还未洗净，需要进一步进行清洗。已洗净的仪器不能再布或纸抹，因为布或纸的纤维及其他杂质会沾污器壁。

洗涤仪器的方法很多，一般应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度以及仪器的类型和形状来选择合适的洗涤方法。

### 1.4.2.1 一般洗涤

实验中常用的烧杯、锥形瓶、量筒、试剂瓶、漏斗等一般玻璃仪器，可以先用自来水刷刷表面灰尘和易溶物，再选用粗细、大小、长短等不同型号的毛刷，蘸取洗衣粉或各种合成洗涤剂，直接刷洗内外面。然后，用自来水冲洗干净。最后，再用蒸馏水或去离子水洗涤仪器。用蒸馏水或去离子水洗涤时，应采用“少量多次”的方法，所以用蒸馏水或去离子水润洗三次即可。

### 1.4.2.2 铬酸洗液洗涤

滴定管、容量瓶和移液管等具有精确刻度的仪器，为了避免容器内壁受机械磨损而影响容积测量的准确度，一般不用毛刷刷洗。如果内壁沾有油脂性污物，用自来水不能冲洗掉时，则选用合适的洗涤剂（不宜用强碱性洗涤剂，以免玻璃受腐蚀而影响容积的准确性）淌洗，必要时把洗涤剂先微热，并浸泡一段时间。然后，用自来水冲洗干净。最后，再用蒸馏水或去离子水润洗三次。如果还未洗净，可用铬酸洗液洗涤。

铬酸洗液呈暗红色，具有强酸性、强腐蚀性和强氧化性，对具有还原性的污物如有机物、油污的去污能力特别强。洗液在洗涤仪器后应保留，多次使用后当颜色变绿时[Cr(VI)变为Cr(III)]，就丧失了去污能力，不能继续使用。

在用洗液洗涤仪器时，应尽量把仪器中的残留水倒尽，以免浪费和稀释洗液。如果能用洗液将仪器浸泡一段时间，或者用热的洗液洗，则洗涤效果更佳。仪器用洗液洗过后再用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水润洗三次。

### 1.4.2.3 特殊污垢的清洗

玻璃仪器上除了沾有灰尘、可溶性物质、油污等，常常会有不溶于水的污垢，尤其是未清洗或清洗不净而长期放置后的玻璃仪器。这时就要根据污垢的性质，选用合适的化学试剂，采用相应的办法进行处理。几种常见污垢的处理方法见表1-3。



表 1-3 常见污垢的处理方法

污 垢	处 理 方 法
碱土金属的碳酸盐、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 、一些氧化剂如 $\text{MnO}_2$ 等	用稀 $\text{HCl}$ 处理, $\text{MnO}_2$ 需要用 $6\text{mol/L}$ 的 $\text{HCl}$ 处理
沉积的金属(如银、铜)	用 $\text{HNO}_3$ 处理
沉积的难溶性银盐	用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 洗涤, $\text{Ag}_2\text{S}$ 则用热、浓 $\text{HNO}_3$ 处理
沾附的硫黄	用煮沸的石灰水处理
高锰酸钾污垢	草酸溶液(沾附在手上也用此法)
残留的 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{NaHSO}_4$ 固体	用沸水使其溶解后趁热倒掉
沾有碘迹	用 $\text{KI}$ 溶液浸泡;用温热的稀 $\text{NaOH}$ 或用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液处理
瓷研钵内的污迹	用少量食盐在研钵内研磨后倒掉,再用水洗
有机反应残留的胶状或焦油状有机物	视情况用低规格或回收的有机溶剂(如乙醇、丙酮、苯、乙醚等)浸泡;或用稀 $\text{NaOH}$ 或浓 $\text{HNO}_3$ 煮沸处理
一般油污及有机物	用含 $\text{KMnO}_4$ 的 $\text{NaOH}$ 溶液处理
被有机试剂染色的比色皿	可用体积比为 $1:2$ 的盐酸-酒精液处理

需要说明的是:在使用各种性质不同的处理方法时,一定将上一种洗涤液洗净后再用另一种;否则会发生相互作用,生成更难洗净的新污染物。

### 1.4.3 玻璃仪器的干燥

每次实验都应使用干净的玻璃仪器,所以应养成实验结束后立即洗净玻璃仪器的好习惯。对于有些无水条件下进行的实验,也需要将玻璃仪器干燥后才能使用。常用的干燥方法如下。

(1) 控干 将洗净的玻璃仪器倒置在滴水架上或专用柜内控水,让其在空气中自然干燥。倒置还有防尘作用。

(2) 烘干 这是最常用的方法,其优点是快速、省时。将洗净的玻璃仪器置于  $110\sim 120^\circ\text{C}$  的清洁烘箱内烘烤  $1\text{h}$  左右,有的烘箱还可鼓风以驱除湿气。烘干后的玻璃仪器可以在空气中自然冷却,但称量瓶等用于精确称量的玻璃仪器,应在干燥器中冷却保存。任何量器均不得用烘干法干燥。

(3) 吹干 急需使用干燥的玻璃仪器而不便于烘干时,可用电吹风机快速吹干,选择使用冷风或热风。各种比色管、离心管、试管、锥形瓶、烧杯等均可用此法迅速吹干。一些不宜高温烘烤的玻璃仪器如吸管、比重瓶、滴定管等也可用电吹风加快干燥。如果玻璃仪器带水较多,先用丙酮、乙醇、乙醚等有机溶剂冲洗一下,吹干更快。

(4) 烤干 烤干的方法见图 1-1。有时也可以用酒精灯或红外线灯加热烤干。从玻璃仪器底部烤起,逐渐将水赶到出口处挥发掉,注意防止瓶口的水滴滴回烤热的底部引起炸裂。反复上述动作  $2\sim 3$  次即可烤干。烤干法只适用于硬质玻璃仪器,有些玻璃仪器如比色皿、比色管、称量瓶、试剂瓶等不宜用图 1-1 烤干的方法干燥。

### 1.4.4 主要玻璃仪器的使用方法

环境监测实验中,最常用的玻璃仪器有滴定管、移液管、容量瓶、干燥器等。