

227288

环境监测标准分析方法

(试 行)

环境监测标准分析方法编写组

一九八〇年

环境监测标准分析方法

(试 行)

出 版 说 明

环境监测是判断环境质量、评价环境防治措施及其效果，进行环境管理和制订控制对策的依据，也是执行环境保护法规的重要手段。由于环境样品的基体复杂，被测成份浓度较低，环境监测工作需要由许多部门的监测站和实验室合作进行，所以规定标准的监测方法，同时建立质量保证，才能取得准确的、可比的环境污染数据。为此，在国务院环境保护领导小组办公室的领导下，由中国科学院环境化学研究所、北京市环境监测站、辽宁省环境保护研究所、北京市环境保护研究所、秦皇岛市环境保护研究所等单位，共同组织编写了《环境监测标准分析方法（试行）》。

本《方法》是根据国务院环境保护领导小组办公室暂定的监测分析项目，在各地环境监测站已开展工作的基础上，参照中国科学院环境污染分析方法科研协作组编写的《环境污染分析方法》，参考了各工业部门和卫生部门的沿用方法及国外目前所采用的方法编写而成的。内容包括水篇、大气篇、土壤篇、植物篇、噪声篇五个方面。对工业污染源的排水、排渣、排气、放射性同位素等的污染监测分析，有些方法可通用，有些方法还有待另行制订。

监测分析方法的标准，是一项重要而又细致复杂的工作。作为标准方法，既要有一定的准确、精确度要求下，有广泛的适应能力，又要便于普及推广，各种分析方法如只选定一种，很难满足要求，因此，本《方法》中，根据被测物浓度的大小，试验室的设备情况和方法之间的可比性，每一个项目，一般选编了二至四种方法，便于各试验室根据具体情况，适当选用。

本《方法》虽经参加单位讨论确定，但由于我们编写水平所限，难免存在缺陷和不足，而且方法本身，也要求在实践中不断改进，为此，希望全国各监测单位及有关实验室，在试行中总结经验，提出改进意见，使本《方法》不断修正，逐步完善，成为我国环境监测分析的标准方法。

《环境监测标准分析方法》

编写组

1979年12月

国务院环境保护领导小组文件

(80) 国环办字第77号

关于颁发《环境监测标准分析方法(试行)》的通知

各省、市、自治区、国务院各部门环保局(办):

为了统一全国环境监测分析方法,我们委托中国科学院环境化学研究所、北京市环境监测站、辽宁省环境保护研究所、北京市环境保护研究所、秦皇岛市环境保护研究所,组织编写了《环境监测标准分析方法》现发给你们试行,望在试行过程中,不断总结经验,提出改进意见,以便进一步修改和完善。

国务院环境保护

领导小组办公室

一九八〇年五月二十六日

说 明

单 位:

本书各项测定结果,除色、臭、漂浮物质、pH值各有其特定单位或用文字描述外,一般均用毫克/升表示,即每升水样中含有若干毫克该种物质。当浓度小于1毫克/升时,有时也用微克/升表示。如浓度大于10,000毫克/升,则用百分含量(%)表示。

试 剂:

本书所用化学试剂,除有说明者外,一般均指分析纯。有些项目如标准溶液的配制则必须使用基准试剂或优级纯(即一级纯)。对于气相色谱分析,荧光分析,原子吸收分光光度法,阳极溶出伏安法等,都根据实验要求,另做明确规定。

蒸馏水:

在一般测定项目中,配制试剂和分析操作中所用之水,除特别注明者外,一律为一次普通蒸馏水,当对蒸馏水有特殊要求时,除在各方法中具体说明外,还在一般介绍中统一给出这些特殊纯度水的制备方法。

准确量取:

系指量取的准确度达到0.01毫升。

准确称量:

系指称量的准确度达到0.0001克

恒重:

重量法中“称至恒重”一语,系指连续两次烘干或灼烧后的重量差异不超过0.2毫克。

“空白”。方法中“空白”一语,系指与试样分析同时进行的空白试验,且与试样分析中采用的方法及试剂用量完全一致。

玻璃仪器:

试剂瓶及采样容器,最好使用硬质玻璃瓶,当试剂或水样对玻璃具有浸蚀性时,可改用聚乙烯瓶。

容量瓶:滴定管及移液管应经过校正。

配制标准色列时,需使用成套的比色管,各管刻度高低应该一致。具塞磨口比色管的塞子要求严密。

滤纸:

一般测定项目中所用滤纸,均指普通定性滤纸,个别项目对滤纸的质量及细密程度有其特殊要求,将另作明确规定。

目 录

说 明

第一篇 一般介绍

一、器 皿	(1)
二、纯水的制备	(1)
三、试 剂	(9)
四、普通酸液和硷液	(10)
五、分析方法中的干扰问题	(11)
六、方法的回收率	(13)
七、分析结果的表示与数据处理	(13)
八、分析方法的准确度, 精密度和灵敏度	(15)
九、提高方法的准确度和精密度的方法	(18)
十、自我评价	(20)
参考资料	

第二篇 水 质

第一章 水样的采集与保存

一、水样采集时的布点原则	(22)
二、水样的采集	(22)
(一) 取样数量	(22)
(二) 容 器	(22)
(三) 现场采样	(23)
(四) 从取样到分析的时间间隔	(24)
三、水样的保存	(24)
四、分析结果的表示	(26)

第二章 物理性质的测定

一、色度	(27)
(一) 铂钴比色法	(27)
(二) 颜色的描述	(28)

二、电导率.....	(28)
三、残渣.....	(29)
(一) 总残渣.....	(30)
(二) 过滤性残渣.....	(31)
(三) 非过滤性残渣 (悬浮物)	(31)
四、嗅.....	(32)
(一) 定性描述.....	(32)
(二) 稀释法.....	(33)
五、温度.....	(34)
(一) 表层水温观测.....	(34)
(二) 深水温度观测.....	(35)
六、浊度.....	(36)

第三章 金属化合物的测定

一、镉 (Cd)	(37)
(一) 原子吸收分光光度法.....	(37)
(二) 阳极溶出伏安法.....	(37)
(三) 双硫脲比色法.....	(37)
(四) 镉试剂-曲来通X100光度法.....	(40)
二、铬 (Cr)	(42)
(一) 二苯碳酰二肼比色法.....	(42)
I、六价铬的测定.....	(42)
II、总铬的测定.....	(43)
(二) 硫酸亚铁铵容量法.....	(45)
三、铜 (Cu)	(45)
(一) 原子吸收分光光度法.....	(46)
(二) 二乙基二硫代氨基甲酸钠-四氯碳萃取比色法.....	(46)
(三) 阳极溶出伏安法.....	(48)
四、硬度.....	(48)
(一) 硬度计算法.....	(48)
(二) EDTA滴定法.....	(49)
五、铅 (Pb)	(51)
(一) 原子吸收分光光度法.....	(52)
(二) 双硫脲比色法.....	(52)
(三) 阳极溶出伏安法.....	(54)
六、汞 (Hg).....	(54)
(一) 冷原子吸收法.....	(54)
(二) 双硫脲比色法.....	(56)

七、锌 (Zn)	(58)
(一) 原子吸收分光光度法	(58)
(二) 阳极溶出伏安法	(58)
(三) 锌试剂比色法	(58)
(四) 双硫脲比色法	(59)
八、原子吸收分光光度法 (铜、铅、锌、镉)	(61)
九、铜、铅、锌、镉的阳极溶出法	(66)

第四章 非金属无机物的测定

一、砷 (As)	(69)
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银 (SDDC) 比色法	(69)
(二) 砷斑法	(71)
(三) 硼氢化钾——二乙基二硫代氨基甲酸银比色法	(72)
二、氰化物 (CN^-)	(73)
(一) 预蒸馏法	(74)
I 简单氰化物的予蒸馏	(74)
II EDTA——磷酸蒸馏法	(75)
(二) 硝酸银滴定法	(75)
(三) 异烟酸吡唑啉酮比色法	(77)
(四) 吡啶——巴比妥酸比色法	(79)
三、氟化物 (F^-)	(80)
(一) 预蒸馏	(80)
(二) 氟试剂比色法	(81)
(三) 茜素磺酸锆目视比色法	(82)
(四) 离子选择电极法	(83)
四、凯氏总氮	(85)
五、氨氮 ($\text{NH}_3\text{-N}$)	(87)
(一) 预蒸馏	(87)
(二) 纳氏试剂比色法	(88)
(三) 苯酚次氯酸盐比色法	(89)
(四) 氨离子选择电极法	(91)
六、硝酸盐氮 ($\text{NO}_3^-\text{-N}$)	(93)
(一) 酚二磺酸比色法	(93)
(二) 紫外分光光度法	(94)
(三) 戴氏铜、锌、铝合金还原法	(96)
七、亚硝酸盐氮 ($\text{NO}_2^-\text{-N}$)	(96)
(一) α -萘胺比色法	(97)
(二) N-(1-萘基)乙烯 = 胺比色法	(98)

八、溶解氧 (DO).....	(99)
(一) 碘量法.....	(102)
(二) 叠氮化钠修正法.....	(102)
(三) 高锰酸钾修正法.....	(103)
(四) 膜电极法.....	(104)
九、pH 值	(105)
(一) 玻璃电极法.....	(106)
(二) 比色法.....	(107)
十、硫化物 (S^{2-}).....	(107)
(一) 预蒸馏.....	(109)
(二) 碘量法.....	(110)
(三) 对氨基 = 甲基苯胺比色法.....	(112)

第五章 有机化合物的测定

一、油.....	(112)
(一) 重量法.....	(113)
(二) 紫外分光光度法.....	(115)
(三) 非分散红外法.....	(116)
二、生化需氧量 (BOD_5).....	(119)
三、化学需氧量 (COD)	(119)
(一) 高锰酸钾法.....	(119)
I、酸性高锰酸钾法.....	(121)
II、碱性高锰酸钾法.....	(121)
(二) 重铬酸钾法.....	(124)
(三) 恒电流库仑法.....	(126)
四、挥发酚.....	(126)
(一) 预蒸馏.....	(127)
(二) 溴化容量法.....	(129)
(三) 4-氨基安替比林-氯仿萃取比色法.....	(131)
(四) 直接光度法.....	(131)
(五) 吐温—80掩蔽—直接比色法.....	(132)
五、有机氯农药 (六六六, 滴滴涕)	(132)
气相色谱法.....	(135)

第六章 水质的细菌学检验

一、水样的采集和送验.....	(135)
二、水中细菌总数的测定.....	(138)
三、大肠菌群的测定.....	(138)

(一) 发酵法.....	(138)
(二) 滤膜法.....	(142)
参考资料	

第三篇 大 气

第一章 样品的采集和浓度的表示

第二章 气态污染物的测定

一、二氧化硫 (SO_2)	(148)
盐酸付玫瑰苯胺比色法.....	(148)
方法一.....	(148)
方法二.....	(153)
二、氧化氮 (换算成 NO_2)	(154)
盐酸萘乙二胺比色法.....	(154)
三、一氧化碳 (CO).....	(157)
(一) 气相比色谱法.....	(157)
(二) 汞置换法.....	(159)
四、总氧化剂 (臭氧)	(162)
碱性碘化钾比色法.....	(162)
五、氟化物 (换算成F).....	(164)
(一) 氟离子电极法.....	(165)
I 液体采样法.....	(165)
II 滤纸采样法.....	(167)
(二) 氟试剂比色法.....	(168)
六、硫酸盐化速率.....	(170)

第三章 颗粒状物质的测定

一、悬浮微粒.....	(174)
二、铅及其无机化合物 (换算成Pb)	(176)
(一) 双硫脲比色法.....	(177)
(二) 火焰原子吸收分光光度法.....	(179)
三、3,4-苯并芘.....	(182)
四、灰尘自然沉降量.....	(184)

第四章 大气水平能见度的测定

(一) 目标物的选择.....	(188)
(二) 目标物的测绘.....	(188)
(三) 目标物的观测和记录.....	(189)

第四篇 土 壤

第一章 土壤样品的采集, 制备与结果的表示

土壤样品的采集	(192)
(一) 污染土壤样品采集	(192)
I 采样点选择	(192)
II 采样深度	(193)
III 采样时间	(193)
IV 采样量	(193)
V 采样时注意事项	(193)
(二) 土壤本底值测定样品的采集	(193)
二、土壤样品的制备	(194)
(一) 土壤的风干	(194)
(二) 磨碎与过筛	(194)
三、分析结果的表示与土壤含水量的测定	(194)

第二章 金属化合物的测定

一、镉(Cd)	(195)
(一) 双硫脲比色法	(195)
(二) 原子吸收分光光度法 (镉、铅)	(198)
二、铬(Cr)	(201)
二苯碳酰二肼比色法	(201)
I 高锰酸钾盐氧化法	(201)
II 过硫酸盐氧化法	(203)
三、铜(Cu)	(205)
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸钠 - 四氯化碳萃取比色法	(205)
(二) 原子吸收分光光度法 (铜、锌)	(208)
四、汞(Hg)	(210)
(一) 原子吸收分光光度法 (冷蒸气技术)	(210)
(二) 双硫脲比色法	(214)
五、铅(Pb)	(217)
(一) 双硫脲比色法	(217)
(二) 原子吸收分光光度法	(220)
六、锌(Zn)	(220)
(一) 双硫脲比色法	(220)
(二) 原子吸收分光光度法	(222)

第三章 非金属无机物的测定

一、砷 (As)	(228)
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银比色法	(223)
(二) 原子吸收分光光度法	(225)
I 火焰法	(225)
II 无焰法	(228)
二、氰化物	(230)
异烟酸吡唑啉铜比色法	(230)
三、氟化物	(233)
(一) 氟试剂比色法	(233)
(二) 茜素磺酸锆比色法	(235)
(三) 离子选择电极法	(238)
四、硫化物	(239)
(一) 对氨基 = 甲基苯胺比色法	(240)
(二) 碘量法	(242)
(三) 离子选择电极法	(244)

第四章 有机化合物的测定

一、土壤底质中苯并 (a) 蒽的测定	(246)
二、三氯乙醛气相色谱法	(250)
三、油	(252)
四、挥发酚	(256)
4 - 氨基安替比林比色法	(256)
五、土壤中六六六, DDT 的测定 ^[59-64]	(259)
气相色谱法	(259)

参考资料

第五篇 植 物

第一章 植物样品的采集, 制备与结果表示

一、植物样品的采集	(266)
(一) 样品采集的一般原则	(266)
I 代表性	(266)
II 典型性	(266)
III 适时性	(266)

(二) 样品的采集	(266)
I 采样前的准备工作	(266)
II 样品采样量	(266)
III 样品的采集	(267)
二、植物样品的制备	(268)
(一) 新鲜分析样品的制备	(268)
(二) 风干分析样品的制备	(268)
三、分析结果的表示与样品水分含量的测定	(268)

第二章 金属化合物的测定

一、镉 (Cd)	(269)
原子吸收分光光度法 (镉、铅)	(269)
二、铬 (Cr)	(270)
二苯碳酰二肼比色法	(270)
三、铜 (Cu)	(272)
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸钠-四氯化碳萃取比色法	(272)
(二) 原子吸收分光光度法 (铜、锌)	(273)
四、汞 (Hg)	(274)
(一) 原子吸收分光光度法	(274)
(二) 双硫脲比色法	(275)
五、铅 (Pb)	(276)
(一) 双硫脲比色法	(276)
(二) 原子吸收分光光度法 (镉、铅)	(276)
六、锌 (Zn)	(276)
原子吸收分光光度法 (铜、锌)	(276)

第三章 非金属无机物的测定

一、砷 (As)	(277)
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银比色法	(277)
(二) 原子吸收分光光度法 (火焰法)	(278)
二、氰化物	(278)
(一) 异烟酸吡唑啉铜比色法	(278)
二 盐酸联苯胺比色法	(278)
三 双吡唑啉铜比色法	(278)
三、氟化物	(279)
一 氟试剂比色法	(279)
二 茜素磺酸锆比色法	(280)

三 离子选择电极法.....	(281)
----------------	-------

第四章 有机化合物的测定

一、粮食中苯并(a)芘的测定	(283)
二、三氯乙醛气相色谱法.....	(286)
三、油.....	(287)
四、挥发酚.....	(290)
4-氨基安替比林比色法	(290)
五、有机氯农药(六六六,滴滴涕).....	(292)
气相色谱法.....	(292)

参考资料

第六篇 噪 声

一、城市环境噪声监测方法.....	(296)
一 城市区域环境噪声的监测.....	(296)
二 城市交通噪声的监测.....	(298)
三 城市环境噪声的长期监测.....	(299)
二、工矿企业噪声监测方法.....	(301)
三、机动车辆噪声测量方法.....	(304)

附 录

实验室的一般规则.....	(309)
实验室部分事故的处理.....	(310)
使用铂器皿应注意事项.....	(312)

附 表

一、原子量表.....	(313)
二、主要试剂分子量及当量表.....	(313)
三、毫克/升与毫克当量/升互换表.....	(316)
四、几种硬度表示法及换算数.....	(317)
五、空气体积换算成参比状况(25°C, 760mmHg柱)下的系数	(317)
六、有害物质的毫克/立方米与ppm换算数	(321)

第一篇：一般介绍

- 一、器皿
- 二、纯水的制备
- 三、试剂
- 四、普通溶液和碱液
- 五、分析方法中的干扰问题
- 六、方法的回收率
- 七、分析结果的表示与数据处理
- 八、分析方法的准确度、精密度和灵敏度
- 九、提高方法的准确度和精密度的方法
- 十、自我评价

一、器皿

测定中所需器皿应根据要求选择，本书所需器皿在各项目中均已注明规格要求。一般而论，试剂瓶及容器最好使用硬质玻璃。一般软质玻璃（即普通玻璃）有较强的吸附力，并有钠等离子溶入水中。当所储试剂或水样对玻璃有浸蚀性时，应改用塑料瓶，聚乙烯或聚四氟乙烯瓶最好。塑料瓶还有不被碰破和冻裂的优点。但塑料瓶不宜用作储存测油、酸等有机物的水样。

用作标准容量的容器为滴定管，容量瓶或移液管等，最好经过标定，并按要求使用。

在进行测定时，所用器皿须经彻底清洗干净。水样瓶每用一次，都先要彻底洗净。器皿的洁净是取得良好结果的基本保证。特别是进行微量成份分析时，器皿的污染往往会造成意想不到的误差。因此每次使用后都应注意立即洗涤干净，以备下次再用。

清洗方法可以根据情况，采用合成洗涤剂，重铬酸钾-硫酸洗瓶液，有机溶剂等来洗净。

洗瓶液的配制：于2升硬质烧杯中放入100克工业用重铬酸钾或重铬酸钠配成水的饱和溶液，再把粗浓硫酸徐徐倒入溶液内，并用玻璃棒不停搅拌，直到总体积约1升为止，这是棕色液体，具有强烈的氧化能力。

洗瓶液经过相当时间的反复使用后，所含的硫酸浓度和重铬酸盐的氧化能力不断下降，因此作用的能力会逐渐减退；此时可加入适量的浓硫酸来帮助恢复酸的强度，如果使用过久，或受到强烈的还原性物质污染，以致整个液体变为绿色时，则其中绝大部分的高价铬化合物已被还原成为低价的硫酸铬。在这种情况下，洗瓶液就不再具氧化力。

玻璃器皿在用洗瓶液浸泡前，应该先用清水冲洗1—2次，并将器皿上附带的橡皮圈取下，把凡士林等油状物抹去，将水沥干，以免过多地耗费洗瓶液的力量。用洗瓶液浸泡（最好浸泡过夜）过的器皿，要先用自来水冲洗，然后用少量蒸馏水多次彻底洗净。

采用中性洗衣粉洗涤玻璃器皿可以取得很好的洗涤效果，并且使用方便，不腐蚀衣物。但最好再用6N硝酸浸泡片刻，然后再用自来水充分洗净，继以少量蒸馏水冲洗数次。用过的6N硝酸可保存反复使用。

当器皿内壁吸附金属离子时，可用盐酸或硝酸洗涤，禁止用去污粉擦洗容器内壁，因易使容器内壁损伤。

当使用铂金器皿时，要特别遵守使用规则。

二、纯水的制备

纯水是分析工作中必不可少的条件之一。因此在开展分析监测之前，首先要制备出合乎分析要求的纯水。纯水的制备是将原水中的悬浮性杂质，可溶性和非可溶性杂质全部除净的水处理方法。

制备纯水的方法很多，通常多用蒸馏法，离子交换树脂法，电渗析法，这里只介绍前二种方法。

用蒸馏法制备无离子纯水的优点是操作简单，可以除去非离子杂质和离子杂质，但是缺点设备要求严密，产量很低而成本又高，用离子交换法制备无离子纯水（亦称去离子水）的优点是操作方便，设备简单而费用便宜，但不能完全除去有机体和非电介质。因此，要获得既无电介质又无微生物及热原质等杂质的纯水就需要将离子交换所获得的纯水再进行蒸馏一次，反之，为了杜绝非电介质的杂质和提高实验室中离子交换树脂的利用率，就应该用普通（市售）蒸馏水作为原水进行离子交换处理。

（一）蒸馏法：

用蒸馏法纯化水的机理是利用杂质不和水蒸气一同蒸发而达到水与杂质分离的效果。因此可将水中的杂质分作不挥发性杂质和挥发性杂质两类。

1、不挥发性杂质：大多数是无机盐、碱和某些有机化合物。把水蒸馏可除去不挥发性杂质，在这种情况下不应发生被水蒸气带走液沫的现象。冷凝器和接受器也应由不会被水浸蚀的材料制成。

2、挥发性杂质：包括溶解在水中的气体，多种酸，有机物及完全或部分转入馏出液中的某些盐的分解产物。有机物可用氧化法除去，使有机物氧化生成二氧化碳和水。通常是加高锰酸钾与水煮沸。

挥发酸和溶解在水中的酸性气体，可加入溶解于水后变成碱的物质如氧化钡、过氧化钠等使水中的硝酸、二氧化碳、二氧化硫和硫化氢等在蒸馏之前与之化合。有氨和胺存在，可加入铬酸酐或磷酸酐与之化合。

蒸馏水的蒸馏器是多种多样的。为了减少环境污染和热量损失，最近多采用蒸馏器内电阻加热，代替外部电炉、煤气、煤炉加热。采用不沸腾蒸发法，则可进一步确保蒸馏水的纯度。这里介绍一种自动电热纯水蒸馏器制备纯水。

自动电热纯水蒸馏器

此仪器装有水银控制开关二只，因此可以不需管理而连续蒸馏，在水源中断或蒸馏水储存瓶盛满的两种情况下，都能自动断绝电源停止蒸馏，保证了本器在特殊情况下不致损坏。

全套仪器的部件都用标准磨砂接口连接。因此拆装简易，如有零件损坏可以另换。

由于冷凝用水通过冷凝器进入水位器再行外溢，所以有部分热量回入沸腾器，因此耗电较省，每度电约可生产蒸馏水1.36公升。

使用说明：1、照图将仪器安装后，先将冷水灌满（9）蒸馏水储存瓶，这时（10）水位器内（5）出水浮子上升到最高点和（14）控制开关接触，视控制开关是否能够关闭电源，否则要调正开关支持棒的高度。然后将瓶子内冷水放出，浮子落下，其控制开关仍旧保持原来通电状态，若符合上述要求，则控制开关的高度是适宜的。

仪器装备示意图：图1①