



“十三五”普通高等教育本科规划教材

# 环境监测实验

王罗春 郑 坚 齐雪梅 合编



中国电力出版社  
CHINA ELECTRIC POWER PRESS

“十三五”普通高等教育本科规划教材

# 环境监测实验

王罗春 郑 坚 齐雪梅 合编

陈 玲 主审



## 内 容 提 要

本书共分三部分：第一部分为第1章，介绍环境监测中的实验室基础知识及实验数据处理；第二部分为第2~6章，为基础实验，共包括38个实验，从水与废水、空气、固体废物、微生物、噪声、电磁辐射到振动的基本项目监测；第三部分为第7章，为综合性实验和设计实验，共4个实验，作为拓展实验或大型实验的参考，各校可以根据需要选择使用，也可以在此基础上自行设计。

本书可作为高等学校环境科学与工程类专业的实验教学用书，也可以供有关专业及环保技术人员参考。

## 图书在版编目（CIP）数据

环境监测实验/王罗春，郑坚，齐雪梅编. —北京：中国电力出版社，2018.9

“十三五”普通高等教育本科规划教材

ISBN 978-7-5198-2106-7

I . ①环… II . ①王…②郑…③齐… III. ①环境监测—实验—高等学校—教材 IV. ①X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2018）第 115590 号

---

出版发行：中国电力出版社

地 址：北京市东城区北京站西街 19 号（邮政编码 100005）

网 址：<http://www.cepp.sgcc.com.cn>

责任编辑：吴玉贤 关童

责任校对：黄蓓 常燕昆

装帧设计：郝晓燕

责任印制：吴迪

---

印 刷：北京虎彩文化传播有限公司

版 次：2018 年 9 月第一版

印 次：2018 年 9 月北京第一次印刷

开 本：787 毫米×1092 毫米 16 开本

印 张：8.5

字 数：205 千字

定 价：25.00 元

---

版 权 专 有 侵 权 必 究

本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

# 前 言

本教材第1章介绍环境监测中的实验基础知识及实验数据处理，旨在使读者了解环境监测中实验室基础知识、实验室安全知识，实验中数据的误差分析、有效数字的修约及运算、标准曲线的绘制等。

第2~6章为基础实验，共包括38个实验，从水与废水、空气、固体废物、微生物、噪声、电磁辐射到振动的基本项目监测。通过此内容的学习，旨在使读者进一步掌握典型污染物的测定，在学习课堂理论知识的基础上提高读者的实验操作技能。

第7章为综合性实验与设计实验，共4个实验，作为拓展实验或大型实验的参考，各校可以根据需要选择使用，也可以在此基础上自行设计。通过此部分内容的学习，旨在培养读者的综合思维能力、解决实际问题的能力，以及团队合作精神。

参加本书编写工作的有上海电力大学的王罗春（第1章、第2章2.1~2.16、第2章2.21、第4~7章）、郑坚（第3章）和齐雪梅（第2章2.17~2.20），全书由王罗春统稿。此外，时鹏辉、蒋路漫、安莹和张萍为本教材的编写提供了大量素材。研究生田新梅参与了部分内容的文字录入及资料整理工作。

由于编者水平有限，本教材还存在不少疏漏之处，恳请读者批评指正。

编 者

2018年5月

# 目 录

## 前言

<b>第1章 实验室基础知识及实验数据处理</b>	1
1.1 实验室基础知识	1
1.2 实验室安全知识	4
1.3 误差传递	7
1.4 实验数据的有效数字及其运算规则	10
1.5 标准曲线的绘制及分析结果的计算	12
1.6 实验报告格式	17
<b>第2章 水与废水监测基础实验</b>	18
2.1 浊度的测定	18
2.2 色度的测定	19
2.3 化学需氧量( $COD_{Cr}$ )的测定	21
2.4 高锰酸盐指数( $COD_{Mn}$ )的测定	24
2.5 溶解氧(DO)含量的测定	27
2.6 五日生化需氧量( $BOD_5$ )的测定	32
2.7 氨氮含量的测定	35
2.8 亚硝酸盐氮含量的测定( $\alpha$ -萘胺光度法)	39
2.9 硝酸盐氮含量的测定	41
2.10 凯氏氮含量的测定(容量法)	45
2.11 总氮含量的测定(过硫酸钾氧化-紫外分光光度法)	47
2.12 总磷含量的测定(钼锑抗光度法)	48
2.13 氰化物含量的测定	50
2.14 余氯含量的测定(碘量法测定总余氯)	55
2.15 六价铬含量的测定(二苯碳酰二肼分光光度法)	56
2.16 全铁含量的测定(锅炉用水和冷却水)	59
2.17 天然矿泉水中 $Cl^-$ 、 $NO_3^-$ 和 $SO_4^{2-}$ 含量的测定(离子色谱法)	61
2.18 自来水中Ca、Mg含量的同时测定(ICP-AES法)	63
2.19 挥发性酚类含量的测定	64
2.20 微量苯酚含量的测定(示差分光光度法)	68
2.21 总有机碳含量(TOC)的测定	69
<b>第3章 空气监测基础实验</b>	72
3.1 空气中二氧化硫的测定	72

3.2 空气中氮氧化物（一氧化氮和二氧化氮）含量的测定	76
3.3 空气中甲醛的测定	80
3.4 空气中总悬浮颗粒物（TSP）含量的测定	85
3.5 大气中 PM <sub>10</sub> 和 PM <sub>2.5</sub> 含量的测定	87
<b>第 4 章 固体废物监测基础实验</b>	90
4.1 工业废渣渗漏模型实验	90
4.2 固体废物中有机物含量的测定	90
4.3 土壤中铬含量的测定	93
4.4 土壤中镉含量的测定	95
4.5 土壤中有机氯农药残留量的测定	96
<b>第 5 章 微生物监测基础实验</b>	99
5.1 水中总大肠菌群的测定	99
5.2 发光细菌毒性实验	103
<b>第 6 章 物理性污染监测</b>	108
6.1 环境噪声的测定	108
6.2 交通噪声监测	109
6.3 交通噪声对高层公寓声环境影响调查	110
6.4 笔记本电脑辐射检测与评估	111
6.5 振动监测	112
<b>第 7 章 综合性实验和设计实验</b>	115
7.1 废水可生化性的测定	115
7.2 水质自动监测实验	117
7.3 校园环境噪声监测与评价	126
7.4 金鱼毒性实验	127
<b>参考文献</b>	130

# 第1章 实验室基础知识及实验数据处理

## 1.1 实验室基础知识

### 1.1.1 实验器皿

#### 1. 器皿的选用

分析检验离不开各种器皿，所需的各种器皿应根据检验方法的要求来选用。一般应选用硬质的玻璃器皿；有些试剂对玻璃有腐蚀性（如 NaOH 等），需选聚乙烯瓶储存；遇光不稳定的试剂（如 AgNO<sub>3</sub>、I<sub>2</sub> 等）应选择棕色玻璃瓶避光储存。选用时还应考虑到容量及容量精度和加热的要求等。

检验中所使用的各种器皿必须洁净，否则会造成结果误差，这是微量和容量分析中极为重要的问题。

#### 2. 器皿的洗涤

(1) 常用洁净剂及其适用范围。常用的洁净剂有肥皂、合成洗涤剂（如洗衣粉）、洗液、有机溶剂等。

肥皂、合成洗涤剂等一般用于可以直接用毛刷刷洗的仪器，如烧瓶、烧杯、试剂瓶等非计量及非光学要求的玻璃仪器。肥皂、合成洗涤剂也可用于滴定管、移液管、量筒、容量瓶等计量玻璃仪器的洗涤，但不能用毛刷刷洗。

洗液多用于不能用毛刷刷洗的玻璃仪器，如滴定管、移液管、量筒、容量瓶、比色管、玻璃垂熔漏斗、凯氏烧瓶等特殊要求与特殊形状的玻璃仪器，也用于洗涤长期不用的玻璃仪器和通过毛刷处理不了的污垢。

#### (2) 常用洁净剂的配制。

- 1) 肥皂水、洗衣粉水、去污粉水：根据具体洗涤的情况进行配制。
- 2) 王水：3份 HCl 与 1 份 HNO<sub>3</sub> 混合。
- 3) (1+3) HCl 洗液：1 份 HCl 与 3 份水混合。
- 4) 铬酸洗液：称取 50g K<sub>2</sub>CrO<sub>7</sub>，加 170~180mL 水，加热溶解成饱和溶液，在搅拌下徐徐加入浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 至约 500mL。

5) 碱性酒精洗液：用体积分数为 95% 的乙醇与质量分数为 30% 的 NaOH 溶液等体积混合。

#### (3) 器皿的洗涤方法。

- 1) 洗刷仪器时，应首先将手用肥皂洗净，以免手上的油污物黏附在仪器壁上，增加洗刷的困难；洗净的玻璃仪器应该不挂水珠，即倒置玻璃仪器时，水流出后器壁不挂水珠。
- 2) 新的玻璃器皿：先用自来水冲洗，晾干后用铬酸洗液浸泡，以除去黏附的其他物质，然后用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗三次。
- 3) 一般的玻璃仪器（如烧瓶、烧杯等）：先用自来水冲洗一次，然后加肥皂、洗衣粉，用毛刷刷洗，再用自来水清洗，最后用蒸馏水冲洗三次。

4) 有油污的玻璃器皿：先用碱性酒精洗液洗涤，然后用洗衣粉水或肥皂水洗涤，再用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗三次。

5) 有凡士林油污的器皿：先将凡士林擦去，再在洗衣粉水或肥皂水中烧煮，取出后用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗三次。

6) 有锈迹、水垢的器皿：用(1+3) HCl 洗液浸泡，再用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗三次。

7) 比色皿：先用自来水冲洗，再用稀 HCl 洗涤，然后用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗三次。

8) 聚乙烯塑料器皿：用稀 HCl 洗涤后，再用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗三次。

9) 计量玻璃仪器（如滴定管、移液管、量筒、容量瓶等）：可用肥皂、洗衣粉洗涤，但不能用毛刷刷洗。

10) 精密或难洗玻璃仪器（如滴定管、移液管、量筒、容量瓶、比色管、玻璃垂熔漏斗等）：先用自来水冲洗后，沥干，再用铬酸清洁液处理一段时间（一般浸泡过夜），然后用自来水清洗，最后用蒸馏水冲洗三次。

(4) 器皿的试漏。对于容量瓶和滴定管等玻璃仪器，使用之前应该检查其是否漏液。

1) 容量瓶：检查瓶塞是否密合，并保证容量瓶与瓶塞是配套的，在容量瓶内装水至刻度处，用手按住塞倒立，观察有无水渗出，如果没有，将瓶塞旋转 180° 后，再倒立一次。

2) 滴定管：酸式滴定管试漏之前先将活塞及活塞槽内壁的水分擦干，再在活塞的大头和活塞槽小头内壁均匀涂抹凡士林，活塞插入活塞槽，同一方向旋转几次，用橡皮圈套住活塞，加液试漏；碱式滴定管不涂油，只要把滴定管主体部分、干净胶管、玻璃珠、尖嘴连接好即可。

### 1.1.2 实验试剂

#### 1. 实验试剂等级分类及适用范围

化学试剂是符合一定质量要求标准的纯度较高的化学物质，它是分析工作的物质基础。试剂的纯度对分析检验很重要，它会影响到结果的准确性，试剂的纯度达不到分析检验的要求就不能得到准确的分析结果。能否正确选择、使用化学试剂，将直接影响分析实验的成败、准确度的高低及实验的成本，因此，实验人员必须充分了解化学试剂的性质、类别、用途与使用方面的知识。

根据质量标准及用途的不同，化学试剂可大体分为国际试剂和专用试剂两大类，其等级分类及适用范围见表 1-1。

表 1-1 实验试剂等级分类及适用范围

试剂	试剂等级	等级名称	英文代号	瓶签颜色	适 用 范 围
国际试剂	一级	优级纯	GR	绿色	精确分析和研究工作，有的可作为基准物质
	二级	分析纯	AR	红色	一般科学实验和分析实验
	三级	化学纯	CP	蓝色	要求较高的无机和有机实验，要求不高的分析检验
	四级	实验试剂	LR	棕黄色	一般的实验和要求不高的科学实验
专用试剂	—	光谱纯	SP	—	用于光谱分析，适用于分光光度计、原子吸收光谱、原子发射光谱标准物质

续表

试剂	试剂等级	等级名称	英文代号	瓶签颜色	适用范围
专用试剂	—	色谱纯	GC 或 HPLC	—	气相、液相色谱分析专用
	—	电子纯	MOS	—	ICPMS 分析用
	—	指示剂	ID	—	配制指示溶液
	—	基准物质	—	绿色	基准物质, 标定标准溶液
	—	生物试剂	BR 或 CR	—	根据试剂说明使用
	—	生物染色剂	BS	枚红色	配制微生物标本染色液

各种试剂要根据检验项目的要求和检验方法的规定，合理、正确的选择使用，不要盲目追求纯度高。例如：配制铬酸洗液时，仅需工业用的  $K_2Cr_2O_7$  和工业  $H_2SO_4$ （实验试剂）即可，若用分析纯等级（AR）的  $K_2Cr_2O_7$ ，必定造成浪费。监测实验使用分析纯（AR）试剂。对于滴定分析常用的标准溶液，应先采用分析纯试剂配制，再用基准试剂标定。

## 2. 实验用水

分析检验中绝大多数是针对水溶液的分析检测，因此水是最常用的溶剂。在实验室中离不开蒸馏水或特殊用途的纯水，在未特殊注明的情况下，无论配制试剂用水，还是分析检验操作过程中加入的水，均为纯度能满足分析要求的蒸馏水或去离子水。蒸馏水可用普通的生活用水经蒸馏汽化冷凝制成，也可以用阴阳离子交换处理的方法制得。特殊项目的检验分析对水的纯度有特殊要求时，一般需要在检验方法中注明水的纯度要求和提纯处理的方法。

为保证纯水的质量能符合分析工作的要求，对于所制备的每一批纯水，都必须进行质量检测。一般应达到以下标准：

(1) 用电导仪测定的电导率小于或等于  $530\mu S/cm$  ( $25^{\circ}C$ )。

(2) 酸度呈中性或弱酸性， $pH=5.0\sim 7.5$  ( $25^{\circ}C$ )。可用精密 pH 试纸、酸度计测定，也可用如下指示剂法测定：在  $10mL$  水中加入  $2\sim 3$  滴  $1g/L$  甲基红指示剂，摇匀呈黄色不带红色，则说明水的酸度合格，呈中性；或在  $10mL$  水中加入  $4\sim 5$  滴  $1g/L$  溴百里酚蓝指示剂，摇匀不呈蓝色，则说明水的酸度合格，呈中性。

(3) 无有机物和微生物污染。检测方法：在  $100mL$  水中加入 2 滴  $0.1g/L$  高锰酸钾溶液煮沸后仍为粉红色。

(4) 钙、镁等金属离子含量合格。检测方法：在  $10mL$  水样中加入  $2mL$  氨-氯化铵缓冲溶液 ( $pH=10$ )，2 滴  $5g/L$  铬黑 T 指示剂，摇匀。溶液呈蓝色表示水合格，如呈紫红色则表示水不合格。

(5) 氯离子含量合格。检测方法：在  $10mL$  水样中加入数滴  $HNO_3$ ，再加入 4 滴  $10g/L$  的  $AgNO_3$  溶液，摇匀。溶液中无白色浑浊物表示水样合格，如有白色浑浊物则表示水样不合格。

## 3. 试剂的要求及其溶液浓度的基本表示方法

检验方法中所使用的水，未注明其他要求时，均指蒸馏水或去离子水。未指明溶液用何种溶剂配制时，均指水溶液。检验方法中未指明  $H_2SO_4$ 、 $HNO_3$ 、 $HCl$ 、 $NH_3 \cdot H_2O$  的具体浓度时，均指市售试剂规格的浓度。液体的滴是指蒸馏水自标准滴管流下的一滴的量，在  $20^{\circ}C$  时 20 滴相当于  $1.0mL$ 。溶液浓度的表示方法有以下四种方法：

(1) 以标准浓度(即物质的量浓度)表示: 其定义为单位体积溶液中所含有溶质的物质的量, 单位为 mol/L。

(2) 以比例浓度表示: 即以几种固体试剂的混合质量份数或液体试剂的混合体积份数表示, 可记为(1+1)、(4+2+1)等形式。

(3) 以质量(体积)分数表示: 是以溶质占溶液的质量分数或体积分数表示, 可记为××%(*w*)或××%(*φ*)。

(4) 如果溶液浓度以质量、容量单位表示, 可表示为 g/L 或以其适当分倍数表示(如 mg/mL)。

### 1.1.3 监测实验重要术语

#### 1. 称取

称取是指用天平进行称量操作, 其精度要求用数值的有效数位表示, 如“称取 20.0g……”指称量的精度为±0.1g; “称取 20.00g……”指称量的精度为±0.01g。

#### 2. 准确称取

准确称取是指用精密天平进行的称量操作, 其精度为±0.0001g。

#### 3. 恒量

恒量是指在规定的条件下, 连续两次干燥或灼烧后称定的质量差异不超过规定的范围。

#### 4. 量取

量取是指用量筒或量杯量取液体物质的操作, 其精度要求用数值的有效数位表示。

#### 5. 吸取

吸取是指用移液管、刻度吸量管取液体物质的操作。其精度要求用数值的有效数位表示。

#### 6. 空白实验

空白实验是指除不加样品外, 采用完全相同的分析步骤、试剂和用量(滴定法中标准滴定液的用量除外), 进行平行操作所得的结果。用于扣除样品中试剂本底和计算检验方法的检出限。

## 1.2 实验室安全知识

### 1.2.1 生活保障

(1) 具有下列症状者应回避相应实验:

- 1) 对所使用的化学药品气味具有特殊敏感病;
- 2) 有颜色视觉障碍者不能进行涉及的实验。

(2) 忌用实验室玻璃器皿烧煮食物饮用, 不可将食用物品放在烘箱中干燥, 不可将饮料、食物放入实验室使用的冰箱内, 不准使用实验容器存放食物。

(3) 不得用手直接摸拿化学药品, 不得用口尝方法鉴别物质、不得直接正面嗅闻化学气味。

(4) 禁止直接在实验室工作间用膳、酒后操作。

(5) 实验工作结束应脱除工作服、洗涤脸手, 必要时要洗头发、沐浴才回家。

### 1.2.2 着装穿戴

(1) 为防止皮肤吸收毒物, 防止烧伤、烫伤、冻伤, 进入实验室区域工作必须穿好工作

服。不得穿无袖衫、短裤、裙子、拖鞋以及暴露脚背脚跟的鞋子、高跟鞋。

(2) 长辫长发必须扎紧，置于工作服内或戴工作帽。

(3) 在处理强腐蚀性物质时，要穿防腐服或围裙，戴乳胶手套、防护明镜或面罩；处理有毒气体时应戴防毒面具；在存在高易燃性物质场所，不可穿着会产生火花的化纤材料制成的服装，尤其不可在现场穿脱。

### 1.2.3 实验室安全防护

实验室中，经常使用有腐蚀性、有毒、易燃、易爆的各类试剂和易破损的玻璃仪器及各种电器设备等。为保证检验人员的人身安全和实验室操作的正常进行，实验人员应具备安全操作常识，遵守实验室安全守则。

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟，严禁将实验器具代替餐具。一切试剂、试样均应有标签，容器内不可装有与标签不相符的物质。

(2) 试剂瓶的磨口塞粘牢打不开时，可将瓶塞在实验台边缘轻轻磕撞，使其松动；或用电吹风稍许加热瓶颈部分使其膨胀；也可在粘牢的缝隙间滴加几滴渗透力强的液体（如乙酸乙酯、煤油、渗透剂 OT、水、稀盐酸）。严禁用重物敲击，以防瓶体破裂。

(3) 易燃易爆的试剂要远离火源，有人看管。易燃试剂加热时应采用水浴或沙浴，并注意避免明火。高温物体（如灼热的坩埚）应放在隔热材料上，不可随意放置。

(4) 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞、胶管时应垫有垫布，不可强行插入或拔出。切割玻璃棒、玻璃管，装配或拆卸食品装置时，要因防止玻璃棒、玻璃管突然损坏而造成刺伤。

(5) 使用电器设备时，要防止触电。切不可用湿手或湿物接触电闸和电器开关，实验结束后应及时切断电源。

(6) 各种检测仪器的安装、调试、使用和维护保养要严格按照仪器的使用说明进行。分析天平、分光光度计、酸度计等精密仪器应安放在防震、防尘、防潮、防蚀、防晒以及周围温度变化不大的室内，以保证仪器的正常使用，电源电压要相符；操作时应严格遵守操作规程。仪器使用完毕要切断电源，并将各旋钮恢复到初始位置。

(7) 实验室应保持洁净、整齐，废纸、碎玻璃片、火柴杆等废物应投入垃圾箱；废酸、废碱及其他废液应倒入废液桶内；洒落在实验台上的试剂要随时清理干净；打扫实验室地面时要使用湿润的清扫工具或使用吸尘器；实验完毕要仔细洗手；离开实验室时应认真检查水、电及门窗是否已关好。

(8) 实验室出现事故时，检验人员应及时处理，不要恐慌。精密仪器着火时，要用灭火器灭火。油类及可燃性液体着火时，可用沙、湿衣服等灭火。金属物和发烟  $H_2SO_4$  着火时，最好使用黄沙灭火。由电路引起的火，应首先切断电源，再进行灭火。出现大的火灾事故时应及时报警，采取措施，防止火势蔓延，以减少损失。

(9) 检验人员烫伤时，用 95% 的酒精浸湿的棉花覆盖于伤处，或用鸡蛋油（用有机溶剂从鸡蛋中提取的脂肪）涂于伤口处，并外敷治疗烫伤的药物。如遇强酸溅伤可先用水清洗，再用 5% 的  $NaHCO_3$  溶液清洗伤口。伤势严重者必须送往医院诊治。

(10) 检验人员因吸入有毒气体出现头晕、呕吐、恶心等症状时，应首先离开现场，在空气流通的地方休息，中毒严重者应及时送往医院诊治。

#### 1.2.4 浓酸、浓碱的使用和保管

##### 1. 浓酸、浓碱的使用

浓酸、浓碱有很强的腐蚀性，容易对人体造成不同程度的伤害，如溅到皮肤上会引起腐蚀与烧伤，吸入浓酸蒸汽会强烈刺激呼吸道，因此在使用时应注意以下几点：

- (1) 使用浓酸时，不得用鼻子嗅其气味或将瓶口对准人的脸部。
- (2) 使用过程中，要严防液体溅到皮肤上，以免被烧伤。
- (3) 到库房取用时，应戴橡胶手套和防护眼镜。如果瓶子较大，搬运时必须一手托住瓶底，一手拿住瓶颈。
- (4) 用移液管吸取液体时，必须用吸耳球操作。
- (5) 不得放入烘箱内烘烤。
- (6) 稀释 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>要在耐热容器内进行，且只能将 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>沿器壁缓慢倒入水中，不得将水倒入 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>中，同时用玻璃棒搅拌，温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制 NaOH、KOH 浓溶液时，也必须在耐热容器内进行。如需将浓酸或浓碱中和，必须先进行稀释。
- (7) 在压碎或研磨 NaOH 时，要注意防范小碎块或其他危险物质碎片溅散，以免烧伤眼睛、面部或身体的其他部位。
- (8) 用浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>做加热浴时，操作必须小心，眼睛要离开一定距离，火焰不能超过石棉网的石棉芯，搅拌要均匀。在浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>介质中进行检定反应，加入浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>均匀时应该用玻璃棒搅拌，切忌以振荡代替搅拌，以免溅出伤人。
- (9) 浓酸和浓碱废液不要倒入水槽，以防堵塞或侵蚀下水道。
- (10) 浓酸流到操作台上时，应立即往酸里加适量的 NaHCO<sub>3</sub>溶液中和，直至不产生气泡为止（如浓碱流到桌面上，可立即往碱里加适量的稀醋酸），然后用水冲洗操作台面。

##### 2. 浓酸、浓碱的保管

(1) 浓酸、浓碱应存放在阴凉、通风、远离火源的料架上，并与其他药品隔离放置。料架要用抗腐蚀性材料（耐酸水泥或耐酸陶瓷）制造，不宜过高，以保证存取安全。

- (2) 使用后应立即将试剂瓶盖严，放回原处避光保存。

#### 1.2.5 实验室安全用电知识

##### 1. 电气设备的安全使用

(1) 电气设备要由专人管理，定期检修，使用前应检查开关、线路等各部件是否安全可靠。操作时要戴绝缘手套，站在绝缘垫上，并遵守设备的使用规则。

(2) 电线绝缘要可靠，线路安装要合理，应按负荷量选用合格的线路熔丝，不可用铜、铝等金属丝代替，以免烧坏设备或发生火灾事故。

(3) 停电时，要断开全部电气设备的开关，恢复供电后，再按操作规程接通电源，以免损坏设备。

(4) 使用新的电气设备时，应首先了解设备性能、使用方法和注意事项。长期放置的电气设备，使用前应检查其性能是否良好。如发生漏电现象，应立即停止使用，进行检修；如发生其他异常现象，必须立即停机，通知专业人员进行检修后再投入使用，不得私自拆卸修理。

- (5) 设备和电线应保持干燥、清洁，不得用湿布或铁柄毛刷清扫。

##### 2. 触电和急救

发生触电的原因主要有：缺乏安全用电知识，不熟悉电器设备的性能及使用方法而盲目

操作；违反电器设备检修操作规程；电器设备绝缘性能不好，人体触及漏电部位；长期失修的电器设备未及时检修，勉强使用等。触电时轻则会使肌肉痉挛，严重的可造成休克、呼吸、心跳停止。发生触电事故时应采取以下方法急救：

(1) 先迅速切断电源再进行抢救。触电者未脱离电源时，救援者应戴橡胶手套，穿胶底鞋或踏干木板，用绝缘器具如干木棒、干衣物等使触电者尽快脱离电源，但应注意避免伤及触电者。

(2) 将触电者平放在地上，立即检查呼吸和心跳情况。若呼吸停止，要立即进行人工呼吸；心跳停止时，同时进行人工呼吸和胸外按压，并迅速送往医院抢救。被电烧伤的皮肤，要注意防止感染。

### 1.3 误差传递

在环境监测实验中，分析结果是通过各测量值按一定的公式运算得到的。该结果也称为间接测量值。每个测量值都有各自的误差，各测量值的误差会传递到分析结果中，影响分析结果的准确度。其运算过程的误差传递规律依系统误差和随机误差有所不同，同时还与运算的方法有关。

测量值为  $A$ 、 $B$ 、 $C$ ，其绝对误差为  $E_A$ 、 $E_B$ 、 $E_C$ ，相对误差为  $\frac{E_A}{A}$ 、 $\frac{E_B}{B}$ 、 $\frac{E_C}{C}$ ，标准偏差为  $s_A$ 、 $s_B$ 、 $s_C$ ，计算结果用  $R$  表示， $R$  的绝对误差为  $E_R$ ，相对误差为  $\frac{E_R}{R}$ ，标准偏差为  $s_R$ 。

#### 1.3.1 系统误差的传递

##### 1. 加减法

若分析结果的计算公式为  $R = A + mB - C$   
则  $E_R = E_A + mE_B - E_C$

即在加减运算中，分析结果的绝对系统误差等于各测量值的绝对系统误差的代数和。

##### 2. 乘除法

若分析结果的计算公式为  $R = m \frac{AB}{C}$   
则  $\frac{E_R}{R} = \frac{E_A}{A} + \frac{E_B}{B} - \frac{E_C}{C}$

即在乘除运算中，分析结果的相对系统误差等于各测量值的相对系统误差的代数和。

##### 3. 指数关系

若分析结果  $R$  与测量值  $A$  的关系为  $R = mA^n$   
其误差传递关系为  $\frac{E_R}{R} = n \frac{E_A}{A}$

即分析结果的相对系统误差为测量值的相对系统误差指数倍。

##### 4. 对数关系

若分析结果  $R$  与测量值  $A$  有下列关系

$$R = m \lg A$$

其误差传递关系为

$$E_R = 0.434m \frac{E_A}{A} \quad (1-4)$$

### 1.3.2 随机误差的传递

#### 1. 加减法

若分析结果的计算公式为

$$R = aA + bB - cC$$

则

$$s_R^2 = a^2 s_A^2 + b^2 s_B^2 + c^2 s_C^2 \quad (1-5)$$

即在加减运算中，不论是相加还是相减，分析结果的标准偏差的平方（称为方差）都等于各测量值的标准偏差平方和。

#### 2. 乘除法

若分析结果的计算公式为

$$R = m \frac{AB}{C}$$

则

$$\frac{s_R^2}{R^2} = \frac{s_A^2}{A^2} + \frac{s_B^2}{B^2} + \frac{s_C^2}{C^2} \quad (1-6)$$

即在乘除运算中，不论是相乘还是相除，分析结果的相对标准偏差的平方等于各测量值的相对标准偏差的平方之和。

#### 3. 指数关系

若关系式为

$$R = mA^n$$

则

$$\left( \frac{s_R}{R} \right)^2 = n^2 \left( \frac{s_A}{A} \right)^2 \text{ 或 } \frac{s_R}{R} = n \frac{s_A}{A} \quad (1-7)$$

即分析结果的相对系统误差为测量值的相对系统误差指数倍。

#### 4. 对数关系

若关系式为

$$R = m \lg A$$

则

$$s_R = 0.434m \frac{s_A}{A} \quad (1-8)$$

### 1.3.3 极值误差

在环境监测中，当不需要严格的定量计算，只需要通过简单的方法估计一下整个过程可能出现的最大误差时，用极值误差来表示。它是假设在最不利的情况下各种误差都是最大的，而且是相互累积的。

如果分析结果  $R$  是  $A$ 、 $B$ 、 $C$ ，则三个测量数值相加减的结果为

$$R = A + B - C$$

则极值误差为

$$|E_R|_{\max} = |E_A| + |E_B| + |E_C| \quad (1-9)$$

即在加减法运算中，分析结果可能的极值误差是各测量值绝对误差的绝对值之和。

如果分析结果  $R$  是  $A$ 、 $B$ 、 $C$ ，则三个测量数值相乘除的结果为

$$R = \frac{AB}{C}$$

则极值误差为

$$\left| \frac{R_R}{R} \right|_{\max} = \left| \frac{E_A}{A} \right| + \left| \frac{E_B}{B} \right| + \left| \frac{E_C}{C} \right| \quad (1-10)$$

即在乘除运算中，分析结果的极值相对误差等于各测量值相对误差的绝对值之和。

### 1.3.4 实例说明

#### 1. 实例 1

设天平称量时的标准偏差  $s=0.10\text{mg}$ , 求称量试样时的标准偏差  $s_m$ 。

解: 称取试样时, 无论是用差减法称量, 还是将试样置于适当的称样器皿中进行称量, 都需要称量两次, 读取两次平衡点(包括零点)。试样质量  $m$  是两次称量所得质量  $m_1$  与  $m_2$  之差, 即:

$$m = m_1 - m_2$$

或

$$m = m_2 - m_1$$

读取称量  $m_1$  和  $m_2$  时平衡点的偏差, 都要反映到  $m$  中去。因此, 根据式(1-5)求得

$$s_m = \sqrt{s_1^2 + s_2^2} = \sqrt{2s^2} = 0.14\text{mg}$$

#### 2. 实例 2

用  $0.1000\text{mol/L}(c_2)\text{HCl}$  标准溶液标定  $20.00\text{mL}(V_1)\text{NaOH}$  溶液的浓度, 耗去  $\text{HCl}$   $25.00\text{mL}(V_2)$ , 已知用移液管量取溶液时的标准偏差为  $s_1=0.02\text{mL}$ , 每次读取滴定管读数时的标准偏差为  $s_2=0.01\text{mL}$ , 假设  $\text{HCl}$  溶液的浓度是准确的, 计算  $\text{NaOH}$  溶液的浓度。

解: 首先计算  $\text{NaOH}$  溶液的浓度 ( $c_1$ )

$$c_1 = \frac{c_2 V_2}{V_1} = \frac{0.1000 \times 25.00}{20.00} = 0.1250 (\text{mol/L})$$

$V_1$  及  $V_2$  的偏差对  $c_1$  浓度的影响, 以随机误差乘除法运算方式传递, 且滴定管有两次读数误差。

移液管体积  $V_1$  的标准偏差:

$$s_{V1} = s_1 = 0.02$$

滴定管体积  $V_2$  的标准偏差:

$$s_{V2}^2 = s_1^2 + s_2^2 = 0.01^2 + 0.01^2 = 2 \times 0.01^2$$

以上两项标准偏差传递至计算结果  $c_1$  的标准偏差  $s_{c1}$  为

$$\frac{s_{c1}^2}{c_1^2} = \frac{s_{V1}^2}{V_1^2} + \frac{s_{V2}^2}{V_1^2} = \frac{0.02^2}{20.00^2} + \frac{2 \times 0.01^2}{25.00^2} = 1.32 \times 10^{-6}$$

$$s_{c1}^2 = c_1^2 \times 1.32 \times 10^{-6} = 0.1250^2 \times 1.32 \times 10^{-6} = 2.06 \times 10^{-8}$$

$$s_{c1} = 0.0001 (\text{mol/L})$$

$$c_1 = 0.1250 \pm 0.0001 (\text{mol/L})$$

#### 3. 实例 3

滴定管的初始读数为  $(0.05 \pm 0.01) \text{ mL}$ , 末读数为  $(22.10 \pm 0.01) \text{ mL}$ 。问: 滴定剂的体积可能在多大范围内波动?

解: 极值误差  $\Delta V = |\pm 0.01| + |\pm 0.01| = 0.02 (\text{mL})$

故滴定体积为  $(22.10 - 0.05) \pm 0.02 = (22.05 \pm 0.02) (\text{mL})$

#### 4. 实例 4

用滴定法测定矿石中铁的含量, 若天平称量误差及滴定剂体积测量误差均为  $\pm 0.01\%$ 。

问：分析结果的极值相对误差为多少？

解：矿石中铁的质量分数的计算式为

$$w_{\text{Fe}} = \frac{cVM_{\text{Fe}}}{m_s} \times 100\%$$

只考虑  $m_s$  和  $V$  的测量误差，按式

$$\left| \frac{R_R}{R} \right|_{\max} = \left| \frac{E_A}{A} \right| + \left| \frac{E_B}{B} \right| + \left| \frac{E_C}{C} \right|$$

求得分析结果的极值相对误差为

$$\frac{E_x}{x} = \left| \frac{E_V}{V} \right| + \left| \frac{E_{m_s}}{m_s} \right| = 0.001 + 0.001 = 0.002, \text{ 即 } 0.2\%$$

## 1.4 实验数据的有效数字及其运算规则

在环境监测中，分析结果所表达的不仅仅是试样中待测组分的含量，同时还反映了测量的准确程度。因此，在实验数据的记录和结果的计算中，保留几位数字不是任意的，要根据测量仪器、分析方法的准确度来决定，这就涉及有效数字的概念。

### 1.4.1 有效数字

用来表示量的多少，同时反映测量准确程度的各数字称为有效数字。具体说来，有效数字就是指在分析工作中实际上能测量到的数字。

在实验中，任何一个物理量的测定，其准确度都是有一定限度的。例如，用分析天平称量同一试样的质量，甲得到 9.4234g，乙得到 9.4235g，丙得到 9.4236g，这些 5 位数字中，前 4 位数字都是很准确的，第 5 位数字称为可疑数字，但它并不是臆造的，所以记录数据时应保留它，这 5 位数字都是有效数字。对于可疑数字，除非特别说明，通常可理解它可能有  $\pm 1$  个单位的误差。

有效数字的位数，直接影响测定的相对误差。在测量准确度的范围内，有效数字位数越多，表明测量越准确，但超过了测量准确度的范围，过多的位数是没有意义的，而且是错误的。确定有效数字位数时应遵循以下几条原则：

(1) 一个量值只保留一位不确定的数字，在记录测量值时必须记一位不确定的数字，且只能记一位。

(2) 数字 0~9 都是有效数字，当 0 只是作为定小数点位置时不是有效数字。例如，1.0080 是五位有效数字，0.0035 则是两位有效数字。

(3) 不能因为变换单位而改变有效数字的位数。例如，0.0216g 是三位有效数字，用毫克 (mg) 表示时应为 21.6mg，用微克 ( $\mu\text{g}$ ) 表示时则应写成  $2.16 \times 10^4 \mu\text{g}$ ，但不能写成 21600 $\mu\text{g}$ ，因为这样表示比较模糊，有效数字位数不确定。

(4) 在环境监测计算中，常遇到倍数、分数关系。这些数据都是自然数而不是测量所得到的，因此它们的有效数字位数可以认为没有限制。

(5) 在环境监测中还经常遇到 pH、pM、lgK 等对数值，其有效数字位数取决于小数部分 (尾数) 数字的位数，因整数部分 (首数) 只代表该数的方次。例如，pH=8.28，换算为  $\text{H}^+$

浓度时，应为 $[H^+]=5.2\times10^{-8}mol/L$ ，有效数字的位数是两位，而不是三位。

### 1.4.2 修约规则

在数据处理过程中，涉及的各测量值的有效数字位数可能不同，因此需要按下面所述的计算规则，确定各测量值的有效数字位数。各测量值的有效数字位数确定之后，就要将它后面多余的数字舍弃。修约的原则是既不因保留过多的位数使计算复杂，也不因舍掉任何位数使准确度受损。舍弃多余数字的过程称为“数字修约”，按照国家标准采用“四舍六入五成双”规则。

“四舍六入五成双”规则规定，当测量值中被修约的数字等于或小于4时，该数字舍去；等于或大于6时，则进位；等于5时，要看5前面的数字，若是奇数则进位，若是偶数则将5舍掉，即修约后末位数字都成为偶数；若5的后面还有不是“0”的任何数，则此时无论5的前面是奇数还是偶数，均应进位。根据这一规则，将下列测量值修约为四位有效数字时，结果应为：

$$0.36474 \Rightarrow 0.3647$$

$$0.36475 \Rightarrow 0.3648$$

$$0.36476 \Rightarrow 0.3648$$

$$0.36485 \Rightarrow 0.3648$$

$$0.364851 \Rightarrow 0.3649-$$

修约数字时，只允许对原测量值一次修约到所要求的位数，不能分几次修约。例如将0.1649修约为两位有效数字，不能先修约为0.165，再修约为0.17，而应一次修约为0.16。

### 1.4.3 运算规则

不同位数的几个有效数字在进行运算时，所得结果应保留几位有效数字与运算的类型有关。

#### 1. 加减法

几个数据相加或相减时，有效数字位数的保留，应以小数点后位数最少的数据为准，其他的数据均修约到这一位。其根据是小数点后位数最少的那个数的绝对误差最大。例如

$$0.0161+30.62+1.06274=?$$

由于每个数据中最后一位数有±1的绝对误差。即 $0.0161\pm0.0001$ ,  $30.62\pm0.01$ ,  $1.06274\pm0.00001$ ，其中以小数点后位数最少的30.62的绝对误差最大，在加合的结果中总的绝对误差取决于该数，所以有效数字位数应以它为准，先修约再计算。

$$0.02+30.62+1.06=31.70$$

#### 2. 乘除法

几个数据相乘除时，有效数字的位数应以几个数中有效数字最少的那个数据为准。其根据是有效数字位数最少的那个数的相对误差最大。例如：

$$0.0161\times30.62\times1.06274=?$$

这三个数的相对误差分别为

$$\pm\frac{1}{161}\times100\%=\pm0.6\%$$

$$\pm\frac{1}{3062}\times100\%=\pm0.3\%$$