

◆ HUANJING KEXUE
YU GONGCHENG SHIYAN SHOUCHE

环境科学 与工程实验手册

西北师范大学环境科学与工程系◇编著



甘肃人民出版社

环境科学 与工程实验手册

◆ HUANJING KEXUE
YU GONGCHENG SHIYAN SHOUC

西北师范大学环境科学与工程系◇编著



甘肃人民出版社

图书在版编目(C I P) 数据

环境科学与工程实验手册 / 西北师范大学环境科学与工程系编著. -- 兰州 : 甘肃人民出版社, 2014.7

ISBN 978-7-226-04614-2

I. ①环… II. ①西… III. ①环境科学-实验-手册
②环境工程-实验-手册 IV. ①X-33

中国版本图书馆CIP数据核字 (2014) 第 154321 号

出 版 人 : 吉西平

责任编辑 : 马 强

封面设计 : 苏金虎

环境科学与工程实验手册

西北师范大学环境科学与工程系 编著

甘肃人民出版社出版发行

(730030 兰州市读者大道 568 号)

甘肃北辰印务有限公司印刷

开本710毫米×1020毫米 1/16 印张24.5 插页2 字数485千

2014年11月第1版 2014年11月第1次印刷

印 数: 1~1 100

ISBN 978-7-226-04614-2 定 价: 48.00 元

《环境科学与工程实验手册》编辑委员会

主编：巨天珍

编委：张松林 周喜斌 张 剑 赵英杰 赵学茂

王春丽 曹 春 师 玮 钟 耀 瞿德业

王继伟



前 言

随着我国经济的不断发展,国家对环境治理越来越重视。目前,我国的大气污染、水体污染、固体废弃物污染和生态破坏等环境形势依然十分严峻。我国环保事业的大发展需要培养大量的环境保护人才。

西北师范大学环境科学与工程系的教职员工,根据多年的环境科学与工程专业的教学研究以及面向环保第一线的科研实践,不断充实环境学科的实验课程,现将生态学、环境工程、环境监测、CAD 工程制图、环境仪器分析、环境微生物、环境分子检测技术、空间监测技术、现代检测技术、环境土壤学、环评实践和环境化学等 12 门实验课程编辑成册,方便环境科学与工程专业的本科生实验教学的需要。此外,随着国家对环境工程专业硕士研究生培养的重视,吸引了大批非环境专业的本科生报考和深造,本书也可作为他们的基础大实验课程。该书较全面地介绍了环境专业的基本实验及技术,如通过实验使学生掌握环境行业所需的监测、评价和调研等职业技能,巩固和加深学生对所学理论知识的理解,培养学生独立思考、分析问题和解决问题的能力,并树立实事求是的科学态度和严肃认真的工作作风。

本书可作为高等学校相关专业本科生、研究生的实验教材,也可作为企事业单位科技工作者的培训教材。

实验手册囊括了 12 门基本实验,内容全面精炼,符合现阶段短学时的实验课设置,有较强实用价值。

编者于西北师范大学

C 目录

CONTENTS

环境化学实验手册	001
环境工程微生物学实验手册	055
环境工程实验手册	079
环境分子生物学检测技术实验手册	129
《工程 CAD》上机指导书	159
环境监测实验手册	181
环境生态学实验手册	215
环境土壤学实验指导册	239
环评实践指导手册	271
空间监测技术实验手册	305
现代监测技术实验手册	349
环境仪器分析实验	375
后记 /	385

环境化学实验手册

主编：张松林

环境化学实验手册目录

实验一	水体中氨氮、亚硝酸盐氮和硝酸盐氮的测定	003
实验二	评价水体富营养化状况	010
实验三	有机物的正辛醇—水分配系数测定方法	015
实验四	底泥对苯酚的吸附性	017
实验五	活性炭吸附废水中的有机物	021
实验六	工业废水中铬的价态测定	025
实验七	水中挥发酚类的分析	028
实验八	空气中二氧化硫液相氧化过程	033
实验九	空气中农药的检验	036
实验十	城市生活垃圾可生物降解有机质成分的测定	043
实验十一	土壤中的农药残留测定	048
实验十二	土壤中微量砷的分析	051

实验一

水体中氨氮、亚硝酸盐氮和硝酸盐氮的测定

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,见表 1。目前应用较广的测定三氮方法是比色法,其中最常用的是:纳氏试剂比色法测定氨氮,盐酸萘乙二胺比色法测定亚硝酸盐氮,二磺酸酚比色法测定硝酸盐氮。

表 1 水体中三氮检出的环境化学意义

NH ₃ -N	NO ₂ ⁻ -N	NO ₃ ⁻ -N	三氮检出的环境化学意义
-	-	-	清洁水
+	-	-	表示水体受到新近污染
+	+	-	水体受到污染不久,且正在分解中
-	+	-	污染物已正在分解,但未完全自净
-	+	+	污染物已基本分解完全,但未自净
-	-	+	污染物已无机化,水体以基本自净
+	-	+	有新的污染,在此前的污染已基本自净
+	+	+	以前受到污染,正在自净过程,且又有新的污染

一、实验目的

- ①掌握测定三氮的基本原理和方法。
- ②了解测定三氮对环境化学研究的作用和意义。

二、仪器

①玻璃蒸馏装置;②pH 计;③恒温水浴;④分光光度计;⑤电炉:220V/1KW;⑥比色管:100mL;⑦陶瓷蒸发皿:100mL 或 200mL;⑧移液管:1mL、2mL、5mL;⑨容量瓶:250mL。

三、实验步骤

(一)氨氮的测定—纳氏试剂比色法

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 425nm 波长下比色测定,检出限为 0.02μg/mL。如水样污染严重,需在 pH=7.4 的磷

酸盐缓冲溶液中预蒸馏分离。

2. 试剂

(1)不含氨的蒸馏水。水样稀释及试剂配制均用无氨蒸馏水。配制方法包括蒸馏法(每升蒸馏水中加入 0.1mL 浓硫酸,进行重蒸馏,流出物接受于玻璃容器中)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量的无氨水)。

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

(3)吸收液:2%硼酸或 0.01mol/L 硫酸。

① 2%硼酸溶液:溶解 20g 硼酸于水中,稀释至 1L。

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

(4)纳氏试剂。称取 5g 碘化钾,溶于 5mL 水中,分别加入少量氯化汞(HgCl_2)溶液(2.5g HgCl_2 溶于 40mL 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(15g 氢氧化钾溶于 30mL 水中),充分冷却,加水稀释至 100mL。静置一天,取上层清液贮于塑料瓶中,盖紧瓶盖,可保存数月。

(5)酒石酸钾钠溶液。称取 50g 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 100mL。

(6)氨标准溶液。称取 3.819g 无水氯化铵(NH_4Cl)(预先在 100℃干燥至衡重),溶于水中,转入 1000mL 容量瓶中,稀释至刻度,即配得 1.00mg NH_3 -N/mL 的标准储备液。取此溶液 10mL 稀释至 1000mL,即为 10 μg NH_3 -N/mL 的标准溶液。

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 200mL 无氨水,加 10mL 磷酸盐缓冲溶液、几粒玻璃珠,加热蒸馏至流出液中不含氨为止(用纳氏试剂检验),冷却。然后将此蒸馏瓶中的蒸馏液倾出(但仍留下玻璃珠),量取水样 200mL,放入此蒸馏瓶中(如预先试验水样含氨量较大,则取适量的水样,用无氨水稀释至 200mL,然后加入 10mL 磷酸盐缓冲液)。另准备一只 250mL 的容量瓶,移入 50mL 吸收液(吸收液为 0.01mol/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,蒸馏速度为每分钟 6~8mL,至少收集 150mL 馏出液,蒸馏至最后 1~2min 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 250mL,混匀,以备比色测定。

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

另取 8 支 50mL 比色管,分别加入铵标准溶液(含氨氮 10 μg /mL)0.00、0.50、

1.00、2.00、3.00、5.00、7.00、10.00mL,加无氨水稀释至刻度。

在上述各比色管中,分别加入 1.0mL 酒石酸钾钠,摇匀,再加 1.5mL 纳氏试剂,摇匀放置 10min,用 1cm 比色管,在波长 425nm 处,以试剂空白为参比测定吸光度,绘制标准曲线,并从标准曲线上查得水样中氨氮的含量($\mu\text{g/mL}$)。

实验注意事项:①纳氏试剂是否变质;②蒸馏时,注意吸收液不要倒流;③蒸馏时碱度影响较大。

(二)亚硝酸盐氮的测定—盐酸萘乙二胺比色法

1. 原理

在 pH 2.0~2.5 时,水中亚硝酸盐与对氨基苯磺酸生成重氮盐,再与盐酸萘乙二胺偶联生成红色染料,最大吸收波长为 540nm,其色度深浅与亚硝酸盐含量成正比,可用比色法测定,检出限为 $0.005\mu\text{g/mL}$,测定上限为 $0.1\mu\text{g/mL}$ 。

2. 试剂

(1)不含亚硝酸盐的蒸馏水。蒸馏水中加入少量高锰酸钾晶体,使呈红色,再加氢氧化钡(或氢氧化钙),使呈碱性,重蒸馏。弃去 50mL 初馏液,收集中间 70% 的无锰部分。也可于每升蒸馏水中加入 1mL 浓硫酸和 0.2mL 硫酸锰溶液(每 100mL 蒸馏水中含有 $36.4\text{g MnSO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$),及 1~3mL 0.04% 高锰酸钾溶液使呈红色,然后重蒸馏。

(2)亚硝酸盐标准储备液。称取 1.232g 亚硝酸钠溶于 150mL 水中,加入 1mL 氯仿,稀释至 1000mL。此溶液每毫升含亚硝酸盐氮约为 0.25mg。由于亚硝酸盐氮在湿空气中易被氧化,所以储备液需标定。

标定方法:吸取 50.00mL 0.050mol/L 高锰酸钾溶液,加 5mL 浓硫酸及 50.00mL 亚硝酸钠储备液于 300mL 具塞锥型瓶中(加亚硝酸钠贮备液时需将吸管插入高锰酸钾溶液液面以下)混合均匀,置于水浴中加热至 70°C ~ 80°C ,按每次 10.00mL 的量加入足够的 0.050 mol/L 草酸钠标准溶液,使高锰酸钾溶液褪色并过量,记录草酸钠标准溶液用量(V_2);再用高锰酸钾溶液滴定过量的草酸钠到溶液呈微红色,记录高锰酸钾溶液用量(V_1)。用 50mL 不含亚硝酸盐的水代替亚硝酸钠贮备液,如上操作,用草酸钠标准溶液标定高锰酸钾溶液的浓度,按下式计算高锰酸钾溶液浓度(mol/L):

$$\rho_{1/5\text{KMnO}_4} = (0.0500 \times V_4) / V_3$$

按下式计算亚硝酸盐氮标准储备液的浓度:

$$\rho_{\text{亚硝酸盐氮}} = [(V_1 \times \rho_{1/5\text{KMnO}_4} - 0.0500 \times V_2) \times 7.00 \times 1000] / 50.00$$

式中: $\rho_{1/5\text{KMnO}_4}$ —经标定的高锰酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 —滴定标准储备液时,加入高锰酸钾标准溶液总量, mL;

V_2 —滴定亚硝酸盐氮标准储备液时,加入草酸钠标准溶液总量, mL;

V_3 —滴定时,加入高锰酸钾标准溶液总量, mL;

V_4 —滴定水时,加入草酸钠标准溶液总量,mL;

7.00—亚硝酸盐氮($1/2 N$)的摩尔质量,g/mol;

50.00—亚硝酸盐标准储备液取用量,mL;

0.0500—草酸钠标准溶液浓度($1/2 Na_2C_2O_4$,0.0500mol/L)。

(3)亚硝酸盐使用液:临用时将标准贮备液配制成每毫升含 $1.0\mu g$ 的亚硝酸盐氮的标准使用液。

(4)草酸钠标准溶液($1/2 Na_2C_2O_4$,0.0500mol/L):称取 3.350g 经 $105^\circ C$ 干燥 2h 的优级纯无水草酸钠溶于 750mL 水中,转入 1000mL 容量瓶中加水稀释至刻度。

(5)高锰酸钾溶液($1/5 KMnO_4=0.050mol/L$):溶解 1.6g 高锰酸钾于约 1.2L 水中,煮沸 0.5h 至 1h,使体积减小至 1000mL 左右,放置过夜,用 G-3 号熔结玻璃漏斗过滤后,滤液贮于棕色试剂瓶中,用上述草酸钠标准溶液标定其准确浓度。

(6)氢氧化铝悬浮液:溶解 125g 硫酸铝钾 $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 或硫酸铝铵 $[NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 于 1L 水中,加热到 $60^\circ C$,在不断搅拌下慢慢加入 55mL 浓氨水,放置约 1h,转入试剂瓶内,用水反复洗涤沉淀,至洗液中不含氨、氯化物、硝酸盐和亚硝酸盐为止。澄清后,把上层清液尽量全部倾出,只留浓的悬浮物,最后加 100mL 水。使用前应振荡均匀。

(7)盐酸萘乙二胺显色剂:50mL 冰醋酸与 900mL 水混合,加入 5.0g 对氨基苯磺酸,加热使其全部溶解,再加入 0.05g 盐酸萘乙二胺,搅拌溶解后用水稀释至 1L。溶液无色,贮存于棕色瓶中,在冰箱中保存可稳定一个月(当有颜色时应重新配制)。注意:本试剂有毒,避免与皮肤接触或摄入体内。

3. 步骤

(1)水样如有颜色和悬浮物,可在每 100mL 水样中加入 2mL 氢氧化铝悬浮液,搅拌后,静置过滤,弃去 25mL 初滤液。

(2)取 50.00mL 澄清水样于 50mL 比色管中(如亚硝酸盐氮含量高,可酌情少取水样,用无亚硝酸盐蒸馏水稀释至刻度)。

(3)取 7 支 50mL 比色管,分别加入含亚硝酸盐氮 $1\mu g/mL$ 的标准溶液 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL,用水稀释至刻度。

(4)在上述各比色管中分别加入 2mL 显色剂,20 min 后在 540nm 处,用 2cm 比色皿,以试剂空白作参比测定其吸光度,绘制标准曲线。从标准曲线上查得水样中亚硝酸盐氮的含量($\mu g/mL$)。

(5)用水代替水样,按相同步骤进行测定。

实验注意事项:①亚硝酸盐容易分解,采样后应立即测定;②标准液不稳定,应标定。

(三)硝酸盐氮的测定—二磺酸酚比色法

1. 原理

浓硫酸与酚作用生成二磺酸酚,在无水条件下二磺酸酚与硝酸盐作用生成二磺酸硝基酚,二磺酸硝基酚在碱性溶液中发生分子重排生成黄色化合物,最大吸收波长在 410nm 处,利用其色度和硝酸盐含量成正比,可进行比色测定。少量的氯化物即能引起硝酸盐的损失,使结果偏低。可加硫酸银,使其形成氯化银沉淀,过滤去除,以消除氯化物的干扰(允许氯离子存在的最高浓度为 $10\mu\text{g/mL}$,超过此浓度就要干扰测定)。亚硝酸盐氮含量超过 $0.2\mu\text{g/mL}$ 时,将使结果偏高,可用高锰酸钾将亚硝酸盐氧化成硝酸盐,再从测定结果中减去亚硝酸盐的含量。本法的检出限为 $0.02\mu\text{g/mL}$ 硝酸盐氮,检测上限为 $2.0\mu\text{g/mL}$ 。

2. 试剂

(1)二磺酸酚试剂:称取 15g 精制苯酚,置于 250mL 三角烧瓶中,加入 100mL 浓硫酸,瓶上放一个漏斗,置沸水浴内加热 6h,试剂应为浅棕色稠液,保存于棕色瓶内。

(2)硝酸盐标准储备液:称取 0.7218g 分析纯硝酸钾(经 105°C 烘 2h),溶于水中,转入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液含硝酸盐氮 $100\mu\text{g/mL}$ 。如加入 2mL 氯仿保存,溶液可稳定半年以上。

(3)硝酸盐标准溶液:准确移取 100mL 硝酸盐标准储备液,置于蒸发皿中,在水浴上蒸干,然后加入 4.0mL 二磺酸酚,用玻棒磨擦蒸发皿内壁,静置 10min,加入少量蒸馏水,移入 500mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至标线,即为 $20\mu\text{g/mL}$ $\text{NO}_3\text{-N}$ 的标准溶液(相当于 $88.54\mu\text{g NO}_3$)。

(4)硫酸银溶液:称取 4.397g 硫酸银,溶于水中,稀释至 1L,于棕色瓶中避光保存。此溶液 1.0mL 相当于 1.0mg 氯(Cl^-)。

(5)高锰酸钾溶液($1/5\text{KMnO}_4$, 0.100 mol/L):称取 3.16g 高锰酸钾,溶于蒸馏水中,并稀释至 1L。

(6)乙二胺四乙酸二钠溶液:称取 50g 乙二胺四乙酸二钠,用 20mL 蒸馏水调成糊状,然后加入 60mL 浓氨水,充分混合,使之溶解。

(7)碳酸钠溶液($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$, 0.100mol/L):称取 5.3g 无水碳酸钠,溶于 1L 水中。实验用水预先要加高锰酸钾重蒸馏,或用去离子水。

3. 步骤

(1)标准曲线的绘制:分别吸取硝酸盐氮标准溶液 0.00、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、4.00mL 50mL 比色管中,加入 1.0mL 二磺酸酚,加入 3.0mL 浓氨水,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。用 1mL 比色皿,以试剂空白作参比,于波长 410nm 处测定吸光度,绘制标准曲线。

(2)样品的测定

①脱色:污染严重或浑浊或色泽较深的水样(即色度超过 10 度),可在 100mL 水样中加入 2mL $\text{Al}(\text{OH})_3$ 悬浮液。摇匀后,静置数分钟,澄清后过滤,弃去最初滤出的部分溶液(10~20mL)。

②除去氯离子:先用硝酸银滴定水样中的氯离子含量,据此加入相当量的硫酸银溶液。当氯离子含量小于 50mg/L 时,加入固体硫酸银。1mg 氯离子可与 4.4 mg 硫酸银作用。取 50mL 水样,加入一定量的硫酸银溶液或硫酸银固体,充分搅拌后。再通过离心或过滤除去氯化银沉淀,滤液转移至 100mL 的容量瓶中定容至刻度;也可在 80℃水浴中加热水样,摇动三角烧瓶,使氯化银沉淀凝聚,冷却后用多层慢速滤纸过滤至 100mL 容量瓶,定容至刻度。

③去除亚硝酸盐氮影响:如水样中亚硝酸盐氮含量超过 0.2mg/L,可事先将其氧化为硝酸盐氮。具体方法如下:在已除氯离子的 100mL 容量瓶中加入 1mL 0.5mol/L 硫酸溶液,混合均匀后滴加 0.100mol/L 高锰酸钾溶液,至淡红色出现并保持 15min 不褪为止,以使亚硝酸盐完全转变为硝酸盐,最后从测定结果中减去亚硝酸盐含量。

④测定:吸取上述经处理的水样 50.00mL(如硝酸盐氮含量较高可酌量减少)至蒸发皿内,如有必要可用 0.50mol/L 硫酸或 0.100mol/L 碳酸钠溶液调节水样 pH 至中性(pH 7~8),置于水浴中蒸干。取下蒸发皿,加入 1.0mL 二磺酸酚,用玻棒研磨,使试剂与蒸发皿内残渣充分接触,静止 10min,加入少量蒸馏水,搅匀,滤入 50mL 比色管中,加入 3~4mL 浓氨水,使溶液呈最深颜色。如有沉淀可滴加 EDTA 溶液,使水样变清,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,测定吸光度。根据标准曲线,计算出水样中硝酸盐氮的含量($\mu\text{g/mL}$)。

注意:如吸光度值超出标准曲线范围,可将显色溶液用水进行定量稀释,然后再吸光度,计算时乘以稀释倍数。

(3)空白试验。以水代替,按相同步骤进行全程序空白测定。

实验注意事项:

①水浴一定要把水分全部蒸发掉;②亚硝酸盐高,影响结果。

四、数据处理

绘制 $\text{NH}_3\text{-N}$ 、 $\text{NO}_2\text{-N}$ 、 $\text{NO}_3\text{-N}$ 的浓度与吸光度的工作曲线,根据工作曲线和样品吸光度,计算水样中“三氮”的含量;并比较水样中“三氮”的含量,评价水体的自净程度。

五、思考题

1. 如何通过测定三氮的含量来评价水体的“自净”程度?如水体中仅含有

NO_3^- -N, 而 NH_4^+ 和 NO_2^- 未检出, 说明水体“自净”作用进行到什么阶段? 如水体中既有大量 NH_3 -N, 又有大量 NO_3^- -N, 水体污染和“自净”状况又如何?

2. 用纳氏比色法测定氨氮时主要有哪些干扰, 如何消除?
3. 在三氮测定时, 要求蒸馏水不含 NH_3 、 NO_2^- 、 NO_3^- , 如何检验?
4. 在蒸馏比色测定氨氮时, 为什么要调节水样的 pH 在 7.4 作用? pH 偏高或偏低对测定结果有何影响?
5. 在亚硝酸盐氮分析过程中, 水中的强氧化性物质会干扰测定, 如何确定并消除?

实验二

评价水体富营养化状况

富营养化是指在人类活动的影响下,生物所需的氮、磷等营养物质大量进入湖泊、河口、海湾等缓流水体,引起藻类及其他浮游生物迅速繁殖,水体溶解氧量下降,水质恶化,鱼类及其他生物大量死亡的现象。在自然条件下,湖泊也会从贫营养状态过渡到富营养状态,沉积物不断增多,先变为沼泽,后变为陆地。这种自然过程非常缓慢,常需几千年甚至上万年。而人为排放含营养物质的工业废水和生活污水所引起的水体富营养化现象,可以在短期内出现。水体富营养化后,即使切断外界营养物质的来源,也很难自净和恢复到正常水平。水体富营养化严重时,湖泊可被某些繁生植物及其残骸淤塞,成为沼泽甚至干地。局部海区可变成“死海”,或出现“赤潮”现象。

植物营养物质的来源广、数量大,有生活污水、农业面源、工业废水、垃圾等。每人每天带进污水中的氮约 50g。生活污水中的磷主要来源于洗涤废水,而施入农田的化肥有 50%~80%流入江河、湖海和地下水体中。

许多参数可用作水体富营养化的指标,常用的是总磷、叶绿素-a 含量和初级生产率的大小(表 1)。

一、实验目的

1. 掌握总磷、叶绿素-a 及初级生产率的测定原理及方法。
2. 评价水体的富营养化状况。

表 1 水体富营养化程度划分

富营养化程度	初级生产率/mgO ₂ /m ² ·d	总磷/ug/L	无机氮/ug/L
极贫	0~136	< 0.005	< 0.200
贫-中		0.005~0.010	0.200~0.400
中	137~409	0.010~0.030	0.300~0.650
中-富		0.030~0.100	0.500~1.500
富	410~547	> 0.100	> 1.500

二、仪器和试剂

1. 仪器

①可见分光光度计; ②移液管:1mL、2mL、10mL; ③容量瓶:100mL、250mL;

- ④锥型瓶:250mL; ⑤比色管:25mL; ⑥BOD瓶:250mL; ⑦具塞小试管:10mL;
⑧玻璃纤维滤膜、剪刀、玻棒、夹子; ⑨多功能水质检测仪。

2. 试剂

- (1)过硫酸铵(固体)。
- (2)浓硫酸。
- (3)1mol/L 硫酸溶液。
- (4)2mol/L 盐酸溶液。
- (5)6mol/L 氢氧化钠溶液。
- (6)1%酚酞:1g 酚酞溶于 90mL 乙醇中,加水至 100mL。
- (7)丙酮:水(9:1)溶液。
- (8)酒石酸锑钾溶液:将 4.4g $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 200mL 蒸馏水中,用棕色瓶在 4℃时保存。
- (9)钼酸铵溶液:将 20g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 溶于 500mL 蒸馏水中,用塑料瓶在 4℃时保存。
- (10)抗坏血酸溶液:0.1 mol/L(溶解 1.76g 抗坏血酸于 100mL 蒸馏水中,转入棕色瓶,若在 4℃时保存,可维持一个星期不变)。
- (11)混合试剂:50mL 2mol/L 硫酸、5mL 酒石酸锑钾溶液、15mL 钼酸铵溶液和 30mL 抗坏血酸溶液。混合前,先让上述溶液达到室温,并按上述次序混合。在加入酒石酸锑钾或钼酸铵后,如混合试剂有浑浊,须摇动混合试剂,并放置几分钟,至澄清为止。若在 4℃下保存,可维持 1 个星期不变。
- (12)磷酸盐储备液(1.00 mg/mL 磷):称取 1.098g KH_2PO_4 ,溶解后转入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,即得 1.00 mg/mL 磷溶液。
- (13)磷酸盐标准溶液:量取 1.00mL 储备液于 100mL 容量瓶中,稀释至刻度,即得磷含量为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的工作液。

三、实验过程

(一)磷的测定

1. 原理

在酸性溶液中,将各种形态的磷转化成磷酸根离子(PO_4^{3-})。随之用钼酸铵和酒石酸锑钾与之反应,生成磷钼锑杂多酸,再用抗坏血酸把它还原为深色钼蓝。

砷酸盐与磷酸盐一样也能生成钼蓝,0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的砷就会干扰测定。六价铬、二价铜和亚硝酸盐能氧化钼蓝,使测定结果偏低。

补充说明:

适合于地表水、污水和工业废水中总磷的测定,测量范围为 0.01~0.6mg/L。酸性条件下过硫酸铵或者过硫酸钾可把水中的有机磷、无机聚磷酸盐磷(颗粒磷