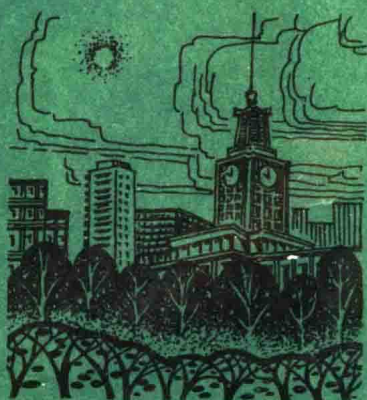


环境监测 分析手册

薛文山 曾北危 编著



环境监测分析手册

薛文山 曹光远

*

山西科学教育出版社出版 (太原开道北路十一号)

山西省新华书店发行 山西人民印刷厂印刷

*

开本: 787×1092 1/16 印张: 62.75 字数: 2097 千字

1988 年 6 月第 1 版 1992 年 10 月山西第 2 次印刷

印数: 3 001—3 200 册

*

ISBN 7-5377-0098-2

T·14 定价: 14.65 元

目 录

第一篇 监测分析常用知识和资料

一、环境监测的目的、分类和原则.....	(1)
(一) 环境监测的目的.....	(1)
(二) 环境监测的分类.....	(1)
(三) 环境监测的原则.....	(2)
二、监测分析常用纯水的制备.....	(4)
三、监测分析器皿的洗涤.....	(7)
(一) 常用洗涤液的配制和应用.....	(7)
(二) 器皿的特殊洗涤处理.....	(9)
四、容量分析常用的基准物质及其干燥条件.....	(11)
五、元素和离子标准溶液的配制方法.....	(14)
六、元素在水溶液中的离子状态和颜色.....	(29)
七、萃取分离.....	(32)
(一) 液-液萃取分离.....	(32)
(二) 萃取体系的分类.....	(36)
(三) 螯合物萃取体系.....	(40)
(四) 离子缔合萃取体系.....	(82)
(五) 协同萃取体系.....	(108)
(六) 元素和离子的溶剂萃取分离.....	(108)
(七) 常用的主要萃取剂.....	(137)
(八) 螯合萃取剂的解离常数、分配常数和溶解度.....	(153)
(九) 金属螯合物的萃取常数.....	(174)
(十) 有机化合物的萃取常数.....	(178)
八、地球化学有关知识.....	(183)
(一) 地球的化学元素丰度.....	(183)
(二) 地壳中化学元素的分布量.....	(185)
(三) 各类岩石中化学元素的平均含量.....	(191)
九、溶剂的溶解参数.....	(199)
十、各种离子的活度系数.....	(200)
(一) 在不同离子强度水溶液中的活度系数.....	(200)
1. 无机离子的活度系数.....	(200)
2. 有机离子的活度系数.....	(201)
(二) 在强度值大的溶液中的活度系数.....	(202)
(三) 酸、碱、盐的活度系数 (25℃).....	(202)

(四) 酸、碱、盐高浓度溶液的活度系数 (25℃)	(204)
(五) 不同浓度电解质平均活度系数	(204)
(六) 活度系数和离子强度	(205)
(七) 德拜—休克尔公式的常数值	(206)
(八) 离子活度标准参比值	(206)
十一、元素的物理性质	(207)
十二、国际原子量表 (1983年)	(213)

第二篇 样品的采集、保存处理和测定结果的表示

一、大气	(219)
(一) 污染物浓度的表示方法	(219)
(二) 大气监测的主要项目和基本工作内容	(219)
1. 大气监测的主要污染物和气象参数	(219)
2. 大气监测的基本工作内容	(220)
(三) 大气监测工作方案的制订	(221)
1. 基本资料的调查与收集	(221)
2. 人力、物力的组织安排	(222)
3. 设计监测网点时应考虑的问题	(222)
(四) 采样站(点)的选择	(225)
(五) 大气采样方法	(226)
1. 直接采样法	(226)
2. 分离富集采样法	(227)
3. 无动力采样法	(228)
二、水体	(229)
(一) 采样时应注意的几个问题	(229)
(二) 水样的采集	(230)
1. 定点采水	(230)
2. 水系中采水	(231)
3. 不均匀样品的采集	(234)
4. 取样数量	(235)
5. 细菌学检验用水样的采集	(235)
(三) 采样容器及其洗涤	(236)
(四) 采样注意事项	(236)
(五) 水样的保存	(236)
(六) 废水排放量的测定	(243)
1. 流速仪法	(243)
2. 流量堰法	(247)
3. 插杆法	(252)
4. 浮标法	(254)
三、水体底质	(256)
(一) 调查目的	(256)

(二) 调查范围·····	(256)
1. 江河的底质调查范围·····	(256)
2. 湖泊、水库、河口、海湾底质调查范围·····	(256)
(三) 采样点的布设·····	(256)
1. 选择性布设(专题调查布设)·····	(256)
2. 综合性布设·····	(257)
3. 对照点的布设·····	(257)
(四) 样品的采集·····	(257)
(五) 样品的处理保存·····	(258)
(六) 分析项目的选择·····	(258)
(七) 影响样品分析结果的因素·····	(259)
四、土壤·····	(260)
(一) 土壤本底值测定样品的采集·····	(260)
(二) 污染土壤样品的采集·····	(260)
1. 采样前的调查内容·····	(260)
2. 采样点的选择·····	(261)
3. 采样时间·····	(262)
4. 采样方法·····	(262)
5. 采样注意事项·····	(262)
(三) 土壤样品的制备和保存·····	(263)
(四) 土壤含水量的测定·····	(263)
(五) 分析结果的表示·····	(263)
五、生物·····	(264)
(一) 植物样品的采集和处理·····	(264)
1. 植物样品的采集·····	(264)
2. 植物样品的制备·····	(265)
3. 分析结果的表示与样品水分含量的测定·····	(266)
(二) 水生生物样品的采集·····	(266)
(三) 水产食品的采集和预处理·····	(268)
六、放射性样品的采集和保存处理·····	(270)
(一) 放射性沉降物的采集方法·····	(270)
(二) 放射性气溶胶的采集方法·····	(271)
(三) 水样的采集和处理·····	(272)
(四) 土壤样品的采集和处理·····	(272)
(五) 生物样品的采集和处理·····	(272)
(六) 海水和海生生物样品的采集与处理·····	(273)
(七) 放射性常见样品的最小采样量·····	(274)

第三篇 监测分析

(I)

一、气体分析·····	(275)
(一) 气体的检测和分析方法·····	(275)

1. 气体的检测试纸	(275)
2. 各种检气管一览表	(277)
3. 大气的组成和污染物	(281)
4. 典型的汽车尾气成分	(288)
5. 某些大气污染物的味阈	(289)
6. 各种化合物在空气中的嗅阈值	(289)
7. 常见有害气体的发生方法	(290)
(二) 各种气体的容重和比重	(291)
(三) 气体的摩尔体积	(292)
(四) 不同高度上的平均大气参数	(293)
(五) 气体分析计算	(294)
1. 气体浓度表示法及其换算	(294)
2. 有害物质的 mg/m^3 与 ppm 换算数	(296)
3. 水柱压力与汞柱压力的换算	(304)
二、水质分析	(305)
(一) 地下水水质分类	(305)
(二) 水的某些物理性质的定性表示方法	(308)
1. 水的颜色与其中含有的物质的关系	(308)
2. 水的透明度的野外分级	(308)
3. 水臭(气味)的强度等级	(309)
4. 水中含有的物质与味的关系	(309)
5. 引起味觉的盐类近似浓度和味阈值	(309)
6. 某些物质在水体中味的阈限浓度	(310)
7. 某些物质在水体中臭的阈限浓度	(310)
(三) 水质硬度单位换算	(310)
1. 各种硬度单位及其换算关系	(310)
2. 钙、镁等离子浓度与硬度的换算系数	(311)
3. Ca^{2+} 和 Mg^{2+} (或 HCO_3^-)的毫克当量与德国硬度的换算	(311)
4. 德国硬度和 CaO 毫克当量的互换	(312)
5. 某些化合物相当于 1° (德国度)及1毫克当量/升的数量	(313)
(四) 废水中含有的污染物质	(314)
1. 工业废水中含有的主要污染物	(314)
2. 生活废水中含有的杂质	(316)
3. 废水中的主要有害物在环境中的情况	(317)
(五) 海水分析	(318)
1. 海水中元素的化学形态和平均浓度	(318)
2. 不同盐度下海水中主要离子的浓度	(319)
3. 海水中主要离子与盐度的比值	(321)
4. 人工海水的配方和性质	(321)
5. 海水中的声速	(324)
6. 海水的电导率	(324)
7. 典型海水的光吸收	(326)

8. 海水中的光速.....	(326)
9. 中子活化分析法测定海洋环境中微量金属时的有关核数据.....	(328)
(六) 不同温度下水中溶解氧的含量.....	(334)
(七) 水细菌学检验常用培养基的制备及应用.....	(337)
(八) 水环境中优先监测的129项污染物.....	(348)
三、土壤与植物分析.....	(354)
(一) 地壳中微量元素的贮存量.....	(354)
(二) 土壤粒径分级标准.....	(355)
(三) 土壤的酸碱度与农作物适应性.....	(355)
(四) 盐渍土分级标准和植被.....	(356)
(五) 农作物苗期耐盐力指标.....	(356)
(六) 常用农药在食用作物上的限制使用期.....	(356)
(七) 常用农药在食物上的允许量或允许残留量.....	(357)
(八) 常用农药的人体每日最大允许摄入量.....	(358)
四、放射性监测.....	(359)
(一) 宇宙射线所产生的放射性核素.....	(359)
(二) 岩石和土壤中某些放射性核素的含量.....	(359)
(三) 各类淡水中镭 ²²⁶ 及其子代产物的含量.....	(359)
(四) 天然放射性核素(中等质量).....	(360)
(五) 重的天然放射性核素.....	(360)
(六) 人工放射性镎系($4n+1$)核素.....	(364)
(七) 主要的放射性核素.....	(366)
五、噪声监测.....	(375)
(一) 气体的几个声学特性.....	(375)
(二) 大气中的声传播.....	(377)
(三) 常见噪声源的特性.....	(383)
(四) dB 的计算.....	(391)
六、样品的分解.....	(393)
(一) 分解样品的一般原则和方法.....	(393)
(二) 溶解法.....	(393)
1. 酸溶解法.....	(393)
2. 酸与氧化剂、还原剂、盐类混合溶样.....	(398)
3. 其它溶样法.....	(399)
4. 有机物的消化.....	(403)
5. 常见金属试样溶剂的选择.....	(407)
(三) 其它分解方法.....	(409)
1. 封闭溶解法.....	(409)
2. 电解溶样法.....	(411)
(四) 各类样品的分解方法.....	(411)

(II)

一、电化学分析	(415)
(一) 电导分析法	(415)
1. 标准氯化钾溶液的比电导	(415)
2. 电解质在水溶液中的当量电导和阳离子迁移数	(415)
3. 离子的极限当量电导 (25°C)	(417)
4. 离子的当量电导 (λ)	(422)
(二) 电位分析法	(422)
1. 离子选择性电极	(422)
(1) 几类离子选择电极的组成、性能和应用	(423)
(2) 参比电极的电位	(439)
(3) 离子选择电极的使用方法	(440)
(4) 甘汞电极	(446)
(5) 银—氯化银电极在不同温度时的标准电位和电位	(449)
(6) 饱和氯化钾铂汞齐—氯化亚铂电极在不同温度时的电位	(451)
(7) 醌氢醌电极在不同温度时的标准电位	(452)
2. 电位滴定	(452)
(1) 无机物质的电位滴定	(452)
(2) 不同温度时的 $2.3026RT/F$ 值	(475)
(3) 常用的离子强度 pH 调节缓冲剂	(476)
(三) 库仑 (电量) 分析法	(477)
1. 直接库仑分析法	(477)
2. 间接库仑分析法	(481)
3. 控制电位库仑分析法	(486)
4. 控制电流库仑分析法 (库仑滴定)	(496)
5. 常用的库仑滴定剂	(511)
(四) 极谱分析法	(511)
1. 交流极谱	(511)
2. 方波极谱	(513)
3. 脉冲极谱	(516)
4. 极谱分析常用的半波电位	(519)
(五) 溶出伏安法	(531)
1. 金属在汞中的溶解度和金属原子在汞中的扩散系数	(531)
2. 离子的富集电位	(533)
3. 物质的溶出伏安法测定	(537)
二、光学分析	(544)
(一) 可见和紫外分光光度法	(544)
1. 电磁辐射的频率、波长和波数	(544)
2. 滤光片的选择	(552)
3. 常见元素的分光光度分析	(552)
4. 单个元素的选择性萃取比色	(597)
5. 常用有机显色剂及其测定的离子	(600)

6. 表面活性剂在分光光度法中的应用.....	(606)
(1) 分光光度法中常用的表面活性剂.....	(607)
(2) 表面活性剂在胶束增溶分光光度法中的应用.....	(611)
(3) 表面活性剂在溶剂萃取分光光度法中的应用.....	(622)
7. 元素的三元络合物荧光测定法.....	(626)
(二) 原子吸收分光光度法 (AAS)	(636)
1. 各原子吸收线 (按波长顺序排列)	(636)
2. 常用分析线的灵敏度、检出限及测定条件.....	(647)
3. 校正波长常用的汞、氦发射谱线.....	(689)
4. 光谱干扰类型和干扰线.....	(689)
5. 光源内的干扰谱线.....	(692)
6. 校正背景用的测定线.....	(694)
7. 常用的内标元素.....	(695)
8. 光谱重叠的应用.....	(696)
9. 空气—乙炔火焰中的分子吸收光谱.....	(697)
10. 某些化合物分子吸收的影响.....	(699)
11. 常用火焰及其特性.....	(699)
12. 原子吸收光谱法中常用的有机试剂和溶剂.....	(703)
13. 透光度 (T) 与吸光度 (A) 的换算.....	(703)
14. 吸收率与吸光度的换算.....	(708)
(三) 原子荧光分光光度法 (AFS)	(711)
元素的火焰原子荧光光谱及其测定.....	(711)
(四) 原子发射光谱法 (AES)	(812)
1. 不同光源性能比较.....	(812)
2. 常用光栅摄谱仪性能比较.....	(812)
3. 常用国产光谱感光板的型号和性能.....	(813)
4. 分析元素的波长灵敏度及干扰元素.....	(813)
5. 发射光谱灵敏线和其它谱线.....	(826)
6. 发射光谱分析常用的内标元素.....	(829)
(五) X—射线光谱分析.....	(830)
1. 各种靶材料适合的分析元素范围.....	(830)
2. 常用的分析晶体.....	(831)
3. 各种探测器性能比较.....	(835)
4. 各种不同色散方法的比较.....	(837)
(六) 放射性同位素分析.....	(839)
1. 氡的衰变生长.....	(839)
2. 钟罩型计数管测 β 放射性的相对几何校正因子.....	(840)
3. 常见生物样品的灰分、钙及钾含量.....	(840)
4. 部分食品平均灰样比及可食部分要求.....	(841)
5. 食品样品灰化最高温度.....	(843)
6. 国产过滤材料规格和溶解性.....	(843)
7. e^{-x} 函数值.....	(844)
8. 线质系数与最大容许剂量标准.....	(845)

三、气相色谱法 (GC)	(846)
(一) 常用载气	(846)
(二) 各种吸附剂及其性质	(847)
(三) 常用的色谱固定液	(849)
(四) 几种载体的化学组成与物理性质	(858)
(五) 压力校正因子 (j)	(859)
(六) 常用检定器性能比较	(861)
(七) 几种热敏元件的电导性质	(863)
(八) 放射源的一般特性	(864)
(九) 元素和组份的原子或分子的有效截面积	(865)
(十) 气体和有机蒸气的热传导率	(866)
(十一) 不同类型化合物在热导池检定器上的相对校正因子	(867)
(十二) 各种有机化合物在氢火焰离子化检定器上的相对校正因子	(873)
(十三) 气相色谱分离条件	(876)
(十四) 测定化学功能团的有关试剂	(877)
(十五) 柱前预处理法和柱上选择性除去法	(879)
(十六) 官能团分类试验表	(882)
(十七) 金属元素的螯合色谱测定	(883)
(十八) 气相色谱法中金属螯合物的配位剂及应用	(884)
(十九) 有机磷农药的相对保留时间	(887)
(二十) 有机氯杀虫剂的保留时间和灵敏度	(887)
(二十一) 色—质联用不同色谱柱的操作特性和常用固定液	(888)

第四篇 标准

一、标准合成水样	(891)
二、各种标准	(893)
国内标准	(893)
I. 水质方面	(893)
II. 底质方面	(893)
III. 食品方面	(894)
IV. 大气方面	(894)
V. 噪声方面	(894)
国外标准	(894)
I. 水质方面	(894)
II. 土壤、污泥方面	(895)
III. 农药残留量方面	(895)
IV. 大气方面	(895)
V. 噪声方面	(896)
VI. 其它方面	(896)

第一篇 监测分析常用知识和资料

一、环境监测的目的、分类和原则

环境监测分析是以环境为对象,运用物理的、化学的、生物的技术手段,对各环境要素的有关组成成分及其中污染物进行定性、定量和系统综合分析,以探索研究环境质量及其规律的一门科学。广义的环境监测学可定义为研究环境质量的性质和组成的科学,狭义的环境监测学可理解为对环境质量进行测试与鉴定。环境监测学应包括两个方面,即监测对象与监测方法。对象与方法的矛盾促进了环境监测学的发展。所谓对象是指环境保护和环境科学实验对监测提出的要求与问题;所谓方法是解决这些问题的手段。

环境监测学是一门综合性的实用技术与应用科学,它是以测定代表环境质量的各种标志数据为其主要任务。

现代环境问题的出现,要求认识与解决环境问题,把握住环境质量的特性和组成,引用分析化学于环境问题的研究,就出现了以研究剖析环境质量为对象的环境监测学。环境监测学虽然部分脱胎于分析化学,又不局限于分析化学。如物理污染的监测和生物指示监测是现代分析化学无论如何也包括不了的,更何况环境监测学的要求不只是停留在得到一批环境监测的数据,更重要的是如何用这些监测数据去描述和表征环境质量的现况、动态、趋势,并预测环境质量的变化趋势。

环境监测是环境保护工作和环境科学研究的基础,目前已广泛利用近代物理、化学的新技术以及生物对环境污染所发生的各种信息,进行环境中有毒有害物质的定性和定量监测。室内分析技术也有了很大发展。

(一) 环境监测的目的

1. 检验和判断环境质量是否符合国家规定的环境质量标准,对大气、水、土壤、生物等进行监测,如发现污染,则进一步追查其污染源及污染原因。

2. 对污染源进行定期的观察和监测,检查各工厂、矿山等企业对国家规定的排放标准的执行情况。在定期监测的基础上,进一步掌握污染的动态变化,判断污染源造成的污染影响——污染物在时间和空间的分布模型、污染最严重的区域,污染物的迁移转化与归趋,确定防治的对策,并评价防治措施的效果。

3. 确定污染物的浓度分布的现状、发展趋势和发展速度。掌握污染物作用于物理系统和生物系统的规律性,污染物的污染途径和管理对策。

4. 研究污染扩散模式,一方面为新污染源对环境的影响进行预断评价,给决策部门提供依据;另一方面为环境污染的预测预报提供数据资料。

5. 收集环境本底及其趋势数据,积累长期监测资料,结合流行病学调查、社会及经济调查等资料,为保护人类健康和合理永续地使用自然资源,以及制定并不断修改环境质量标准提供科学依据。

总之,环境监测是社会发展与公益性的事业,是为控制污染、保护环境服务的,对于人类生存和社会文明具有重要意义。

(二) 环境监测的分类

环境监测依其性质可区分为三大类:

1. 研究性监测

任何环境质量调查的第一步都是确定污染物。然后，通过监测弄清污染物从排放源排出至受体的迁移变化的趋势和规律。当收集到的数据表明存在环境问题时，则必须研究确定污染物对人体、生物和景观生态的危害程度和性质。

这类监测系统比较复杂，需要有一定技术专长的人员参加操作，并对监测结果作系统综合分析。这些研究要求有多学科的技术人员密切配合、立体交叉、相互协同才能完成。

2. 监视性监测

监视性监测又称例行监测，它包括污染源控制排放监测和污染趋势监测。前者是在工矿企业等的废水、废气的排放口，设置自动监测仪器，或者定期、定点测定排放量和分析排放物中有害物质的浓度。它可以提供评定控制排放的效果所需要的资料，根据总量控制要求和环境容量，判断超过环境标准的程度，评价向环境目标迈进中所取得的进展。污染趋势监测基本上都是采用各种监测网（如大气监测网、水体监测网），在设置的测点上长年累月、年复一年不间断地收集环境数据（定期采样分析或安置自动监测仪器），用以评价一个城市、区域、省、国家或世界环境污染的现状、超过标准的程度、污染变化的趋势，以及环境改善所取得的进展等。

3. 特定目的监测

这类监测包括流动监测、空中监测、遥测、遥感等，他们多为意外的高浓度污染发出警报，以便在污染造成危害之前采取预防措施，并且确定各种紧急情况下的污染程度和波及的范围。如，事故性石油溢流所危及的范围，核动力站事故发生时放射性物质危害的空间等。当某企业等排出的污染物引起污染纠纷时，进行的仲裁监测也属此类。

以上三大类监测都是以国家颁发的排放标准和卫生标准为依据的。

（三）环境监测的原则

在环境监测中，由于受人力、物力、财力和监测手段等方面条件的限制，不可能包罗万象地监测，应根据需要和可能，运用系统理论的观点和方法，寻求优化监测方案，并要坚持以下几条原则。

1. 监测对象的选择

在选择监测对象时应从以下三个方面来考虑：

（1）在实地调查的基础上，根据污染物质的特征性质（如自然性、扩散性、活性、毒性、持久性、生物可分解性、生物累积性等），选择那些毒性大、持久性强、生物富集性高、危害严重、影响范围大的污染物。对于潜在性危害大的污染物也不可忽视。如果将污染物的各种理化和生物等特征性质作数量化表征，组合成一个公式，给出特殊物质潜在危险的指数，比较各种污染物质指数的高低，即可以知道它们潜在危险性的大小，做出较精确的选择。

（2）必须保证对确定监测的污染物质有可靠的科学测试手段和有效的分析方法，并能获得具有代表性、可靠性和可比性的结果。

（3）必须保证对所监测的数据能够作出正确的解释和判断，或者至少对这种判断的正确性是已知的。要用标准或对人体健康及生物系统的影响，做出合理的评价；如不然，则对这种污染物就应先研究它对环境的影响，制定出环境标准，然后才能设计制定环境监测计划，这样，可以防止监测中的盲目性。

2. 优先监测的原则

在需要监测的项目往往很多时，由于不可能同时进行，以须坚持优先监测的原则：

（1）污染物质本身的重要性

污染物质本身的重要性，包括污染物质的性质，对自然界的影响以及问题所涉及的范围。对于影响范围大的污染物要优先监测。造成区域性污染严重的污染物与大规模全球性范围的污染物相比，污染范围只占有较小的比例。因此，前者只有在问题发生的局部地区具有重要性，而后者是大范围的，具有优先监测的必要。如燃烧和汽车排气的污染是世界性的问题，对人类健康影响颇大，在大气监测中应优先考虑二氧化硫、氮氧化物、臭氧、一氧化碳、颗粒物及其组份——铅和苯并（a）芘等项目。在水质监测中，汞、铅、镉、放射性物质以及PCB、DDT等具有全球性意义的项目，应优先考虑；饮用水的硬度、硝酸盐和细菌总数等也应予以考虑；对工业废水中的有毒物质，生活污水中BOD、氨氮等亦应加以重视。

（2）问题的迫切性

对于环境中某一污染物质，我们有理由推知其含量远在阈值以下，其影响范围不会超出局部地区，在将来还会因工艺改革、技术进步而使浓度继续降低时，可以间隔较长时间监测甚至暂不监测。相反，有些污染物质的浓度已接近安全界限，具有潜在性危险，并且污染趋势有可能或正在上升的，也应列入优先监测的范围。

（3）监测方法的有效性

一般而言，在监测方法比较成熟并且证明测定已经有效时，可以进行监测，以取得准确可靠和可比性的数据。否则，应致力于研究方法，发展方法。当方法不成熟或技术上无把握时，不要过早或不适当地去监测环境中的含量。

（4）监测的因子具有广泛代表性的项目，也可以考虑优先监测。如，用过氧化铅圆筒法测定大气中一段时间的硫酸盐作用速率，用加拿大杨树测定大范围的氟污染；用树上或石碑、建筑物上的苔藓和地衣群落的组成、结构和数量取得某一地区硫氧化物和光化学氧化剂浓度的总评价；用河湖中沉积物柱状样品的分层测定以追溯该水域以往环境的历史变迁，用树木年轮的分析监测也可表征该区域环境的历史纪录。这些都比经常作污染物的个别样品分析更为科学、客观、经济 and 有效。按照这些原则来安排监测工作，将使有限的力量使用得更为有效。

二、监测分析常用纯水的制备

在环境监测分析工作中, 试验用水的纯度有着重要的意义。不纯净的水是分析工作的主要污染原因之一。普通蒸馏水中有时含有少量的阳离子以及少量的阴离子等, 不能满足监测分析工作的要求, 需要进一步纯化。

环境监测分析常用纯水的制备方法列于表 1—1 中。

表1—1 监测分析常用纯水的制备方法

名 称	制 备 方 法
重蒸馏水 (二次水)	一般用石英蒸馏器或硬质全玻璃蒸馏器(附有缓冲球者为佳)将普通蒸馏水重蒸馏, 亦可用一般的硬质玻璃蒸馏烧瓶与冷凝管重蒸馏(注意橡皮塞、胶皮管等的污染)
二次去离子水	将用离子交换树脂法制得的去离子水再用离子交换树脂处理一次
蒸馏—离子交换水	将一般蒸馏水经离子交换树脂(强酸性阳离子交换树脂和强碱性阴离子交换树脂等重量混合)法处理, 得比电导 $10^{-6}\Omega^{-1}\cdot\text{Cm}^{-1}$ 左右纯水
无离子水	将普通蒸馏水经OH型离子交换树脂(其中含有一部分强酸性阳离子交换树脂)处理, 即可得到无微量普通离子的高纯水; 一般将普通蒸馏水用适合环境监测分析要求的离子交换树脂或离子交换滤筒处理, 制得符合要求的无离子水; 用新鲜离子交换柱和高质量的蒸馏水交换, 可得到总残渣最高含量 0.1mg/l 、最大电导率为 $0.06\mu\Omega/\text{cm}$ 的无离子水。这种水适用于测定氨、微量金属和低浓度的许多阳离子; 由于离子交换树脂会增加有机污染, 所以不适用于某些有机分析
石英蒸馏水	用石英蒸馏器将普通蒸馏水再蒸馏一次、二次或二次以上的纯水
医用蒸馏水	将普通蒸馏水经过高压蒸汽灭菌等方法处理即得医用蒸馏水
无铜水	(1) 在1升普通蒸馏水中加入2ml浓硫酸及几粒玻璃珠, 用硬质全玻璃蒸馏器重新蒸馏即得; (2) 离子交换树脂法: 取强酸型阳离子交换树脂适量, 加蒸馏水浸泡过夜, 倾去浸泡水, 加四倍于树脂体积的2M盐酸浸泡4~8h, 再更换一次酸液浸泡过夜, 倾出酸液, 用水洗1~2次, 再用普通蒸馏水冲洗到近中性, 即可装入交换柱。在装柱时, 避免混入气泡, 为此要将水与树脂同时倒入柱内。交换柱, 可选用有机玻璃、玻璃或聚乙烯塑料管等, 一般管径为3~4cm, 柱长不得小于50cm。此柱每分钟可制得20~50ml无阳离子纯水。或者用市售离子交换纯水器制备
无汞水	(1) 将普通蒸馏水用全玻璃蒸馏器重蒸馏即可; (2) 用强酸性阳离子交换树脂柱和强碱性阴离子交换树脂柱处理普通蒸馏水即得无汞水。贮存于聚乙烯瓶中

(注) M—(体积)摩尔浓度, 单位是摩(尔)每升, mol/L 。除专门说明外, 本册中浓度M皆同。

续 表

名 称	制 备 方 法
无 锌 水	(1) 将普通蒸馏水用全石英蒸馏器重蒸馏即得；(2) 用全塑料柱或石英柱（强酸性阳离子交换树脂）制得；(3) 在1l普通蒸馏水中加入2ml浓硫酸和几粒玻璃珠，用硬质全玻璃蒸馏器重新蒸馏即得无锌水；无锌水贮存于聚乙烯瓶中
无 氨 水	(1) 蒸馏法：在1升普通蒸馏水中，加入0.1~2ml浓硫酸（也可以同时加入少许高锰酸钾，使水保持紫红色），用全玻璃蒸馏器重蒸馏，用玻璃容器接收馏出液即得；(2) 离子交换树脂法：10g强酸性阳离子交换树脂和4l普通蒸馏水共摇，或者让蒸馏水通过这种离子交换树脂柱来制备较大量的无氨水（去离子水可能含有来自离子交换材料的有机氮化物）；(3) 将1.5~2l普通蒸馏水置于烧瓶中，放入一小片红色石蕊试纸，加入 NaHCO_3 至试纸变兰色。将烧瓶置于电热板上加热，煮沸至原体积的 $\frac{1}{4}$ 为止，冷却，倒入玻璃瓶中，塞好保存。(4) 在普通蒸馏水中，按每升加入0.5g（或1g）左右的过硫酸钾（分析纯）和50（或15）ml 0.12M（或0.5M）NaOH的比例加入过硫酸钾和0.12M NaOH，敞口煮沸数min，再进行蒸馏（最好采用密闭蒸馏系统），直到剩余150ml时为止。（注意应避免实验室内空气中存在的氨的污染！）
无 酚 水	(1) 将普通蒸馏水置于全玻璃蒸馏器中，加入固体氢氧化钠调节至呈强碱性（也可以同时加入少许高锰酸钾，使水呈深紫红色），蒸馏即得无酚水；(2) 在普通蒸馏水中，按10~20mg/l的比例加入粉末状的活性炭，充分振摇后，用定性滤纸过滤即得无酚水；(3) 将普通蒸馏水用离子交换树脂及活性炭处理后，在色谱仪上检查无杂质峰时，即得无酚的高纯水
无 氯 水	(1) 将普通蒸馏水置于硬质烧杯中，煮沸蒸发去 $\frac{1}{4}$ ，剩余蒸馏水即为无氯水；(2) 在自来水中加入亚硫酸钠等还原剂，将余氯还原为氯离子（用邻甲苯胺检查不显黄色），用全玻璃蒸馏器（附有缓冲球）进行蒸馏制得
无 碘 水	在普通蒸馏水中加入氢氧化钠，进行重蒸馏即得无碘水（氢氧化钠与碘生成碘化钠及次碘酸钠，蒸馏时留在水中）
无 氟 水	(1) 蒸馏法：按每1普通蒸馏水中加入1g氢氧化钠和0.1g三氯化铝的比例加入这两种试剂，进行重蒸馏；(2) 离子交换法：用离子交换树脂处理得到去离子水（电导率应为 $0.2\sim 5\mu\Omega/\text{cm}$ ）即为无氟水
无 铅 水	(1) 蒸馏法：在1l普通蒸馏水中加入2ml浓硫酸和几粒玻璃珠，用全玻璃蒸馏器重蒸馏；(2) 离子交换法：使原水或普通蒸馏水通过氢型强酸性阳离子交换树脂柱即得无铅（重金属）水。离子交换树脂的处理见无铜水的制备方法。贮水容器事先应以6M硝酸溶液浸泡过夜，并用无铅水洗净
无 镉 水	将普通蒸馏水通过经处理的阳离子交换树脂柱即得无镉水，贮于聚乙烯瓶中
无 硼 水	(1) 蒸馏法：将普通蒸馏水在石英蒸馏器中加入少许氢氧化钠重蒸馏即得；在蒸馏水中加入少许甘露醇（防止硼的挥发）重蒸馏即得；(2) 用离子交换树脂法制备

续 表

名 称	制 备 方 法
无硝酸盐氨水	(1) 在普通蒸馏水中加入少许高锰酸钾使呈红色, 再加氢氧化钡(或钙)使呈碱性, 重蒸馏, 弃去初馏分, 收集中间70%的无锰部分; (2) 在1升普通蒸馏水中加入1ml浓硫酸和0.2ml硫酸亚锰溶液(每100ml水中含36.4g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 再加入1—3ml稀(0.04%)高锰酸钾溶液, 使呈红色, 重蒸馏即得; (3) 见无氨水制法(4)
无亚硝酸盐 氨 水	(1) 蒸馏法: 在普通蒸馏水中, 加入氢氧化钠(1g/1l)呈显著碱性, 重蒸馏即得; 在普通蒸馏水中加少许高锰酸钾使呈红色, 再加氢氧化钡(或钙)使呈碱性, 重蒸馏, 弃去初馏分, 收集中间70%的无锰部分即得; 在1l普通蒸馏水中, 加入1ml浓硫酸和0.2ml硫酸亚锰溶液(每100ml水中含36.4g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 再加入1—3ml稀(0.04%)高锰酸钾溶液至呈红色, 重蒸馏即得; (2) 用离子交换法制得的去离子水即是; (3) 将普通蒸馏水装入无色容器(如瓶子)里, 在太阳光下曝晒一天即可
无二氧化碳水	(1) 在普通蒸馏水或去离子水中加几粒玻璃珠, 煮沸15~20min, 或煮沸至原体积的四分之一, 盖好, 冷至室温即得。最好在带钠石灰管塞子的玻璃容器中冷却, 以免空气中的二氧化碳重新溶入; (2) 在普通蒸馏水或去离子水中通以惰性气体(如纯氮气)剧烈曝气, 达到饱和后(即除去二氧化碳), 得到无二氧化碳水; (3) 用离子交换树脂法制得去离子水即是; 无二氧化碳水一般pH应为6.2~7.2, 需贮存于带钠石灰管塞子的瓶子中, 但一般不可久存
无氧化剂水	依所监测分析的对象不同, 选用不同的还原剂, 将蒸馏水事先进行处理, 以除去可能存在的氧化性物质
无还原性物 质 水	依所监测分析的对象不同, 事先将蒸馏水用不同的氧化剂处理, 以除去可能存在的还原性物质。如, 测定锰时在1l蒸馏水中加入100ml 85%的磷酸和1g高碘酸钾, 加热煮沸1h, 严加密封(瓶塞用金属箔包裹, 如用铝箔, 或用玻璃瓶塞), 即为无还原性物质水
饱和 氧 水	将普通蒸馏水放置较长时间或者用人工曝气的方法使溶解氧达到饱和
水中有机物的 氧化(无有机 物水)	(1) 在普通蒸馏水中, 加入少量的高锰酸钾碱性溶液, 重蒸, 即得。在蒸馏过程中, 水应始终保持红色, 否则应及时补加高锰酸钾。(2) 将蒸馏水或去离子水用 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 回流4h后在全玻璃蒸馏器中重蒸馏即得。(3) 将普通自来水用85%磷酸(2ml/l)酸化并加入25g/l的过硫酸钾回流3h, 以氧化所有含碳化合物并排出所产生的二氧化碳。蒸馏时先馏出约100ml馏液弃去, 收集其后的馏液。防止 CO_2 溶入
无 砷 水	普通蒸馏水或去离子水一般可达到无砷的要求, 但应注意不能使用软质玻璃(钠钙玻璃)制成的蒸馏器、树脂管和贮水容器。进行痕量砷的分析时, 须使用石英蒸馏器或聚乙烯的树脂管和贮水容器
无 氧 水	用适量(2~5l)蒸馏水煮沸30~60min制得。在煮沸过程中将氮气通入水中鼓泡, 并在通氮气鼓泡条件下使水冷至室温。临用前制备, 使用时应虹吸取出

三、监测分析器皿的洗涤

(一) 常用洗涤液的配制和应用

常用洗涤液的配制和应用列于表1—2中。

表1—2 常用洗涤液的配制和应用

洗涤液	配 制 方 法	应 用 说 明
铬酸洗涤液	1 按1:1的重量比,在重铬酸钾中加入水,并微热溶解。冷至室温,在搅拌下,缓慢加入工业硫酸,加至开始加酸时析出的沉淀溶解为止。 2 在20g重铬酸钾中加入40ml水,加热溶解后,冷至室温。在搅拌下缓慢加入350ml浓硫酸,贮于磨口玻璃塞瓶中。 3 在35ml饱和的重铬酸钠溶液中,慢慢加入1l浓硫酸(比重1.84)并搅拌均匀	玻璃器皿用洗涤液浸润15min或浸泡数h甚至过夜后,倾出洗液,用水冲洗多次,最后再用纯水冲洗数次;许可时,加热洗涤,速度快,效果好。 此洗涤液有强烈的腐蚀作用,应尽量避免它被水稀释;多次使用后,效力降低,变成绿色,加入适量高锰酸钾粉即可再生。 洗涤聚乙烯等塑料器皿时,不可加热,接触时间亦不宜过长
饱和氢氧化钠—乙醇洗涤液	将120g氢氧化钠溶于120ml水中,用95%乙醇稀释至1l	在铬酸洗涤液无效时,用此洗涤液清洗各种油污、树脂等。 由于碱对玻璃有腐蚀性,此洗液不得与玻璃器皿长时间接触
氢氧化钾—乙醇洗涤液	将25g氢氧化钾溶于最少量水中,再用工业乙醇稀释至1l	清除玻璃器皿上的油脂污垢等。注意,此洗涤液不得与玻璃器皿长时间接触
碱性高锰酸钾洗涤液	将4g高锰酸钾溶于少量水中,再加入100ml10%的氢氧化钠溶液。贮存于带橡皮塞的玻璃瓶中。	清洗玻璃器皿内的油污或有机物;一般浸润5—10min后即倾出;在器皿壁上污染处析出一层MnO_2,倒入适量浓盐酸使之与MnO_2反应,产生的氯气则起着清除污垢的作用。 用浓硫酸或亚硫酸钠还原性洗涤液都可以除掉MnO_2;不能用于测定锰时器皿的洗涤。
硫酸亚铁酸性洗涤液、酸性亚硫酸钠洗涤液	将5—10g硫酸亚铁溶于100ml稀硫酸溶液中。 将亚硫酸钠溶于稀硫酸中	洗涤贮存高锰酸钾溶液或使用碱性高锰酸钾洗涤液后,残留在器皿上的棕色污斑