

环境监测实验教程

陈建荣 王方园 王爱军 主编



科学出版社

环境监测实验教程

周德成 王学刚 刘成华 主编

中国环境出版社

环境监测实验教程

陈建荣 王方园 王爱军 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书介绍了环境监测过程中各类常用的方法,内容从样品采集到现代分析仪器的使用,从常规环境监测到复杂环境样品中微量污染物分析。全书共选择 19 个常规实验和 7 个综合型和研究设计型实验,内容涵盖水质监测、大气废气监测、土壤污染物监测、环境噪声监测等,突出环境样品的多样性和实验方法的互补性,体现实验科学的实用性、知识性和先进性,有利于学生对环境监测全过程的掌握与运用,培养学生独立思考及设计实验、独立分析问题和解决问题的能力。

本书可作为高等学校环境类专业环境监测课程的实验教学用书,也可作为广大环境监测工作者的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验教程/陈建荣,王方园,王爱军主编. —北京:科学出版社, 2014. 10

ISBN 978-7-03-042150-0

I. ①环… II. ①陈… ②王… ③王… 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(2014)第 236420 号

责任编辑:赵晓霞 / 责任校对:朱光兰

责任印制:霍 兵 / 封面设计:陈 敬

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

新科印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014 年 10 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2014 年 10 月第一次印刷 印张:8 3/4

字数:170 000

定价:22.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

环境监测是环境类专业的一门专业必修课,其应用性和实践性很强。为了使 学生能更好地理解和掌握环境监测课程的理论教学内容,培养学生的动手能力,满足高等学校实验教学的要求,我们编写了《环境监测实验教程》,其中选择了环境监测基础及典型实验项目,并介绍了监测实验的准备、基础知识以及各种监测方法,在此基础上,还增加了综合型、创新型与研究型内容,力求体现实验的知识性、先进性、实用性。本书的附录部分还提供了相关质量标准与监测技术规范等内容,有利于学生对环境监测的全过程 的掌握与运用。

本书面向环境科学专业和环境工程专业的本科学生实验教学。内容涉及环境样品中水、大气、土壤等类型,涵盖了环境监测的各种方法,样品分析既有化学法,又有现代仪器分析方法。实验类型按模块进行设计,分为基础验证性实验、综合实验和研究探索型实验,分阶段对学生进行各种技能的训练。通过本课程学习,学生对环境监测的过程,如现场监测与调查、监测计划设计、优化布点、样品采集、运送保存、分析测试、数据处理、综合评价等,能全方位的了解和掌握,在样品的分析测试上可以接触先进的大型精密仪器,初步了解环境监测最新的分析测试技术,并具备独立从事环境监测工作的能力。本书从环境监测基础实验、环境监测综合实验到环境监测研究探索型实验,循序渐进分阶段对学生进行有针对性的训练。其中基础实验为验证性实验,侧重于基础实验技能的训练。综合实验是建立在验证性实验的基础上,设计了水和大气监测的综合实验,让学生全面掌握区域环境监测的全过程,研究探索型实验的一部分内容是由科研成果转化而来的,一部分是目前国内外正在发生或亟待解决的环境问题,让学生接触环境监测领域的研究前沿与正在发生的环境问题,提高学生的动手能力,为今后工作以及科学研究奠定基础。

本书由浙江师范大学地理与环境科学学院多年从事教学、科研及实验指导的教师陈建荣、王方园和王爱军编写。由王方园、王爱军负责整理与编校等工作,陈建荣教授对全书进行了统稿、审核和定稿。

由于编者水平有限,加之时间仓促,书中疏漏和不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2014 年 7 月

目 录

前言

第一部分 环境监测实验基本要求与考核方式	1
第一节 环境监测实验的要求与目的	1
第二节 环境监测实验基本操作及注意事项	2
第三节 考核方式	3
第二部分 环境监测实验	6
实验一 水中浊度的测定	6
实验二 水中色度的测定	10
实验三 废水悬浮固体和浊度的测定	12
实验四 化学需氧量(COD _{Cr})的测定	14
实验五 溶解氧的测定方法(碘量法)	17
实验六 生化需氧量(BOD ₅)的测定	20
实验七 工业废水中铬的价态分析	24
实验八 水中挥发酚类的测定——4-氨基安替比林分光光度法	26
实验九 废水中油的测定(紫外分光光度法)	30
实验十 氨氮的测定——纳氏试剂光度法	33
实验十一 大气中总悬浮颗粒物的测定	36
实验十二 空气中氮氧化物的测定(盐酸萘乙二胺分光光度法)	40
实验十三 大气中苯系物的测定	44
实验十四 大气中二氧化硫的测定——甲醛吸收-盐酸副玫瑰苯胺分光光度法	48
实验十五 环境空气 PM ₁₀ 和 PM _{2.5} 的测定——重量法	54
实验十六 固体废物的水分、有机质、养分测定	59
实验十七 环境噪声监测	63
实验十八 土壤中重金属的测定	66
实验十九 原子吸收分光光度法测定茶叶样品中铜的含量	69
第三部分 综合型和研究设计型实验	71
实验一 湖水或河水水质监测(综合型实验)	71
实验二 工业废水监测(综合型实验)	71

实验三	环境空气质量监测(综合型实验)	71
实验四	生物或土壤污染监测(设计型实验)	72
实验五	环境噪声监测(设计型实验)	72
实验六	室内环境质量监测与评价(设计型实验)	72
实验七	学生创新实验(选做)	73
第四部分	附录	74
附录一	地表水环境质量标准(GB 3838—2002)	74
附录二	环境空气质量标准(GB 3095—2012)	84
附录三	土壤环境质量标准(GB 15618—1995)	91
附录四	地下水环境质量标准(GB 3838—2002)	94
附录五	生活饮用水卫生标准(GB 5749—2006)	98
附录六	大气污染物综合排放标准(GB 16297—1996)	107
附录七	污水综合排放标准(GB 8978—1996)	128
参考文献		134

第一部分 环境监测实验基本要求与考核方式

第一节 环境监测实验的要求与目的

一、要求

环境监测是通过化学分析与仪器分析手段对环境中的污染物或者影响环境质量的因素进行测定(定性、定量的测定),从而获取相关数据资料,利用所得的数据资料来描述和判断环境质量的现状,并预测环境质量在未来一段时间内的发展变化趋势。环境监测的目的是准确、及时、全面地反映环境质量现状与发展趋势,并为环境管理、污染源控制、环境规划等提供科学依据。环境监测的意义在于将监测所得的数据加以分析并反映出环境现状与预估环境的发展趋势,能为将来环境发展规划提供科学依据。

二、监测内容

目前环境监测分为监视性监测、特定目的监测和研究性监测,也可按监测对象将其分为水质监测、空气监测、土壤监测、固体废物监测、生物监测等。经过几十年的发展,如今的环境监测体系越来越严谨、越来越科学,其过程一般为:现场调查、监测计划设计、优化布点、样品采集与运送保存、环境样品分析测试、数据处理、综合评价等。针对不同程度的污染、不同种类的监测对象、不同种类的地形环境监测的处理方法又有所不同。同时,由于污染物在环境中显露的特性,环境监测还具有综合性、连续性、追踪性三大特点。

三、课程目的

环境监测是高等学校环境科学与环境工程专业必修的专业课程,是一门实践性很强的应用学科。环境监测实验教学是环境监测课程的重要环节,它的目的是帮助学生加深理解环境监测的基本原理,熟悉环境监测的基本过程,掌握环境监测中主要监测项目的方法原理与操作技术,熟悉主要监测仪器设备的工作原理和使用方法;提高学生观察、分析和解决问题的能力,培养学生进行科学实验的初步能力、严谨作风和实事求是的科学态度,使学生基本能胜任环境监测实践工作。

第二节 环境监测实验基本操作及注意事项

一、基本操作

(一) 药品的使用

(1) 使用药品或试液,应严格遵守实验中的用量或教师规定的用量,不可多取。如果有剩余,不要任意丢弃,也不要倒回原容器中,必须按照教师的指导作妥善处理。

(2) 取用任何药品时,都要及时把瓶塞盖好,药品取后放回原处。

(3) 称量试剂或药品时,应非常仔细,不要泼洒在台面或其他容器上。

(4) 不能用手直接抓取固体药品。应该用干净的镊子、骨匙或镍匙取用。

(二) 天平的使用

1) 托盘天平

(1) 称量时不要超过天平量程。天平要保持清洁,严防药品溢漏到天平盘上,如发现天平盘沾有药品,要立即擦去,以免损坏天平。

(2) 药品不得直接放在天平盘上称取,易潮解的和吸水的固体药品,如五水氯化铝、氢氧化钠等,要放在带瓶塞的锥形瓶中称取。

(3) 应按规定方法取用砝码,如发现砝码上沾有药品,必须立即擦干净。

(4) 称完药品后,一定要把砝码放回砝码盒中,不得把它留在天平盘上。

2) 电子天平

(1) 使用前先看清天平的量程,称量时不要超过天平量程。

(2) 使用时要调节平衡至平衡气泡处于平衡圈内。

(3) 采用称量纸、称量瓶或其他干燥清洁容器称量药品。保持天平的清洁,严防药品溢漏到天平盘上,如发现天平盘上沾有药品,要立即用天平帚轻轻扫去,以免损坏天平。

(4) 天平玻璃门不宜打开时间过长,使用完毕后必须立即关好。若天平内干燥剂已变色,应当立即将干燥剂烘干(干燥剂变回蓝色)。

(三) 烘箱的使用

(1) 使用烘箱时不得任意调节控温器,烘箱门要轻启轻关。

(2) 木塞、橡皮塞、纸以及涂有石蜡的仪器不得放入烘箱内。

(3) 放入烘箱前的仪器要先淋干水,磨口活塞应从仪器上取下单独放置。

(4) 烘箱用后,要及时把电源切断。

(四) 通风橱的使用

- (1) 有毒、有腐蚀性或有刺激性气味的药品应在通风橱中使用。
- (2) 使用时开启通风橱马达,将橱门关闭,使用者将手伸入橱内操作,不得把头伸入橱内。
- (3) 使用完毕,关闭通风橱马达,并将橱内整理清洁。

二、注意事项

- (1) 实验前,应检查仪器是否完整无缺,装置是否正确,全部装妥后再着手实验。
- (2) 初次实验应严格按照要求进行,如果要改变操作次序,或改变药品用量,必须先征得教师许可。
- (3) 实验时要严肃认真,集中注意力进行观察,要经常注意仪器有无破碎、漏气、反应是否正常。
- (4) 将玻璃管、玻璃棒或温度计插入塞子时,可在塞孔涂些甘油,这样更容易插入塞子中。
- (5) 为防止玻璃管插入时折断而割伤皮肤,手要垫上抹布,并握住玻璃管靠近塞子缓慢地旋转而进。
- (6) 废液应倒入指定的废物缸中,不要倾入水槽,以免侵蚀水管和发生事故。有机溶剂要倒入回收瓶中,集中处理。
- (7) 实验室要保持整齐、清洁;桌上不要放不用的仪器或药品;要保持水槽、仪器、桌面、地面的干净整洁;废纸、火柴梗等应放入指定的废物缸,切勿丢入水槽,以免堵塞下水管道。
- (8) 公用工具要轻拿轻放,用后放回原处,并保持其整洁完好。
- (9) 实验时观察到的现象及实验结果要及时记录在实验报告本上。
- (10) 做完实验后,将仪器洗净、放好,并清理实验台。值日生打扫实验室,清理水槽和药品台、地面,切断所有水、电、煤气,关好门窗。

第三节 考核方式

实验成绩单独按五级记分记录考试成绩。凡实验成绩不及格者,本课程必须重修。学生的实验成绩以平时考查为主,一般占总分的 80%,其平时成绩又以实验实际操作的优劣作为主要考核依据。在学期末或课程结束时,进行一定的实验操作考试,占总分的 20%。平时实验成绩的评价,由预习报告、课堂提问的回答情况、实验操作的掌握情况、实验数据的记录与处理、实验结果的误差与准确度、实验

报告的撰写质量等六个方面来评价,并对每个实验项目进行单独评价,最终评定成绩。

一、环境监测实验要求

(1) 做好每一个实验的预习工作,每位学生在上实验课时,首先必须交预习报告。

(2) 自觉遵守实验室规则,严格遵守实验操作程序,确保人身及财产安全。

(3) 本着实事求是的科学态度,认真、及时、清楚地记录实验现象和原始数据,不允许私自拼凑或篡改数据。实验完成后要把实验数据和结果交给老师检查,使老师能及时发现学生做实验过程存在的问题,以便加以纠正。

(4) 认真做好每一个实验项目,掌握监测实验仪器的使用方法,以提高操作技能和综合能力。

(5) 实验完成后,要清洗实验器皿,整理实验台,经老师同意后方可离开实验室。

(6) 掌握对实验数据的综合分析处理,学会撰写完整的实验报告。

(7) 按时交送实验报告。

二、成绩评定

1) 优秀(很好)

能正确理解实验目的和要求,能独立、顺利而正确地完成各项实验操作,会分析和处理实验中遇到的问题,能掌握所学的各项实验技能,较好地完成实验报告及其他各项实验作业,具有创造精神和能力。有良好的实验习惯。

2) 良好(较好)

能理解实验的目的和要求,能认真而正确地完成各项实验操作,能分析和处理实验中遇到的一些问题。能掌握所学实验技能的绝大部分,对难点较大的操作完成有一定困难。能较好完成实验报告和其他实验作业。有较好的实验习惯。

3) 中等(一般)

能粗浅理解实验目的和要求,能认真努力进行各项实验操作,但技巧较差。能分析和处理实验中一些较容易的问题,掌握实验技能的大部分。能基本完成各项实验作业和报告。处理问题缺乏条理。能认真遵守各项规章制度。

4) 及格(较差)

只能机械地了解实验内容,能按实验步骤“照方抓药”完成实验操作,完成60%所学的实验技能。遇到问题通常缺乏解决的办法,在别人启发下能作简单处理,但效果不理想。能基本完成实验报告,认真遵守实验室各项规章制度。

5) 不及格(很差)

实验技能掌握不全面,有些实验虽能完成,但一般效果不好,操作不正确。工作忙乱无条理。一般能遵守实验室规章制度,但常有小的错误。实验报告只有简单描述实验结果,遇到问题时无法清楚地了解原因,在教师指导下也很难完成各项实验作业。

第二部分 环境监测实验

实验一 水中浊度的测定

实验目的和要求

- (1) 掌握浊度的测定方法。
- (2) 加深对浊度概念的理解,学会通过比浊法进行水样浊度测定。
- (3) 实验前复习浊度的有关内容。

方法一 目视比浊法

一、原理

浊度是表现水中悬浮物对光线透过时所发生的阻碍程度。水中含有泥土、粉砂、微细有机物、无机物、浮游动物和其他微生物等悬浮物和胶体物都可以使水样呈现浑浊。水的浊度大小不仅与水中存在颗粒物含量有关,而且与其粒径大小、形状、颗粒表面对光散射特性有密切关系。将水样和硅藻土(或白陶土)配制的浊度标准液进行比较确定水样浊度。相当于 1mg 一定粒度的硅藻土(或白陶土)在 1000mL 水中所产生的浊度,称为 1 度。

二、仪器

100mL 具塞比色管;250mL 具塞无色玻璃瓶,玻璃质量和直径均需一致;1L 量筒。

三、试剂

浊度标准液:称取 10g 通过 0.1mm 筛孔(150 目)的硅藻土,于研钵中加入少许蒸馏水调成糊状并研细,移至 1000mL 量筒中,加水至刻度。充分搅拌,静置 24h,用虹吸法仔细将上层 800mL 悬浮液移至第二个 1000mL 量筒中。向第二个量筒内加水至 1000mL,充分搅拌后再静置 24h。吸出上层含较细颗粒的 800mL 悬浮液弃去,下部溶液加水稀释至 1000mL。充分搅拌后,储于具塞玻璃瓶中,其中含硅藻土颗粒直径大约为 $400\mu\text{m}$ 。取 50.0mL 上述悬浊液置于恒量的蒸发皿中,在水浴上蒸干,于 105°C 烘箱中烘 2h,置干燥器冷却 30min,称量。重复以上操

作,即烘 1h,冷却,称量,直至恒量。求出 1mL 悬浊液含硅藻土的质量(mg)。

浊度 250 度的标准液:吸取含 250mg 硅藻土的悬浊液,置于 1000mL 容量瓶中,加水至标线,摇匀。此溶液浊度为 250 度。

浊度 100 度的标准液:吸取 100mL 浊度为 250 度的标准液于 250mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液浊度为 100 度。于各标准液中分别加入氯化汞(注:氯化汞有剧毒)以防菌类生长。

四、实验步骤

(1) 浊度低于 10 度的水样。

吸取浊度为 100 度的标准液 0mL, 1.0mL, 2.0mL, 3.0mL, 4.0mL, 5.0mL, 6.0mL, 7.0mL, 8.0mL, 9.0mL 及 10.0mL 于 100mL 比色管中,加水稀释至标线,混匀,配制成浊度为 0 度, 1.0 度, 2.0 度, 3.0 度, 4.0 度, 5.0 度, 6.0 度, 7.0 度, 8.0 度, 9.0 度及 10.0 度的标准液。

取 100mL 摇匀水样于 100mL 比色管中,与上述标准液进行比较。可在黑色底板上由上向下垂直观察,选取与水样产生相近视觉效果的标准液,记下其浊度值。

(2) 浊度为 10 度以上的水样。

吸取浊度为 250 度的标准液 0mL, 10mL, 20mL, 30mL, 40mL, 50mL, 60mL, 70mL, 80mL, 90mL 及 100mL 置于 250mL 容量瓶中,加水稀释至标线,混匀。即得浊度为 0 度, 10 度, 20 度, 30 度, 40 度, 50 度, 60 度, 70 度, 80 度, 90 度和 100 度的标准液,将其移入成套的 250mL 具塞玻璃瓶中,每瓶加入 1g 氯化汞,以防菌类生长。

取 250mL 摇匀水样置于成套 250mL 具塞玻璃瓶中,瓶后放一有黑线的白纸板作为判别标志。从瓶前向后观察,根据目标的清晰程度选出与水样产生相接近视觉效果的标准液,记下其浊度值。

(3) 水样浊度超过 100 度时,用无浊度水稀释后测定。

(4) 分析结果的表达:水样浊度可直接读数。

方法二 浊度仪法

一、方法原理

利用一束红外线穿过含有待测样品的样品池,光源为具有 890nm 波长的高发射强度的红外发光二极管,以确保使样品颜色引起的干扰达到最小。传感器处在与发射光线垂直的位置上,它测量由样品中悬浮颗粒散射的光量,微计算机处理器

再将该数值转化为浊度值(透射浊度值和散射浊度值在数值上是一致的)。干扰及消除:①当出现漂浮物和沉淀物时,读数将不准确;②气泡和震动将会破坏样品的表面,得出错误的结论;③有划痕或沾污的比色皿都会影响测定结果。

二、仪器

多参数水质现场快速分析仪或其他浊度仪。

三、实验步骤

(1)按开关键将仪器打开,仪器先进行全功能的自检,自检完毕后,仪器进入测量状态。

(2)将完全搅拌均匀的水样倒入干净的比色皿内,距瓶口 1.5cm,在盖紧保护黑盖前允许有足够的时间让气泡逸出(不能将盖拧得太紧)。在比色皿插入测量池之前,先用无绒布将其擦干净,比色皿必须无指纹、油污、脏物,特别是光通过的区域(大约距比色皿底部 2cm 处)必须洁净。

(3)将比色皿放入测量池内,检查盖上的凹口是否和槽相吻合,保护黑盖上的标志应与仪器上的箭头相对,按读数(或测量)键,大约 25s 后浊度值就会显示出来。

(4)若数值小于或等于 40 度,可直接读出浊度值。

(5)若超过 40 度,需进行稀释。读出未经稀释样品的值 T_1 ,则取样体积 $V(\text{mL})=3000/T_1$,用无浊度水定容至 100mL。

四、计算

按步骤(1)~(5)读出浊度值,计算原始水样的浊度。

$$\text{浊度(度)} = T_2 \times 100/V$$

式中: T_2 ——稀释后浊度值。

注:(1)为了将比色皿带来的误差降到最低,在校准和测量过程中使用同一比色皿。

(2)将盛有 0 度标准溶液比色皿插入测量槽,再按 CAL(校准)键,大约 50s 后仪器校准完毕,可以开始测量。

(3)用待测水样将比色皿冲洗两次。这样可将仍保留在瓶内的残留液体和其他脏物去除。接着将待测水样沿着比色皿边缘缓慢倒入,以减少气泡产生。

(4)每次应以同样的力拧紧比色皿盖。

(5)读完数后将废弃的样品倒掉,避免腐蚀比色皿。

(6)将样品收集在干净的玻璃或塑料瓶内,盖好并迅速进行分析。如果做不到,则将样品储存在阴凉室温下。

(7)为了获得有代表性的水样,取样前轻轻搅拌水样,使其均匀,禁止振荡(防止产生气泡)和悬浮物沉淀。

实验二 水中色度的测定

一、实验目的和要求

- (1) 了解真色、表色、色度的含义。
- (2) 掌握铂钴标准比色法和稀释倍数法测定水的色度的原理和方法。

二、仪器

实验室常用仪器;50mL 具塞比色管(其刻度线高度应一致);pH 计。

适用范围:天然和轻度污染水可用铂钴比色法测定色度,对工业有色废水常用稀释倍数法。

I. 铂钴标准比色法

一、实验原理

用氯铂酸钾与氯化钴配成标准色列,与水样进行目视比色。每升水中含有 1mg 铂和 0.5mg 钴时所具有的颜色,称为 1 度,作为标准色度单位。如水样浑浊,则放置澄清,也可用离心法或用孔径为 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤以去除悬浮物,但不能用滤纸过滤。

二、试剂

(1) 光学纯水:用在蒸馏水或去离子水中浸泡 1h 的 $0.2\mu\text{m}$ 的滤膜过滤的蒸馏水或去离子水。

(2) 铂钴标准溶液:称取 1.246g 氯铂酸钾和 1.000g 氯化钴溶于 100mL 光学纯水中,加 100mL 盐酸,用水定容至 1000mL。此溶液色度为 500 度,保存在密塞玻璃瓶中,存放暗处。

三、实验步骤

- (1) 标准色列的配制。

向 50mL 比色管中分别加入 0、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、2.50mL、3.00mL、3.50mL、4.00mL、4.50mL、5.00mL、6.00mL 及 7.00mL 铂钴标准溶液,用水稀释至刻度,混匀。各管的色度依次为 0 度、5 度、10 度、15 度、20 度、25 度、30 度、35 度、40 度、45 度、50 度、60 度和 70 度。密塞保存于暗处,温度不超过 30°C ,可稳定一个月。

(2) 水样的测定。分别取 50.0mL 澄清透明水样于比色管中,如水样色度较大,可酌情少取水样,用水稀释至 50.0mL。