



环境监测 实验

HUANJING JIANCE
SHIYAN

张新华 杨期勇 张蔚萍 主编

中国环境出版社

环境监测实验

主 编 张新华 杨期勇 张蔚萍



中国环境出版社·北京

图书在版编目 (CIP) 数据

环境监测实验/张新华, 杨期勇, 张蔚萍主编. —北京:
中国环境出版社, 2016.11 (2017.6 重印)
ISBN 978-7-5111-2945-1

I. ①环… II. ①张…②杨…③张… 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 (2016) 第 272284 号

出版人 王新程
责任编辑 侯华华
责任校对 尹芳
封面设计 宋瑞



更多信息, 请关注
中国环境出版社
第一分社

出版发行 中国环境出版社
(100062 北京市东城区广渠门内大街 16 号)
网 址: <http://www.cesp.com.cn>
电子邮箱: bjgl@cesp.com.cn
联系电话: 010-67112765 (编辑管理部)
010-67112735 (第一分社)
发行热线: 010-67125803, 010-67113405 (传真)

印 刷 北京中献拓方科技发展有限公司
经 销 各地新华书店
版 次 2016 年 11 月第 1 版
印 次 2017 年 6 月第 2 次印刷
开 本 787×960 1/16
印 张 12
字 数 190 千字
定 价 30.00 元

【版权所有。未经许可请勿翻印、转载, 侵权必究】

如有缺页、破损、倒装等印装质量问题, 请寄回本社更换

编写人员

主 编 张新华 杨期勇 张蔚萍

参 编 程鹏飞 黄 亮 邱秀文 王慧娟

王天烽 肖国光 徐冰洁 尹 科

前 言

环境监测实验是高等院校环境类专业的一门主要的专业实践课，它是联系环境监测课程理论知识和实践应用的纽带，是探索和发现环境问题的哨兵，其重要性不言而喻，很多理工科的环境专业对环境监测实验独立设置课程。通常，环境监测项目和内容是随着时代的发展而不断变化的，本教材紧扣国家环境保护部环境监测司的技术规范，与当前的实际应用接轨，结合十余年的教学实践和丰富经验，编写了本教材。

本书内容涵盖了水质监测、大气污染监测、生物监测、土壤及固废监测和环境噪声监测 5 大块内容，共 34 个实验。其中，实验 1 至实验 8 由张新华编写，实验 9 至实验 14 由程鹏飞编写，实验 15 至实验 18 由肖国光编写，实验 19 至实验 21 由黄亮编写，实验 22 至实验 27 由邱秀文和王慧娟编写，实验 28 至实验 33 由王天烽编写，实验 34 由徐冰洁编写。附录由尹科和张新华编写。本书的统稿由张新华、杨期勇、张蔚萍完成。

本书的编写注重形式和内容的新颖性和可操作性，强调为高等院校环境监测实验教学服务，也可为从事环境监测工作的人员提供参考。

本书的编写还得到了九江学院化学与环境工程学院其他老师的大力支持，在此衷心感谢。另外，由于编者水平有限，书中难免有不妥和疏漏之处，请广大专家和读者批评指正。

编 者

2016 年 9 月

目 录

第 1 章 水质监测.....	1
实验 1 水样色度的测定.....	2
实验 2 水样浊度的测定.....	5
实验 3 碘量法测定水中的溶解氧.....	8
实验 4 高锰酸盐指数的测定.....	12
实验 5 化学需氧量的测定.....	16
实验 6 生化需氧量的测定.....	20
实验 7 水样总磷的测定.....	26
实验 8 水样挥发酚的测定.....	29
实验 9 紫外分光光度法测定水样的总氮.....	33
实验 10 水中金属铬[Cr(VI)]的测定.....	37
实验 11 分光光度法测定水样中的铬和钴.....	41
实验 12 水样总有机碳含量的测定.....	46
实验 13 藻类叶绿素 a 的测定.....	51
实验 14 常用单细胞藻类的形态观察.....	58
第 2 章 大气污染监测.....	61
实验 15 环境空气中二氧化硫的测定.....	62
实验 16 环境空气氮氧化物的测定.....	68
实验 17 环境空气一氧化碳的测定——非色散红外吸收法.....	73
实验 18 环境空气臭氧的测定——靛蓝二磺酸钠分光光度法.....	76
实验 19 环境空气甲醛的测定.....	82

实验 20	环境空气 PM _{2.5} 和 PM ₁₀ 的测定.....	87
实验 21	环境空气中苯系化合物的气相色谱测定.....	90
第 3 章	生物监测.....	93
实验 22	环境空气细菌总数测定.....	94
实验 23	水中细菌总数的测定.....	98
实验 24	水中粪大肠菌群的测定.....	102
实验 25	水污染的生物测试.....	108
实验 26	原生动物的刺泡 (<i>trichocyst vesicle</i>) 突变实验.....	112
实验 27	气相色谱法测定粮食中的“六六六”“滴滴涕”残留量.....	115
第 4 章	土壤和固体废物监测.....	119
实验 28	污泥比阻测定.....	120
实验 29	固体样品中有机氯农药分析.....	126
实验 30	固体样品中重金属的测定.....	131
实验 31	危险固体废物浸出毒性测定.....	134
实验 32	固体废物厌氧消化产甲烷的测定.....	136
实验 33	固体废物热值测定.....	139
第 5 章	环境噪声监测.....	145
实验 34	校园环境噪声监测.....	146
参考文献	150
附录	151
附录 1	环境监测实验室安全知识.....	151
附录 2	环境监测实验室基本知识.....	154
附录 3	常用环境标准.....	162

第 1 章 水质监测

实验 1 水样色度的测定

1 实验目的

- (1) 明确水体物理指标对水质评价的意义。
- (2) 掌握色度指标的测定方法。

2 测定方法

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辅以文字描述。

2.1 铂钴标准比色法

2.1.1 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 1 mg 铂和 0.5 mg 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，因滤纸可吸附部分溶解于水的颜色。

2.1.2 仪器和试剂

(1) 50 mL 具塞比色管，其刻线高度应一致。

(2) 铂钴标准溶液：称取 1.246 g 氯铂酸钾 (K_2PtCl_6) (相当于 500 mg 铂) 及 1.000 g 氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (相当于 250 mg 钴)，溶于 100 mL 水中，加 100 mL 浓盐酸，用水定容至 1 000 mL。此溶液色度为 500 度，保存在具塞玻璃瓶中，存放暗处。

2.1.3 测定步骤

(1) 标准色列的配制：向 50 mL 比色管中分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、3.50 mL、4.00 mL、4.50 mL、5.00 mL、6.00 mL 和 7.00 mL 铂钴标准溶液，用水稀释至标线，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（可长期保存）。

（2）水样的测定

① 吸取 50.0 mL 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 50.0 mL。

② 将水样与标准色列进行目视比较。观察时，可将比色管置于白瓷板或白纸上，使光线从管底部向上透过液柱，目光自管口垂直向下观察，记下与水样色度相同的铂钴标准色列的色度。

2.1.4 计算

$$\text{色度(度)} = \frac{A \times 50}{B}$$

式中：A —— 稀释后水样相当于铂钴标准色列的色度；

B —— 水样的体积，mL。

2.1.5 注意事项

（1）可用重铬酸钾代替氯铂酸钾配制标准色列。方法是：称取 0.043 7 g 重铬酸钾和 1.000 g 硫酸钴（ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ），溶于少量水中，加入 0.50 mL 硫酸，用水稀释至 500 mL。此溶液的色度为 500 度，但不宜久存。

（2）如果样品中有泥土或其他分散很细的悬浮物，虽经预处理而得不到透明水样时，则只测其表色。

2.2 稀释倍数法

2.2.1 原理

将有色工业废水用无色水稀释到接近无色时，记录稀释倍数，以此表示该水样的色度。并辅以用文字描述颜色性质，如深蓝色、棕黄色等。

2.2.2 仪器

50 mL 具塞比色管，其刻度线高度要一致。

2.2.3 测定步骤

（1）取 100~150 mL 澄清水样置于烧杯中，以白色瓷板为背景，观察并描述其颜色种类。

(2) 分取澄清的水样，用水稀释成不同倍数，分取 50 mL 分别置于 50 mL 比色管中，管底部衬一白瓷板，由管口向下观察稀释后水样的颜色，并与蒸馏水相比较，直至刚好看不出颜色，记录此时的稀释倍数。

2.2.4 注意事项

(1) 如测定水样的真色，应放置澄清后取上清液，或用离心法去除悬浮物后测定；如测定水样的表色，待水样中的大颗粒悬浮物沉降后，取上清液测定。

(2) 同时测定水样的 pH 值。

3 思考题

(1) 影响水样色度测定的因素有哪些？

(2) 水样色度测定中，水样前处理有何要求？

实验2 水样浊度的测定

1 实验目的和要求

- (1) 了解浊度的基本概念。
- (2) 掌握浊度的测定方法。

2 实验原理

浊度是由于水中含有泥沙、黏土、有机物、无机物、浮游生物和微生物等悬浮物质所造成的，可使光散射或吸收。天然水经过混凝、过滤和沉淀处理，使水变得清澈。样品采集于具塞玻璃瓶内，采样后应尽快测定。如需保存，可在4℃下冷藏、暗处保存24 h，测试前要激烈振摇水样并恢复到室温。

浊度的测定可采用分光光度法或目视比浊法。

分光光度法的基本原理：在适当的温度下，硫酸肼与六次甲基四胺聚合，形成白色高分子聚合物。以此作为浊度标准液，在一定条件下与水样浊度相比较。水样应无碎屑及易沉降的颗粒。器皿不清洁及水中溶解的空气泡会影响测定结果。如在680 nm波长下测定，天然水中存在的淡黄色、淡绿色无干扰。

该法适应于测定天然水、饮用水的浊度，最低检测限为3度。

3 仪器与试剂

3.1 仪器

50 mL 具塞比色管，分光光度计。

3.2 试剂

无浊度水：将蒸馏水通过0.2 μm滤膜过滤，收集于用滤过水荡洗两次的烧瓶中。

6 环境监测实验

浊度储备液：硫酸肼溶液：称取 1.000 g 硫酸肼溶于水中，定容至 100 mL。

六次甲基四胺溶液：称取 10.00 g 六次甲基四胺溶于水中，定容至 100 mL。

浊度标准溶液：吸取 5.00 mL 硫酸肼溶液与 5.00 mL 六次甲基四胺溶液于 100 mL 容量瓶中，混匀。于 (25 ± 3) °C 下静置反应 24 h。冷却后用水稀释至标线，混匀。此溶液浊度为 400 度。可保存 1 个月。

4 实验步骤

4.1 标准曲线的绘制

吸取浊度标准液 0 mL、0.50 mL、1.25 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 和 12.50 mL，置于 50 mL 比色管中，加无浊度水稀释至标线。摇匀后即得浊度为 0 度、4 度、10 度、20 度、40 度、80 度、100 度的标准系列。于 680 nm 波长下，用 3 cm 比色皿，测定吸光度，绘制标准曲线。

4.2 水样的测定

吸取 50.0 mL 摇匀水样（无气泡，如浊度超过 100 度可以酌情少取，用无浊度水稀释至 50.00 mL）于 50 mL 比色管，按绘制标准曲线步骤测定吸光度，由标准曲线上查得水样浊度。

5 结果计算

$$\text{浊度 (度)} = \frac{A \times (B + V)}{V}$$

式中：A——稀释后水样的浊度，度；

B——为稀释水体积，mL；

V——为原水样体积，mL。

6 注意事项

- (1) 硫酸肼毒性较强，属于致癌物质，取时应注意。
- (2) 不同浊度范围测试结果的精度要求如表 2.1 所示。

表 2.1 水样浊度测定的精度要求

浊度范围/度	精度/度
1~10	1
10~100	5
100~400	10
400~1 000	50
>1 000	100

7 思考题

- (1) 影响水样浊度测定的因素有哪些?
- (2) 水样浊度与悬浮物的质量浓度有无关系,为什么?
- (3) 引起天然水呈现浊度的物质有哪些?

实验3 碘量法测定水中的溶解氧

1 实验目的

- (1) 掌握碘量法测定水中溶解氧(DO)的原理和方法。
- (2) 巩固滴定分析操作过程。

2 实验原理

溶于水中的分子态氧称为溶解氧,当水体受到还原性物质污染时,溶解氧下降,而有藻类繁殖时,溶解氧呈过饱和状态,因此,水体中溶解氧的变化情况,在一定程度上反映了水体受污染的程度,正常水样溶解氧为8~12 mg/L。

在水样中分别加入硫酸锰和碱性碘化钾,水中的溶解氧会将低价锰氧化成高价锰,生成四价锰的氢氧化物棕色沉淀。加酸后,沉淀溶解并与碘离子反应,释出游离碘。用淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠滴定释出的碘,从而可计算出水样中溶解氧的含量。反应式如下所示。



3 实验仪器及试剂

3.1 仪器

250 mL 具塞试剂瓶, 50 mL 酸式滴定管, 移液管, 量筒, 250 mL 碘量瓶。

3.2 试剂

- (1) 硫酸锰溶液: 称取 $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 480 g 或 $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 400 g 溶于蒸

馏水中，过滤并稀释至 1 000 mL。

(2) 碱性碘化钾溶液：称取 500 g 氢氧化钠溶于 300~400 mL 蒸馏水中，冷却。另将 150 g 碘化钾溶于 200 mL 蒸馏水中，慢慢加入已冷却的氢氧化钠溶液，摇匀后用蒸馏水稀释至 1 000 mL，贮于塑料瓶中。

(3) 1%淀粉指示剂：称取 2 g 可溶性淀粉，溶于少量蒸馏水中，用玻璃棒调成糊状：慢慢加入（边加边搅拌）刚煮沸的 200 mL 蒸馏水中，冷却后加入 0.25 g 水杨酸或 0.8 g 氯化锌（ ZnCl_2 ）为防腐剂。此溶液遇碘应变为蓝色，如变成紫色表示已有部分变质，要重新配制（临用时配制）。

(4) 0.025 mol/L 硫代硫酸钠溶液：称取 6.4 g 硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ， $M=248.17$ ）溶于煮沸放冷的蒸馏水中，加入 0.2 g 碳酸钠，用水稀释至 1 000 mL，贮于棕色瓶中，使用前用重铬酸钾溶液 [$C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.025\ 00\ \text{mol/L}$] 标准溶液标定。

4 实验步骤

4.1 水样的采集

将洗净的碘量瓶用待测水样荡洗 3 次，用虹吸法取水样注满碘量瓶，并迅速盖紧瓶盖，注意碘量瓶中不能留有气泡。

4.2 溶解氧的固定

用吸量管吸取 2 mL 的硫酸锰溶液，然后插入溶解氧瓶的液面下放开，让溶液充分与水样混合，同样方法取 4 mL 碱性碘化钾溶液于溶解氧瓶中，盖好瓶盖，颠倒混合数次，静置。待棕色沉淀物降至半瓶时，再颠倒混合一次，待沉淀物降到瓶底。

4.3 碘析出

轻轻打开瓶塞，立即用量筒移取 3.0 mL 浓硫酸，加入溶解氧瓶中，小心盖好瓶塞，颠倒混合摇匀，至沉淀物全部溶解为止（如不溶再加硫酸直至溶解为止），放置暗处 5 min。

4.4 滴定

移取 100.0 mL 上述溶液于 250 mL 锥形瓶中，用硫代硫酸钠滴定至溶液呈淡黄色（红棕色至淡黄色），加 1 mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好褪去为止，记录硫代硫酸钠用量。平行测 2 次。

5 实验数据及处理

记录消耗的硫代硫酸钠体积，分别计算 DO 的含量，求其平均值。

表 3.1 水质溶解氧测定实验数据记录

测定次数	1	2
Na ₂ S ₂ O ₃ 体积/mL		
DO/ (mg/L)		
平均值		

6 结果计算

$$DO = \frac{c \times V \times 8 \times 1000}{100} (\text{O}_2, \text{mg/L})$$

式中：c —— 硫代硫酸钠溶液浓度，mol/L；

V —— 滴定时消耗硫代硫酸钠体积，mL；

8 —— 1/2O 摩尔质量，g/mol。

7 注意事项

(1) 如水样中含有氧化性物质（如游离氯大于 0.1 mg/L 时），应预先加入相当量的硫代硫酸钠去除。即用两个溶解氧瓶各取一瓶水样，在其中一瓶加入 5 mL (1+5) 硫酸和 1 g 碘化钾，摇匀，此时游离出碘。以淀粉作为指示剂，用硫代硫酸钠溶液滴定至蓝色刚褪，记下用量。于另一瓶水样中，加入同样量的硫代硫酸钠溶液，摇匀后，按上述步骤进行固定和测定。

(2) 水样中如含有大量悬浮物，由于吸附作用要消耗较多的碘而干扰测定，