

中国石油化工集团公司环境监测总站推荐用书

企业环境监测 习题与解答

戴竹青 主编 许谦 副主编



中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

中国石油化工集团公司环境监测总站推荐用书

企业环境监测习题与解答

戴竹青 主 编

许 谦 副主编

中国石化出版社

内 容 提 要

本书由实验室安全知识、工业废水监测、工业废气监测、固定污染源监测质量保证与质量控制、实验室常用分析仪器基础知识和附录 6 个部分组成。采用选择题、判断题、填空题、问答题和计算题的形式对企业环境监测站日常环境监测所遇到的问题进行解答。其中涉及工业废水监测项目 14 个、工业废气监测项目 5 个,并涵盖了企业环境监测站在监测质量保证与质量控制工作中经常遇到的问题以及目前企业环境监测实验室常用分析仪器基础知识。

本书可作为企业环境监测人员的培训教材,也可作为环境工程、环境科学专业学生或技术人员的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

企业环境监测习题与解答 / 戴竹青主编. — 北京: 中国石化出版社, 2010. 6
中国石油化工集团公司环境监测总站推荐用书
ISBN 978 - 7 - 5114 - 0462 - 6

I. ①企… II. ①戴… III. ①企业管理 - 环境监测 - 解题
IV. ①X322 - 44

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 118879 号

未经本社书面授权, 本书任何部分不得被复制、抄袭, 或者以任何形式或任何方式传播。版权所有, 侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址: 北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编: 100011 电话: (010) 84271850

读者服务部电话: (010) 84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com.cn

河北天普润印刷厂印刷

全国各地新华书店经销

*

787 × 1092 毫米 16 开本 6.25 印张 150 千字
2010 年 7 月第 1 版 2010 年 7 月第 1 次印刷
定价: 18.00 元

序 言

企业环境监测是现代化企业管理中的一个重要组成部分，强化企业内部环境监测，通过对本企业的污染源、排放口及厂区环境进行监测、综合分析，了解和掌握企业自身排污特性，按照国家污染物排放标准进行环境质量评价，既是企业防治污染、保护环境的任务，也是企业适应优胜劣汰的市场竞争机制的需要。

企业对于自身环境监测机构，既要投入一定的装备，同时也需要具有一定环境监测素质技术过硬的人才队伍，才能满足企业环境监测领域不断发展的要求。

作者针对企业环境监测的特点，以当前国家正式颁布的环境监测标准为基础，以提高和考察监测人员实际工作能力为目的，将技术要点作为主要内容，注重监测人员基础理论、操作技能和应用实践知识的掌握，体现有利于学习和使用的宗旨，是一本实用的学习和培训的教材。

本书的出版，将有助于企业环境监测人员的培训与考核，以及企业环境监测部门之间的交流，规范企业环境质量管理，提升企业环境监测人员的技术水平。

董 玲

2010年1月于北京

中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院

前 言

为适应我国企业对自身环境管理、环境监测的需求，全面提升企业环境监测人员的技术水平和业务素质，编写了企业环境监测习题与解答这本书。

在编写过程中，我们充分考虑到企业环境监测的实际情况与需求，以提供一本实用的学习与培训教材为目的，针对企业环境监测的特点，涉及废水、废气、环境监测规范、质量保证等方面的国家环境监测标准方法 42 个。选择了企业环境监测中有代表性的 14 个工业废水监测项目、5 个工业废气监测项目进行解答。并对企业环境监测站在监测质量保证与质量控制工作中经常遇到的问题，常用分析仪器基础知识以及实验室应该注意的安全问题进行了解答。内容和深度与相关监测项目的实际工作要求相挂钩，具有较强的实践性和实用性。可作为企业环境监测机构的考核和培训教材，也可作为环境工程、环境科学等相关专业学生或技术人员的参考书。

本书的编写工作由江苏工业学院戴竹青担任主编，中国石油化工集团公司环境监测总站许谦担任副主编。本书完成后请中国石油化工集团公司环境监测总站的彭敬雪、阎松、单广波进行了审阅，由中国石油天然气股份公司石油化工研究院兰玲作序，在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中错误和不妥之处在所难免，恳请广大专家和各位读者不吝提出批评和建议，编者谨致谢意。

目 录

第1章 实验室安全知识	(1)
第2章 工业废水监测	(4)
2.1 化学需氧量	(4)
2.2 生化需氧量	(8)
2.3 总有机碳	(12)
2.4 挥发酚	(14)
2.5 石油类	(17)
2.6 阴离子表面活性剂	(20)
2.7 悬浮物	(23)
2.8 氯化物	(24)
2.9 氰化物	(27)
2.10 硫化物	(31)
2.11 氨氮	(34)
2.12 凯氏氮	(38)
2.13 铬	(40)
2.14 钙镁	(43)
2.15 采样与样品保存	(46)
第3章 工业废气监测	(50)
3.1 烟气黑度	(50)
3.2 二氧化硫	(51)
3.3 氮氧化物	(53)
3.4 颗粒物与气态污染物	(57)
3.5 非甲烷总烃	(61)
第4章 固定污染源监测质量保证与质量控制	(63)
4.1 废水监测与采样	(63)
4.2 废气监测与采样	(69)
第5章 实验室常用分析仪器基础知识	(73)
5.1 紫外可见分光光度计	(73)
5.2 原子吸收光谱仪	(77)
5.3 色谱法	(80)
附录	(87)
附录1 引用标准目录	(87)
附录2 废水监测部分项目精密度控制指标	(88)

附录3	废水监测部分项目加标回收率范围控制指标.....	(89)
附录4	普通工业锅炉的烟尘排放参考系数.....	(89)
附录5	工业粉尘排放参考系数.....	(89)
附录6	燃烧过程中氮氧化物排放参考系数.....	(90)
附录7	生产工艺过程中氮氧化物排放参考系数.....	(90)
参考文献		(91)

第 1 章 实验室安全知识

1 选择题

(1) 当实验中酸溶液不慎溅到皮肤上时, 应该_____。

- A. 立即用大量水冲洗, 至少持续冲洗 15min, 然后根据情况决定是否送医院诊治
- B. 马上到医院诊治

答案: A

(2) 取用汞时, 应避免泼洒在实验台或地面上, 使用后的汞应_____。

- A. 直接倒入下水道或污物箱内
- B. 收集在专用的回收容器中, 集中作固体废物处理

答案: B

(3) 低沸点、低熔点的有机溶剂使用时应_____。

- A. 在明火或电炉上直接加热
- B. 在水浴或电热套中加热

答案: B

(4) 保存乙醚、丙酮、苯、三氯甲烷、四氯化碳等有机溶剂时, 要_____。

- A. 远离火焰和热源, 用后盖紧瓶塞, 置阴凉处存放
- B. 放入冰箱保存

答案: A

2 判断题

(1) 闻某种化学物质的气味时, 要把鼻子对准试剂瓶的瓶口吸气。

答案: 错误

正确答案为: 闻气味时应用手小心地把气体或烟雾扇向你的鼻子。

(2) 开启化学试剂瓶盖时, 要将瓶口对准自己的面部。

答案: 错误

正确答案为: 开启瓶盖时, 绝不可将瓶口对着自己或他人的面部。

(3) 用重铬酸钾法测定水中化学需氧量时, 加热回流要 2h, 这段时间可以离开实验室, 等回流时间到了, 再回到实验室继续实验。

答案: 错误

正确答案为: 在加热或进行激烈反应时, 人不得离开实验室。

(4) 称取试剂或试液时, 如果试剂或试液取得过多, 为了节约化学试剂, 要将取出的试剂或试液倒回原试剂或试液储存瓶内。

答案: 错误

正确答案为: 绝不可将取出的试剂或试液倒回原试剂或试液储存瓶内。

(5) 自瓶中取用试剂后，应立即盖好试剂瓶盖。

答案：正确

(6) 配制酸溶液时，应将浓酸注入水中，而不得将水注入浓酸中。

答案：正确

(7) 使用有毒或有强烈腐蚀性的气体或易挥发液体，加热或蒸发 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 或 H_3PO_4 等溶液时；溶解或消化试样时，应在通风橱中进行。

答案：正确

(8) 消解含有大量有机物的样品时，可直接加入高氯酸加热消解。

答案：错误

正确答案为：浓热的高氯酸遇到有机物易发生爆炸，所以，需用高氯酸处理有机物时，应先用硝酸加热消解，破坏有机物后再加入高氯酸使之分解完全。

3 填空题

(1) 酒精及其他可溶于水的液体着火时，可用_____灭火；汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用_____灭火；导线或电器着火时，应首先_____，用_____灭火器灭火，并根据火情决定是否要报告消防部门。

答案：水 沙土 切断电源 干粉

(2) 化学实验室主要应预防_____中毒，操作过程中的烫伤、割伤和_____，以及燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品可能产生的_____、爆炸及漏水等事故。

答案：化学药品 腐蚀 火灾

4 问答题

气体钢瓶存放和使用有哪些注意事项？

答案：① 钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离阳光、暖气、炉火等热源的地方。离明火要在 10m 以上，室温不要超过 35°C ，并有必要的通风设备。最好放在室外，用导管通入。使用中的钢瓶要直立固定放置。

② 搬动钢瓶时要稳拿轻放，防止摔掷、敲击、滚滑或剧烈震动。搬动前要戴上钢瓶安全帽，以防不慎摔断瓶嘴发生事故。钢瓶必须具有两个橡胶防震圈。乙炔瓶严禁横卧滚动。放置使用时，必须固定好，防止倒下击爆。开启安全帽和阀门时，不能用锤或凿敲打，要用扳手慢慢开启。

③ 使用时要用减压阀(二氧化碳和氨气钢瓶例外)，要检查钢瓶气门的螺丝扣是否完好。一般可燃气体的钢瓶气门螺纹是反扣的(如氢气、乙烯等)，腐蚀性气体(如氯气等)一般不用减压阀。高压气瓶的减压器要专用，各种减压阀不能混用。安装时螺扣要上紧(应旋进 7 圈螺纹，俗称吃七牙)，不得漏气。开启高压气瓶时操作者应站在气瓶出口的侧面，动作要慢，以减少气流摩擦，防止产生静电。

④ 氧气钢瓶的气门、减压阀严禁沾染油脂。

⑤ 易起聚合反应的气体钢瓶，如乙烯、乙炔等，应在储存期限内使用。

⑥ 钢瓶附件各连接处都要使用合适的衬垫防漏，如铝垫、薄金属片、石棉垫等均可，

不能用棉、麻等织物，以防燃烧。检查接头或管道是否漏气时，对于可燃气体可用肥皂水涂于被检查处进行观察，但氧气和氢气不可用此法。检查钢瓶气门是否漏气，可用气球扎紧于气门上进行观察。

⑦ 不可将钢瓶内的气体全部用完，一定要保留 0.05MPa 以上的残留压力(减压阀表压)。可燃性气体如 C_2H_2 应剩余 0.2 ~ 0.3MPa。

⑧ 氧气钢瓶和可燃性气体钢瓶不要存放在一起，氢气钢瓶和氯气钢瓶也不要存放在一起。

⑨ 钢瓶每隔三年进厂检验一次，重涂规定颜色的油漆。装腐蚀性气体的钢瓶，每隔两年检验一次，不合格的钢瓶要及时报废或降级使用。

第2章 工业废水监测

2.1 化学需氧量

2.1.1 选择题

(1) 取 0.2500mol/L 重铬酸钾标准溶液 10.00mL 置于锥形瓶中, 用水稀释至约 100mL, 加入 30mL 硫酸, 混匀, 冷却后, 加 3 滴试亚铁灵指示剂, 用硫酸亚铁铵滴定溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色时, 消耗硫酸亚铁铵的量为 24.84mL。此硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度是_____ mol/L。

- A. 0.1 B. 0.101 C. 0.1006 D. 0.10064

答案: C

(2) 称取于 105℃ 干燥 2h 的邻苯二甲酸氢钾 ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$) 0.4251g 溶于水, 并稀释至 1000mL, 混匀。以重铬酸钾为氧化剂, 将邻苯二甲酸氢钾完全氧化的化学需氧量 COD 值为 1.176gO/g (指 1g 邻苯二甲酸氢钾耗氧 1.176g) 故该溶液的理论 COD 值为_____ mg/L。

- A. 250 B. 500 C. 1000 D. 1500

答案: B

(3) COD 测定中的高氯废水是指氯离子含量大于_____ mg/L 的废水。

- A. 1000 B. 2000 C. 5000 D. 10000

答案: A

(4) 用重铬酸钾法测定水样的 COD 时, 所用的催化剂为_____。

- A. 硫酸汞 B. 硫酸银 C. 硫酸 D. 重铬酸钾

答案: B

(5) 用重铬酸钾法测定水样的 COD 时, 可被氧化的物质是_____。

- A. 吡啶 B. 挥发性直链脂肪族化合物
C. 直链脂肪族化合物 D. A/B/C 均可

答案: C

(6) 某一工业废水, 含氯离子为 100 mg/L 的水样, 采用重铬酸盐法 (GB 11914—89) 测定其 COD, 如果不加硫酸汞, 测定值与真值相比会_____。

- A. 相同 B. 偏高 C. 偏低 D. 没有影响

答案: B

(7) 某一工业废水, 采用重铬酸盐法 (GB 11914—89) 测定其 COD, 如果不加硫酸银, 测定值与真值相比会_____。

- A. 相同 B. 偏高 C. 偏低 D. 没有影响

答案: C

2.1.2 判断题

(1) 测定水样中 COD 含量, 加热回流不久就发现溶液变成绿色时, 需停止实验, 减少取样量重新测定。

答案：正确

(2) 测定 *COD* 的水样要采集于玻璃瓶中，并尽快分析。

答案：正确

(3) GB 11914—89 中规定测定水样中 *COD* 含量，测定结果应保留 2 位有效数字。

答案：错误

正确答案为：国标规定 *COD* 测定结果保留 3 位有效数字。

(4) 我国污水综合排放标准中 *COD* 指标是指重铬酸盐法的测定结果。

答案：正确

(5) 采用重铬酸盐法测定水样 *COD* 时，在加入硫酸银 - 硫酸试剂前，需将锥形瓶接到回流装置冷凝管下端，接通冷凝水。从冷凝管上端缓慢加入硫酸银 - 硫酸试剂，以防止低沸点有机物的逸出。

答案：正确

(6) 采用重铬酸盐法测定水样 *COD* 值，回流结束，冷却后加入试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，溶液的颜色由红色经蓝绿色恰转变黄色即为终点。

答案：错误

正确答案为：溶液的颜色由黄色经蓝绿色恰转变红褐色即为终点。

(7) 采用重铬酸盐法测定水样 *COD* 值，使用 0.2500mol/L 的重铬酸钾溶液可测定 *COD* 值 < 50mg/L 的水样。

答案：错误

正确答案为：使用 0.2500mol/L 的重铬酸钾溶液可测定 *COD* 值 > 50mg/L 的水样。

2.1.3 填空题

(1) 重铬酸盐法测定化学需氧量 (GB 11914—89) 中规定，该标准适用于各种类型的含 *COD* 值大于 _____ mg/L 的水样，对未经稀释的水样的测定上限为 _____ mg/L，不适用于含氯化物浓度大于 _____ mg/L (稀释后) 的含盐水。

答案：30 700 1000

(2) 测定 *COD* 的水样如不能立即分析时，应加入 _____，于 _____ 下保存，但保存时间不多于 5 天。采集水样的体积不得少于 _____ mL。

答案：硫酸至 pH < 2 4℃ 100

(3) GB 11914—89 中定义：在一定条件下，经 _____ 氧化处理时，水样中的 _____ 和 _____ 所消耗的重铬酸盐相对应的氧的质量浓度为化学需氧量。

答案：重铬酸钾 溶解性物质 悬浮物

(4) 对于高氯废水中化学需氧量的测定，国家现行标准中有 _____ 和 _____。

答案：氯气校正法 碘化钾碱性高锰酸钾法

(5) 在 _____ 条件下，用 _____ 氧化废水中的还原性物质 (亚硝酸盐除外)，氧化后剩余的高锰酸钾用 _____ 还原，根据水样消耗的高锰酸钾的量，换算成相对应氧的质量浓度。记为 $COD_{OH \cdot KI}$ 。

答案：碱性 高锰酸钾 碘化钾

(6) 用重铬酸钾法测定水样的 *COD* 时，反应必须在 _____、_____、_____ 条件下进行。

答案：强酸性 沸腾回流 2h

(7) 快速消解分光光度法(HJ/T 399—2007)测定 *COD* 的标准规定:本标准对未经稀释的水样,其 *COD* 测定下限为_____ mg/L,测定上限为_____ mg/L,其氯离子浓度不应大于_____ mg/L。

答案: 15 1000 1000

(8) 氯气校正法(HJ/T 70—2001)测定 *COD* 的标准定义:水样中被氧化的氯离子生成的氯气所对应的氧的质量浓度为_____。

答案: 氯离子校正值

(9) 氯气校正法(HJ/T 70—2001)测定 *COD* 的标准定义:在一定条件下,由水样所消耗的重铬酸钾的量换算成相对应的氧的质量浓度为_____。

答案: 表观 *COD*

2.1.4 问答题

(1) 欲测定某一工业废水的 *COD* 值。已知水样的 *COD* 值在 2000 ~ 4000mg/L 之间,氯化物含量在 3000 ~ 5000mg/L 之间,简述其测定步骤。

答案: ① 稀释水样。用移液管取 10.00mL 水样于 100mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

② 用移液管准确吸取稀释后的 20.00mL 水样于 250mL 三角瓶中,加入硫酸汞 0.4g,摇匀;再准确加入 10.00mL 重铬酸钾标准溶液,3 粒玻璃珠。将三角瓶与回流冷凝装置连接好,从冷凝管上口慢慢加入 30mL 硫酸-硫酸银溶液,轻轻摇动三角瓶使溶液摇匀,加热回流 2h(自开始沸腾时计时)。回流 2h 到时间后,关闭电炉,冷却。冷却后,从冷凝管上口慢慢加入 90mL 蒸馏水冲洗冷凝管壁,取下三角瓶。冷却。

③ 溶液再度冷却后,加入 3 滴试亚铁灵指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,溶液的颜色黄色经蓝绿色至红褐色即为终点,记录硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

④ 在测定水样同时,用 20.00mL 蒸馏水,按同样操作步骤作空白实验。记录滴定空白时硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

(2) 简述重铬酸钾法(GB 11914—89) *COD* 测定的原理。

答案: 在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液,并在强酸介质下以银盐作催化剂,经沸腾回流后,以试亚铁灵为指示剂,用硫酸亚铁铵滴定水样中未被还原的重铬酸钾,由消耗的硫酸亚铁铵的量换算成消耗氧的质量浓度。在酸性重铬酸钾条件下,芳烃及吡啶难以被氧化,其氧化率较低。在硫酸银催化作用下,直链脂肪族化合物可有效地被氧化。

(3) 简述碘化钾碱性高锰酸钾法测定高氯废水中 *COD* 的原理。

答案: 在碱性条件下,加一定量高锰酸钾溶液于水样中,并在沸水浴上加热反应一定时间,以氧化水中的还原性物质;加入过量的碘化钾还原剩余的高锰酸钾,以淀粉做指示剂,用硫代硫酸钠滴定释放出的碘,换算成氧的浓度,用 $COD_{OH \cdot KI}$ 表示。

(4) 用碘化钾碱性高锰酸钾法测定出的 $COD_{OH \cdot KI}$ 如何换算成重铬酸钾法的 *COD*?

答案: 由于碘化钾碱性高锰酸钾法与重铬酸盐法氧化条件不同,对同一样品的测定值也不相同。通过求出碘化钾碱性高锰酸钾法与重铬酸盐法间的比值 K ,可将碘化钾碱性高锰酸钾法的测定结果换算成重铬酸盐法的 *COD* 值来衡量水体的有机物污染状况。

当该类废水中氯离子浓度高至重铬酸盐法无法测定时,使用废水中主要还原性物质(例如,油气田废水主要是原油和破乳剂)来测定。

分别用重铬酸盐法和碘化钾碱性高锰酸钾法测定有代表性的废水样品(或主要污染物

质)的需氧量 O_1 、 O_2 ，确定该类废水的 K 值，按下式计算。

$$K = O_2 / O_1 = SOD_2 / SOD_1$$

若水样中含有几种还原性物质，则取它们的加权平均 K 值作为水样的 K 值。

用该类废水的 K 值换算废水样品的化学需氧量。

$$COD = COD_{OH \cdot KI} / K$$

(5) 简述快速消解分光光度法(HJ/T 399—2007)测定 COD 的原理。

答案：试样中加入已知量的重铬酸钾溶液，在强硫酸介质中，以硫酸银作为催化剂，经高温消解后，用分光光度法测定 COD 值。当试样中 COD 值为 100mg/L 至 1000mg/L，在 600nm $\pm$ 20nm 波长处测定重铬酸钾被还原产生的三价铬(Cr^{3+})的吸光度，试样中 COD 值与三价铬(Cr^{3+})的吸光度的增加值成正比例关系，将三价铬(Cr^{3+})的吸光度换算成试样的 COD 值。

当试样中 COD 值为 15mg/L 至 250mg/L，在 440nm $\pm$ 20nm 波长处测定重铬酸钾未被还原的六价铬(Cr^{6+})和被还原产生的三价铬(Cr^{3+})的两种铬离子的总吸光度；试样中 COD 值与六价铬(Cr^{6+})的吸光度减少值成正比例，与三价铬(Cr^{3+})的吸光度增加值成正比例，与总吸光度减少值成正比例，将总吸光度值换算成试样的 COD 值。

(6) 简述采用氯气校正法测定高氯废水中 COD 的原理。

答案：在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液及硫酸汞溶液，并在强酸介质下以硫酸银作催化剂，经 2h 沸腾回流后，以 1，10 - 邻菲罗啉为指示剂，用硫酸亚铁铵滴定水样中未被还原的重铬酸钾，由消耗的硫酸亚铁铵的量换算成消耗氧的质量浓度，即为表观 COD 。将水样中未络合而被氧化的那部分氯离子所形成的氯气导出，再用氢氧化钠溶液吸收后，加入碘化钾，用硫酸调节 pH 约为 3 ~ 2，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，消耗的硫代硫酸钠的量换算成消耗氧的质量浓度，即为氯离子校正值。表观 COD 与氯离子校正值之差，即为所测水样真实的 COD 。

(7) 已知某水样含氯离子 5000mg/L， COD 值在 200 mg/L 左右，欲用氯离子校正法进行测定，简述测定步骤。

答案：① 吸取水样 20.00mL 于 500mL 插管三角烧瓶中，根据水样中氯离子浓度加入 30% 硫酸汞溶液 3.3mL，摇匀。加入 0.2500mol/L 重铬酸钾标准溶液 10.00mL 及防爆沸玻璃珠 3 ~ 5 粒。将插管三角烧瓶接到冷凝管下端，接通冷凝水。通过漏斗从冷凝管下端缓慢加入硫酸银 - 硫酸溶液 33mL，不断旋动插管三角烧瓶使之混合均匀。吸收瓶内加入 2% 氢氧化钠溶液 20.0mL，并加水稀释至 200mL。

② 连接好装置后，将导出管插入吸收瓶液面下，通入氮气 5 ~ 10mL/min，加热，至溶液沸腾起回流 2h。停止加热后，加大氮气气流(30 ~ 40mL/min)，注意不要使溶液倒吸。继续通氮气 30 ~ 40min。

③ 取下冷却至室温的吸收瓶，加入 1.0g 碘化钾，然后加入 2mol/L 硫酸 7.0mL 调节溶液 pH 约 3 ~ 2，放置 10min。用 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色，加入淀粉指示剂继续滴定至蓝色刚好消失，记录硫代硫酸钠标准滴定溶液消耗的毫升数 V_3 。

④ 插管三角烧瓶冷却后，从冷凝管上端加入 89mL 蒸馏水。取下插管三角烧瓶。溶液冷却至室温后，加入 3 滴 1，10 - 邻菲罗啉指示剂溶液，用 0.10mol/L 硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液的颜色由黄色经蓝绿色变成红褐色。记录下硫酸亚铁铵标准滴定溶液消耗的毫升数 V_2 。

⑤按相同步骤以 20.00mL 蒸馏水代替试样进行空白试验,记录空白滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的毫升数 V_1 。

2.1.5 计算题

(1) 在上述问答题 1 中水样消耗硫酸亚铁铵标准溶液 15.62mL, 空白测定消耗硫酸亚铁铵标准溶液 23.13mL, 并已知标定时消耗硫酸亚铁铵标准溶液 24.38mL, 计算该水样 COD 值。

答案: ① 硫酸亚铁铵标准溶液浓度的计算

$$C = \frac{0.2500 \times 10.00}{V} = \frac{0.2500 \times 10.00}{24.38} = 0.1025 \text{ mol/L}$$

② 水样化学需氧量的计算

$$\text{COD}(\text{O}_2, \text{mg/L}) = \frac{(V_0 - V_1) \cdot C \times 8 \times 1000}{V} = \frac{(23.13 - 15.62) \times 0.1025 \times 8 \times 1000}{20.00} = 307.9$$

$$\text{水样 COD} = 307.9 \times 10 = 3.08 \times 10^3 \text{ mg/L}$$

(2) 在上述问答题 7 中, 已知硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度是 0.05151mol/L, 硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度是 0.1033mol/L, 水样测定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液 8.16mL, 消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液 14.24 mL, 空白测定消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液 23.18 mL, 求出水样 COD 值。

答案: ① 表观 COD 的计算

$$\text{表观 COD}(\text{O}_2, \text{mg/L}) = \frac{C_1(V_1 - V_2) \times 8000}{V_0} = \frac{0.1033 \times (23.18 - 14.24) \times 8000}{20.00} = 369$$

② 氯离子校正值的计算

$$\text{氯离子校正值}(\text{mg/L}) = \frac{C_2 V_3 \times 8000}{V_0} = \frac{0.05151 \times 8.16 \times 8000}{20.00} = 168$$

③ 水样 COD 计算

$$\text{COD}(\text{mg/L}) = \text{表观 COD} - \text{氯离子校正值} = 369 - 168 = 201$$

2.2 生化需氧量

2.2.1 选择题

(1) 稀释水的五日生化需氧量 BOD_5 不应超过_____ mg/L。

- A. 1 B. 2 C. 0.5 D. 0.2

答案: D

(2) 稀释水的溶解氧要达到_____ mg/L。

- A. 4 B. 6 C. 8 D. 10

答案: C

(3) 当测定生化需氧量 BOD 的水样中含游离氯或结合氯干扰时, 向样品中加入_____溶液, 可使样品中自由氯和结合氯失效。

- A. 亚硫酸钠 B. 硫代硫酸钠 C. 碘化钾 D. 盐酸羟胺

答案: A

(4) 不是需要加入到稀释水中用于微生物生长的营养物质是: _____溶液。

A. 氯化铁 B. 硫酸镁 C. 氢氧化钠 D. 氯化钙

答案：C

(5) 采用微生物传感器快速法测定 BOD 的水样浑浊时，采用_____方法进行与处理。

- A. 将水样静置澄清 30min，然后取下层沉淀部分进行测定
- B. 将水样静置澄清 30min，然后取上层非沉淀部分进行测定
- C. 水样摇匀混合后取适量水样进行测定
- D. 用快速滤纸过滤后取适量滤液进行测定

答案：B

2.2.2 判断题

(1) 培养前需对水样进行稀释的目的是为了降低水样中有机物的浓度，使培养后剩余的溶解氧(DO)符合规定的要求。

答案：正确

(2) 在测定 BOD_5 时，水样中必须含有一定量的对待测水样中的有机物有降解能力的微生物。

答案：正确

(3) 对于高温未经冷却和接触环境，过酸过碱、经灭菌处理过的水样等，可不必接种。

答案：错误

正确答案为：应进行有效接种。

(4) 对于农药类的污水，可用微生物传感器快速测定法测定其生化需氧量。

答案：错误

正确答案为：农药类污水不能用微生物传感器快速测定法进行测定。

(5) 测定 BOD_5 用的稀释水中加入营养物质的目的是为了引入微生物菌种。

答案：错误

正确答案为：稀释水中加入营养物质的目的是为了保证微生物的生长。

(6) 测定 BOD 的水样，采集时应充满并密封于瓶中， $0 \sim 4^\circ\text{C}$ 的条件下保存，并在 6h 内分析。无论在任何条件下储存决不能超过 24h。

答案：正确

(7) 一测定 BOD 的水样， pH 值 = 10，可不必预处理直接测定。

答案：错误

正确答案为：需要用盐酸调节 pH 约为 7 后再进行测定。

(8) 采用微生物传感器快速测定法测 BOD ，绘制标准曲线所使用的标准溶液是葡萄糖 - 谷氨酸标准溶液。

答案：正确

(9) 采用微生物传感器快速测定法测 BOD 时，先要将微生物菌膜活化。活化时将微生物菌膜放入氢氧化钠溶液中浸泡 48h 以上，然后将其安装在微生物传感器上。

答案：错误

正确答案为：应该放入磷酸盐缓冲使用液中浸泡 48h 以上。

(10) 从水温较高的水域或废水排放口取得的水样，应迅速使其冷却至 20°C 左右，并充分振摇，使与空气中氧分压接近平衡。

答案：正确

2.2.3 填空题

(1) 生物化学需氧量(BOD_5)的定义是: 在规定条件下, 水中_____和_____在生物氧化作用下所消耗的_____(以质量浓度表示)。

答案: 有机物 无机物 溶解氧

(2) 将水样注满培养瓶, 塞好后应不透气, 将瓶置于_____条件下培养_____天。培养前后分别测定_____浓度, 由两者的差值可算出每升水消耗掉氧的质量, 即 BOD_5 值。

答案: 20℃ 5 溶解氧

(3) 在测定 BOD_5 时, 为检查稀释水、接种液或分析质量, 同时用相同浓度的_____和_____标准溶液_____混合, 作为控制样品。

答案: 葡萄糖 谷氨酸 等量

(4) 对于稀释的水样, 使培养后剩余溶解氧大于等于_____, 消耗的溶解氧大于等于_____。

答案: 1mg/L 2mg/L

(5) 测定生物化学需氧量主要是含_____有机物被氧化的过程, 对含有大量硝化细菌的水样, 应加入_____剂抑制_____过程。

答案: 碳 硝化抑制 硝化

(6) 对含有难降解有机物的废水, 测定生化需氧量时, 需要进行生物的_____处理。

答案: 驯化

(7) 测定水样生物化学需氧量的微生物传感器是由_____和_____组成, 可检测微生物在_____时引起的氧浓度的变化。

答案: 氧电极 固定化微生物膜 降解有机物

(8) 测定工业废水的 BOD_5 , 稀释比由_____法测得的_____值来确定。通常需作3个稀释比。

答案: 重铬酸钾 COD

(9) 接种稀释水的 pH 值应为_____, 其 BOD_5 值以在_____ mg/L 之间为宜。接种稀释水配制后应_____使用。

答案: 7.2 0.3~1.0 立即

(10) 微生物传感器快速法测定水样 BOD 所用的清洗液(缓冲溶液)是由磷酸二氢钾和磷酸氢二钠配制而成。其主要作用是作为缓冲液调节样品的_____值。清洗和维持_____使其正常工作, 并具有沉降_____离子的作用。

答案: pH 生物传感器 重金属

2.2.4 问答题

(1) 如何获得接种水?

答案: 采用下述方法之一, 均可以获得接种水。

① 城市废水, 取自污水管或取自没有明显工业污染的住宅区污水管。这种水在使用前, 应倾出上清液备用。

② 在1000mL水中加入100g花园土壤, 混合并静置10min。取10mL上清液用水稀释至1000mL。

③ 含有城市污水的河水或湖水。