

环境监测分析方法

城乡建设环境保护部环境保护局

一九八三年八月

环境监测分析方法

KG16/11



城乡建设环境保护部环境保护局
环境监测分析方法编写组

出 版 说 明

为了统一全国环境监测分析方法，原国务院环境保护领导小组办公室委托中国科学院环境化学研究所、北京市环境保护监测中心、辽宁省环境保护研究所、北京市环境保护科学研究所及秦皇岛市环境监测站等单位组织编写了《环境监测标准分析方法（试行）》一书，并于一九八〇年五月二十六日以（80）国环办字第77号文颁发，供各地使用。

为使《环境监测标准分析方法（试行）》一书逐步完善，我们又委托北京市环境保护监测中心及中国科学院环境化学研究所负责，会同六十六个监测、研究单位组成了方法验证协作组，经过近三年的工作，在试行与验证的基础上，对该书进行了全面修订，总结、评价了书中的大气、水质、土壤、植物及噪声的全部分析方法。并委托北京市环境保护监测中心、中国科学院环境化学研究所、秦皇岛市环境监测站及北京市环境保护科学研究所等单位负责编辑。现正式印刷出版定名为《环境监测分析方法》，作为环境监测统一分析方法使用。

统一的环境监测分析方法是环境监测质量保证的重要环节。随着科学与技术的发展，环境监测手段和监测分析方法将不断改进和完善。希望各监测单位、各实验室不断总结经验，使《环境监测分析方法》一书不断充实、提高。

城乡建设环境保护部环境保护局

一九八三年七月十四日

参 加 单 位

一、核心组成员单位

水 组

北京市环境保护监测中心
中国科学院环境化学研究所
杭州市环境保护监测站
长沙市环境保护研究所
秦皇岛市环境监测站
黑龙江省环境保护研究所

气 组

北京市环境保护监测中心
杭州市环境保护监测站
沈阳市环境保护监测中心站
长沙市环境保护研究所

土、植物组

北京市农业科学院环境气象研究所
北京市环境保护监测中心
北京市环境保护科学研究所
中国科学院南京土壤研究所

二、项目负责与参加单位

(以负责与参加项目多少为序)

北京市环境保护监测中心
长沙市环境保护研究所
杭州市环境保护监测站
黑龙江省环境保护研究所
辽宁省环境保护监测中心站
重庆市环境保护科研监测所
太原市环境保护监测站
广州市环境监测中心站
湖南省环境保护科学研究所
四川省环境保护科研监测所
河北省环境保护研究所
西安市环境保护研究所
甘肃省环境保护研究所
包头市环境保护科研监测所
秦皇岛市环境监测站
安徽省环境保护监测站
北京市环境保护科学研究所
安徽省环境保护研究所
吉林市环境监测站
上海市环境保护研究所

北京燕山石油化学总公司监测站
兰州化学工业公司环境保护研究所
湖北省环境保护监测中心站
成都市环境保护科研监测所
大连市环境保护监测站
陕西省环境保护监测站
云南省环境保护监测站
长江水源保护局科学研究所
甘肃省环境保护监测站
北京市农业科学院环境气象研究所
首都钢铁公司环境保护监测站
贵阳市环境保护监测站
抚顺市环境保护监测站
中国环境监测总站
福建省环境保护监测站
广东省环境保护监测站
武汉市环境保护监测中心站
沈阳市环境保护监测中心站
山东省烟台地区环境保护监测站
贵州省环境监测中心站
哈尔滨市环境保护监测站
齐齐哈尔市环境保护研究所
辽宁省环境保护研究所
陕西省环境保护研究所

天津市环境保护监测站
沈阳市环境保护研究所
武汉市环境保护研究所
山西省卫生防疫站
云南省个旧市环境保护监测站
四川省内江地区环境保护监测站
福建省宁德地区环境保护监测站
北京师范大学化学系
中国科学院环境化学研究所
轻工部环境保护研究所
河北化工学院
浙江省环境保护监测站
西安市环境保护监测站
抚顺市环境保护研究所
福州市环境保护监测站
安徽省马鞍山市环境保护监测站
安徽省淮南市环境保护监测站
四川省泸江市环境保护监测站
陕西省汉中地区环境监测站
北京市昌平区环境保护监测站
北京市大兴县环境保护监测站
北京市石景山区环境保护监测站

说 明

试剂:

本书所用化学试剂,除有说明者外,一般均指分析纯。有些项目如标准溶液的配制则必须使用基准试剂或优级纯(即一级纯)。

蒸馏水:

在一般测定项目中,配制试剂和分析操作中所用之水,除特别注明者外,一律为一次普通蒸馏水。

准确量取:

系指量取的准确度达到0.01毫升。

准确称量:

系指称量的准确度达到0.0001克。

恒重:

除有说明者外,重量法中“称至恒重”一语,系指连续两次烘干或灼烧后的重量差异不超过0.2毫克。

“空白”:

方法中“空白”一语,系指与试样分析同时进行的空白试验,且与试样分析中采用的方法及试剂用量完全一致。

玻璃仪器:

试剂瓶及采样容器,最好使用硬质玻璃瓶,当试剂或样品对玻璃具有侵蚀性时,可改用聚乙烯瓶。

容量瓶、滴定管及移液管应经过校正。这类定容仪器只能自然晾干,不能烘烤。

配制标准色列时,需使用成套的比色管,目视比色时还要求各管刻度高低完全一致。具塞磨口比色管的塞子要求严密。

滤纸:

一般测定项目中所用滤纸,均指普通定性滤纸,个别项目对滤纸的质量及细密程度有其特殊要求,将另作明确规定。

目 录

说 明

第一篇 绪 论

第一章 一般介绍

一、器皿	1
二、纯水的制备	2
三、试剂	8
四、普通酸液和碱液	9
五、分析方法中的干扰问题	10

第二章 数据处理和分析质量控制

一、术语解释	12
二、有效数字和数字修约	14
三、离群数据的统计检验	19
四、校准曲线的绘制	22
五、协作试验的要求和数据处理方法	24
六、分析质量控制	28

第二篇 水 质

第一章 水样的采集与保存

一、水样采集时的布点原则	39
二、水样的采集	39
(一) 取样数量	39
(二) 容器	39
(三) 现场采样	40
(四) 从取样到分析的时间间隔	40
三、水样的保存	41
四、分析结果的表示	43

第二章 物理性质的测定

一、色度	44
(一) 铂钴比色法	44
(二) 颜色的描述	45
二、电导率	45
三、残渣	47
(一) 总残渣	47
(二) 过滤性残渣	48
(三) 非过滤性残渣(悬浮物)	49
四、嗅	50
(一) 定性描述	50
(二) 稀释法	50
五、温度	52
(一) 表层水温观测	52
(二) 深水温度观测	53
六、浊度	54
(一) 比浊法	54

第三章 金属化合物的测定

一、原子吸收分光光度法(铜、铅、锌、镉)	55
二、镉(Cd)	60
(一) 原子吸收分光光度法	60
(二) 双硫腙比色法	60
(三) 阳极溶出伏安法(试行)	62
三、铬(Cr)	63
(一) 二苯碳酰二肼比色法	63
I. 六价铬的测定	63
II. 总铬的测定	65
1. 酸性高锰酸钾氧化法	65
2. 碱性高锰酸钾氧化法	66
四、铜(Cu)	67
(一) 原子吸收分光光度法	67
(二) 二乙基二硫代氨基甲酸钠-四氯化碳萃取比色法	67
(三) 新铜试剂比色法	69
(四) 阳极溶出伏安法(试行)	70
五、硬度	71

(一) 硬度计算法	71
(二) EDTA 滴定法	72
六、铅 (Pb)	74
(一) 原子吸收分光光度法	75
(二) 双硫脲比色法	75
(三) 阳极溶出伏安法 (试行)	78
七、汞 (Hg)	78
(一) 冷原子吸收法	78
(二) 双硫脲比色法	80
八、锌 (Zn)	82
(一) 原子吸收分光光度法	82
(二) 双硫脲比色法	82
(三) 阳极溶出伏安法 (试行)	83
九、阳极溶出伏安法 (铜、铅、锌、镉) (试行)	84

第四章 非金属无机物的测定

一、砷 (As)	89
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银 (Ag-DDC) 比色法	89
(二) 硼氢化钾-二乙基二硫代氨基甲酸银比色法	91
(三) 砷斑法	93
二、氰化物 (CN ⁻)	94
(一) 预蒸馏	94
I. 酒石酸-硝酸锌预蒸馏	94
II. 磷酸-EDTA 预蒸馏	95
(二) 异烟酸-吡啶啉酮比色法	96
(三) 吡啶-巴比妥酸比色法	99
(四) 硝酸银滴定法	100
三、氟化物 (F ⁻)	101
(一) 预蒸馏	101
(二) 离子选择电极法	102
(三) 氟试剂比色法	103
(四) 茜素磺酸锆目视比色法	105
四、凯氏氮	106
五、氨氮 (NH ₃ -N)	108
(一) 预蒸馏	108
(二) 纳氏试剂比色法	109
(三) 苯酚-次氯酸盐比色法	111
(四) 氨离子选择电极法 (试行)	112

六、硝酸盐氮 ($\text{NO}_3^- - \text{N}$)	114
(一) 酚二磺酸比色法	114
(二) 紫外分光光度法 (试行)	116
(三) 戴氏合金还原-纳氏试剂比色法	118
(四) 硝酸根电极法 (试行)	119
(五) 锌粉还原-偶氮比色法 (试行)	121
七、亚硝酸盐氮 ($\text{NO}_2^- - \text{N}$)	123
(一) N-1 萘-乙二胺比色法	123
(二) α -萘胺比色法	125
八、溶解氧	126
(一) 碘量法	127
(二) 叠氮化钠修正法	129
(三) 高锰酸钾修正法	130
(四) 膜电极法 (试行)	131
九、pH值	132
(一) 玻璃电极法	132
(二) 比色法	134
十、磷酸盐	135
(一) 钼蓝比色法	135
I. 总磷	135
II. 可溶性磷酸盐	137
十一、硫化物	138
(一) 水样预处理	138
(二) 对氨基二甲基苯胺比色法	139
(三) 碘量法	141

第五章 有机化合物的测定

一、油	143
(一) 重量法	143
(二) 紫外分光光度法	144
(三) 非分散红外法	146
二、生化需氧量 (BOD_5)	148
三、化学需氧量 (COD)	150
(一) 高锰酸钾法	151
I. 酸性高锰酸钾法	151
II. 碱性高锰酸钾法	153
(二) 重铬酸钾法	153
(三) 库仑法 (试行)	156

四、挥发酚	158
(一) 预蒸馏	159
(二) 4-氨基安替比林-氯仿萃取比色法	160
(三) 直接光度法	162
五、有机氯农药(六六六、滴滴涕)	162
(一) 气相色谱法	162
(二) 快速法(试行)	165
六、阴离子洗涤剂	167
(一) 次甲基蓝比色法	167

第六章 水的细菌学检验

一、水样的采集和送验	170
二、细菌总数的测定	170
三、大肠菌群的检验	172
(一) 发酵法	173
(二) 滤膜法	177
参考资料	179

第三篇 大 气

第一章 样品的采集和浓度的表示

第二章 气态污染物的测定

一、二氧化硫	186
(一) 盐酸付玫瑰苯胺比色法	186
方法一	186
方法二	191
(二) 钼试剂比色法	193
二、气态酸污染指数	196
过氧化氢-中和法	196
三、硫酸盐化速率	198
(一) 二氧化铅法	199
(二) 碱片法	201
四、氧化氮(换算成 NO_2)	206
盐酸萘乙二胺比色法	206
五、一氧化碳	208

(一) 红外吸收法	209
(二) 气相色谱法	210
(三) 汞置换法	212
六、光化学氧化剂	215
硼酸碘化钾比色法 (试行)	215
七、氟化物 (换算成F)	218
(一) 滤膜-酸溶-氟离子电极法	218
(二) 石灰滤纸 (LTP) 法	221
八、氯化氢	223
硫氰酸汞比色法	223
九、氰化氢	225
异菸酸-吡啶啉酮比色法	225
十、氨	228
(一) 纳氏试剂比色法	228
(二) 靛酚蓝比色法	230
十一、汞	232
(一) 金膜管富集-冷原子吸收法	232
(二) 巯基棉富集-冷原子荧光法	234
十二、甲醛	237
(一) 酚试剂比色法	237
(二) 乙酰丙酮比色法	239
十三、酚	241
4-氨基安替比林比色法	241
十四、总烃及非甲烷烃	243
气相色谱法 (试行)	243
十五、非甲烷烃	246
吸附富集-气相色谱法 (试行)	246

第三章 颗粒状物质的测定

一、总悬浮微粒	250
重量法	250
二、灰尘自然沉降量	252
重量法	252
三、砷化物 (换算成As)	255
二乙基二硫代氨基甲酸银比色法	255
四、铬 (六价)	257
二苯碳酰二肼比色法	257

五、铅及其无机化合物(换算成Pb)	259
(一) 双硫脲比色法	259
(二) 原子吸收分光光度法	262
六、铜、锌、镉、铬、锰、铁、镍、铍及其无机化合物	264
原子吸收分光光度法	264
七、苯并(a)芘	266
乙酰化滤纸层析-荧光分光光度法	266

第四章 大气水平能见度的测定

一、目标物的选择	270
二、目标物的测绘	270
三、目标物的观测和记录	271
参考资料	272

第四篇 土 壤

第一章 土壤样品的采集、制备与结果的表示

一、土壤样品的采集	275
(一) 污染土壤样品采集	275
I. 采样点选择	275
II. 采样深度	276
III. 采样时间	276
IV. 采样量	276
V. 采样时注意事项	276
(二) 土壤本底值测定样品的采集	277
二、土壤样品的制备	277
(一) 土壤的风干	277
(二) 磨碎与过筛	277
三、分析结果的表示与土壤含水量的测定	277

第二章 金属化合物的测定

一、镉(Cd)	278
(一) 原子吸收分光光度法	278
(二) 双硫脲比色法	278
二、铬(Cr)	281
二苯碳酰二肼比色法	281

(一) 高锰酸钾氧化法	281
(二) 过硫酸盐氧化法	283
三、铜 (Cu)	285
(一) 原子吸收分光光度法	285
(二) 二乙基二硫代氨基甲酸纳-四氯化碳萃取比色法	285
四、汞 (Hg)	287
(一) 原子吸收分光光度法 (冷蒸气技术)	288
(二) 双硫脲比色法	291
五、铅 (Pb)	294
(一) 原子吸收分光光度法	294
(二) 双硫脲比色法	294
六、锌 (Zn)	297
(一) 原子吸收分光光度法	297
(二) 双硫脲比色法	297
七、原子吸收分光光度法 (镉、铜、铅、锌)	300

第三章 非金属无机物的测定

一、砷 (As)	303
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银比色法	303
(二) 原子吸收分光光度法 (试行)	305
I. 火焰法	305
II. 无焰法	308
二、氰化物 (CN ⁻)	310
异烟酸-吡啶啉酮比色法	310
三、氟化物 (F ⁻)	312
(一) 氟试剂比色法	312
(二) 茜素磺酸锆比色法 (试行)	314
(三) 离子选择电极法	316
四、硫化物	318
(一) 对氨基二甲基苯胺比色法 (试行)	318
(二) 碘量法 (试行)	320

第四章 有机化合物的测定

一、土壤中苯并 (a) 芘的测定	323
乙酰化滤纸层析-荧光分光光度法	323
二、三氯乙醛	326
气相色谱法	326

三、油	329
紫外分光光度法、红外法 (试行)	329
四、挥发酚	332
4-氨基安替比林比色法	333
五、土壤中有机氯农药 (六六六、滴滴涕)	335
气相色谱法	335
参考资料	338

第五篇 植 物

第一章 植物样品的采集制备与结果的表示

一、植物样品的采集	343
(一) 样品采集的一般原则	343
(二) 样品的采集	343
二、植物样品的制备	345
(一) 新鲜样品的制备	345
(二) 风干样品的制备	345
三、分析结果的表示与样品水分含量的测定	345

第二章 金属化合物的测定

一、镉 (Cd)	346
原子吸收分光光度法	346
二、铬 (Cr)	346
二苯碳酰二肼比色法	346
三、铜 (Cu)	348
(一) 原子吸收分光光度法	348
(二) 二乙基二硫代氨基甲酸纳 - 四氯化碳萃取比色法 (试行)	348
四、汞 (Hg)	349
(一) 原子吸收分光光度法 (冷蒸气技术)	349
(二) 双硫脲比色法	350
五、铅 (Pb)	351
(一) 原子吸收分光光度法	351
(二) 双硫脲比色法	351
六、锌 (Zn)	352
原子吸收分光光度法	352
七、原子吸收分光光度法 (镉、铜、铅、锌)	352