

环境监测 设计实验

付新梅 杨秀政 黄云碧 编著

HUANJIANG JIANCE
SHEJI SHIYAN



科学出版社

环境监测设计实验

付新梅 杨秀政 黄云碧 编著

科学出版社

内 容 简 介

本书是普通高等教育教材《环境监测》的配套用书。全书围绕环境监测整个过程所涉及的内容进行编排,从监测项目的确定、采样点的布设和样品的保存到具体监测分析方法的选择、结果数据的处理和表达,同时介绍环境监测中最常用的几种仪器,本书选用最新颁布的国家标准监测分析方法。本书按照一个个实际的环境监测对象进行章节编排,以利于培养学生环境监测的实践能力。

本书可作为大学本科和专科学生的实验教学用书,也可作为环境监测职业培训的教材和环境工作者的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测设计实验 / 付新梅, 杨秀政, 黄云碧编著. —北京: 科学出版社, 2013.7

ISBN 978-7-03-038146-0

I. ①环… II. ①付… ②杨… ③黄… III. ①环境监测-实验

IV. ①X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 150383 号

责任编辑: 韩卫军 / 责任校对: 贺江艳

责任印制: 邝志强 / 封面设计: 墨创文化

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>

四川煤田地质制图印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014年1月第一版 开本: 787×1092 1/16

2014年1月第一次印刷 印张: 9 1/4

字数: 220 千字

定价: 35.00 元



前 言

环境监测是环境类专业中重要的基础学科，也是一门理论和实践并重的应用学科，环境监测实验作为这门学科的实践环节是必不可少的。环境监测过程包含了从确定采样点、采样、样品保存到分析测试、数据处理的许多环节，因此环境监测实验不仅仅是环境样品的分析测试，还包括许多其他内容。为了使学生更好地了解环境监测的全过程，独立地完成环境监测任务，培养他们实际应用、融会贯通的能力，本书克服了仅仅对样品进行分析测试的传统教学方式，把监测全过程的一些重要环节内容也纳入进来，如常规监测项目的确定和采样点的选择，同时不再是单独按照分析各个测试方法的方式编写，而是针对一个个实际的环境监测对象进行章节编排，更接近实际的环境监测工作。这样有利于学生的综合性训练，培养他们独立地进行环境监测实验的自我设计能力，能更快地适应环境监测的工作要求。

本书以监测对象为主线，引出每个监测对象需要监测的常规项目，并明确采样点的位置，在此基础上介绍每个监测项目的分析测试方法，还介绍常用的采样仪器和监测分析仪器，并增加了数据处理的内容。全书内容共分5章。第1章是环境监测实验准备须知部分，主要介绍环境监测实验室的安全注意事项、玻璃仪器的洗涤、溶液的配制等基础知识和常用采样仪器的介绍；第2章针对不同的监测对象确定常规的监测项目，同时也包含采样点的选取、样品的采集和保存方法；第3章具体介绍每一个监测项目的分析测试方法；第4章简单介绍常用监测仪器的使用方法；第5章介绍监测数据的处理技术。

全书由付新梅（西南科技大学）担任主编，负责教材的整体构思、统稿和第3章的编写工作；黄云碧（西南科技大学）编写第1章、第4章和第5章；杨秀政（西南科技大学）编写第2章。

本书的编写，得到了西南科技大学李虎杰、王中琪教授的帮助和支持，在此表示衷心感谢。

由于作者的水平有限，书中难免存在错误和纰漏，敬请各位专家和读者指正。

编者

2013年6月

目 录

前言

第 1 章 环境监测设计实验准备须知	1
1.1 环境监测实验室安全及意外事故处理	1
1.1.1 实验规则	1
1.1.2 实验室安全注意事项	1
1.1.3 意外事故的处理	2
1.2 常见玻璃仪器的洗涤和干燥	3
1.2.1 洗涤剂及使用范围	3
1.2.2 常用洗液的制备及使用注意事项	3
1.2.3 常见的洗涤方法	4
1.2.4 玻璃仪器的干燥	5
1.3 试剂和溶液的配制	6
1.3.1 化学试剂规格	6
1.3.2 试剂的存放和取用	6
1.3.3 溶液的配制	7
1.4 实验用水及其检验	8
1.4.1 纯水的质量级别	8
1.4.2 纯水的制备	9
1.4.3 纯水的检验	10
1.5 常用采样仪器	11
1.5.1 水样采集器	11
1.5.2 空气采样器	12
第 2 章 环境监测设计实验监测项目	19
2.1 生活饮用水及其水源水质监测	19
2.1.1 监测项目	19
2.1.2 水样的采集和保存	19
2.1.3 监测项目分析方法	20
2.2 地表水水质监测	21

2.2.1	监测项目	21
2.2.2	水样的采集和保存	22
2.2.3	监测项目分析方法	37
2.3	工业废水水质监测	38
2.3.1	监测项目	40
2.3.2	水样的采集	41
2.3.3	监测项目分析方法	42
2.4	污水处理厂排放污水监测	45
2.4.1	监测项目	45
2.4.2	水样的采集	46
2.4.3	监测项目分析方法	46
2.5	大气环境空气质量监测	47
2.5.1	监测项目	47
2.5.2	气体样品的采集	48
2.5.3	监测分析方法	50
2.6	室内空气环境空气质量监测	51
2.6.1	监测项目	51
2.6.2	气体采样	52
2.6.3	监测分析方法	52
2.7	环境噪声监测	53
2.7.1	监测项目	53
2.7.2	监测点位	55
2.8	土壤污染物监测	58
2.8.1	监测项目	58
2.8.2	采样	59
2.8.3	样品制备	62
2.8.4	监测分析方法	64

第3章 监测项目分析方法 65

3.1	水质监测项目分析测定方法	65
3.1.1	水样色度的测定实验	65
3.1.2	废水悬浮物的测定实验	67
3.1.3	水质化学需氧量(COD)的测定实验	67
3.1.4	生化需氧量(BOD)的测定实验	73
3.1.5	氨氮的测定实验	79
3.1.6	水中铬的测定实验	83
3.1.7	水中油的测定实验	86
3.1.8	水中挥发酚的测定实验	91
3.1.9	水中粪大肠菌群的测定实验	96

3.2 气体监测项目分析测定方法	101
3.2.1 空气中 SO ₂ 的测定实验	101
3.2.2 空气中氮氧化物（一氧化氮和二氧化氮）的测定实验	105
3.2.3 空气中 PM ₁₀ 和 PM _{2.5} 浓度的测定实验（重量法）	109
3.2.4 空气中总悬浮颗粒物的测定实验	110
3.2.5 室内空气中甲醛浓度的测定实验	111
3.2.6 室内空气中苯系物的测定实验	114
3.3 土壤污染监测项目分析测定方法	120
第 4 章 环境监测仪器	124
4.1 pH 计	124
4.2 分光光度计	127
4.3 溶解氧测定仪	129
4.4 BOD 测定仪	131
第 5 章 数据处理技术	134
5.1 监测数据结果表达	134
5.2 测量数据的有效数字及规则	136
5.3 分析结果的统计要求	137
主要参考文献	139

第1章 环境监测设计实验准备须知

1.1 环境监测实验室安全及意外事故处理

1.1.1 实验规则

为保证环境监测实验顺利进行，达到实验预期目的，学生应遵守以下实验规则。

(1) 实验开始前，要认真预习，了解监测目的，制订详细的环境监测方案，掌握监测相关的环境标准。充分了解和熟悉监测项目的性质、内容，以及使用的仪器、药品、设备、操作方法，同时对不安全因素进行检查、防护，方可开始实验。

(2) 实验中遵守实验室的规章制度，实验进行时要仔细观察、认真操作，不得离开实验岗位。发生意外事故要沉着冷静，不要慌乱，应立即采取相应措施，并报告指导教师。

(3) 要小心使用实验玻璃器皿，防止损坏；若损坏，要防止被划伤，并将损毁器皿丢入指定回收容器中。使用仪器设备时必须严格按照操作规程进行，若出现异常，应停止使用，并报告指导教师。

(4) 实验过程中要及时、认真做好实验记录，同时保持实验台面和地面的整洁。及时洗净使用过的器皿，实验完毕后应把试验台整理干净，公用药品、器皿、仪器等用完放回原处，关闭水、电、气等，并经教师检查后方可离开。

(5) 严禁在实验室内进食、抽烟、大声喧哗，实验结束后要洗手。

(6) 实验后的废液、废渣等废弃物，应倒入指定的废液缸或回收容器中，严禁丢入水槽，以免堵塞或腐蚀下水道。

1.1.2 实验室安全注意事项

(1) 进行危险实验时应采取必要安全措施，实验前需戴好手套、口罩、防护眼镜等防护用品，监测中如使用浓酸、浓碱及腐蚀性药品时，应避免溅落在皮肤、衣服上。实验时接触挥发性、有毒、刺激性大的气体，或加热盐酸、硝酸等挥发性酸时，除戴防护用品外，实验还必须在通风橱中进行。

(2) 使用易燃有机溶剂（如乙醇、乙醚、苯、丙酮等）时，一定要远离明火，最好在通风橱中进行操作，用后应把瓶塞塞紧，放在阴凉的地方，不可放在有太阳的地方暴晒。

(3) 使用危险药品时，要注意试剂不得入口，使用的化学药品不可乱倒或随意处理。

(4) 熟悉安全用具的放置地点和使用方法，并妥善爱护，不准移做它用。

(5) 在点燃氢气、乙炔、汽油蒸气前应当先排净空气；遇到可能爆炸的玻璃仪器和

摩擦生热的研磨操作时要注意安全。

(6) 拆装电源时应委托电工进行工作；设备仪器接电源时，要注意电源与设备仪器相符，并注意接好地线；开启或关闭电闸时不要用湿手操作；电炉炉盘要防止落入杂物。

(7) 回流或蒸馏低沸点有机溶剂如乙醚、醋酸乙酯等时，不要用明火加热，可用水浴或电热套加热。

(8) 使用乙醚等醚类时，必须检查有无过氧化物存在。若有，须将之除去后方可使用，且应在通风较好的地方或通风橱内进行使用。

(9) 黄磷、钾、钠等暴露在空气中易燃烧，故黄磷应储于水内，钾、钠应储于煤油中。黄磷有毒，取用时用镊子，切不可直接用手拿，否则触及皮肤会引起持久性烧伤。

(10) 溴为易挥发液体，能烧伤皮肤，存放和使用时要表面盖一层水，防止其挥发。

(11) 汞在室温下易挥发，其蒸汽有毒，故使用时要注意通风，存放或使用时常在其表面覆盖一层水或甘油；若洒落在地上或桌上，要立即用滴管或水泵将汞珠吸起，尽量收集起来，无法收集的部分要洒上硫磺粉，使之生成不易挥发的硫化汞。

(12) 对于易爆炸的固体，不能重压或撞击，对于其残渣也必须小心销毁。

(13) 不能将温度计当搅拌棒使用；不能测定超过温度计最高刻度的温度；不能把温度计长时间放在高温的溶剂中；用后让其慢慢冷却，不可立即用水冲洗。

(14) 处理及储存所有玻璃器皿时应加倍小心，液体加热时应使用耐热的玻璃器皿。

(15) 仪器设备使用时应根据需要选择安装符合规格的地线，切勿轻视接地问题。禁止使用情况不明的电源。

1.1.3 意外事故的处理

1. 火灾的处理

发生火灾事故时，不要惊慌，一定要保持冷静，并立即采取相应措施。首先，切断电源，关闭煤气，移开附近的易燃物，并采取正确的措施和方法熄灭火源。实验室一般不能用水灭火，因为水可能会与一些化学物质如金属钠起反应，使火更大。油浴或有机溶剂着火时，绝对不能用水灭火，因为这样会使火势蔓延开来。如果是一般的小火，可用湿布、石棉布或砂土盖熄；火较大时，用常用的灭火器灭火。泡沫灭火器用于一般的大火，但不适用于对电器和有机溶剂的灭火；二氧化碳灭火器适用于电器、油类及忌水化学物质的起火，但不适用于一些轻金属（如钠、钾、铝等）的灭火；四氯化碳灭火器用于电器着火，但此灭火器不能在通风不良的实验室中应用，因为高温时会产生剧毒光气，也不能用于金属钠的灭火。不论哪种灭火器，使用时都应从火的四周开始向中心扑灭。

衣服着火时，切勿乱跑，应立即脱下着火的衣服，或用厚的外衣包裹，也可以就地打滚，或用水冲淋灭火。烧伤严重者应立即送医院治疗。

2. 割伤

取出伤口内的玻璃或其他异物，用蒸馏水冲洗伤口。小伤口可贴上创可贴或涂上紫药水；大伤口则需在伤口上下 10 cm 处用纱布扎紧，以减慢流血，并立即送往医院治疗。

3. 烫伤

不要用水冲洗，也不要弄破水泡。在烫伤处涂以烫伤膏，如果伤处皮肤已破，可涂抹紫药水。严重者需送医院就诊。

4. 试剂药品灼伤

(1) 酸灼伤。立即用大量水冲洗，再用3%~5%的碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，然后再用水冲洗。严重时，消毒后涂烫伤膏。

(2) 碱灼伤。立即用大量水冲洗，再用1%~2%的硼酸或乙酸溶液洗，然后再用水冲洗。严重时，消毒后涂烫伤膏。

(3) 溴灼伤。立即用大量水冲洗，再用酒精洗涤伤口，然后涂上烫伤膏。

5. 吸入刺激性或有毒气体

吸入溴蒸气、氯气或氯化氢气体时，可吸入少量乙醇和乙醚混合蒸气解毒，吸入硫化氢或一氧化碳气体，应立即到室外呼吸新鲜空气。

6. 中毒

当毒物进入口中尚未咽下时，要立即吐出，再用大量水冲洗口腔。如已吞下，根据毒物性质服用解毒剂，并立即送医院。若吞下强酸，先饮大量水，再口服氢氧化铝软膏和鸡蛋白；若吞下强碱，也先饮大量水，接着服用醋或酸果汁及鸡蛋白。不论是酸中毒还是碱中毒皆可灌注牛奶，不要吃呕吐剂。如吞下刺激性或神经性毒物，先服用牛奶或鸡蛋白使之冲淡和缓解，再口服硫酸镁溶液催吐，也可用手伸入喉部催吐，然后立即送往医院就诊。

1.2 常见玻璃仪器的洗涤和干燥

在环境监测分析工作中，洗涤实验和采样器皿不仅是实验前必须做的准备工作，还是一项技术性的工作。玻璃仪器洗涤是否符合要求，对监测结果的准确度和精密度均有很大影响。因此，在进行环境监测实验之前，必须将玻璃仪器洗涤干净。

1.2.1 洗涤剂及使用范围

洗涤玻璃仪器时，应该选择合适的洗涤剂。常见的洗涤剂主要有肥皂液、洗衣粉、去污粉、洗液、有机溶剂等。肥皂液、洗衣粉、去污粉用于可以用刷子直接刷洗的玻璃器皿，如烧杯、三角瓶、试剂瓶、塑料瓶等；洗液如铬酸洗液、纯酸洗液等多用于不使用刷子洗刷的器皿，如滴定管、移液管、容量瓶、量筒、蒸馏器等带刻度或特殊形状的器皿，也用于浸泡洗涤测定痕量有机物、痕量金属等用的器皿、长久不用的杯皿器具和结垢刷不掉的器皿；有机溶剂是针对油脂性污物的清洗，或需要借助挥发快的有机溶剂与水混溶而将玻璃器皿中的残留水迅速挥发带走，如汽油、甲苯、二甲苯等，可以洗油污或可溶于该溶剂的有机物质；乙醇、乙醚、丙酮等可以冲洗刚洗净而带水的玻璃器皿，或可溶于该溶剂的有机物质，使用时要注意其毒性及可燃性。

1.2.2 常用洗液的制备及使用注意事项

(1) 铬酸洗液。研细的重铬酸钾（工业级或化学纯）20 g溶于40 ml水中，搅拌时

慢慢加入 360 ml 工业浓硫酸（注意：要特别缓慢加入，防止放热而外溅，要带橡胶手套操作），冷却后装入细口瓶中，盖紧瓶塞备用。用于去除器壁残留油污和微量有机物，用少量洗液涮洗或浸泡器皿一夜，必要时可加热洗液，用后倒回原瓶，并随时盖严，以防吸水。洗液可重复使用，当洗液由棕红色变为绿色时，即失效，可再加入适量重铬酸钾，加热溶解后继续使用。该洗液具有强腐蚀性，使用时要避免溅到手、衣服、试验台及地上，一旦溅上应立即用水冲洗并擦洗干净。太脏或盛过有机物的器皿应先用自来水洗涤，加洗液前尽量去掉器皿内的水，减少对洗液的稀释。由于六价铬的毒性大，大量使用会污染环境，所以没必要使用铬酸洗液的玻璃器皿应选用其他洗涤剂。洗涤废液经处理解毒后方可排放。

（2）纯酸洗液。纯酸洗液为（1+1）、（1+3）或（1+9）的工业盐酸或硝酸，器皿浸泡于上述溶液中 24 h，可洗去碱性物质及大多数无机物残渣，如多种金属氧化物及金属离子。

（3）碱性洗液。10%以上浓度的氢氧化钠、碳酸钠或碳酸氢钠水溶液，用于洗涤有油污的玻璃器皿。水溶液加热（可煮沸）使用，其去油效果更好；但煮的时间不能太长，否则会腐蚀玻璃。

（4）氢氧化钠-乙醇（或异丙醇）洗液。120 g 氢氧化钠溶于 150 ml 水中，用 95% 乙醇稀释至 1 L，可用于洗去油污及某些有机物。用它洗涤精密玻璃仪器时，要注意它对玻璃的腐蚀性。

（5）碱性高锰酸钾洗液。4 g 高锰酸钾溶于 80 ml 水，加 50% 的氢氧化钠溶液至 100 ml，用于清洗油污或其他有机物质，洗后器皿沾有析出的褐色二氧化锰，再用浓盐酸或草酸洗液、硫酸亚铁、亚硫酸钠等还原剂去除。

（6）酸性草酸或酸性羟胺洗液。称取 10 g 草酸或 1 g 盐酸羟胺，溶于 100 ml（1+4）的盐酸溶液中，用于洗涤氧化性物质，如洗涤高锰酸钾洗液洗后产生的二氧化锰，必要时加热使用。

1.2.3 常见的洗涤方法

一般来说，附着在仪器上的污物有尘土、可溶性物质、有机物、油垢和其他不溶性物质。针对不同污物，应选择合适的洗涤方法和洗涤剂进行洗涤，不能盲目使用各种洗涤剂来清洗玻璃器皿，这样不仅会造成浪费，还可能带来危险。

1. 常规洗涤法

对于一般的玻璃器皿，首先用自来水冲洗 1~2 次，除去灰尘和可溶性物质，再用毛刷蘸取肥皂液、洗衣粉或去污粉等，刷洗器皿内外表面，这些洗涤剂可以洗去油污和有机物，然后用自来水冲洗 3~5 次，最后用少量蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次，以除去残留的自来水。洗净的玻璃器皿壁上应不挂水珠，否则要重新洗涤。

2. 特殊洗涤方法

（1）度量玻璃仪器（如容量瓶、刻度吸管等）和形状特殊的器皿，不能用毛刷刷洗。其内壁应先用自来水冲洗，再根据污垢的性质选择不同的洗涤液进行浸泡或共煮，再按上述常规方法用不同的水冲洗干净；其外壁可用毛刷蘸取洗衣粉、去污粉等刷洗。

（2）测定水中痕量有机物，玻璃器皿需先用铬酸洗液浸泡 15 min 以上，再用自来

水、蒸馏水洗净。

(3) 测定痕量金属元素后的仪器, 应先用稀硝酸或稀盐酸浸泡约 24 h, 再用水冲净。

(4) 有些玻璃器皿, 主要是成套的组合仪器, 除按上述常规方法洗涤外, 还要安装起来用水蒸气蒸馏法洗涤一定的时间。例如, 凯氏微量定氮仪, 每次使用前应将整个装置连同接受瓶用热蒸汽处理 5 min, 以便除去装置中的空气和前次实验残留的污物, 以减少实验误差。

(5) 分光光度计上的比色皿测定有机物后, 应先用有机溶剂洗涤, 必要时可用硝酸浸泡, 然后用自来水冲洗, 再以蒸馏水或去离子水洗净晾干, 不宜在较高温度烘箱中烘干。如果急用, 可先控干大部分水分后, 再用无水乙醇或丙酮洗涤除尽残存水分, 晾干即可使用。注意不能用重铬酸钾洗液洗涤, 防止器皿壁上附着重铬酸盐。

(6) 用于盛装背景值调查样品的器皿, 用 (1+9) 盐酸浸泡 8 h 以后, 还需要用 (1+1) 的硝酸浸泡 3~4 天, 沥去酸液后用自来水漂洗干净, 再用去离子水充分荡洗三次。

已洗净的玻璃仪器倒转过来, 如果水沿着器壁留下, 只留下一层薄而均匀的水膜, 而不挂水珠, 表明仪器已经洗净。

3. 注意事项

(1) 用水冲洗时应按照少量多次的原则, 每次充分振荡后倾倒干净。凡能使用刷子刷洗的玻璃仪器, 都尽量用刷子蘸取洗衣粉等进行刷洗, 但刷洗时不能用力过猛, 防止容器内壁表面毛糙、易吸附离子或其他杂质, 影响测定结果或造成污染更难清洗。

(2) 器皿在使用后应立即清洗, 以免以后不好清洗, 造成测定误差。

(3) 使用荧光分析时, 玻璃器皿应避免使用洗衣粉洗涤 (因洗衣粉中含有荧光增白剂, 会给分析结果带来误差)。

(4) 测痕量铬的器皿只能用 (1+1) 的硝酸浸泡, 不能用铬酸洗液浸洗。

(5) 用于测磷酸盐的玻璃仪器, 不得使用含磷的洗涤剂。

(6) 对测氨和凯式总氮的玻璃仪器, 应以无氨水洗涤。

(7) 塑料瓶清洗时要注意其受热易变形、易被硬物划伤及对许多有机溶剂敏感的特点。

1.2.4 玻璃仪器的干燥

已经洗净的玻璃仪器不能用布或纸擦, 因为布或纸的纤维会留在器壁上而弄脏仪器。可根据不同情况, 选择合适的方法将洗净的仪器干燥。

(1) 晾干。不急用的仪器, 可倒置放在干燥的实验柜内或仪器架上自然晾干。

(2) 烘干。将洗净的玻璃器皿置于 105~110℃ 的清洁烘箱中烘干。放进烘箱前要先沥干水, 放置仪器时, 仪器的口应朝下。烘干后一般在空气中冷却, 但用于精确称量的仪器如称量瓶等, 需先在空气中冷却 5 min, 再放入干燥器中冷却保存。任何度量仪器都不能用烘干法干燥。

(3) 吹干。洗涤后急需使用又不便于烘干的玻璃器皿 (精密度高) 如容量瓶、滴定管、比色管等, 可先用少量乙醇、丙酮或乙醚等有机溶剂冲洗一下, 然后用冷风吹走大部分有机溶剂, 再用热风吹干。吹干后, 再吹冷风使仪器逐渐冷却, 否则, 被吹热的仪器在自然冷却时会在器壁上凝结一层水。但吹的过程中注意通风, 防止中毒和爆炸。

(4) 烤干。用酒精灯或红外线等加热烤干。此法只适用于硬质玻璃仪器干燥如烧杯、蒸发皿、试管等，不适于比色皿、比色管、称量瓶等的干燥。

1.3 试剂和溶液的配制

1.3.1 化学试剂规格

化学试剂在环境监测实验中是不可缺少的物质。同一种试剂，虽然性质相同，但因其中的杂质含量不同，可能会导致分析结果不同。因此，选择的试剂是否合适，会直接影响监测结果。在我国，化学试剂根据其中的杂质含量多少划分为4个等级，其规格和适用范围见表1-1。

表 1-1 化学试剂规格和适用范围

等级	名称	符号	适用范围	标签颜色
一级品	优级纯（保证试剂）	GR	纯度很高，适用于精密分析工作和科学研究工作	绿色
二级品	分析纯（分析试剂）	AR	纯度次于一级，适用于多数分析工作和科学研究工作	红色
三级品	化学纯（化学试剂）	CP	纯度次于二级，用于一般定性分析和化学制备	蓝色
四级品	实验试剂	LR	纯度低，用于实验辅助试剂和化学制备	棕色等
	生物试剂	BR 或 CR		黄色等

除以上的试剂外，还有一些特殊的高纯试剂，如光谱纯试剂、色谱纯试剂、基准试剂等。光谱纯试剂是指试剂中杂质含量用光谱法已难以测出，或杂质含量低于某一限值；色谱纯试剂是在色谱分析时无杂质峰的试剂；基准试剂的纯度相当于（或高于）一级品，在定量分析中作为基准物质，可直接用于配制标准溶液。

在环境监测的分析测定中，选用的试剂纯度要与所用方法相当。优级纯可用于配制标准溶液，在仪器分析实验中，一般用优级纯或高纯试剂。分析纯用于配制定量分析中的普通溶液，一般分析测定中未指明试剂规格时，常指分析纯试剂。在滴定分析实验中，分析纯也可用于配制标准溶液，然后用基准试剂进行标定。化学纯只能用于配制半定量或定性分析中的普通溶液和清洁液等。

在选择试剂时，还要本着节约的原则，按照实验的实际需要来选用试剂的级别。试剂并非越纯越好，级别不同的试剂价格相差很大，在要求不是很高的实验中使用较纯的试剂，会造成很大的浪费。

1.3.2 试剂的存放和取用

固体试剂应存放在广口瓶中，液体试剂则装在细口瓶或滴瓶中，见光易分解的试剂存放在棕色瓶中，有些甚至需要用黑纸包裹瓶身，保存在暗处。盛强碱性试剂（如氢氧化钠、氢氧化钾等）的瓶子，不能用玻璃塞，要用橡胶塞。氢氟酸要用塑料瓶或铅制容器保存。易氧化的物质如金属钾、钠等，应在煤油中存放。

取用固体试剂时，一般用干净的药匙取。先取下瓶盖，仰放在干净的台面上，取用

试剂后，立即盖上瓶盖，并将试剂瓶放回原处，取用的多余固体试剂不能倒回原瓶。取一定质量的固体时，可把固体放在纸上或表面皿上，用天平称量。有腐蚀性或易潮解的固体不能放在纸上，而应放在玻璃容器或其他合适的容器内进行称量。

从细口瓶中取液体试剂时，先把瓶盖取下，仰放在干净台面上，一手拿盛接容器（如量筒），另一手拿试剂瓶（标签朝上），瓶口靠住容器内壁，缓缓倒出液体试剂，让液体沿器壁往下流。倒完后把瓶口在容器口的内壁上靠一下，再将瓶子竖直并盖紧瓶盖。倾倒液体时，也可沿着玻璃棒将液体引入盛装容器内。

从滴瓶中取液体试剂时，要保持滴管垂直，避免倾斜，尤其是不能倒立，以免试剂流入橡胶头内使试剂受到污染。滴加试剂时，滴管尖端不能接触盛装的容器内壁，应在容器口上方将试剂滴下，也不可将滴管放在原滴瓶以外的任何地方，以免被污染。

每个试剂瓶上都要贴上标签，并标注试剂名称、浓度和纯度。

1.3.3 溶液的配制

在环境监测的项目分析测定过程中，常需要将分析使用的试剂配制成溶液进行测定。因此，正确配制和合理保存溶液是很重要的。

1. 配制溶液的步骤

（1）计算。计算配制所需固体溶质的质量或液体浓溶液的体积。

（2）称量。用分析天平或托盘天平称量固体溶质的质量，或用移液管、量筒等量取液体浓溶液的体积。

（3）溶解。将固体溶质或液体浓溶液放入烧杯中，向烧杯中加入溶剂溶解或稀释溶质，如果不能完全溶解溶质，可适当加热助溶，然后冷却至室温。

（4）转移溶液。将烧杯中冷却后的溶液沿着玻璃棒小心转移入一定体积的容量瓶中。用溶剂洗涤烧杯和玻璃棒 2~3 次，并将洗涤液全部转入容量瓶中，然后振荡，使溶液混合均匀。

（5）定容。向容量瓶中加入溶剂至刻度线。

（6）摇匀。盖好瓶塞并旋紧，上下颠倒容量瓶，使溶液混合均匀。

（7）保存。将配置好的溶液倒入干净的试剂瓶中，贴好标签，标签上注明溶液名称、浓度、配制日期等，保存待用。

如果溶液浓度准确度要求不高，可省去定容步骤，溶解时用量筒加入所需体积溶剂；待其溶解后，直接将溶液倒入试剂瓶保存。

常用溶液浓度的表示方法有：物质的量浓度（mol/L）、质量浓度（g/L，mg/L，mg/ml，μg/ml 等）、质量分数、体积分数等。

2. 标准溶液的配制

在环境监测中常需配制已知准确浓度的标准溶液，通过标准溶液的浓度和用量来计算待测组分的含量。标准溶液的配制主要有两种：

（1）直接配制法。用分析天平准确称取一定量的基准物质，溶解后配制成一定体积的溶液，根据物质的质量和溶液的体积，即可计算出该标准溶液的浓度。不是任何化学试剂都能用来直接配制标准溶液，能用于直接配制标准溶液的物质称为基准物质。例如，配制 0.1000 mol/L 的重铬酸钾（ $K_2Cr_2O_7$ ）标准溶液，在分析天平上用小烧杯准确称取

基准物质 14.7095 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，加少量水使之溶解，定量后将之转入 500 ml 容量瓶中，加水稀释至标线。有时所需标准溶液浓度很低，若直接称量会因量较小而造成较大误差。通常先配制浓度大的标准溶液（也称贮备液），再稀释至所需要的浓度，但稀释次数不能太多（最好不大于 2 次），稀释次数太多，累积误差就会大，影响结果准确度。

（2）间接配制法。很多试剂不符合基准物质的条件，如有些试剂在空气中会吸潮，有些液体试剂则本身就不是纯的试剂，不能用直接法配成标准溶液。可先将其配成近似所需浓度的标准溶液，然后用基准物质（或已知准确浓度的另一种溶液）来标定它的准确浓度。配制近似浓度的溶液时，由于只要求准确到 1~2 位有效数字，故可用误差较大的托盘天平称量固体试剂，以及用量筒量取液体试剂。但是，在标定标准溶液的整个过程中，用作标定的基准物质要用分析天平准确称量，并准确稀释到所需体积。所量取的待标定溶液的体积和滴定溶液的体积也均要用移液管和滴定管准确操作，准确记录体积数。

3. 溶液的保存

经常且大量使用的溶液，可先配制成贮备液保存，使用时再将贮备液稀释到所需浓度。在保存 NaOH 溶液时，因其会腐蚀玻璃，不能用玻璃塞，只能用橡胶塞塞住瓶口，且最好保存在聚乙烯瓶中。同样，含氟的盐类（如 NaF、 NH_4F 等）、乙二胺四乙酸（EDTA）、二钠盐溶液等也会慢慢腐蚀玻璃，故不宜用玻璃瓶长时间保存，也应保存在聚乙烯瓶中。

易挥发、易分解的溶液，如 I_2 、 KMnO_4 、 AgNO_3 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 等溶液，以及氨水、溴水和有机溶剂等均应盛放在棕色瓶中，放在阴凉暗处，避光保存。

配好的溶液装瓶后，应立即贴上标签，并标明溶液名称、浓度及配制日期。不同的溶液性质不同，保存的有效期也不同，过期的保存溶液应弃之不用。

1.4 实验用水及其检验

实验室的实验用水一般不能直接使用自来水，须根据实验的要求，用经过处理的纯水。根据水的纯度不同，纯水分不同的等级，不同等级的纯水制备方法不同。

1.4.1 纯水的质量级别

按照我国颁布的《分析实验室用水规格和试验方法》（GB/T 6682—2008）进行分类，纯水可以分为三个级别：一级水、二级水和三级水。这三个级别的纯水应符合表 1-2 的规定。

一级水用于有严格要求的分析试验，包括对颗粒有要求的试验，如液相色谱分析用水，电阻率通常大于 $10 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 。二级水用于精确分析和研究工作，如无机痕量分析，原子吸收光谱分析等，电阻率通常大于 $1 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 。三级水用于一般化学分析实验，电阻率通常大于 $0.2 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

表 1-2 分析实验室用水规格 (GB/T 6682-2008)

名称	一级	二级	三级
pH (25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率 (25℃) (mS/m)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质含量 (以 O 计) (mg/L)	—	≤0.08	≤0.4
吸光度 (254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣 (105℃±2℃) 含量 (mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅含量 (以 SiO ₂ 计) (mg/L)	≤0.01	≤0.02	—

1.4.2 纯水的制备

纯水的制备就是将原水 (自来水、普通蒸馏水或普通去离子水) 中可溶性和非可溶性杂质全部除去的水处理方法。制备纯水的方法主要有蒸馏法、离子交换法、电渗析法、反渗透法等, 实验室常用蒸馏法和离子交换法。

1. 蒸馏法

蒸馏法就是将原水加热蒸发, 除去杂质达到纯化的技术。用蒸馏法制备的纯水常称为蒸馏水, 水中含可溶性气体如二氧化碳、氨等, 以及挥发性物质如多种酸、有机物等。该法操作简单, 但产量低而成本高。

蒸馏水的质量因蒸馏器的材质与结构不同而异。蒸馏器的材质通常有玻璃、金属、石英等。不同材质的蒸馏器制备的蒸馏水中所含的杂质不同, 如表 1-3 所示。

表 1-3 不同材质蒸馏器制备蒸馏水的比较

蒸馏器材质	杂质	适用范围
铜或其他金属	金属杂质含量高, 常多于原水, 电阻率小于 0.1 mΩ·cm	只适用于清洗容器和配制一般试液, 不适于痕量元素分析
玻璃	含痕量金属、微量玻璃溶出物如硼、硅等, 比较纯净, 电阻率约为 0.5 mΩ·cm	适用于配制一般定量分析试液, 不适于配制分析重金属或痕量非金属的试液
石英	含痕量金属, 不含玻璃溶出物, 纯净, 电阻率约为 2~3 mΩ·cm	适于配制痕量非金属分析的试液
石英 (亚沸蒸馏器)	不含痕量金属, 非常纯净, 电阻率大于 16 mΩ·cm	适合于配制除可溶性气体和挥发性物质以外的各种痕量物质的分析用试液

一次蒸馏获得的蒸馏水效果差, 有时需要多次蒸馏。例如, 第一次蒸馏时加入几滴硫酸; 除去重金属, 第二次蒸馏时加入少许碱溶液, 中和可能存在的酸; 第三次蒸馏不加酸或碱。这样制得的蒸馏水可以满足普通分析实验的用水要求, 但很难去除二氧化碳, 水的电阻率达不到毫欧级别, 需要用离子交换法制备去离子水。

2. 离子交换法

离子交换法就是用离子交换树脂中可游离交换的离子与原水中同性离子通过相互交换, 把水中各种离子除去或减少的一种纯水制备技术。以离子交换法制备的纯水称为去离子水。离子交换法不能完全除去水中的有机物和非电解质, 因此较适用于配制痕量金

属分析用的试液，而不适合配制有机分析试液。该制备方法操作简便，所需设备简单，出水量大，成本低，有代替蒸馏法制备纯水的趋势，尤其适用于需大量用水的场合。

当需要制备无电解质又无微生物等杂质的纯水时，可将离子交换法和蒸馏法联用，即将去离子水再蒸馏一次或把蒸馏水作为原水再用离子交换法处理一次。

三级水可用蒸馏法或离子交换法制取，二级水可用多次蒸馏或离子交换法制取，一级水可用二级水经过石英蒸馏器蒸馏或离子交换混合床处理后，再经 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。一般来说，一级水不能储存，使用前方可制备；二级水、三级水可适量制备，储存在预先经同级水清洗过的相应容器中。

保存纯水时须特别注意，不要使之暴露在空气中，否则空气中的二氧化碳、氨、尘埃及其他杂质的污染会使水质下降。纯水储存在硬质玻璃瓶中会使金属离子含量增加，因此应将其储存在聚乙烯容器或内衬有聚乙烯膜的瓶中，最好保存在石英或高纯聚四氟乙烯容器中。

1.4.3 纯水的检验

按照《分析实验室用水规格和试验方法》(GB/T 6682—2008) 中的检验方法检验纯水是否达到表 1-2 中规定的各级水的质量标准。检验方法简述如下：

(1) pH。用 pH 计检测。

(2) 电导率。用电导率测定仪测量电导率，若测量水温不是 25°C 时，需要将测量值换算到 25°C 时的电导率。

(3) 可氧化物质。量取 1000 ml 二级水（或 200 ml 三级水），注入烧杯中，加入 5.0（或 1.0）ml 的 20% 硫酸溶液，混匀。往上述溶液中加入 $0.01\ \text{mol/L}$ 的高锰酸钾滴定溶液 1.00 ml，混匀，盖上表面皿，加热至沸腾并保持 5 min，溶液粉红色不能完全消失，即符合标准。

(4) 吸光度（254 nm，1 cm 光程）。将水样分别注入 1 cm 和 2 cm 石英吸收池中，用紫外分光光度计在 254 nm 处，以 1 cm 吸收池中水样为参比，测定 2 cm 吸收池中水样的吸光度，结果与表 1-2 的结果比较。

(5) 蒸发残渣。量取 1000 ml 二级水（或 500 ml 三级水），将水样分几次加入旋转蒸发器的蒸馏瓶中，于水浴上减压蒸发（避免蒸干）。待水样最后蒸至约 50 ml 时，停止加热。将上述浓缩后的水样，转移至一个 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 恒量的蒸发皿中，并用 5~10 ml 水样分 2~3 次冲洗蒸馏瓶，将洗液与浓缩水样合并于蒸发皿中，将蒸发皿放在水浴上蒸干，再置于 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干至恒量，蒸发皿中残渣的质量与水样体积之比即为蒸发残渣的含量，将此结果与表 1-2 的数值比较。

(6) 可溶性硅（以 SiO_2 计）。量取 520 ml 一级水（或 270 ml 二级水），注入铂皿中，在防尘条件下，亚沸蒸发至约 20 ml，停止加热，冷却至室温。加入 1.0 ml 钼酸铵溶液（50 g/L），摇匀，放置 5 min 后，加入 1.0 ml 草酸溶液（50 g/L），摇匀，放置 1 min，加入 1.0 ml 对氨基酚硫酸盐溶液（2 g/L），摇匀。将溶液移入比色管中，稀释至 25 ml，摇匀，然后置于 60°C 水浴中保温 10 min，溶液所呈蓝色不得深于标准比色溶液。标准比色溶液是取 0.50 ml 二氧化硅标准溶液（0.01 mg/ml），用水样稀释至 20 ml 后，与同体积试液同时同样处理。