

全国高等院校环境科学与工程统编教材

环境监测综合实验

HUANJING JIANCE ZONGHE SHIYAN

刘琼玉 主编



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

环境监测综合实验

主 编 刘琼玉
副主编 王珺婷 刘君侠 熊双莲
参 编 张高科 刘名茗 刘静萱 万田英
 刘晓烨 张 晖 刘恩栋 邓凤霞

华中科技大学出版社
中国·武汉

内 容 提 要

本书根据教育部高等学校环境科学与工程类专业教学指导委员会制定的环境监测课程基本内容与要求,结合多年环境监测实验教学经验和我国新形势下环境监测行业与技术的发展需要编写而成,内容包括地表水环境质量监测、工业废水监测、校园环境空气质量监测、室内空气质量监测、土壤环境质量监测、植物污染监测、校园环境噪声监测等七个综合实验模块和建设项目竣工环境保护验收监测一个环境监测技能提升模块。在每一个实验模块中,通过实际案例突出环境监测全过程的综合训练,即包括监测方案制订、采样点的布设、样品的采集与保存、样品的预处理、监测方法选择、分析测试、质量保证措施、数据处理与评价、环境监测报告的编写等全过程的综合技能训练。为了便于读者拓展学习,本书正文中插入了相关标准与规范的二维码。

本书可作为高等院校环境科学与工程类专业本科生和研究生的实验教材,也可供有关专业学生和环保科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测综合实验/刘琼玉主编. —武汉:华中科技大学出版社,2019.8
ISBN 978-7-5680-5487-4

I. ①环… II. ①刘… III. ①环境监测-实验 IV. ①X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 164737 号

环境监测综合实验

Huanjing Jiance Zonghe Shiyān

刘琼玉 主编

策划编辑:王新华

责任编辑:王新华

封面设计:潘群

责任校对:阮敏

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉) 电话:(027)81321913

武汉市东湖新技术开发区华工科技园 邮编:430223

录 排:武汉正风天下文化发展有限公司

印 刷:武汉科源印刷设计有限公司

开 本:710mm×1000mm 1/16

印 张:9.25

字 数:196千字

版 次:2019年8月第1版第1次印刷

定 价:28.00元



本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务
版权所有 侵权必究

前 言

环境监测是我国高等学校环境科学与工程类专业核心课程之一,具有综合性、实践性和时代性的鲜明特点。环境监测实验教学是环境监测课程的重要环节,综合性和应用性强,涉及的范围广,监测步骤繁多,实验现象复杂多变,影响实验结果的因素众多,实验数据处理量大,同时对监测数据质量要求高。因此,环境监测实验在培养学生综合应用多种方法处理环境监测实践问题的能力以及创新思维 and 创新能力等方面具有重要作用。为突出环境监测实验课程在环境科学与工程类专业人才培养中的重要地位,许多高等学校环境科学与工程类专业的环境监测实验均为独立设课。

本书根据我国新形势下环境监测行业与技术的发展,在多年的环境监测实验教学经验的基础上,对环境监测实验教学内容进行优化整合,加强环境监测方案设计能力培养,注重环境监测实验方法的规范性和先进性,突出环境监测全过程的综合训练,使环境监测实验教学紧密联系生产第一线。本书共八章,包括地表水环境质量监测、工业废水监测、校园环境空气质量监测、室内空气质量监测、土壤环境质量监测、植物污染监测、校园环境噪声监测等七个综合实验模块和建设项目竣工环境保护验收监测一个环境监测技能提升模块。在每一个实验模块中,通过实际案例突出环境监测全过程的综合训练,即包括监测方案制订、采样点的布设、样品的采集与保存、样品的预处理、监测方法选择、分析测试、质量保证措施、数据处理与评价、环境监测报告的编写等全过程的综合技能训练。通过对具体环境介质的综合监测与评价,使实验教学紧密联系生产第一线,激发学生的学习兴趣,开拓学生的视野,增强学生对环境监测综合性、整体性的理解与应用,做到学以致用,培养学生的实践能力、创新能力和团队协作能力,为学生以后从事环保工作奠定良好的实践基础。

本书由江汉大学刘琼玉教授任主编,武汉理工大学王珺婷老师、江汉大学刘君侠高级实验师和华中农业大学熊双莲副教授任副主编。参编人员有武汉理工大学张高科教授、刘静莹和刘恩栋老师,华中农业大学刘名著教授和万田英高级工程师,江汉大学刘晓焯、张晖和邓凤霞老师。

本书由江汉大学、武汉理工大学和华中农业大学教师联合编写,汇集了各校丰富的教学经验和教学资源。武汉市环境监测中心梁胜文教授级高工和朱汉昌总工对本书的编写提出了宝贵的意见和建议,在此表示衷心感谢!

由于编者水平有限,书中难免存在一些不足之处,敬请广大读者、学者及专家批评指正!

编 者

2019年4月

目 录

第一章 地表水环境质量监测实验	1
一、实验目的	1
二、湖泊水质监测方案的制订	1
三、溶解氧的测定	6
四、氨氮的测定	9
五、高锰酸盐指数的测定	13
六、透明度的测定	16
七、叶绿素 a 的测定	17
八、电导率的测定	20
九、总有机碳与总氮的测定	22
十、总磷的测定	26
十一、湖泊水质监测实验报告的编写	29
第二章 工业废水监测实验	32
一、实验目的	32
二、造纸废水监测方案的制订	32
三、造纸废水 pH 值的测定	34
四、造纸废水色度的测定	36
五、造纸废水悬浮物的测定	38
六、造纸废水化学需氧量(COD)的测定	40
七、造纸废水五日生化需氧量(BOD ₅)的测定	49
八、造纸废水水质监测实验报告的编写	55
第三章 校园环境空气质量监测实验	58
一、实验目的	58
二、校园环境空气质量监测方案的制订	58
三、校园环境空气二氧化硫的采集与监测	61
四、校园环境空气二氧化氮的采集与监测	66
五、校园环境空气 PM ₁₀ 和 PM _{2.5} 的测定	69
六、校园环境空气质量监测实验报告的编写	72

第四章 室内空气质量监测实验	76
一、实验目的	76
二、办公场所空气质量监测方案的制订	76
三、办公场所甲醛的采集与监测	78
四、办公场所总挥发性有机物的测定	82
五、办公场所空气质量监测实验报告的编写	86
第五章 土壤环境质量监测实验	88
一、实验目的	88
二、农田环境质量监测方案的制订	88
三、土壤样品的采集	91
四、土壤样品的制备与保存	92
五、土壤水分含量的测定	94
六、土壤 pH 值的测定	95
七、土壤铜和锌的测定	96
八、土壤总汞的测定	99
九、土壤总砷的测定	102
十、土壤六六六和滴滴涕的测定	104
十一、农田土壤环境质量监测实验报告的编写	108
第六章 植物污染监测实验	111
一、实验目的	111
二、植物污染监测方案的制订	111
三、植物样品的采集与制备	113
四、稻米或蔬菜中镉的测定	114
五、粮食和蔬菜中有机磷农药残留量的测定	117
六、植物污染监测实验报告的编写	121
第七章 校园环境噪声监测实验	123
一、实验目的	123
二、校园声环境监测方案的制订	123
三、校园声环境质量现场监测	126
四、校园声环境监测实验报告的编写	128
第八章 建设项目竣工环境保护验收监测	131
一、验收监测技术工作程序	131
二、验收监测技术报告的编写	134
参考文献	141

第一章 地表水环境质量监测实验

水质监测对象广泛,包括环境水体(江、河、湖、海及地下水、水库、沟渠水等)和水污染源(生活污水、工业废水和医院污水等);水中污染物的种类繁多,包括化学型污染、物理型污染和生物型污染。因为受到人力、物力、经费等各种条件的限制,不可能也没必要对所有项目一一监测,应根据实际情况选择监测项目。

本章以武汉市某湖泊的水质监测为例,介绍地表水环境质量监测方案的制订、水样的采集与保存、水样的预处理、典型监测项目的监测方法、分析测试、数据处理与结果评价、监测报告的编写等。

一、实验目的

通过对武汉市某湖泊水环境质量进行监测,掌握地表水监测方案的制订方法,熟悉地表水水样的采集与保存技术,掌握水样的预处理方法,掌握电导率、透明度、溶解氧、高锰酸盐指数、氨氮、叶绿素 a、总氮、总磷等代表性水质指标的监测分析技术,学会采用综合营养状态指数法对所获得的数据进行湖泊营养状态评价,了解地表水环境质量监测报告的编写。

二、湖泊水质监测方案的制订

监测方案是一项监测任务的总体构思和设计,制订时必须首先明确监测目的,然后在调查研究的基础上确定监测对象,设计监测点位,合理安排采样时间和采样频率,选定采样方法和分析测定技术,提出监测报告要求,制订质量保证程序、措施和方案的实施计划等。其中水质监测点位的布设关系到监测数据是否有代表性、能否真实地反映水体环境质量现状及污染发展趋势。

(一) 湖泊资料收集及现场调查

以武汉市某湖泊的水质监测为例,该湖泊属于缓流水体,水深小于 5 m。资料调研与现场调研的结果表明,该湖泊有一个入湖水通道和一个出湖水通道,沿湖分布了 26 个入湖排水口,有少量零散的生活污水排入湖泊,污染输入主要来自两岸雨水径流携带陆源污染物的汇入以及沿湖商业区、居民小区的



码 1-1 武汉市地表水
环境功能区类别

雨污混合排口及污水排口。入湖排口中有 3 个污水排口、6 个雨污混合排口和 17 个雨水排口，入湖排口分布如图 1-1 所示。

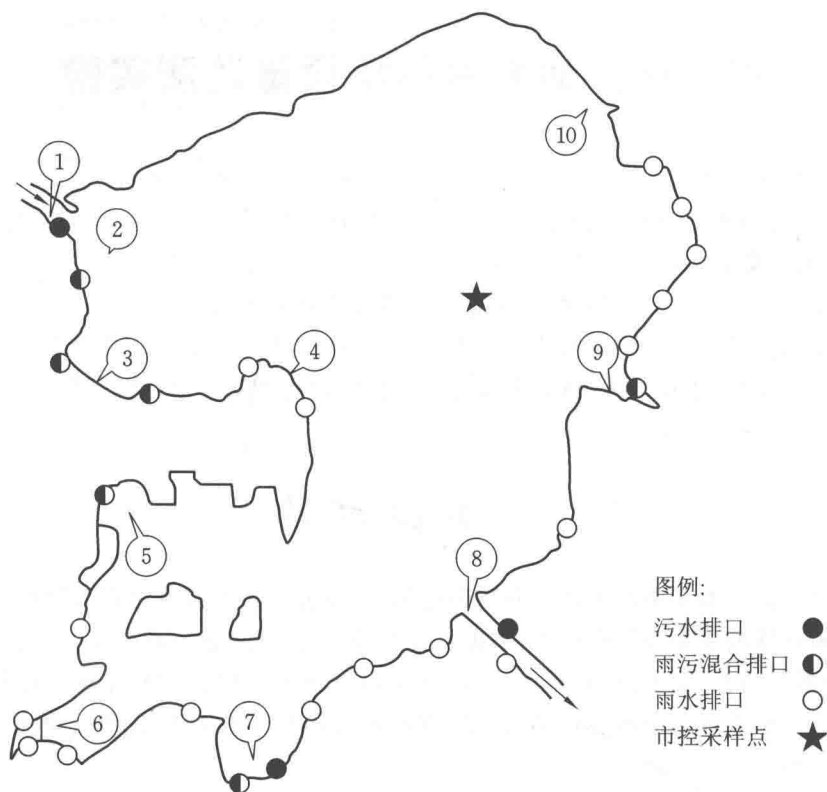


图 1-1 武汉某湖泊水质监测采样点布设平面图

1~10 为实验教学水质监测采样点



码 1-2 武汉市地表水
环境质量状况

根据武汉市生态环境局 2011 年发布的《武汉市地表水环境功能区类别》，该湖全湖为一般鱼类保护区，其水质管理目标为Ⅲ类。根据武汉市生态环境局公布的地表水环境质量状况，截至 2018 年 6 月，该湖的水质均未达到其功能类别水质要求，为劣Ⅴ类水体，呈现中度富营养化至重度富营养化，主要超标污染物为总磷、化学需氧量、生化需氧量、氨氮、高锰酸盐指数。

(二) 水质监测点位的布设

该湖是武汉市环境保护主管部门纳入常规监测的湖泊之一，由武汉市环境监测中心统一协调其水质监测任务，并由所在区环境监测站具体负责其采样监测工作。目前开展的常规监测中，在湖中心布设了一个市控采样点，监测点位置位于水

面下 0.5 m。

根据收集的资料和现场调查的信息,为了解入湖水及沿岸主要功能区对湖泊水质的影响,按照进水区、出水区、湖心区、岸边区等水体类别,共设置 10 个监测断面,每个监测断面设置 1 条采样垂线。鉴于湖水深度小于 5 m,在每条采样垂线的水面下 0.5 m 处设置采样点。在实验教学中,该湖水水质监测采样点布设可参考图 1-1。

(三) 采样时间与频次

该湖泊为武汉市重点监测的城市湖泊,市控监测点位每月采样一次,一年 12 次,在每月的上旬采样。教学实验采样可在开展实验教学的月初进行,获得的市控监测点的监测数据可以与武汉市环境监测中心公布的监测数据进行对比。

(四) 水质监测项目的确定与监测方法选择

目前,我国湖库环境质量例行监测的项目为《地表水环境质量标准》(GB 3838—2002)表 1 规定的 24 个基本项目和透明度、电导率、叶绿素 a、水位等指标,水质在线自动监测的项目为水温、pH 值、溶解氧、电导率、浊度、氨氮、高锰酸盐指数、总有机碳、总氮、总磷和叶绿素 a 等指标。教学实验由于受到实验学时数的限制,重点选择溶解氧、氨氮、高锰酸盐指数、透明度、电导率、化学需氧量、总氮、总磷等指标进行监测。监测方法优先选用国家标准分析方法、统一分析方法或行业标准方法。当实验室不具备使用国家标准分析方法的条件时,也可采用《水和废水监测分析方法(第四版)》提供的其他方法。



码 1-3 GB 3838—2002

通过对湖泊中溶解氧、氨氮等代表性水质指标全过程的监测训练,掌握地表水监测方案设计、采样点的布设、样品的采集与保存、样品的预处理、分析方法选择、分析测试、数据处理及结果评价等技能,进而可将这种监测思路推广到地表水其他指标的监测与评价,做到举一反三、触类旁通。

(五) 样品采集

根据《国家地表水环境质量监测网监测任务作业指导书(试行)》(环办监测函[2017]249号),样品分类采集要求如图 1-2 所示。

电导率、水温、pH 值、溶解氧、透明度、盐度等项目为现场监测项目,应按照规定正确开展现场监测。

(六) 质量保证与质量控制技术要求

1. 样品采集及管理

(1) 根据确定的采样点位、监测项目、频次、时间和方法进行采样。必要时制订采样计划,内容包括采样时间和路线、采样人员和分工、采样器材、交通工具以及安全



图 1-2 样品分类采集要求示意图

保障等。

(2) 采样人员应充分了解监测任务的目的是要求，了解监测点位的周边情况，掌握采样方法、监测项目、采样质量保证措施、样品的保存技术和采样量等，做好采样前的准备。

(3) 采集样品时，应满足相应的规范要求，并对采样准备工作和采样过程实行必要的质量监督。

(4) 样品采集过程中,全程序空白和平行双样的采集要覆盖三个以上的监测项目。每年每个项目必须覆盖一次以上。

(5) 样品运输与交接。样品运输过程中应采取措施保证样品性质稳定,避免沾污、损失和丢失。样品接收、核查和发放各环节应受控,样品交接记录、样品标签及包装应完整。若发现样品有异常或处于损坏状态,应如实记录,并尽快采取相关处理措施,必要时重新采样。

(6) 样品保存。样品应分区存放,并有明显标志,以免混淆。样品保存条件具体参照《国家地表水环境质量监测网监测任务作业指导书(试行)》的相关内容。

2. 实验室内部质量控制

(1) 应通过实验确定方法检出限,并满足特定分析方法要求。

(2) 校准曲线。采用校准曲线法进行定量分析时,仅限在其线性范围内使用。必要时,对校准曲线的相关性、精密度和置信区间进行统计分析,检验斜率、截距和相关系数是否满足标准方法的要求。若不满足,需从分析方法、仪器设备、量器、试剂和操作等方面查找原因,改进后重新绘制校准曲线。校准曲线不得长期使用,不得相互借用。一般情况下,绘制校准曲线应与样品测定同时进行。

(3) 空白样品。空白样品包括全程序空白和实验室空白,其测定结果一般应低于方法检出限。每个项目均按照与实际样品一致的分析操作步骤进行实验室用纯水的空白测定,目的在于确认前处理和分析过程中是否存在污染和干扰。每批水样,应按照与实际样品一致的程序设置全程序空白样品,目的在于确认采样、保存、运输、前处理和分析全过程中是否存在污染和干扰。一般情况下,不应从样品测定结果中扣除全程序空白样品的测定结果。

(4) 平行样测定。按方法要求随机抽取一定比例的样品做平行样品测定,平行测定的相对偏差应满足分析方法要求。

(5) 加标回收率测定。加标回收实验包括空白加标、基体加标及基体加标平行等。空白加标在与样品相同的前处理和测定条件下进行分析。基体加标和基体加标平行是在样品前处理之前加标,加标样品与样品在相同的前处理和测定条件下进行分析。在实际应用时,应注意加标物质的形态、加标量和加标的基体。加标量一般为样品浓度的0.5~3倍,且加标后的总浓度不应超过分析方法的测定上限。样品中待测物浓度在方法检出限附近时,加标量应控制在校准曲线的低浓度范围。加标后样品体积应无显著变化,否则应在计算回收率时考虑这项因素。每批相同基体类型的样品应随机抽取一定比例样品进行加标回收及其平行样测定。

(6) 标准样品、有证标准物质测定。使用标准样品、有证标准物质或能够溯源到国家基准的物质。标准样品、有证标准物质应与样品同步测定。进行质量控制时,标准样品、有证标准物质不应与绘制校准曲线的标准溶液来源相同。应尽可能选择与样品基体类似的标准样品、有证标准物质进行测定,用于评价分析方法的准确度或检查实验室(或操作人员)是否存在系统误差。

(7) 方法比对或仪器比对。对同一样品或一组样品可用不同的方法或不同的仪器进行比对测定分析,以检查分析结果的一致性。

3. 实验室外部质量控制

实验室外部质量控制包括质量管理人员根据实际情况设置的密码平行样、密码质量控制样与密码加标样以及人员比对、留样复测等措施。

三、溶解氧的测定

溶解氧(dissolved oxygen,简称 DO)是指溶于水中的分子态氧。水中 DO 主要来源于水生植物的光合作用和水气交换过程。当藻类剧烈繁殖时,DO 可能出现过饱和;当水体受到有机物和还原性无机物污染时,可导致水体 DO 降低,若大气中的 O_2 来不及补充,水中 DO 逐渐降低,则使水中厌氧菌繁殖活跃,水质恶化。常温常压下,较清洁水中 DO 应为 $8\sim 10\text{ mg/L}$,当 $DO < 4\text{ mg/L}$ 时,许多水生生物可能因窒息而死亡。因此,水中 DO 是衡量水体污染程度的重要指标之一。



码 1-4 GB 7489—1987

溶解氧是地表水环境监测的必测项目,测定的方法包括《水质 溶解氧的测定 碘量法》(GB 7489—1987)、《水质 溶解氧的测定 电化学探头法》(HJ 506—2009)等。清洁地表水可直接采用碘量法测定,对污染严重的地表水,必须采用修正的碘量法或膜电极法测定。



码 1-5 HJ 506—2009

(一) 实验目的

- (1) 了解溶解氧测定的意义和方法。
- (2) 掌握溶解氧样品的采集与保存技术。
- (3) 掌握碘量法测定溶解氧的原理与操作技术。

(二) 实验原理

在水样中加入硫酸锰和碱性碘化钾溶液,水中溶解氧能迅速将二价锰氧化成四价锰的氢氧化物沉淀。加浓硫酸溶解沉淀后,碘离子被氧化,析出与溶解氧量相当的游离碘。以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,根据硫代硫酸钠的用量,计算溶解氧的含量。反应如下:



(三) 实验试剂

- (1) 硫酸锰溶液:称取 480 g 四水合硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)或 364 g 一水合硫

酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$),溶于水中,用水稀释至 1000 mL。此溶液在酸性时,加入碘化钾后,不得析出游离碘,即加至酸化过的碘化钾溶液中,遇淀粉不得产生蓝色。

(2) 碱性碘化钾溶液:称取 500 g 氢氧化钠,溶于 300~400 mL 水中。另称取 150 g 碘化钾,溶于 200 mL 水中。待氢氧化钠溶液冷却后,将两种溶液混合,用水稀释至 1000 mL。若有沉淀,则放置过夜后倾出上清液,贮于塑料瓶中,避光保存。

(3) 浓硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)。

(4) 硫酸溶液(1+5(指浓硫酸与水的体积比为 1:5))。

(5) 淀粉溶液(1%):称取 1 g 可溶性淀粉,用少量水调成糊状,再用刚煮沸的水稀释到 100 mL,冷却后,加入 0.1 g 水杨酸或 0.4 g 氯化锌防腐。

(6) 硫代硫酸钠溶液($c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$):称取 6.2 g 分析纯硫代硫酸钠,溶于刚煮沸放冷的水中,加 0.2 g 碳酸钠,用水稀释至 1000 mL,或加入 0.4 g 氢氧化钠或数小粒碘化汞,贮于棕色瓶中。使用前用 0.025 mol/L 重铬酸钾标准溶液标定。

(7) 重铬酸钾标准溶液($c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.0250 \text{ mol/L}$):称取于 105~110 °C 烘干 2 h 并冷却的重铬酸钾(优级纯)1.2258 g,溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

(8) 碱性碘化钾-叠氮化钠溶液:称取 250 g 氢氧化钠,溶于 200 mL 水中,称取 75 g 碘化钾,溶于 100 mL 水中,溶解 5 g 叠氮化钠于 20 mL 水中;待氢氧化钠溶液冷却后,将三种溶液混合,稀释至 500 mL。贮于棕色瓶中,用橡胶塞塞紧,避光保存。

(9) 氟化钾溶液(40%):称取 40 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,稀释至 100 mL,贮于聚乙烯瓶中。

(10) 碘化钾(KI)。

(四) 实验仪器

溶解氧瓶(250 mL)、碘量瓶(250 mL)、酸式滴定管(25 mL)、移液管(100 mL)、吸量管(1 mL、2 mL、5 mL)、锥形瓶(250 mL)。

(五) 分析步骤

1. 硫代硫酸钠溶液的标定

在 250 mL 碘量瓶中加入 100 mL 水、1.0 g KI、5.00 mL 0.0250 mol/L 重铬酸钾标准溶液和 5 mL 硫酸溶液(1+5),摇匀,加塞后置于暗处 5 min,用待标定的硫代硫酸钠溶液滴定至浅黄色,然后加入 1% 淀粉溶液 1.0 mL,继续滴定至蓝色刚好消失,记录用量。平行标定 3 份,按表 1-1 记录实验数据。

硫代硫酸钠溶液的浓度计算公式如下:

$$c_1 = \frac{c_2 \times V_2}{V_1}$$

式中： c_2 ——重铬酸钾标准溶液的浓度，mol/L；

V_2 ——重铬酸钾标准溶液的体积，mL；

V_1 ——滴定消耗的硫代硫酸钠溶液的体积，mL。

表 1-1 硫代硫酸钠标准溶液的标定数据记录

编 号	1	2	3
0.0250 mol/L 重铬酸钾标准溶液体积/mL			
滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积/mL			
硫代硫酸钠溶液的浓度/(mol/L)			
硫代硫酸钠溶液浓度的平均值/(mol/L)			
相对标准偏差/(%)			

2. 溶解氧样品的采集与保存

用碘量法测水中溶解氧时，在指定的采样点，将溶解氧瓶置于水面下 0.5 cm 处，溶解氧瓶口向上且倾斜 45°，使水样沿瓶壁缓缓进入溶解氧瓶，并排除瓶内气泡，直至装满后在水中将溶解氧瓶直立，静置 1~2 min，直至气泡全部排出。采集时注意不要使水样曝气或残留气泡。

为防止溶解氧的变化，采样后应立即用硫酸锰和碱性碘化钾（或碱性碘化钾-叠氮化钠）固定溶解氧。溶解氧的固定方法如下：将移液管插入溶解氧瓶的液面下，加入 1 mL 硫酸锰溶液、2 mL 碱性碘化钾溶液，盖好瓶塞，加水封，颠倒混合数次，静置。待棕色沉淀物降至瓶内一半时，再颠倒混合一次，直至沉淀物下降到瓶底。如果水样含 Fe^{2+} 达 100 mg/L 以上，将干扰测定，需在水样采集后，先将移液管插入液面下加入 1 mL 40% 氟化钾溶液。

溶解氧样品应尽量现场测定。如果不能现场测定，固定好的溶解氧样品于 4℃、暗处保存，于 6 h 内完成测定。在每个采样点平行采集 2~3 份水样，同时记录水温和大气压力。

3. 溶解氧的测定

轻轻打开瓶塞，立即将移液管插入液面下加入 2.0 mL 浓硫酸，小心盖好瓶塞，颠倒混合摇匀，如果仍有沉淀物未溶解，可补加适量浓硫酸，至沉淀物全部溶解为止，于暗处静置 5 min。

吸取 100.00 mL 上述溶液于 250 mL 锥形瓶中，用硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈淡黄色，加入 1 mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好退去为止，记录消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积。

平行测定 2~3 份水样，按表 1-2 记录实验数据。

表 1-2 溶解氧测定的实验数据记录

编 号	1	2	3
滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积/mL			
溶解氧的浓度/(mg/L)			
溶解氧浓度的平均值/(mg/L)			

4. 结果计算

根据下式计算水样中溶解氧浓度：

$$\text{溶解氧}(\text{mg}(\text{O}_2)/\text{L}) = \frac{c_1 \times V \times (32 \div 4) \times 1000}{100}$$

式中： c_1 ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，mol/L；

V ——滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

32—— O_2 的摩尔质量(g/mol)；

4—— O_2 与 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的换算系数。

(六) 注意事项

(1) 水中溶解氧应在中性条件下测定。如果水样呈强酸性或强碱性，可用 NaOH 或 H_2SO_4 溶液调节至中性后再测。

(2) 水样中游离氯含量大于 0.1 mg/L 时，应先加入一定量的硫代硫酸钠除去。

硫代硫酸钠应定量加入，确定方法如下：将 250 mL 碘量瓶装满水样，加入 5 mL 3 mol/L 硫酸溶液和 1 g 碘化钾，摇匀，此时有碘析出，吸取 100.00 mL 该溶液于另一个 250 mL 碘量瓶中，用硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色，加入 1% 淀粉溶液 1.0 mL，再滴定至蓝色刚好消失，记录硫代硫酸钠溶液用量（相当于去除游离氯的用量）。于另一瓶待测水样中加入同样量的硫代硫酸钠溶液，以消除游离氯的影响，然后按照测定步骤测定溶解氧。

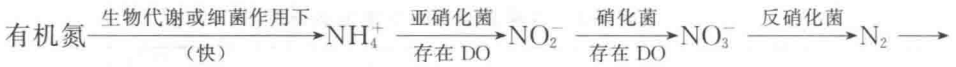
(3) 水样采集后，应立即加入硫酸锰和碱性碘化钾溶液固定溶解氧；当水样含有藻类、悬浮物、氧化还原性物质时，必须进行预处理。

(4) 加液时，移液管尖嘴应插入液面以下。

(5) 平行做 2~3 份水样。

四、氨氮的测定

氮在水中以无机氮和有机氮两大形态存在，无机氮包括 NH_4^+ （或 NH_3 ）、 NO_2^- 、 NO_3^- 等，有机氮主要有蛋白质、氨基酸、肽、核酸、尿素、硝基、亚硝基、脞、脞等含氮有机化合物。各种形式的氮在一定条件下可以互相转换：



进入大气

因此,分别测定 NH_4^+ (NH_3)、 NO_2^- 、 NO_3^- ,可在一定程度上反映水体受氨氮污染的情况。

氨氮是指水中以游离 NH_3 和 NH_4^+ 形式存在的氮。 NH_3 对水生生物及人体均有毒害作用。 NH_3 和 NH_4^+ 的存在比例与 pH 值有关。pH 值高时, NH_3 的比例较高;反之,则 NH_4^+ 的比例较高。



氨氮测定的国家标准方法包括纳氏试剂分光光度法(HJ 535—2009)、蒸馏-中和滴定法(HJ 537—2009)、水杨酸分光光度法(HJ 536—2009)、气相分子吸收光谱法(HJ/T 195—2005)、流动注射-水杨酸分光光度法(HJ 666—2013)和连续流动-水杨酸分光光度法(HJ 665—2013)。



码 1-6 HJ 535—2009

这里主要介绍纳氏试剂分光光度法,该法具有操作简便、灵敏高等特点,但钙、镁、铁等金属离子,硫化物、醛、酮类,以及水中色度和混浊等干扰测定,需要进行相应的预处理。

(一) 实验目的

- (1) 了解氨氮测定的环境意义与常用方法。
- (2) 掌握纳氏试剂分光光度法测定水中氨氮的原理及操作方法。

(二) 实验原理

以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成淡红棕色配合物,该配合物的吸光度与氨氮含量成正比,于 420 nm 波长处测量吸光度。

(三) 干扰及消除

水样中含有悬浮物、余氯、钙镁等金属离子、硫化物和有机物时会产生干扰,含有此类物质时要作适当处理,以消除对测定的影响。若样品中存在余氯,可加入适量的硫代硫酸钠溶液去除,用淀粉-碘化钾试纸检验余氯是否除尽。在显色时加入适量的酒石酸钾钠溶液,可消除钙镁等金属离子的干扰。若水样混浊或有颜色,可用预蒸馏法或絮凝沉淀法处理。

(四) 实验试剂和材料

- (1) 无氨水。
- (2) 轻质氧化镁(MgO)。