

省级高水平专业群建设成果



## 畜牧兽医专业群核心课程技能考核方案

课程名称：          养殖水化学          

制订部门：          水产养殖教研室          

制订时间：          2022年2月

广东茂名农林科技职业学院动物科学系

畜牧兽医省级高水平专业群建设成果



广东茂名农林科技职业学院  
Guangdong Maoming Agriculture & Forestry Technical College

## 畜牧兽医专业群核心课程技能考核方案

课程名称：          养殖水化学          

制订部门：          动物科学教研室          

制订时间：          2022年2月          

广东茂名农林科技职业学院动物科学

# 《养殖水化学》实训项目和技能考核方案

## 项目一 天然水总碱度的测定

### 一、技能目标

能够测定天然水的总碱度

### 二、材料与工具

#### 1. 仪器

数字式酸度计、25mL 酸式滴定管、250 mL 锥形瓶、具有内塞的聚乙烯广口瓶、移液管、吸量管等。

#### 2. 试剂

(1) 0.006mol/L 盐酸标准溶液:

①量取 8.4mL 一级浓盐酸于 1000mL 容量瓶中,用煮沸 15 min 放冷至室温的纯水稀释至标线。

②量取上述盐酸①60mL 再稀释至 1000mL,即为浓度约 0.006mol/L 稀盐酸。

(2) 碳酸钠标准溶液  $\text{C}_{1/2}\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $=0.01000\text{mol/L}$ ):称取 0.5300g 无水碳酸钠(一级试剂,预先在 220 °C 恒温干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温,溶于少量无二氧化碳纯水中,再稀释至 1000mL。

(3) 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:见酸碱滴定法测定碱度中试剂配制。

### 三、实训场所

校内养殖水质检测分析实训室

### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生,技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。

### 五、原理与知识

向一定量的水样中加入过量盐酸标准溶液,以玻璃电极为指示电极,甘汞电极为参比电极,用酸度计测定混合溶液的 pH。加入的盐酸应该是适当过量的,除了将水中全部弱酸盐(主要是碳酸盐)反应为弱酸外,还有少量盐酸剩余,维持 pH 在 3.4~3.9 范围。根据加入盐酸的量及剩余盐酸的量,即可依据公式计算水样总碱度 ( $A_T$ )。

### 六、操作方法及考核标准

#### (一) 操作方法及步骤

## 1. 盐酸标准溶液浓度的标定

用移液管准确吸取 15.00mL 碳酸钠标准溶液于锥形瓶中，加混合指示剂 2 滴，用盐酸标准溶液滴定。当溶液由橙黄色变成浅紫红色即为终点，记录盐酸标准溶液用量  $V$ 。按下式计算盐酸标准溶液浓度  $C_{HCl}$ ：

$$\{c_{HCl}\}_{mol/L} = \frac{15.00 \times 0.01000}{\{V\}_{mL}}$$

## 2. 水样测定

(1) 酸度计定位：用磷苯二甲酸氢钾标准缓冲液进行酸度计定位。

(2) 取 15.00mL 水样于 50mL 具塞聚乙烯广口瓶中，用移液管取 10.00mL 盐酸标准溶液加入水样中，加盖旋紧，充分摇匀，测定酸化水样 pH（设为  $pH_{酸化}$ ，应在 3.40-3.90 范围内，如小于 3.40 则应另加入 5.0mL 水样），盐酸标准溶液的体积为  $V_{HCl}$ ，水样的体积为  $V_{样}$ 。

(3) 结果与计算

水样总碱度 ( $A_T$ ) 按下式计算：

$$\{A_T\}_{mmol/L} = \frac{1000 \times \{V_{HCl}\}_{mL} \times \{c_{HCl}\}_{mol/L}}{\{V_{样}\}_{mL}} - \frac{1000 \alpha_{H^+}}{\gamma_{H^+}} \times \frac{\{V_{样}\}_{mL} + \{V_{HCl}\}_{mL}}{\{V_{样}\}_{mL}}$$

或者使用简化公式：

$$\{A_T\}_{mmol/L} = 667 \times \left( \{c_{HCl}\}_{mol/L} - \frac{10^{-pH_{酸化}}}{\gamma_{H^+}} \times 2.50 \right)$$

式中， $\alpha_{H^+}$  为混合溶液中氢离子活度，等于  $10^{-pH_{酸化}}$ ； $\gamma_{H^+}$  为混合溶液中氢离子活度系数（表 1-1-2）； $\frac{\{V_{样}\}_{mL} + \{V_{HCl}\}_{mL}}{\{V_{样}\}_{mL}}$  是氢离子浓度稀释效应校正系数。

表 1-1-2 氯度 (Cl) 不同时氢离子的活度系数 ( $\gamma_{H^+}$ ) \*

Cl/%	2	4	6	8	10	12 ~ 18	20
$\gamma_{H^+}$	0.845	0.782	0.770	0.760	0.755	0.753	0.758

\*若水样为淡水，碱度求算式中  $\alpha_{H^+}$  可视为混合溶液中氢离子浓度，此时，混合溶液中氢离子活度系数视为“1”，即  $\gamma_{H^+}=1$ 。

## (二) 技能考核标准

考核内容及分数分配	操作环节与要求	评分标准			考核方法	熟练程度	时限
		分值	扣分依据	评级标准			
天然水总碱度的测定	化学试剂的配制	40	操作不规范，每项扣 2 分，扣完即止	优：85 分以上；	单人操作考核	熟练掌握	120min
	盐酸标准溶液的标定	30	操作不规范，每项扣 2 分，扣完即止	良：75—84 分；			

	水样的测定	30	操作有误，每项扣 2 分， 结果计算错误扣 5 分， 扣完即止	合格：60—74 分： 不合格：60 分以下。	单人操 作考核	熟练 掌握	
--	-------	----	---------------------------------------	----------------------------------	------------	----------	--

## 项目二 总硬度的测定

### 一、技能目标

能够测定天然水的总硬度

### 二、材料与工具

#### 1. 仪器

25 mL 酸式滴定管、250 mL 锥形瓶、移液管、吸量管等。

#### 2. 试剂

(1) EDTA 二钠溶液 ( $C_{1/2EDTA} = 0.1 \text{ mol/L}$ )：称取约 4 g  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，用纯水溶解（可加热促溶或放置过夜）并稀释至 200 mL。贮于聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶中（软质玻璃瓶会发生瓶壁的钙、镁离子的溶出而影响浓度）。

(2) EDTA 二钠标准溶液 ( $C_{1/2EDTA} = 0.02 \text{ mol/L}$ )：移取 0.1 mol/L 的 EDTA 二钠溶液 100 mL 稀释至 500 mL，精确浓度需标定（或直接用基准级试剂精确配制）。

(3) 氨性缓冲溶液（内含 Mg - EDTA 盐）

①  $\text{NH}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$  缓冲溶液：称取 16.9 g 分析纯  $\text{NH}_4\text{Cl}$  固体溶于 143 mL 浓氨水中。

② Mg-EDTA 溶液：称取 0.644 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ （或 0.780 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）溶解后于 50 mL 容量瓶中定容。然后用干燥洁净的移液管准确移取 25.00 mL 溶液于锥形瓶中，加 1 mL  $\text{NH}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$  溶液，3 滴铬黑 T 指示剂（或固体铬黑 T 指示剂少许），用 0.1 mol/L 的 EDTA 二钠溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色为止，记录用量。再按此比例取相应体积的 EDTA 二钠溶液，加到容量瓶中，与剩余的  $\text{MgCl}_2$  溶液混合，即成 Mg - EDTA 溶液。

③ 将  $\text{NH}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$  溶液和 Mg - EDTA 溶液混合，用纯水定容到 250 mL，即得含 Mg-EDTA 盐的氨性缓冲溶液。此溶液  $\text{pH} \approx 10$

(4) 铬黑 T 指示剂：0.5g 铬黑 T 固体溶于 100 mL 三乙醇胺中，可用最多 25 mL 乙醇代替三乙

醇胺，以减少溶液的黏性，盛放在棕色瓶中。

(亦可用 0.5 g 铬黑 T 固体与 100 g NaCl 固体共同研磨成干粉混合物，直接使用固体试剂。此试剂在棕色试剂瓶中可长期保存。)

(5) HCl 溶液 (1 + 1) : 1 体积的盐酸与 1 体积的纯水混合。

(6) 氨水 (1 + 1) : 1 体积的浓氨水与 1 体积的纯水混合。

(7) 标准锌溶液: 精确称取 0.31-0.35 g 的基准锌粒 ( $W_{Zn}$ ) 于 100 mL 烧杯中, 加入 (1 + 1) 盐酸溶液 10 mL, 盖上表面皿, 待锌粒完全溶解后, 将烧杯内的溶液全部转入 500 mL 容量瓶中定容, 即得锌标准溶液, 其浓度 ( $C_{1/2Zn^{2+}}$ ) 依下式计算:

$$\{c_{\frac{1}{2}Zn^{2+}}\}_{mol/L} = \{W_{Zn}\}_g \times \frac{1000}{32.695 \times 500}$$

式中,  $C_{1/2Zn^{2+}}$  表示以  $1/2Zn^{2+}$  为基本单元的浓度,  $\{c_{\frac{1}{2}Zn^{2+}}\}_{mol/L}$  表示以 mol/L 为单位的

$C_{1/2Zn^{2+}}$  的数值;  $W_{Zn}$  表示 Zn 的质量,  $\{W_{Zn}\}_g$  表示以 g 为单位  $W_{Zn}$  的数值。

### 三、实训场所

校内养殖水质检测分析实训室

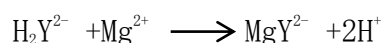
### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生, 技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。

### 五、原理与知识

乙二胺四乙酸二钠 (简称 EDTA 二钠, 常又简称为 EDTA) 在不同的酸度范围内能与许多二价及多价金属离子络合, 生成各种稳定性很高的络合物。在  $pH \approx 10$  的条件下, 以铬黑 T 作指示剂, 用 EDTA 二钠标准溶液滴定水样中  $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$  的含量, 即可计算水样的总硬度。其反应如下:

滴定终点前:



滴定达终点时:

$Mg\text{-铬黑 T (酒红色)} + H_2Y^{2-} \longrightarrow MgY^{2-} + \text{铬黑 T (蓝色)} + 2H^+$  式中,  $H_2Y^{2-}$  表示 EDTA 二钠的酸根阴离子。

随着滴定反应的进行, 不断有  $H^+$  释放, 使 pH 降低。因此使用氨-氯化铵缓冲溶液, 以保持溶液的 pH 在 10 附近。由于铬黑 T 与  $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$  生成的酒红色络合物的稳定性不如 EDTA 与  $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$

生成的无色络合物。因此，当用 EDTA 二钠溶液滴定时，EDTA 二钠先与水中游离的  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  络合，然后再夺取被铬黑 T 络合的  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 。最终使铬黑 T 游离，溶液的颜色也由酒红色变为铬黑 T 的蓝色。

## 六、操作方法及考核标准

### (一) 操作方法及步骤

#### 1. EDTA 二钠标准溶液的标定

准确移取 20.00 mL  $\text{Zn}^{2+}$  标准溶液 ( $V_{\text{Zn}}$ ) 于 250 mL 锥形瓶中，加纯水约 30 mL，逐滴加入 (1+1) 氨水，待溶液有氨味后，再加入氨性缓冲溶液 1 mL，铬黑 T 指示剂 3 滴，立即用 EDTA 二钠标准溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色即为滴定终点，消耗 EDTA 二钠溶液的体积为  $V_{\text{EDTA}}$ ，则 EDTA 二钠标准溶液的浓度 ( $C_{1/2\text{EDTA}}$ ) 用以下公式计算：

量方程：

$$C_{\frac{1}{2}\text{EDTA}} = \frac{C_{\frac{1}{2}\text{Zn}^{2+}} \times V_{\text{Zn}}}{V_{\text{EDTA}}}$$

或数值方程

$$\{C_{\frac{1}{2}\text{EDTA}}\}_{\text{mol/L}} = \frac{\{C_{\frac{1}{2}\text{Zn}^{2+}}\}_{\text{mol/L}} \times 20.00}{\{V_{\text{EDTA}}\}_{\text{mL}}}$$

(用一级试剂精确配制的 EDTA 二钠标准溶液可不标定，直接计算准确浓度。)

#### 2. 水样的测定

用移液管移取澄清的水样 (若混浊需过滤) 50.00 mL 或适量 ( $V_{\text{样}}$ ) 于 250 mL 锥形瓶中，加入氨性缓冲溶液 1 mL，铬黑 T 指示剂 3 滴，此时溶液的颜色为酒红色，pH 应为 10 左右。立即用 EDTA 二钠标准溶液滴定，开始时，滴定速度可较快，接近终点时速度要慢，逐滴加入至溶液由酒红色变为纯蓝色即为滴定终点。记录消耗 EDTA 二钠溶液的体积为  $V_1$ 。

#### 3. 结果与计算

依下式计算水样的总硬度  $H_T$ ：

$$\{H_T\}_{\text{mmol/L}} = \frac{\{C_{\frac{1}{2}\text{EDTA}}\}_{\text{mol/L}} \times \{V_1\}_{\text{mL}}}{\{V_{\text{样}}\}_{\text{mL}}} \times 1000$$

$$\{H_T\}_{\text{德国度}} = \{H_T\}_{\text{mmol/L}} \times 2.804$$

### (二) 技能考核标准

考核内容及 分数分配	操作环节与要 求	评分标准			考核 方法	熟练 程度	时限
		分值	扣分依据	评级标准			

总硬度的测定	化学试剂的配制	40	操作不规范，每项扣2分，扣完即止	优：85分以上； 良：75—84分； 合格：60—74分； 不合格：60分以下。	单人操作考核	熟练掌握	120min
	EDTA二钠标准溶液的标定	30	操作不规范，每项扣2分，扣完即止		单人操作考核	熟练掌握	
	水样的测定	30	操作有误，每项扣2分，结果计算错误扣5分，扣完即止		单人操作考核	熟练掌握	

## 项目三 化学需氧量的测定

### 一、技能目标

能够通过碱性高锰酸钾法测定养殖水体的化学需氧量

### 二、材料与工具

#### 1. 仪器

25 mL 碱式滴定管、250 mL 锥形瓶（或碘量瓶）、电炉（或电热板等加热设备）、移液管、吸量管等。

#### 2. 试剂

(1) 氢氧化钠溶液（250 g/L）：称取 25 g 氢氧化钠溶于 100 mL 纯水中，盛于聚乙烯瓶中。

(2) 硫酸溶液（1+3）：在搅拌下，将 1 体积浓硫酸慢慢倒入 3 体积水中，冷却，盛于试剂瓶中。

(3) 碘酸钾标准使用溶液（ $C_{1/6 \text{ KIO}_3} = 0.01000 \text{ mol/L}$ ）：准确称取  $\text{KIO}_3$  固体（AR，预先于 120 °C 烘干 2 h，置于干燥器中冷却）3.567 g，加少量纯水溶解后，全部转入 1000 mL 容量瓶中稀释至标线，混匀。此溶液浓度为 0.1000 mol/L，阴暗处放置，有效期为 1 个月。使用时准确稀释 10 倍，即得  $=0.01000 \text{ mol/L}$  的标准使用溶液。

(4) 硫代硫酸钠标准溶液（ $C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 0.01 \text{ mol/L}$ ）：称取 2.5 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  固体溶于经煮沸冷却的纯水中，加入约 2 g 碳酸钠，稀释至 1L。混匀，贮于棕色瓶中，置于阴凉处。

(5) 淀粉溶液（5g/L）：称取 0.5g 可溶性淀粉，先用少量纯水调成糊状，加入 50 mL 煮沸的纯水，煮沸至透明，冷却后加入 0.5mL 冰醋酸，稀释至 100 mL，盛于试剂瓶中。

(6) 高锰酸钾贮备溶液（ $C_{1/5\text{KMnO}_4} = 0.1 \text{ mol/L}$ ）：称取 3.2g 高锰酸钾，溶于 1.2L 水中，



加热煮沸，使体积减少到约 1L, 在暗处放置过夜。若有沉淀出现，可静置令其沉降后，取上清液贮于棕色瓶中备用。

(7) 高锰酸钾标准溶液 (  $C_{1/5KMnO_4}=0.01 \text{ mol/L}$  ) :吸取 0.1 mol/L 高锰酸钾溶液 100 mL 于 1000mL 容量瓶中，用纯水稀释至标线，摇匀。此溶液在暗处可保存几个月，其准确浓度需使用当天进行标定。

(8) 碘化钾 (固体)。

### 三、实训场所

校内养殖水质检测分析实训室

### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生，技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。

### 五、原理与知识

在碱性条件下，水样中加入一定量的高锰酸钾溶液，加热一定时间以氧化水中的还原性物质（主要是有机物）。然后在酸性条件下，用碘化钾还原剩余的高锰酸钾和生成的二氧化锰，所生成的游离碘用硫代硫酸钠溶液滴定。

### 六、操作方法及考核标准

#### (一) 操作方法及步骤

##### 1. 硫代硫酸钠溶液的标定

用移液管准确移取碘酸钾标准使用溶液 10.00 mL 于 250mL 碘量瓶中，立即加入 0.5 g 碘化钾固体，(1 + 3) 硫酸 1mL，密塞，摇匀并加少许水封口，于暗处放置 5 min 后，打开瓶塞，加纯水 50 mL,在不断振摇下，用  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液滴定至淡黄色，再加入 1 mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好褪去为止。重复标定，两次读数相差应小于 0.05mL。记录消耗  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液的用量 (  $V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$  )，则硫代硫酸钠标准溶液的浓度  $c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$  为：

$$\{c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}\}_{\text{mol/L}} = \frac{\{c_{\frac{1}{5}\text{KIO}_3}\}_{\text{mol/L}} \times 10.00}{\{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}\}_{\text{mL}}}$$

##### 2.水样的测定

(1) 准确量取 100.0 mL 摇匀的水样 (或适量水样加纯水稀释至 100 mL) ,于 250 mL 锥形瓶中 (测平行双样)，加入几粒玻璃珠以防爆沸。加入 250 g/L 氢氧化钠溶液 1 mL，摇匀，用移液管准确加入 10.00 mL 高锰酸钾标准溶液 (浓度 0.01 mol/L)，摇匀。

(2) 立即将锥形瓶置于覆盖有石棉网的电炉（或电热板）上加热至沸，准确煮沸 10 min（从冒出第一个气泡时开始计时）。

(3) 取下锥形瓶，迅速冷却至室温，用量筒或吸量管迅速加入（1+3）硫酸 5 mL 和固体碘化钾 0.5g，摇匀，在暗处放置 5 min，待反应完毕（剩余的高锰酸钾和生成的二氧化锰与碘化钾反应，释放游离碘），立即在不断振摇下，用硫代硫酸钠溶液滴定至淡黄色，再加入 1mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚消失，记录消耗的硫代硫酸钠的体积  $V_1$ 。两平行双样滴定读数相差不超过 0.10 mL。

另取 100 mL 高纯水代替水样，按水样的测定步骤，分析滴定空白值，记录消耗的硫代硫酸钠的体积  $V_2$ 。

### 3.结果与计算

$$\rho_{\text{COD}_{\text{Mn}}} \text{ mg/L} = \frac{\{c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}\} \text{ mol/L} \times (\{V_2\} \text{ mL} - \{V_1\} \text{ mL})}{100.0} \times 8 \times 1000$$

## （二）技能考核标准

考核内容及分数分配	操作环节与要求	评分标准			考核方法	熟练程度	时限
		分值	扣分依据	评级标准			
化学耗氧量的测定	1.化学试剂的配制	70	化学试剂浓度配制有误，每种扣 4 分，扣满 28 分为止；仪器操作不规范，每项扣 3 分，扣满 42 分为止	优：85 分以上； 良：75—84 分；	单人操作考核	熟练掌握	120min
	2.硫代硫酸钠溶液的标定	10	仪器操作不规范，每项扣 2 分，扣满 10 分为止	合格：60—74 分；	单人操作考核	熟练掌握	
	3.水样的测定与结果计算	20	仪器设备操作有误，每项扣 2 分，扣满 16 分为止；结果计算有误扣 4 分	不合格：60 分以下。	单人操作考核	熟练掌握	

## 项目四 水中氨态氮的测定

### 一、技能目标

能够测定水中的氨态氮。

### 二、材料与工具

#### 1. 仪器

分光光度计及配套比色皿、25 mL 具塞比色管、容量瓶、移液管等。

蒸馏器：由一个 500~800 mL 的蒸馏烧瓶、一个双连定氮球和一支垂直放置的冷凝管组装而成（图 2-2-3）。冷凝管末端可连接一适当长度的尖嘴管，使出口尖端浸入吸收液液面下约 2 cm。

#### 2. 试剂

（1）无氨纯水：可按下列方法制备，操作必须在无氨污染的清洁房间内进行。

蒸馏法：吸取 0.1 mL 硫酸至 1000 mL 纯水中，在全玻璃装置中再蒸馏。弃去最先蒸出的 50 mL 馏出水，然后将馏出水收集在配有密封磨口塞的玻璃瓶中，每升馏出水中加入约 10 g 强酸型阳离子交换树脂。

（2）纳氏试剂：称取 16 g 氢氧化钠 (NaOH)，溶于 50 mL 水中，冷却至室温。另称取 7 g 碘化钾 (KI) 和 10 g 碘化汞 ( $\text{HgI}_2$ )，溶于水中，然后将此溶液在搅拌下，缓慢地加入氢氧化钠溶液中，并稀释至 100 mL。贮于棕色瓶内，用橡皮塞塞紧。于暗处存放，有效期可达 1 年。

（3）酒石酸钾钠溶液 (500 g/L)：称取 50 g 酒石酸钾钠 ( $\text{KNaC}_4\text{H}_6\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )，溶于 120 mL 水中，加热煮沸、蒸发浓缩至 100 mL，以去除氨，充分冷却后保存。

（4）氨氮标准贮备溶液 ( $\rho_{\text{TNH}_3\text{-N}}=1000\mu\text{g/ml}$ )：称取  $3.819\pm 0.004\text{g}$  氯化铵 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )，在 100-105 °C 干燥 2h)，溶于水中，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。加入 2 mL 氯仿，贮于冰箱中备用。

（5）氨氮标准使用溶液 ( $\rho_{\text{TNH}_3\text{-N}}=10.00\mu\text{g/ml}$ )：移取 10.00 mL 氨氮标准贮备溶液于 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前配制。

（6）硫酸铝溶液 (180 g/L)：称取 18 g 硫酸铝 [ $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ]，溶于适量水后定容至 100 mL。

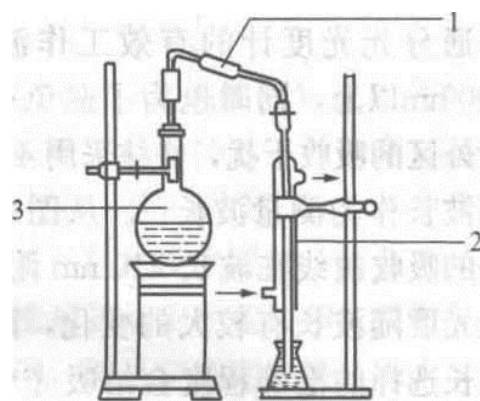


图 2-2-3 氨的蒸馏装置

1. 双连定氮球 2. 冷凝管 3. 蒸馏烧瓶

- (7) 氢氧化钠溶液(500 g/L): 称取 25 g 氢氧化钠(NaOH), 溶于适量水后定容至 50 mL。
- (8) 硼酸溶液(20 g/L): 称取 20 g 硼酸(H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>), 溶于 1000mL 水中。
- (9) 轻质氧化镁(MgO): 不含碳酸盐, 在 500 °C 下加热氧化镁, 以除去碳酸盐。
- (10) 盐酸溶液(1mol/L): 量取 83.5mL 浓盐酸, 以纯水定容至 1000 mL, 混匀。
- (11) 溴百里酚蓝指示剂(0.5g/L): 称取 0.5g 溴百里酚蓝, 溶于适量 纯水后定容至 1 000

mL, 混匀。

### 三、实训场所

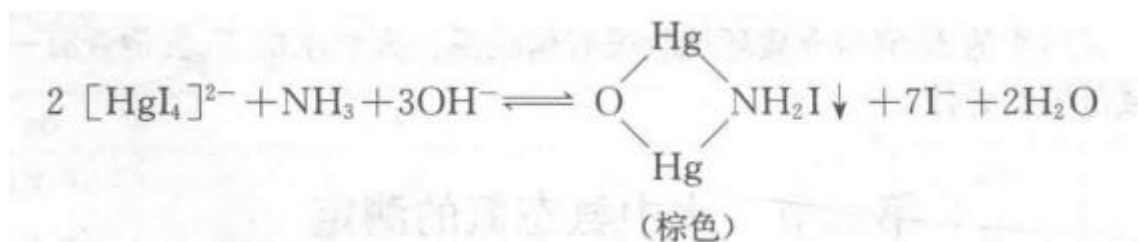
校内养殖水质检测分析实训室

### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生, 技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。

### 五、原理与知识

纳氏试剂是碘化汞钾 (K<sub>2</sub>HgI<sub>4</sub>) 的强碱性溶液, 它能与氨氮反应生成棕色的难溶络合物, 浓度很小时, 在水中以胶态形式存在, 呈现为橙黄色。反应如下式所示:



以胶体状态分散在水中的络合物, 在波长 420 nm 处, 浓度低于 150 μmol/L (以 N 计) 范围内, 其吸光度与氨氮含量成正比。水样中的 Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>和铁离子能与试剂中的强碱作用产生沉淀, 对测定有干扰, 预加酒石酸钾钠可以避免沉淀的生成。本法的最低检出浓度为 2.0μmol/L (N)。

### 六、操作方法及考核标准

#### (一) 操作方法及步骤

##### 1. 样品预处理

(1) 对于较清洁的水样, 均可经 0.45 μm 孔径滤膜抽滤后直接显色测定。污染水样可采用凝聚沉淀法净化处理后测定。

(2) 凝聚沉淀法: 100 mL 样品中加入 1mL 硫酸铝溶液及 2~3 滴氢氧化钠溶液, 调节 pH 约为 10.5, 混匀, 经沉淀后, 取上清液用于测定。必要时, 用经水冲洗过的中性滤纸过滤,

弃去初滤液 20 mL。

## 2.标准曲线的制作

(1) 取 8 支 25 mL 具塞比色管，分别按下表的量加入氨氮标准使用液 ( $V_S$ )，加无氨纯水至标线，混匀。

管号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\rho_{\text{TNH}_3\text{-N}}$	0	0.10	0.20	0.40	0.60	1.00	1.40	2.00	水样	水样
$V_S/\text{mL}$	0.00	0.25	0.50	1.00	1.50	2.50	3.50	5.00	$V_{\text{水样}}$	$V_{\text{水样}}$

(2) 各管分别加入酒石酸钾钠溶液 0.5 mL，混匀。

(3) 各管分别加入 0.5mL 纳氏试剂，混匀后让其反应 10 min 显色。

(4) 在波长 420 nm 处，用 10 mm 比色皿，以无氨纯水作参比，测定吸光度

(5) 以上述系列标准溶液测得的吸光度  $A_i$  扣除试剂空白 (1 号管) 的吸光度，得到校正吸光度  $A'_i$ 。以校正吸光度  $A'_i$  为纵坐标，绘制吸光度对氨氮浓度 ( $\rho_{\text{TNH}_3\text{-N}}$ ) 的标准曲线。

## 3.水样测定

取适量处理后的澄清水样 ( $V_{\text{水样}}$ ) 于比色管中，定容至 25 mL，参照标准曲线绘制过程中的步骤 (2) ~ (4)，显色并测定该水样的吸光度  $A_{\text{水样}}$ 。

同时取 25 mL 无氨纯水，代替水样重复上述操作，获得试剂空白的吸光度 (1 号比色管即是)。将样品吸光度  $A_{\text{水样}}$  扣除试剂空白的吸光度，得到样品的校正吸光度  $A'_{\text{水样}}$ 。

## 4.结果与计算

### ①绘制标准曲线和求算回归方程

采用相应软件 (如 Excel) 处理标准曲线数据并绘图，横坐标为氨氮浓度  $\rho_{\text{TNH}_3\text{-N}}$ ，纵坐标为系列标准溶液的校正吸光度  $A'_i$ ，所得标准曲线应为通过原点的直线，可按照通过原点的方程求得直线回归方程：

$$A' = b' \{ \rho_{\text{TNH}_3\text{-N}} \}_{\text{mg/L}}$$

### ②计算水样中氨氮含量：

$$\{ \rho_{\text{TNH}_3\text{-N}} \}_{\text{mg/L}} = \frac{A'_{\text{水样}}}{b'} \times \frac{25.0}{\{ V_{\text{水样}} \}_{\text{mL}}}$$

## (二) 技能考核标准

考核内容及分数分配	操作环节与要求	评分标准			考核方法	熟练程度	时限
		分值	扣分依据	评级标准			
水中氨态氮的测定	1.化学试剂的配制	50	化学试剂浓度配制有误,每种扣2分,扣满22分为止;仪器操作不规范,每项扣2分,扣满28分为止	优:85分以上; 良:75-84分; 合格:60-74分; 不合格:60分以下。	单人操作考核	熟练掌握	120min
	2.标准曲线的制作及线性回归方程的求算	30	仪器设备操作有误,每项扣2分,扣满10分为止;标准曲线制作有误,扣10分;线性回归方程求算有误,扣10分		单人操作考核	熟练掌握	
	3.水样的测定与结果计算	20	仪器设备操作有误,每项扣2分,扣满10分为止;结果计算有误扣10分		单人操作考核	熟练掌握	

## 项目五 底泥间隙水中亚硝酸氮的测定

### 一、技能目标

能够测定底泥间隙水中的亚硝酸氮。

### 二、材料与工具

#### 1. 仪器

分光光度计及配套 比色皿、25 mL 具塞比色管、容量瓶、移液管、离心机、离心管等。

#### 2. 试剂

(1) 磺胺溶液 (10g/L)：称取 5 g 磺胺 ( $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$ )，溶于 360mL 盐酸溶液 (1 + 6) 中，用纯水稀释至 500 mL，贮于棕色试剂瓶中，有效期为 2 个月。

(2) 盐酸萘乙二胺溶液 (1g/L)：称取 0.5g 盐酸萘乙二胺 ( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ )，溶于适量水后定容至 500 mL，贮于棕色试剂瓶中置冰箱内保存，有效期为 1 个月。

(3) 亚硝酸盐氮贮备溶液 ( $\rho_{\text{NO}_2^- \cdot \text{N}} = 100.0 \mu\text{g/mL}$ )：称取 0.2463 g 亚硝酸钠 ( $\text{NaNO}_2$ ，于 110 °C 烘干)，溶于少量纯水中后全部转移入 500 mL 容量瓶中，加纯水至标线，混匀。加 1mL 三氯甲烷 ( $\text{CHCl}_3$ )，混匀。贮于棕色试剂瓶中置冰箱内保存，有效期为 2 个月。

(4) 亚硝酸盐氮使用溶液 ( $\rho_{\text{NO}_2^- \cdot \text{N}} = 1.000 \mu\text{g/mL}$ )：取 1.000 mL 贮备液于 100 mL 容量瓶中，用纯水稀释至标线，混匀。临用前配制。

### 三、实训场所

校内养殖水质检测分析实训室

### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生，技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。

### 五、原理与知识

在酸性介质中亚硝酸盐与磺胺进行重氮化反应，其产物再与盐酸萘乙二胺 偶合生成红色偶氮染料，该染料在波长 543 nm 附近有最大吸收，故定在 543 nm 波长处测定吸光度(图 2-3-1)。本方法最低检出浓度 (以 N 计) 为  $0.02 \mu\text{mol/L}$ ，测定上限为  $10 \mu\text{mol/L}$ 。

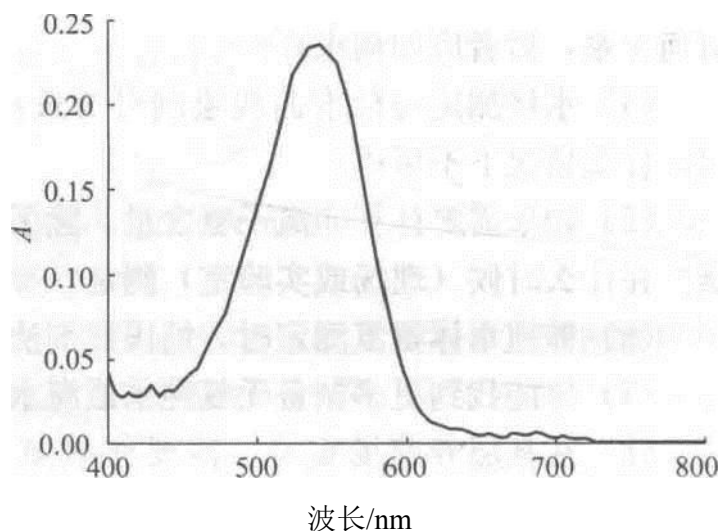


图 2-3-1 亚硝酸氮吸收曲线

## 六、操作方法及考核标准

### (一) 操作方法及步骤

#### 1. 间隙水的制备

取一定体积的表层 10 cm 的底泥，贮于 100 mL 离心管，恒温离心（4 000 或 5 000r/min，20 min），取上清液经 0.45 μm 滤膜抽滤（采用针头过滤器安装 0.45 μm 滤膜挤压过滤的方法，操作比较方便）后得到间隙水样品，贮于试管内。

#### 2. 制作标准曲线

(1) 取 6 支 25 mL 具塞比色管，分别加入下表所示体积的亚硝酸盐氮标准使用溶液，加纯水至标线，混匀。

管号	1	2	3	4	5	6	7	8
$\rho_{\text{NO}_2^--\text{N}}$ /	0	0.0050	0.0100	0.0200	0.0400	0.0600	水样	水样
$V_s/\text{mL}$	0	0.125	0.250	0.500	1.000	1.500	$V_{\text{水样}}$	$V_{\text{水样}}$

(2) 每支比色管中分别加入 0.5 mL 磺胺溶液，混匀。

(3) 分别加入 0.5 mL 盐酸萘乙二胺溶液，混匀，放置显色 15 min。

(4) 在波长 543 nm 波长处，用 10 mm 比色皿，以纯水作参比，测定吸光度。

(5) 以上述系列标准溶液测得的吸光度  $A_i$  扣除试剂空白（1 号管）的吸光度，得到校正吸光度  $A'_i$ ，以校正吸光度  $A'_i$  为纵坐标，绘制吸光度对亚硝酸氮质量浓度（ $\rho_{\text{NO}_2^--\text{N}}$ ）的标准曲线。

#### 3. 水样测定

(1) 取适量间隙水水样（ $V_{\text{水样}}$ ）于比色管中，用纯水定容到 25 mL，参照标准曲线制作过程



的步骤(2)~(4)，显色并测定该水样的吸光度  $A_{\text{水样}}$ 。

(2) 同时取 25 mL 纯水，代替间隙水重复上述操作，获得试剂空白的吸光度。将样品吸光度  $A_{\text{水样}}$  扣除试剂空白的吸光度，得到样品的校正吸光度  $A'_{\text{水样}}$ 。

#### 4. 结果与计算

##### ① 绘制标准曲线和求算回归方程

采用相应软件（如 Excel）处理标准曲线数据并绘图，横坐标为亚硝酸氮浓度（mg/L），纵坐标为系列标准溶液的校正吸光度  $A'_i$ ，所得标准曲线应为通过原点的直线，同时可求得直线回归方程：

$$A' = b' \{ \rho_{\text{NO}_2\text{-N}} \}_{\text{mg/L}}$$

##### ② 计算含量：

水样中亚硝酸氮含量可按下列式计算：

$$\{ \rho_{\text{NO}_2\text{-N}} \}_{\text{mg/L}} = \frac{A'_{\text{水样}}}{b'} \times \frac{25.0}{\{ V_{\text{水样}} \}_{\text{mL}}}$$

### （二）技能考核标准

考核内容及分数分配	操作环节与要求	评分标准			考核方法	熟练程度	时限
		分值	扣分依据	评级标准			
底泥间隙水中亚硝酸氮的测定	1. 化学试剂的配制	50	化学试剂浓度配制有误，每种扣 5 分，扣满 20 分为止；仪器操作不规范，每项扣 3 分，扣满 30 分为止	优：85 分以上； 良：75—84 分； 合格：60—74 分； 不合格：60 分以下。	单人操作考核	熟练掌握	120min
	2. 标准曲线的制作及线性回归方程的求算	30	仪器设备操作有误，每项扣 2 分，扣满 10 分为止；标准曲线制作有误，扣 10 分；线性回归方程求算有误，扣 10 分		单人操作考核	熟练掌握	
	3. 水样的测定与结果计算	20	仪器设备操作有误，每项扣 2 分，扣满 10 分为止；结果计算有误扣 10 分		单人操作考核	熟练掌握	

## 项目六 硝酸氮的测定

### 一、技能目标

能够通过酚二磺酸法测定水中的硝酸氮。

### 二、材料与工具

#### 1. 仪器

瓷蒸发皿(75~100 mL 容量)、水浴锅、玻璃漏斗、25mL 具塞比色管、分光光度计、比色皿等。

#### 2. 试剂

- (1) 硫酸( $\rho=1.84\text{g/mL}$ )。
- (2) 发烟硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{SO}_3$ ): 含 13% 三氧化硫( $\text{SO}_3$ )。
- (3) 酚二磺酸 $[\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})(\text{SO}_3\text{H})_2]$ : 称取 25 g 苯酚置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 150 mL 硫酸使之溶解, 再加 75 mL 发烟硫酸, 充分混合。瓶口插一小漏斗, 置瓶于沸水浴中加热 2 h, 得淡棕色稠液, 贮于棕色瓶中, 密闭保存。
- (4) 氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ( $\rho=0.90\text{g/mL}$ )。
- (5) 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L): 称取 4 g 氢氧化钠, 溶于适量水后定容至 1000 mL。
- (6) 硝酸盐氮标准贮备溶液( $\rho_{\text{NO}_3^- \cdot \text{N}}=100.0\mu\text{g/ml}$ ): 称取 0.7218g 硝酸钾( $\text{KNO}_3$  经 105-110 °C 下烘干 2h), 溶于少量纯水中, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度, 混匀。加入 2mL 氯仿作保存剂, 至少可稳定 6 个月。
- (7) 硝酸盐氮标准使用溶液 ( $\rho_{\text{NO}_3^- \cdot \text{N}}=10.00\mu\text{g/ml}$ ): 移取 20.00 mL 硝酸氮标准贮备溶液于 200 mL 容量瓶中, 加纯水至标线, 混匀。使用时现配。
- (8) 硫酸银溶液: 称取 4.397 g 硫酸银( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) 溶于水, 稀释至 1000mL。1.00mL 此溶液可去除 1.00 mg 氯离子( $\text{Cl}^-$ )。
- (9) EDTA 二钠溶液: 称取 50 g EDTA 二钠盐的二水合物 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), 溶于 20mL 水中, 调成糊状, 加入 60mL 氨水充分混合, 使之溶解。
- (10) 氢氧化铝混悬液: 称取 125 g 硫酸铝钾  $[\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$  或硫酸铝铵  $[\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$  溶于 1L 水中, 加热至 60°C 在不断搅拌下徐徐加入 50 mL 氨水, 使生成氢氧化铝沉淀, 充分搅拌后静置, 弃去上清液。反复用纯水洗涤沉淀, 至倾出液无氯离子和铵盐。最后加入 300 mL 水使成悬浮液。使用前振摇均匀。
- (11) 高锰酸钾溶液(3.16g/L)。
- (12) 硫酸溶液(0.5 mol/L)。

### 三、实训场所

校内养殖水质检测分析实训室

### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生，技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。

### 五、原理与知识

硝酸盐在无水情况下与酚二磺酸反应，生成黄色的硝基二磺酸酚，溶解后 溶液在 410 nm 处吸光度与硝酸氮的含量呈线性关系。氯化物的存在使测定结果偏低，当  $\text{Cl}^- > 30 \text{ mg/L}$  时，需加入  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  溶液除去  $\text{Cl}^-$ ；碱性的显色条件会使水样中的  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  产生沉淀，可预加 EDTA 溶液加以消除。本法最低检出浓度(以 N 计)为  $1.5\mu\text{mol/L}$ ，测定上限可达  $100\mu\text{mol/L}$  左右。

### 六、操作方法及考核标准

#### (一) 操作方法及步骤

##### 1. 水样的预处理

(1) 若水样无色，且  $\rho_{\text{Cl}^-} < 30 \text{ mg/L}$ ，则只需将水样用  $0.45 \mu\text{m}$  滤膜抽滤 后直接测定。

(2) 若水样带色，则取 100 mL 水样于 100 mL 具塞量筒中，加入 2mL 氢 氧化铝混悬液，密塞充分振摇，静置数分钟后澄清，过滤，弃去最初的 20 mL 滤液，余下滤液备用。

若  $\rho_{\text{Cl}^-} > 30\text{mg/L}$ ，则取 100 mL 水样于 100 mL 具塞量筒中，根据氯离子的含量，加入相当量的硫酸银溶液，充分混合，在暗处放置 30 min，使氯化银沉淀凝聚，然后用慢速滤纸过滤或  $0.45 \mu\text{m}$  滤膜抽滤，弃去最初的 20 mL 滤液，余下滤液备用。

##### 2. 制作校准曲线

(1) 在 6 个清洁、干燥的蒸发皿内分别移入硝酸盐氮标准使用液 0、0.10、0.50、0.75、1.00、1.50 mL，以氢氧化钠溶液调节 pH 至微碱性 ( $\text{pH} \approx 8$ )，置水浴上蒸发至干。

管号	1	2	3	4	5	6	7	8
$\rho_{\text{NO}_3^--\text{N}}$	0	0.04	0.2	0.3	0.4	0.6	水样	水样
$V_s/\text{mL}$	0	0.10	0.50	0.75	1.00	1.50	$V_{\text{水样}}$	$V_{\text{水样}}$

(2) 冷却后分别加入酚二磺酸试剂 1.0 mL，以玻璃棒研磨，使试剂与蒸发皿内残渣充分接触，放置片刻，再研磨一次，放置 10 min，加入约 10mL 纯水。

(3) 在搅拌下加入 3~4mL 氨水，使溶液呈现黄色且不再加深为止。如有沉淀产生，则需过滤，或滴加 EDTA 二钠溶液，并搅拌至沉淀溶解。将溶液移入 25mL 比色管中，用纯水稀释至标线，混匀。

(4) 在波长 410 nm 处，用 10 mm 比色皿，以水作参比，测定吸光度。

(5) 以上述系列标准溶液测得的吸光度  $A_i$  扣除试剂空白 (1 号管) 的吸光 度，得到校正

吸光度  $A_i$ ，以校正吸光度  $A'_i$  为纵坐标，绘制吸光度对硝酸氮质量浓度  $\rho_{\text{NO}_3^--\text{N}}$  的校准曲线。求算回归方程。

### 3. 水样测定

(1) 取一定体积经预处理的过滤水样于蒸发皿中 ( $V_{\text{水样}}$ )，必要时以硫酸溶液或氢氧化钠溶液调节 pH 至微碱性 ( $\text{pH} \approx 8$ )，置水浴上蒸发至干。参照校准曲线绘制过程中的步骤 (2) ~ (4)，显色并测定该水样的吸光度  $A_{\text{水样}}$ 。

(2) 同时取 25 mL 纯水，代替过滤水样重复上述操作，获得试剂空白的吸光度。将样品吸光度  $A_{\text{水样}}$  扣除试剂空白的吸光度，得到样品的校正吸光度  $A'_{\text{水样}}$ 。

### 4. 结果与计算

① 绘制校准曲线和求算回归方程 采用相应软件 (如 Excel) 处理标准曲线数据并绘图，横坐标为硝酸氮浓度  $\rho_{\text{NO}_3^--\text{N}}$ ，纵坐标为系列标准溶液的校正吸光度  $A'_i$ ，所得校准曲线应为通过原点的直线，求出直线回归方程：

$$A' = b' \{ \rho_{\text{NO}_3^--\text{N}} \}_{\text{mg/L}}$$

#### ② 计算水样中的含量

(1) 水样直接测定时，硝酸氮含量可按下式计算：

$$\{ \rho_{\text{NO}_3^--\text{N}} \}_{\text{mg/L}} = \frac{A'_{\text{水样}}}{b'} \times \frac{25.0}{\{ V_{\text{水样}} \}_{\text{mL}}}$$

(2) 水样经除氯处理时，硝酸氮含量采用下式计算：

$$\{ \rho_{\text{NO}_3^--\text{N}} \}_{\text{mg/L}} = \frac{A'_{\text{水样}}}{b'} \times \frac{25}{\{ V_{\text{水样}} \}_{\text{mL}}} \times f$$

式中， $f$  为水样做除去氯离子预处理时形成的稀释倍数。

## (二) 技能考核标准

考核内容及分数分配	操作环节与要求	评分标准			考核方法	熟练程度	时限
		分值	扣分依据	评级标准			
硝酸氮的测定	1. 化学试剂的配制	50	化学试剂浓度配制有误，每种扣 5 分，扣满 20 分为止；仪器操作不规范，每项扣 3 分，扣满 30 分为止	优：85 分以上； 良：75—84 分； 合格：60—74 分； 不合格：60 分以下。	单人操作考核	熟练掌握	120min
	2. 校准曲线的制作及线性回归方程的求算	30	仪器设备操作有误，每项扣 2 分，扣满 10 分为止；校准曲线制作有误，扣 10 分；线性回归方程求算有误，扣 10 分				

	3.水样的测定与结果计算	20	仪器设备操作有误，每项扣2分，扣满10分为止；结果计算有误扣10分		单人操作考核	熟练掌握	
--	--------------	----	-----------------------------------	--	--------	------	--

## 项目七 可溶性活性磷的测定

### 一、技能目标

能够测定水中的可溶性活性磷。

### 二、材料与工具

#### 1.仪器

分光光度计、2 cm 或 1cm 比色皿、抽滤瓶和滤膜抽滤装置、真空泵、0.45 μm 微孔滤膜、25 mL 比色管、移液管、吸量管等。

#### 2.试剂

(1) 磷酸盐标准贮备液 (0.3000 mg/mL)：称取 0.2636 g 磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ，优级纯，在 110~115 °C 烘 1~2h。) 溶于少量纯水，定量转移至 200mL 容量瓶，加纯水至标线，混匀，加 1mL 三氯甲烷 ( $\text{CHCl}_3$ )。此溶液 1mL 含 0.3000 mg 磷 ( $\text{PO}_4\text{-P}$ )。若置于冰箱冷藏，可以稳定半年。

(2) 磷酸盐 ( $\text{PO}_4\text{-P}$ ) 标准使用液 (3.00μg/mL)：量取 1.00 mL 磷酸盐标准贮备液至 100 mL 容量瓶中，加纯水到标线，混匀，加两滴三氯甲烷 ( $\text{CHCl}_3$ )。此溶液 1.00 mL 含 3.00μg 磷。使用时当天配制。

(3) 硫酸溶液 ( $\text{C}_{\text{H}_2\text{SO}_4}=6.0 \text{ mol/L}$ )：在搅拌下将 300 mL 硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ， $\rho=1.84\text{g/mL}$ ) 缓缓加到 600 mL 水中。

(4) 钼酸铵-酒石酸锑钾混合溶液：

① 溶解 28g 钼酸铵： $[(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  于 200 mL 水中（此溶液变混浊时，应重配）。

② 溶解 6 g 酒石酸锑钾 ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_7\text{Sb} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ) 于 200 mL 水中，贮于聚乙烯瓶（溶液变混浊时，应重配）。

③ 搅拌下将 45 mL 上述钼酸铵溶液加到 200 mL 的 6 mol/L 硫酸溶液中，再加入 5mL 酒石酸锑钾溶液，混匀，贮于棕色玻璃（或聚乙烯）瓶。溶液变混浊时，应重配。

(5) 抗坏血酸溶液：溶解 20 g 抗坏血酸 ( $C_6H_8O_6$ ) 于 200 mL 水中，盛于棕色试剂瓶或聚乙烯瓶。在 4℃ 避光保存，可稳定 1 个月。

### 三、实训场所

校内养殖水质检测分析实训室

### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生，技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。

### 五、原理与知识

钼蓝法测定活性磷是利用酸性介质中的活性磷与钼酸铵反应生成磷钼黄杂多酸，经适当的还原剂还原为蓝色的物质（俗称磷钼蓝），再进行吸光度测定或目视比色。

本实验采用钼-锑-抗法。磷钼黄杂多酸经抗坏血酸还原后的溶液显蓝色，吸收曲线如图 2-5-1 所示。曲线上有两个吸收峰，一个在 710 nm 附近，一个在 882 nm 附近。后一个吸收峰更高，灵敏度也就大一些。这两个波长都可以选为工作波长。一般选择灵敏度比较大的波长 882 nm。显色后溶液的吸光度值与活性磷含量成正比。方法的最低检测限为  $6.2 \times 10^{-4}$  mg/L，浓度范围为 0.03 ~ 2 mg/L。

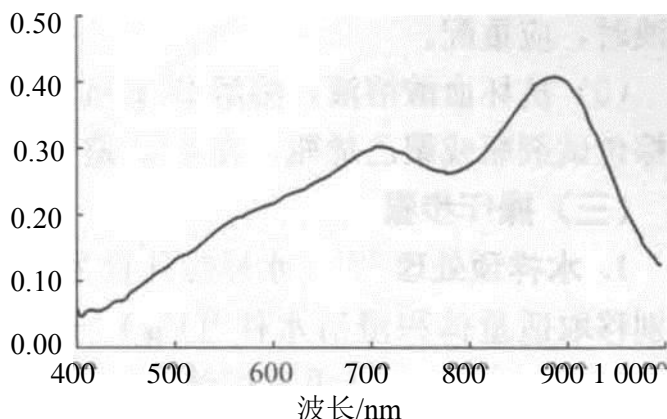


图 2-5-1 活性磷的吸收曲线

硫化物的 S 含量高于 2mg/L 时干扰测定。此时，水样用硫酸酸化，通氮气 15 min，将硫化氢驱除，可消除干扰。含有丰富溶氧的水样一般不含硫化物。

### 六、操作方法及考核标准

#### (一) 操作方法及步骤

##### 1. 水样预处理

水样经孔径为 0.45  $\mu$ m 的滤膜抽滤，得到澄清水样。分别移取适量体积澄清水样 ( $V_{\text{样}}$ ) 于两支 25 mL 比色管中，用纯水定容至 25.0 mL，摇匀。与标准系列溶液一起显色。

##### 2. 标准系列溶液的配制

取 25 mL 比色管 6 支，分别按下表加入浓度为 3.00  $\mu$ g/ml  $PO_4$ -P 的标准使用液  $V_S$ ，用纯水定容至 25.0ml，摇匀。

管号	1	2	3	4	5	6	7	8
$p/(\text{mg/L})$	0	0.030	0.060	0.120	0.180	0.240	水样	水样
$V_s/\text{mL}$	0	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	$V_{\text{样}}$	$V_{\text{样}}$

### 3. 显色与比色

在上述 8 支比色管中各加入 0.5 mL 钼酸铵-酒石酸锑钾混合溶液, 0.5mL 抗坏血酸溶液, 混匀。显色 5 min 后, 用 2cm 或 5cm 比色皿、以 1 号管显色液作参比, 于 882 nm 波长处测定 1~6 号管显色溶液的吸光度值  $A_i$ 。再以纯水作参比, 测定 1 号管显色液的吸光度 (此值即为试剂空白  $A_{\text{剂}}$ ) 及显色水样的吸光度  $A_{\text{样}}$ 。

### 4. 结果与计算

#### ①绘制标准曲线

用计算机及相应软件 (例如 Excel) 处理标准曲线数据并且绘图。以吸光度为纵坐标、浓度为横坐标绘图。所得标准曲线理论上应该是通过原点的直线, 可以按照通过原点的回归方程的形式求直线回归方程:

$$A' = b' \{ \rho_{\text{PO}_4\text{-P}} \}_{\text{mg/L}}$$

②计算水样含量: 水样的磷含量  $\rho_{\text{PO}_4\text{-P}}$  按照以下公式计算

$$\{ \rho_{\text{PO}_4\text{-P}} \}_{\text{mg/L}} = \frac{A_{\text{样}} - a - A_{\text{剂}}}{b} \times \frac{25.0}{\{ V_{\text{样}} \}_{\text{mL}}}$$

式中,  $a$  和  $b$  分别为标准曲线直线回归方程的截距和斜率 (也可以用通过原点的公式计算)。

## (二) 技能考核标准

考核内容及分数分配	操作环节与要求	评分标准			考核方法	熟练程度	时限
		分值	扣分依据	评级标准			
可溶性活性磷的测定	1. 化学试剂的配制	50	化学试剂浓度配制有误, 每种扣 5 分, 扣满 20 分为止; 仪器操作不规范, 每项扣 3 分, 扣满 30 分为止	优: 85 分以上; 良: 75-84 分;	单人操作考核	熟练掌握	120min
	2. 标准曲线的制作及线性回归方程的求算	30	仪器设备操作有误, 每项扣 2 分, 扣满 10 分为止; 校准曲线制作有误, 扣 10 分; 线性回归方程求算有误, 扣 10 分	合格: 60-74 分; 不合格: 60 分以下。			

	3.水样的测定与结果计算	20	仪器设备操作有误，每项扣2分，扣满10分为止；结果计算有误扣10分		单人操作考核	熟练掌握	
--	--------------	----	-----------------------------------	--	--------	------	--

## 项目八 水中余氯的测定

### 一、技能目标

能够测定水中的余氯。

### 二、材料与工具

#### 1.仪器

滴定管、锥形瓶、5mL 微量滴定管、移液管、刻度吸管等。

#### 2.试剂

(1) 磷酸盐缓冲溶液 (pH = 6.5)：称取 24 g 无水磷酸氢二钠 ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )、46 g 磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )和 0.8 g 乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA) 于烧杯中，加适量纯水溶解后，稀释至 1 000 mL，混匀。

(2) DPD 溶液：在大约 200 mL 纯水中，加入 2 mL 浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、0.2 g EDTA、1.1g 无水 N,N-二乙基-1,4-苯二胺 (简称 DPD) 硫酸盐，溶解后用纯水稀释至 1000 mL，混匀。将试剂贮于具玻塞的棕色玻璃瓶中，于冰箱内保存，如发现溶液变色，应重新配制。

(3) 碘化钾，AR，晶体。

(4) 硫酸亚铁铵标准溶液：称取 1.106g 硫酸亚铁铵 [ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , AR]，用含 1 mL (1 + 3) 硫酸的纯水溶解，定量转入 1000mL 容量瓶中，用纯水稀释至刻度，贮于棕色玻璃瓶中。此标准溶液的浓度为  $C_{\text{Fe}^{2+}}=2.820 \text{ mmol/L}$ 。

### 三、实训场所

校内养殖水质检测分析实训室

### 四、师资配置

实训时 1 名教师指导 20 名学生，技能考核时 1 名教师指导 10 名学生。



## 五、原理与知识

在 pH 6.2~6.5 条件下，游离氯直接与 N,N-二乙基-1,4-苯二胺（DPD）反应生成红色半醌式化合物，用硫酸亚铁铵标准液滴定至红色消失，即可计算出游离氯的含量。

如果在溶液中加入过量的碘化钾，则游离余氯及结合性余氯都先与碘离子作用，生成单质碘，单质碘再与 DPD 作用生成红色半醌式化合物。然后再按上述方法进行测定，即可求得总余氯含量。

## 六、操作方法及考核标准

### （一）操作方法及步骤

#### 1. 游离余氯测定

在 250 mL 锥形瓶中，迅速依次加入 5.0 mL 磷酸盐缓冲溶液、5.0 mL DPD 溶液[试剂(2)]、100.0 mL 水样（或适量， $V_{\text{样}}$ ），混匀。立即用硫酸亚铁铵标准溶液（设浓度为  $C_{\text{Fe}^{2+}}$ ）滴定至红色消失，记录消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积  $V_{\text{Fe}^{2+},1}$ 。

#### 2. 总余氯的测定

在 250 mL 锥形瓶中，迅速依次加入 5.0 mL 磷酸盐缓冲溶液、5.0 mL DPD 溶液[试剂(2)]、100.0 mL 水样（或适量， $V_{\text{样}}$ ）和固体碘化钾 1g，混匀。2 min 后，用硫酸亚铁铵标准溶液（ $C_{\text{Fe}^{2+}}$ ）滴定至红色消失。如果在 2 min 内又出现红色，则继续用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至红色消失，并以此为终点。记录消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积  $V_{\text{Fe}^{2+},2}$ 。

#### 3. 结果与计算

①游离余氯  $\rho_{\text{Cl}_2}$  的计算：

$$\{\rho_{\text{Cl}_2}\}_{\text{mg/L}} = \frac{\{c_{\text{Fe}^{2+}}\}_{\text{mmol/L}} \times \{V_{\text{Fe}^{2+},1}\}_{\text{mL}}}{\{V_{\text{样}}\}_{\text{mL}}} \times 35.45$$

②总余氯  $\rho_{\text{T,Cl}_2}$  的计算：

$$\{\rho_{\text{T,Cl}_2}\}_{\text{mg/L}} = \frac{\{c_{\text{Fe}^{2+}}\}_{\text{mmol/L}} \times \{V_{\text{Fe}^{2+},2}\}_{\text{mL}}}{\{V_{\text{样}}\}_{\text{mL}}} \times 35.45$$

## (二) 技能考核标准

考核内容及 分数分配	操作环节与要求	评分标准			考核 方法	熟练 程度	时限
		分值	扣 分 依 据	评级标准			
水中余氯的测 定	1.化学试剂的配制	60	化学试剂浓度配制有误， 每种扣 5 分，扣满 20 分 为止；仪器操作不规范， 每项扣 4 分，扣满 40 分 为止	优：85 分以 上； 良：75—84 分； 合格：60—74 分； 不合格：60 分 以下。	单人操 作考核	熟练 掌握	120min
	2.水样的测定与结 果计算	40	仪器设备操作有误，每项 扣 3 分，扣满 30 分为止； 结果计算有误扣 10 分		单人操 作考核	熟练 掌握	

