

环境监测

操作技术指南

主编 袁力 张涛 胡冠九 王帼雄 张景明

河海大学出版社

江苏省环境监测中心推荐使用

环境监测操作技术指南

主 编 袁 力 张 涛 胡冠九
王炯雄 张景明

河 海 大 学 出 版 社

图书在版编目(CIP)数据

环境监测操作技术指南 / 袁力等主编. —南京:
河海大学出版社, 2006

ISBN 7-5630-2308-9

I. 环... II. 袁... III. 环境监测—指南
IV. X83-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 146821 号

书 名 环境监测操作技术指南
书 号 ISBN 7-5630-2308-9/X·5
责任编辑 杜文渊
责任校对 蒋振云 杨敏
封面设计 杭永鸿
出 版 河海大学出版社
地 址 南京市西康路 1 号(邮编:210098)
电 话 (025)83737852(总编室) (025)83722833(发行部)
网 址 www.hhup.com
经 销 江苏省新华书店
印 刷 扬中市印刷有限公司
开 本 787 毫米×1092 毫米 1/16 10 印张 240 千字
版 次 2006 年 12 月第 1 版 2006 年 12 月第 1 次印刷
定 价 46.00 元

编 审 委 员 会

主编单位：江苏省环境监测中心

审 定：柏仇勇

主 编：袁 力 张 涛 胡冠九 王帼雄 张景明

参加编写单位及编写人员(排序不分先后)：

江苏省环境监测中心：袁 力 张 涛 胡冠九 王帼雄 张景明 常卫民

厉以强 郁建桥 刘宁锴 熊光陵 赵永刚

南京市环境监测中心站：杜 青 牛星梅 杭维琪

无锡市环境监测中心站：沈 明 戚文炜 孙晓斌 苏晓燕

徐州市环境监测中心站：刘铁民

常州市环境监测中心站：徐东炯 陆加琪

苏州市环境监测中心站：夏豪刚 金筱青

南通市环境监测中心站：袁维平 朱正宏

连云港市环境监测中心站：路学军 刘永富 曹广林

淮安市环境监测中心站：武淑华 吴红雨

盐城市环境监测中心站：周 钧 张立法

扬州市环境监测中心站：易 强 郭秀冬

镇江市环境监测中心站：余 俭 周 良 耿永超

泰州市环境监测中心站：刘 星 张 峰 吴红星

宿迁市环境监测中心站：李 强

苏州市工业园区环境监测中心站：柳建平

前 言

环境监测质量保证是对整个环境监测过程的全面质量管理,环境监测人员的操作技术是环境监测质量保证的基础。近年来,随着环境管理、执法科学化的要求不断提高,环境监测新人的不断增加,各级环境监测站大型监测仪器设备的更新、新监测领域和项目的扩展,对监测人员必须全面掌握和不断拓展、更新监测分析技术,规范基本操作,提供准确、有效的监测数据的要求也越来越高。

江苏省环境监测中心特组织全省环境监测系统内资深环境监测专家,在国家标准、监测规范的基础上,结合相关环境监测基础理论,集成总结了本省环境监测的实践经验,编写了《环境监测操作技术指南》一书,旨在促进监测人员理解环境监测原理,掌握环境监测操作技术,规范操作过程,同时为质量管理人员指导和考核新人上岗或新项目上马提供技术依据。

《环境监测操作技术指南》主要从基础知识、操作要求、质量控制、思考题四个方面提出环境监测操作的技术要求,内容涵盖了水质、空气、废气(含烟尘)、降水、室内空气和土壤采样技术要求,噪声、机动车尾气检测技术要求以及原子吸收、原子荧光、离子色谱、气相色谱、气相色谱/质谱、液相色谱等方法的操作技术要求。

在《环境监测操作技术指南》编写过程中,得到了许多专家的指导和帮助,在此一并致谢。

由于我们的水平和经验所限,其中难免有不妥之处,恳请广大读者批评斧正。

江苏省环境监测中心

二〇〇六年二月

目 录

第一章 化学实验基础.....	1
第二章 水质采样技术要求	20
第三章 环境空气采样监测技术要求	44
第四章 废气采样监测技术要求	51
第五章 降水采样技术要求	59
第六章 噪声监测技术要求	63
第七章 机动车尾气检测技术要求	74
第八章 室内空气采样监测技术要求	81
第九章 土壤采样技术要求	86
第十章 原子吸收法操作技术要求	95
第十一章 原子荧光法操作技术要求.....	104
第十二章 离子色谱法操作技术要求.....	110
第十三章 气相色谱法操作技术要求.....	120
第十四章 气相色谱/质谱联用法操作技术要求	130
第十五章 液相色谱法操作技术要求.....	141
参考文献.....	148

第一章 化学实验基础

一、化学实验基础要求

(一) 常用玻璃仪器的分类、规格及使用

水质实验室所用的器皿大都由玻璃制成,玻璃仪器分为两大类:一类为容器,用以贮存、运送物料或者在其中进行化学反应。另一类为量器,计量量入、量出溶液体积。根据各自的性能和要求,采用相应的软质、硬质玻璃做成各种形状规格的仪器。常用玻璃仪器的分类、规格及使用见表1-1。

表 1-1 常用玻璃仪器的分类、规格及使用

类别	名 称	规 格	主 要 用 途	使用注意事项
容 器 类	(1) 试剂瓶、广口瓶、细口瓶、下口瓶	白色、棕色 30~20 000 mL	棕色用于盛可见光易分解的试剂,细口盛液体试剂,广口大都盛固体试剂	原瓶用原塞,号码相符,不能作加热器皿,也不应注入骤热骤冷试剂,放碱液时应使用橡皮塞
	(2) 洗瓶(玻璃)	250 mL、500 mL、1 000 mL	装纯水,洗涤仪器装洗涤液,洗涤沉淀	玻璃瓶内液体可隔石棉网在火上加热
	(3) 烧杯	普通烧杯,高型、锥型烧杯 5~5 000 mL	用于配制试剂,加热试剂,蒸发浓缩溶液	可承受 500℃ 以下温度,可在酒精灯火焰上直接或隔石棉网加热
	(4) 锥型瓶、碘量瓶	25~1 000 mL	加热处理试样,容量分析滴定。碘量瓶用于碘量法或其他生成挥发性物质定量分析	磨口塞子加热时打开塞子,以防气体膨胀冲开塞子,溅出溶液,待其冷却后方能盖上塞子。非标准磨口保持原配塞子
	(5) 烧瓶、平底烧瓶、圆底烧瓶、凯氏烧瓶	50~2 000 mL	用于有机合成与无机合成及蒸馏液体。凯氏烧瓶消解有机物	加热时,在热源与瓶底之间应加隔热石棉网或其他热浴
	(6) 称量瓶	容量 10~30 mL 矮型瓶: 高 25~30 mm 直径 35~50 mm 容量 10~20 mL 高型瓶: 高 40~50 mm 直径 25~30 mm	用于称量基准物。矮型用作水分测定或烘干基准物	不可盖紧磨口塞烘烤,磨口塞要原配
	(7) 滴瓶	30~125 mL,分为无色、棕色两种	装需加的试剂	不能加热
量 器 类	(1) 量筒、量杯	5~2 000 mL 十余种规格	用于粗略量取一定体积的液体	不能加热,不能在其中配制溶液,不能在烘箱中烘烤
	(2) 容量瓶	10~2 000 mL(有量入式,也有量出式)白色、棕色,分 A、B 二级	用于配制标准溶液或被测溶液	容量瓶和塞子必须原配,漏水不能用,不能在烘箱中烘烤或加热。溶液温度达室温后方可转入容量瓶中

(续 表)

类别	名 称	规 格	主 要 用 途	使用注意事项
量 器 类	(3) 吸管	刻度吸管: 0.1 ~ 50 mL (A ₁ 、A ₂ 、B 级) 胖肚吸管: 1 ~ 100 mL (A、B 级)	用于准确吸取溶液体积	不能加热,不能在烘箱中烘烤,上 端和尖端不可磕破
	(4) 滴定管	常量:25 mL、50 mL、 100 mL 微量:1 mL、2 mL、3 mL、 5 mL、10 mL	容量分析滴定操作	活塞要原配,不能加热,不能长期 放碱液,碱管不能放与橡皮作用的 标准溶液
管 类	(1) 试管	按有无刻度分为有刻度 与无刻度两种,如:5 mL、 10 mL、20 mL、30 mL等, 也可按直径与长度尺寸来 分,如:12 mm × 100 mm、 10 mm × 80 mm 等等	定性分析、微生物接种培 养、保存菌种,离心试管可 在离心机中分离溶液和 沉淀	可直接在火上加热,但不要骤冷, 离心试管可在水浴中加热
	(2) 比色管	带刻度、不带刻度,具 塞、不具塞	比色分析	不可直接在火上加热,非标准磨 口塞必须原配,注意保持管壁透明, 不可用去污粉刷洗
	(3) 吸收管	波氏管全长 173 mm 或 233 mm,多孔滤板吸收管 185 mm、滤片 1#	吸收气体样品中被测 物质	气体的流量要适当,两只串连使 用,磨口塞要原配。不可直接在火 上加热,多孔滤板吸收管吸收效率 较高,可单只使用
	(4) 冷凝管	长度分为 150 mm、250 mm、300 mm、400 mm 等 多种,有直形、球形、蛇形, 还有空气冷凝管	用于蒸馏或回流中作冷 凝器用	不可骤冷、骤热,注意从低处进冷 却水,高处出水
其 他	(1) 干燥器	口径 10 ~ 50 cm 不等, 白色、棕色	用于冷却和存放已烘干 样品,也可干燥少量制备的 产品	不可将热物体放入,磨口处要均 匀涂上凡士林
	(2) 漏斗	普通漏斗:有长、短颈二 种,锥角 60°,口径 2 ~ 30 cm 不等,筋纹漏斗、砂 芯漏斗(细菌漏斗)按砂芯 板孔大小分 20 ~ 30 μm G ₁ ~ G ₆ 共 6 种	用于重量分析,过滤沉 淀。筋纹漏斗用于处理重 结晶热溶液。砂芯漏斗用 于过滤避免使用滤纸过滤 的试剂和沉淀	不可直接在火上加热,砂芯漏斗 必须抽滤,不能用于过滤碱、氢氟 酸、热浓磷酸,用毕立即洗净
	(3) 分液漏斗	50 ~ 2 000 mL 不等,有 直筒形、球形、锥形	用于分开两种互不相溶 的液体,萃取分离和富集	磨口塞必须原配,漏水的不能使 用,不能加热
标准 磨口 组合 仪	(1) 亚沸蒸馏 器;(2) 分馏装置 器;(3) 索氏提取 器;(4) K - D 蒸 发浓缩器;(5) 旋 转蒸发浓缩器	磨口表示方法:上口内 径/磨面长度。如:φ10/19 mm、φ14.5/23 mm、φ19/26 mm、φ29/32 mm	有机化学及有机半微量 分析中制备及分离	磨口处无须涂润滑剂,安装时不 可受歪斜压力,要按所需装置配齐

(二) 化学试剂和试液

1. 化学试剂的规格及用途

在生产化学试剂时,按其用途不同,生产出来的产品等级规格也不同。目前,我国生产的试剂质量标准可分为四级(见表 1-2)。

表 1-2 国产试剂规格

等级	名称及符号	标签颜色	用 途
一	保证试剂 (GR)	绿色	纯度很高,杂质含量低,用于要求较高的分析研究,有的可作为基准物质,主要配制标准溶液
二	分析试剂 (AR)	红色	纯度较高,杂质含量较低,用于一般分析研究,可配制普通溶液
三	化学纯试剂 (CP)	蓝色	质量较分析试剂差,用于工业分析及试验
四	实验试剂 (LR)	黄色	纯度较差(比工业品纯度高),杂质含量更多,用于普通实验

除上述四级试剂外,还有基准试剂:纯度相当于或高于保证试剂,主要成份含量一般在 99.95%~100.05%。通常用于容量分析中的基准物质,标定标准溶液。高纯试剂:包括超纯度试剂、特纯试剂、光谱纯试剂,纯度达 4 个 9、5 个 9 以上,即杂质(阳离子)总和分别不超过 0.01%、0.001%,它是由专用设备生产的,在包装、储藏使用等方面都有特殊要求。光谱纯试剂是指杂质含量用光谱分析法已测不出,或低于某一限度,主要用作光谱分析中标准物质或配制标样的基体。色谱纯试剂是指杂质含量用色谱分析法检不出或低于某一限度,主要用于色谱分析标准物质。另外,还有生物试剂(BR、CR、EBP)、pH 基准试剂、显微镜试剂,等等。

试剂标准有国家标准,标以“GB”;部颁标准,标以“HG”;部颁暂行标准,标以“HGB”。

2. 化学试剂的贮存

实验室化学药品,尤其是大部分药品具有一定的毒性或易燃易爆的性质,若储藏不当,则会变质,应由专人妥善保管。

根据试剂的毒性、易燃性、腐蚀性、挥发性,采取妥善方式保管,如剧毒品氰化钾、三氧化二砷等要放入保险柜保管,易燃品要单独放入易燃品库(有降温设施的钢筋混凝土制成的贮柜),有条件时,挥发性酸也应单独入库保存。

试剂变质,大多数情况是由于外界条件,如空气、温度、光、杂质、贮存时间等影响造成的。因此,实验室中试剂存放必须注意以下事项:

(1) 实验室内要配有防尘、防止各种蒸气或气体沾污和侵蚀的专用玻璃柜,设专格存放避光试剂。

(2) 保持室内一定温度、湿度和通风。易水解试剂需放干燥器中保存,极易挥发试剂需低温冷藏或放于冰箱中。

(3) 经常检查试剂瓶上标签是否完好,字迹是否清楚,如有脱落或模糊应及时更换标签。

(4) 对于新领或开瓶使用的试剂,必须及时检查瓶口是否封严。

(5) 在实验室中不应存放剧毒品与易燃品。

(6) 自己配制的试剂溶液,应整齐排列在试剂架上,排列方法可按各分析项目所需试剂配套排列。试剂瓶的标签大小应与瓶子大小相称,书写要工整,注明名称、浓度、规格、配制日期、有效期、配制人等。应经常擦拭,保持清洁,过期失效应及时更换。

3. 化学试剂的取用

(1) 试剂瓶的开启。

① 进行装有危险性化学试剂的瓶子开瓶时(如危险试剂的取用、易燃易爆物品的处理、焚烧废液等)应有第二者陪伴,陪伴者应处于能清楚看到工作地点的地方,并观察操作的全过程。

② 在危险性化学试剂开瓶时,应穿工作服,长发要扎起,要戴防护用具,戴上防护眼镜。

③ 首先检查试剂瓶外观,是否贴有明显的与内容物相符的标签,试剂瓶标签是否完整。

④ 检查试剂瓶标签上标明的名称、规格(级别)、性状、浓度、生产日期(配制日期)、生产厂家(配制人)和有效期。

⑤ 用干净的抹布擦净试剂瓶外壁和瓶盖。

⑥ 开启后的瓶盖应仰放于试剂瓶近侧洁净的台面上。

⑦ 拿取试剂瓶时掌心应握向试剂瓶标签。

⑧ 试剂一经取出不得放回原瓶,以免沾污原瓶内试剂(不论固体试剂还是液体试剂)。

⑨ 试剂取用后应及时盖紧瓶盖,放回原处。

(2) 固体试剂的取用。

① 开瓶后,检查化学试剂的物理性状是否改变,如潮解、变色等。

② 取用化学试剂的药匙应干燥洁净,用过的药匙应及时洗净晾干(急用时可用滤纸擦干)以便再用,避免沾污试剂。

③ 取用化学试剂的药匙、烧杯、量杯等,必须分开使用,每种试剂使用一件器皿,不得混用。

④ 称量固体试剂时,注意尽量不要多取,若多取了,多取的试剂不能倒回原瓶,可以放入其他洁净的容器中供再用。

⑤ 一般的固体试剂可以在洁净的纸或表面皿上称量。具有腐蚀性、强氧化性、容易潮解等的固体试剂不能在纸上称量。

⑥ 低熔点的固体试剂应根据其化学特性取用,如取用黄磷应在水中切取、乙醇脱水后要快速称量。

(3) 液体试剂的取用。

① 打开浓盐酸、浓硝酸、浓氨水等试剂瓶塞时,应在通风柜中进行。

② 开启氢氟酸时要带橡皮手套。

③ 夏季打开易挥发溶剂瓶塞前,应先用冷水冷却,瓶口不要对向人。

④ 稀释浓硫酸时,应将稀释容器(烧杯)放在塑料盆中,只能将浓硫酸慢慢倒入水中,并不断搅拌,绝不能将浓硫酸倒入水中,必要时用水冷却。

⑤ 使用标准溶液时,应注意溶液温度与室温的平衡,用前先将瓶内试剂充分混匀后再取用。

⑥ 取用细口瓶中的液体试剂时,一般采用倾出法取用,不直接在试剂瓶中吸取。倾倒试剂时,应使瓶签在上方(掌心握向试剂瓶签),逐渐倾斜试剂瓶,使试剂沿玻璃棒或接受容

器内壁注入接受容器(一般用干燥洁净的烧杯),再从烧杯内移取,倾出的试剂不得再倒回原瓶中,以避免污染试剂。

⑦ 吸量液体时,吸管尖端要始终保持在液面下深度 1 cm 左右,防止吸空。

⑧ 使用滴瓶取用溶液时,滴管不能触及接受容器的器壁。使用后,应将滴管内剩余溶液排尽。

4. 溶液浓度的表示方法

在一定量的溶液中所含溶质的量,称为该溶液的浓度。溶液浓度表示方法见表 1-3。

表 1-3 化学分析中溶液浓度的表示方法

量的名称和符号	定 义	单 位	实 例	应 用
物质 B 的物质的量浓度 C_B	物质 B 的物质的量除以混合物的体积 $C_B = \frac{n_B}{V}$	mol/L mmol/L mol/m ³ mol/dm ³	$C(2\text{HCl}) = 0.1000 \text{ mol/L}$, 即 1 L 溶液中含有 2HCl 为 0.1000 mol, 基本单元为 2HCl(每升溶液中含有 HCl 17.3 g)	用于标准滴定液、元素标准溶液、基准溶液的浓度及水质分析中被测组分的含量
物质 B 的质量浓度 ρ_B	物质 B 的质量除以混合物的体积 $\rho_B = \frac{m_B}{V}$	g/L mg/L mg/mL $\mu\text{g/mL}$ kg/m ³	$\rho(\text{Cu}) = 2 \text{ mg/L}$ $\rho(\text{NaCl}) = 50 \text{ g/L}$, 即 1 L NaCl 溶液中含有 50 g NaCl	一般用于元素标准溶液、基准溶液浓度、一般溶液浓度和水质分析中各组份的含量
溶质 B 的质量摩尔浓度 b_B	溶质 B 的物质的量除以溶剂的质量 $b_B = \frac{n_B}{m_k}$	mol/kg mmol/kg	$b(\text{NaCl}) = 0.020 \text{ mol/kg}$ (表示 1 kg 水中含有 NaCl 0.020mol)	浓度不受温度影响, 化学分析用的不多
滴定度 $T_{B/A}$	单位体积的标准溶液 A, 相当于被测物质 B 的质量	g/mL mg/mL	$T_{\text{Ca}/\text{EDTA}} = 3 \text{ mg/mL}$, 即 1 mL EDTA 标准溶液可定量滴定 3 mg Ca	用于标准滴定液
质量分数 ω_B	物质 B 的质量与混合物的质量之比 $\omega_B = \frac{m_B}{m}$	无量纲	$\omega(\text{KNO}_3) = 10\%$, 表示 100 g 该溶液中含有 KNO ₃ 10 g, 即 10 g KNO ₃ 溶于 90 g 水中	常用于溶质为固体的一般溶液
物质体积分数 φ_B	物质 B 的体积除以混合物的体积 $\varphi_B = \frac{V_B}{V}$	无量纲	$\varphi(\text{HCl}) = 5\%$, 即表示 100 mL 该溶液中含有浓 HCl 5 mL	常用于溶质为液体的一般溶液
体积比浓度 $V_1 + V_2$	两种溶液分别以 V_1 体积与 V_2 体积相混, 或 V_1 体积的特定溶液与 V_2 体积的水相混	无量纲	HCl(1+2), 即 1 体积浓盐酸与 2 体积水相混 HCl+HNO ₃ =3+1, 表示 3 体积浓盐酸与 1 体积浓硝酸相混	常用于溶质为液体的一般溶液或两种一般溶液相混时的浓度表示

5. 试液的使用和保存

试剂的使用和保存大部分内容都适用于试液。

(1) 吸取试液的吸管应洗净, 擦干。多次连续使用时, 每次用后应妥善保存, 避免污染, 不允许裸露平放在桌面或插在试液瓶内。

(2) 同时取用相同容器盛放的几种试液, 特别是当两人以上在同一实验台操作时, 应注意防止盖错瓶塞, 造成交叉污染。

(3) 试液瓶内液面以上的内壁,常有水汽凝成的成片水珠,用前应振摇混匀,以保证试液的浓度准确。

(4) 每次取用试液后应随即盖好瓶塞,不能因省事而使试液瓶口在整个分析操作过程中长时间敞开。

(5) 已经污染、变质或失效的试液应随即处理,以免与所配制试液混淆而误用。

(6) 试液在使用和保存过程中,试液瓶附近不许放置加热设备,以防试液变质或引起浓度变化。

(7) 贮有试液的容器应放在试液柜内或无阳光直射的试液架上,试液架应安装玻璃拉门,以免灰尘积聚在瓶口上而导致倒取试液时引起污染。必要时在瓶上罩烧杯防尘。

(三) 实验用水

国家标准 GB6682—92“实验室用水规格”中明确了实验室用三个等级净化水的规格和相应的质量检验方法,应根据实验工作的不同要求选用不同等级的水。

1. 实验用水的质量要求

(1) 外观与等级。

实验室纯水应为无色透明的液体,其中不得有肉眼可辨的颜色及纤絮杂质。实验室纯水分三个等级,应在独立的制水间制备。

① 一级水:不含有溶解杂质或胶态有机物,它可用二级水进一步处理制得。一级水用于制备标准水样或超痕量物质的分析。

② 二级水:常含有微量的无机、有机或胶态杂质。可用蒸馏、电渗析或离子交换法制得的水再进行蒸馏的方法制备,用于精确分析和研究工作。

③ 三级水:可用蒸馏、电渗析或离子交换法制备,适用于一般实验工作。

实验室纯水的原料水应当是饮用水或比较干净的水,如有污染或空白达不到要求,必须进行纯化处理。

(2) 质量指标。

在纯水的纯度指标中,主要控制无机离子、还原性物质、尘埃粒子的含量,便可满足水质分析的要求。实验室用水应符合表 1-4 中的规定。

表 1-4 实验室纯水的质量指标

指 标 名 称	一 级 水	二 级 水	三 级 水
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃, $\mu\text{S}/\text{cm}$)	≤ 0.1	≤ 1.0	≤ 5.0
可氧化物的限度试验	—	符合	符合
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
二氧化硅(mg/L)	≤ 0.02	≤ 0.05	—

2. 实验用水的质量检验

用于质量检验的各级水样量不得少于 2 L。水样应注满清洁、密闭的聚乙烯容器。取样时应避免沾污。

(1) pH 值的测定。

用 pH 计测定,用 pH 值为 5.0~8.0 的标准缓冲溶液校正 pH 计。一般去离子水的 pH 值在 6.5~7.5 之间。

(2) 电导率的测定。

用具有温度补偿功能的电导仪测定,25℃纯水电导率是 $0.0548 \mu\text{S}/\text{cm}$ 。测定水的电导率可反映水中电解质多少,但此法测不出电解物质的污染。

(3) 可氧化物检验。

① 试剂和溶液:

a. 配制溶液用水:二级水;

b. 硫酸:约 98 g/L;

c. 高锰酸钾溶液: $C(1/5\text{KMnO}_4)=0.01 \text{ mol/L}$,新鲜配制。称取高锰酸钾 0.32 g,溶于约 1 L 水中,煮沸 1~2 h,静置过夜。用 4 号砂芯漏斗抽滤,用刚煮沸后冷却的水稀释至 1 L,贮于棕色瓶中。

② 操作:取 1 000 mL 二级水(100 mL 三级水)注入烧杯中,加入 10.0 mL 硫酸溶液和 1.0 mL 高锰酸钾溶液,盖上表面皿,煮沸 5 min,与置于另一相同容器中不加试剂的等体积水样比较,溶液所呈淡红色不得完全褪尽。

(4) 吸光度的测定。

将水样分别注入 1 cm 和 2 cm 的石英比色皿中,在紫外分光光度计上,于 254 nm 处用 1 cm 比色皿中水为参比,测定 2 cm 比色皿中水的吸光度,按表 1-4 所列各相应级别纯水的质量指标进行判断。

(5) 二氧化硅的测定。

该指标通常只作定性检查。取纯水 10 mL 注入试管中,加 15 滴 1% 钼酸铵溶液和 8 滴草酸-硫酸混合液(4% 草酸和 4 mol/L 硫酸,按 1+3 混合),摇匀。放置 10 min,加 5 滴 1% 硫酸亚铁铵溶液(新配),摇匀。如溶液呈蓝色,则表示有可溶性硅。

二、化学实验基本操作要求

(一) 玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 洗涤剂的配制和使用

(1) 强酸性氧化剂洗液。

最常用的是铬酸洗液,配制方法:称 20 g 工业用重铬酸钾置于 40 mL 水中加热溶解,放冷。缓缓加入 360 mL 浓硫酸(不能将重铬酸钾溶液加入硫酸中),边加边用玻璃棒搅拌。这种溶液具有很强的氧化性,对有机物和油污的去除能力特别强。在进行精确的定量实验时,往往会遇到一些口小、管细的仪器很难用其他方法洗涤,就可用铬酸洗液来洗。方法是将要洗的仪器内加入少量铬酸洗液,倾斜并慢慢转动仪器,让仪器内壁全部为洗液湿润,转动几圈后,把铬酸洗液倒回原瓶内,然后用自来水冲洗几遍,再用蒸馏水冲洗几遍。铬酸洗液氧化能力很强,经过长期使用或吸收水分很多时,颜色变绿,表明失效,不能再用。

(2) 碱性高锰酸钾洗液。

配制方法:将 4 g 高锰酸钾溶于少量水中,加入 10% 氢氧化钠至 100 mL。或取 4 g 高锰酸钾溶于 80 mL 水中,再加 50% 氢氧化钠至 100 mL。碱性高锰酸钾洗液作用缓慢温和,可洗涤有油污的器皿。碱性高锰酸钾洗液不应在所洗的器皿中长期存放,如玻璃容器上沾有褐色二氧化锰,可用盐酸或草酸溶液洗除。

(3) 纯酸洗液。

用(1+1)盐酸、(1+1)硫酸、10% 以下的硝酸、(1+1)硝酸浸泡或浸煮器皿,但加热的温度不宜太高,以免浓酸挥发或分解。用于洗去碱性物质及大多数无机物残渣,如水垢或盐类结垢。进行痕量分析的玻璃仪器洗涤时,要求洗去所吸附的极微量杂质离子,须把洗净的玻璃仪器用优级纯的(1+1)硝酸或盐酸浸泡几十小时,然后用去离子水洗干净后才能使用。

(4) 纯碱洗液。

将 10% 以上的浓氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钠,用于浸泡或浸煮玻璃仪器,煮沸可以加强洗涤效果,但在容器中存留不得超过 20 min,以免腐蚀玻璃。

(5) 有机溶剂。

苯、乙醚、丙酮、二氯乙烷、氯仿、乙醇、甲苯、二甲苯等,可洗较多油脂性污物的玻璃仪器,尤其是难以使用毛刷洗刷的小件或形状复杂的玻璃仪器。

(6) 合成洗涤剂或洗衣粉洗液。

配制方法:取适量洗涤剂或洗衣粉溶于 50℃~60℃ 清水中,配成溶液。

2. 玻璃仪器的洗涤

(1) 例行洗涤法。

即常法洗涤,洗涤玻璃仪器前应先用肥皂洗净双手。一般玻璃仪器经自来水冲刷去灰尘后,用肥皂液(洗涤剂等)仔细刷净内外表面,尤其应注意容器的磨砂部分和器口边缘处,边用水冲边刷洗至无肥皂液,再用自来水冲洗 3~5 次,用蒸馏水充分荡洗 3 次,洗净的清洁玻璃仪器壁上被水均匀润湿(不挂水珠)。玻璃仪器经蒸馏水冲净后,残留的水分用指示剂检查应为中性。

(2) 不便刷洗的玻璃仪器洗涤法。

可根据污垢的性质选择不同的洗涤液浸泡或共煮,再按常法用水冲净。

(3) 水蒸气洗涤法。

有些玻璃仪器,主要是成套的组合仪器,除按上述要求洗涤外,使用前还要安装起来用水蒸气洗涤一定时间。

3. 玻璃仪器的干燥

每次试验都应使用清洁干燥的玻璃仪器,所以,玻璃仪器用后应立即洗净并干燥。

(1) 控干。

洗净的玻璃仪器倒置于滴水架上或专用柜内控水晾干。倒置还有防尘作用。

(2) 烘干。

最常用的干燥方法是烘干。将洗净的玻璃仪器置于 110℃~120℃ 的清洁烘箱内烘烤 1 h 左右,有的烘箱还可利用鼓风驱除湿气。烘干的玻璃仪器一般都在空气中冷却,但称量瓶等用于精确称量的玻璃仪器则应在干燥器中冷却保存。任何量器均不得用烘干法干燥。

(3) 吹干。

急待使用或不便于烘干的玻璃仪器,可用电吹风机吹干。电吹风机可吹冷风和热风,使用方便。各种比色管、离心管、试管、三角烧瓶、烧杯等均可用这种方法迅速吹干。一些不宜高温烘烤的玻璃仪器,如吸管、滴定管、比重瓶等也可用电吹风法进行干燥。如果玻璃仪器带水量大,可先用丙酮、乙醇涮洗一下,必要时再用乙醚涮洗便可迅速吹干。

(4) 烤干。

少量小件玻璃仪器也可用酒精灯或红外线灯加热烤干。烤干时,应从仪器底部烤起,逐渐将水分赶到出口处挥发掉,注意防止瓶口的水滴滴回烤热的底部引起玻璃炸裂。反复上述动作2~3次即可烤干。烤干法只适用于硬质玻璃仪器,有些玻璃仪器,如比色皿、比色管、称量瓶、试剂瓶等不宜用此法干燥。

4. 玻璃器皿的保存

(1) 吸管可置于有盖的搪瓷盘、盒中,垫以清洁滤纸;

(2) 滴定管可倒置于滴定架上,或盛满蒸馏水,上口加套指形管或小烧杯。使用中的滴定管(内盛试液)在操作暂停期间也应加套以防沾污;

(3) 清洁的比色皿、比色管、离心管要置于专用盒内,或倒置在铺垫滤纸的专用架上;

(4) 凡有配套塞、盖的玻璃仪器,如称量瓶、量瓶、分液漏斗、具塞比色管、滴定管等都必须保持原装配套,不得拆散使用和存放;

(5) 具有磨口塞的清洁玻璃仪器,如量瓶、称量瓶、碘量瓶、试剂瓶等要衬纸加塞保存。

(二) 天平的操作

1. 分析天平的使用和维护

(1) 天平室温度应保持稳定,波动幅度不大于 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{h}$,室温应在 $15^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 之间。湿度保持在 $55\%\sim 75\%$ 之间。天平室应避免阳光直射,最好是在朝北的室内,以减少温度变化。天平室应有窗帘,挡住直射阳光。天平室内应避免明显气流(如穿堂风、电风扇的气流等)、有害气体和灰尘进入。

(2) 天平室要注意清洁、防尘。门窗要严密,最好双层窗。天平室应选择周围无震动源和无强磁场的房屋,最好在楼房的底层,不靠近空压机、电梯等设备。天平台最好是从隔震的地基上直接构筑的水泥台,上放50 mm厚水磨石或人造大理石台面。天平也不要安装在离门、窗和通风设备排气口太近的地方。

(3) 保持天平室和天平罩内清洁。天平罩内的纤尘可用软毛刷刷拭,刀和刀承可用绸布沾少许无水乙醇或乙醚擦拭。反射镜面宜用镜头纸或鹿皮擦拭。操作时注意避免零件碰伤,保护好刀刃。称量时若不慎在天平内洒落了药品,应立即清理干净,以免腐蚀天平。

(4) 同一实验应使用同一台天平和砝码。

(5) 被称物体和砝码应放在天平秤盘中央,开门、取放物体、加减砝码必须在天平处于休止状态。

(6) 称量的物品总量不得超过天平最大载荷。开启开关不能用力过猛。被称药品应放在洁净的器皿中称量。挥发性、腐蚀性、吸潮性的物体必须用加盖的容器称量。

(7) 待称量物品的温度必须经预平衡,使接近天平的温度后再进行称量。

(8) 称量时,启闭横梁用力要轻缓、均匀,以防损伤刀刃。对无阻尼天平关闭横梁时,应

在指针摆至标牌的中间部位时进行。使用自动加码装置,加减环码应一档一档轻轻操作,防止环码相互碰撞或跳落。

(9) 读取称量数据后应立即关闭天平。不再继续使用时,应先将砝码复位再取称量物品,关好侧门,切断电源,罩好防尘罩,登记使用情况。

(10) 天平内需保持干燥,适时更换干燥剂,严禁使用有腐蚀性的干燥剂。

(11) 天平应有专人负责日常的维护与保养。应设立天平和砝码的管理档案,详细记录检定、维修和保养以及使用情况。

(12) 天平在安装、修理和移动位置后,应进行计量性能检定。检定应由计量部门进行,使用中的天平应按使用的频繁情况进行定期检定。在使用中如发现示值变动超过规定,即应进行调修和检定。

2. 砝码的使用和维护

(1) 使用砝码前应先检查砝码的存放情况有无异常,砝码表面是否光洁。

(2) 砝码和天平应配套使用,不得随意调换或将几组砝码混用。

(3) 取用砝码必须用镊子夹取,不得直接用手拿取。所用镊子应有骨质或塑料护尖。夹取片码时要夹其卷角或折边部分。质量较大的砝码可用柔软洁净的麂皮或绸布垫衬并戴汗布手套拿取。

(4) 取放砝码应轻拿轻放,避免互相碰撞。

(5) 使用砝码时不得直对其呼气。防止砝码被酸、碱、油脂等沾污。砝码应及时收存,并按原位放好。

(6) 必须保证使用的砝码处于计量检定的有效期内。

(7) 一、二等砝码应放在内盛变色硅胶的专用玻璃干燥器内保存。三等以下砝码也应注意防潮、防腐蚀。

(8) 砝码跌落碰伤或发生氧化、锈蚀等问题时,应进行修理,经检定合格后方能再用。

(9) 一组砝码如有丢失,应向有关负责人报告;如需配用,必须经计量部门检定,合格后方可收入组内配套使用。

(10) 在用的砝码必须配套安放在天平旁边,不得随意挪用,更不得携出天平室外。砝码使用后应及时复位或按砝码盒原位放好。

(三) 标准溶液的配制、标定和管理

1. 一般要求

(1) 配制标准溶液须用 GB6682—92 规定的二级以上纯水或优级纯(不得低于分析纯)溶剂。

(2) 配制或标定标准溶液所用试剂应为基准试剂或纯度不低于优级纯的试剂。

2. 配制方法及标定

(1) 标准溶液的配制方法。

① 直接配制法:准确称取一定量的基准物质,溶解后移入容量瓶,稀释到标线,根据计算求得该溶液的准确浓度。

② 间接配制法:先配制一近似所需浓度的溶液,然后用基准物质或已知浓度的标准溶液标定其准确浓度。

(2) 标准溶液的标定。

标准溶液的标定方法有两种:一是用基准物质标定,二是用准确浓度的标准溶液标定。标定时还需做到以下事项。

① 基准试剂必须在充分干燥后称取。当指定使用含结晶水的试剂时,只能将其放在适宜的干燥器内进行干燥,而不得加热,必要时应于精制后再称量。

② 标定标准溶液必须分别独立称取 2~3 份基准试剂进行平行测定,不允许只称取一份基准试剂配成溶液后从中分取几份进行标定。平行标定结果应有严格的一致性(相对误差 $<2\%$),否则需重新标定。

③ 每份基准试剂的称用量不应过小。使用 25 mL 的滴定管时,以能消耗滴定液 20 mL 左右为宜;如使用 50 mL 的滴定管,则滴定液的消耗量应在 45 mL 左右。

④ 对浓度不稳定的标准溶液,应酌情定期重新标定,最好在每次使用前进行标定。

3. 标准溶液的管理

(1) 各种标准溶液必须按其化学性质进行配制和保存。对于在稀溶液中不稳定的物质,应先配制浓度较高的贮备标准溶液,使用前再按分析方法的要求稀释成工作标准溶液(标准使用溶液)。

(2) 配制好的标准溶液应使用能密封的硬质玻璃或塑料瓶贮存,不得长期保存在量瓶中。

(3) 工作标准溶液应在每次实验时现行稀释,一次性使用,不宜保留。

(4) 贮备标准溶液(水溶液)应在低温保存,用前充分摇匀,适量倾出置于干燥洁净的容器中,置室温下平衡温度后使用。剩余部分应即弃去,不得倾回原瓶。

(5) 用有机溶剂配制的贮备标准溶液不宜长期大量存放在冰箱中,以免相互污染或发生危险。

(6) 对光敏感的物质,其贮备标准溶液应装贮在棕色容器内,密塞后保存于阴凉避光处。

(7) 一般的标准溶液不宜长期保存。随时检查发现有变质或可疑情况(如瓶口破损,瓶塞松动,标签模糊,溶液量有不明原因的增加或减少等异常现象)时,应即废弃不用。

(四) 重量分析操作技术

1. 称量

称量是直接使用天平准确计量物料或物体重量的操作。在常规分析中,通常多用直接称量的方法,直接称量包括:常规称量法、固定量称量法和减量称量法。

(1) 常规称量法。

需要精确称取某物的重量,但无严格规定量的要求时,使用这种称量法。称量时,按天平操作规程先称空容器重量,加试样于该容器中再称重。前、后两次称得重量的差值即为试样的准确量。例如,精确称量 0.5 g 某试样,先称得空容器重为 7.463 2 g,加入试样后再称重量为 8.008 5 g,则称试样重为 $8.008\ 5 - 7.463\ 2 = 0.545\ 3\ \text{g}$ 。

(2) 固定量称量法。

要求准确称取指定重量的试样时使用此法。例如,要求配制准确浓度的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液($1/6\ \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0.250\ 0\ \text{mol/L}$)时,需准确称取在 120°C 条件下干燥的基准级重铬酸