



普通高等教育“十三五”规划教材——化工环境系列

环境监测 实验与实践

戴竹青◎主 编

牛显春 赵 霞 梁存珍◎副主编



中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十三五”规划教材——化工环境系列

环境监测实验与实践

戴竹青 主 编
牛显春 赵 霞 梁存珍 副主编



中国石化出版社

内 容 提 要

本书依据国家相关部门最新的环保方面的标准和方法编写而成,涉及的实验项目包括了水、气、固等多种污染组分的监测,在监测手段上涵盖了气相色谱法、液相色谱法、原子吸收光谱法、紫外-可见分光光度法、荧光光度法、气质联用法以及液质联用法等现代仪器分析方法。在样品前处理上除涉及常规操作方法以外,还包括了超声萃取、固相萃取、微波消解、加速溶剂萃取、气体吹扫捕集等现代预处理方法,使学生能够掌握从常规环境监测技术到复杂环境样品中微量污染物的分析。

本书可作为环境监测、环境科学、环境工程等专业的本、专科生实验教材,也可作为同类专业研究生技能培训教材。还可作为环境监测工作人员的培训教材,以及相关领域工作人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

环境监测实验与实践 / 戴竹青主编. —北京: 中国石化出版社, 2018. 5
普通高等教育“十三五”规划教材, 化工环境系列
ISBN 978-7-5114-4867-5

I. ①环… II. ①戴… III. ①环境监测-实验-高等学校-教材 IV. ①X83-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 102626 号

未经本社书面授权,本书任何部分不得被复制、抄袭,或者以任何形式或任何方式传播。版权所有,侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址:北京市朝阳区吉市口路9号

邮编:100020 电话:(010)59964500

发行部电话:(010)59964526

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail:press@sinopec.com

北京柏力行彩印有限公司印刷

*

787×1092 毫米 16 开本 12 印张 299 千字

2018 年 7 月第 1 版 2018 年 7 月第 1 次印刷

定价:35.00 元

《普通高等教育“十三五”规划教材——化工环境系列》

编 委 会

主 任：赵 远(常州大学)

主任委员：李忠玉(常州大学)

冯辉霞(兰州理工大学)

牛显春(广东石油化工学院)

周翠红(北京石油化工学院)

崔宝臣(东北石油大学)

李长波(辽宁石油化工大学)

张玉虎(首都师范大学)

王毅力(北京林业大学)

叶长青(南通大学)

编 委：张庆芳 赵 霞 牛显春 张玉虎 周翠红

赵 远 赵兴青 戴竹青 马伟芳 伦小秀

张盼月 叶长青 马建锋 崔宝臣 李长波

前 言

伴随着经济的发展,环境污染日趋严重,环境污染物种类也日益繁多,世界上已知的化学品有700万种之多,而进入环境的化学品已达10万余种。目前,我国环境优先污染物黑名单中包括14种化学类别共68种有毒化学品。如何让学生扎实而灵活地掌握环境测试技术以满足社会发展的需要是当务之急。环境监测实验是高等院校环境工程专业的一门主要专业实践课。为了使学生能更好地理解和掌握《环境监测》课程的理论教学内容,学习和掌握环境监测的基本原理和实验技术手段,并将所学到的知识和实践能力运用于污染物的监测,培养学生实际的应用能力,满足高等院校实验教学的要求,本书联合了常州大学、广东石油化工学院、兰州理工大学和北京石油化工学院,在对现行实验教材进行优化的基础上,共同编写了《环境监测实验与实践》一书。

本书参考国家生态环境部和国家环境监测总站颁布的最新方法、标准,并在多年使用的自编讲义的基础上编写而成。全书共选择46个实验项目,重点介绍了水、气、土壤固体废弃物等各种形态污染物的监测分析方法。确保学生在掌握基础实验技能的前提下,注重综合能力的培养,以及创新实验能力的培养。本书还涉及了环境监测过程中各类常用的方法,内容包括从样品采集到复杂样品的前处理,以及现代分析仪器的使用。样品前处理除涉及常规操作方法以外,还包括现代预处理方法,如超声萃取、固相萃取、微波消解、加速溶剂萃取、气体吹扫捕集等;涵盖气相色谱法、液相色谱法、原子吸收光谱法、紫外-可见分光光度法、荧光光度法,气质联用法以及液质联用法等现代仪器分析方法,体现了环境监测的未来发展方向,使学生能够掌握从常规环境监测技术到复杂环境样品中微量污染物的分析。书中实验项目涉及水、气、固等多种污染组分的监测,力求将环境样品的多样性和实验方法的互补性相结合,并选择了环境监测中比较前沿的分析方法。本书还为读者提供了实验室要求与安全应急预案、大型实验仪器使用操作规程及注意事项等内容。

本书每个实验相对独立,教师可以根据情况自行选择必做或选做的环境监测实验内容。通过本书学习,能够使学生掌握从布点、采样、样品分析、数据处理整个环境监测过程,培养学生独立工作能力。

本书实验 1~4、实验 19~20、实验 46 由赵霞执笔；实验 5、实验 8~10、实验 28~30、实验 43 由牛显春执笔；实验 11~13、实验 40 由梁存珍执笔；其余部分由戴竹青执笔。全书的统稿和定稿工作由戴竹青完成。

由于编者的水平和经验有限，书中不足之处在所难免，恳请同行专家学者和广大读者提出宝贵意见。

本书在编写过程中借鉴了大量同行业书籍和相关国家标准，在此一并向作者表示感谢！

目 录

第一章 实验要求与实验室安全	(1)
第二章 仪器使用操作规程及注意事项	(7)
第三章 水质监测分析实验	(17)
实验 1 浊度的测定	(17)
实验 2 废水色度的测定	(18)
实验 3 废水中悬浮物的测定	(24)
实验 4 废水中化学需氧量的测定	(25)
实验 5 废水中硫化物的测定	(28)
实验 6 废水中碱度的测定	(31)
实验 7 水中铁的测定	(35)
实验 8 水中挥发酚的测定	(39)
实验 9 水中氨氮的测定	(42)
实验 10 水中六价铬的测定	(48)
实验 11 水中苯系化合物的测定	(50)
实验 12 水中多环芳烃的测定	(56)
实验 13 水中药品与化妆品的测定	(60)
实验 14 水中镉的测定	(63)
实验 15 水中邻苯二甲酸酯的测定	(66)
实验 16 水中甲萘威的测定	(71)
实验 17 水中总氮的测定	(75)
实验 18 水中总磷的测定	(77)
实验 19 水中高锰酸盐指数的测定	(81)
实验 20 校园湖水溶解氧的测定	(83)
实验 21 校园湖水石油类的测定	(87)
实验 22 校园湖水氯化物的测定	(90)
实验 23 校园湖水生化需氧量的测定	(94)
实验 24 自来水硬度的测定	(98)
实验 25 自来水氟含量的测定	(103)
实验 26 水和废水中锌的测定	(105)
实验 27 水和废水中总有机碳的测定	(108)

第四章 气体监测分析实验	(113)
实验 28 环境空气中二氧化硫的采集与测定	(113)
实验 29 环境空气中氮氧化物的采集与测定	(118)
实验 30 环境空气中颗粒物(TSP 或 PM10)的测定	(121)
实验 31 环境空气和废气中丙酮的测定	(123)
实验 32 空气和废气中非甲烷总烃的测定	(128)
实验 33 空气和废气中铅的采集与测定	(130)
实验 34 室内空气中甲醛的采集与测定	(134)
实验 35 室内空气中氨的测定	(137)
实验 36 室内总挥发性有机化合物的测定	(140)
第五章 固体与噪声监测分析实验	(145)
实验 37 土壤中氯苯的测定	(145)
实验 38 污泥中铜含量的测定	(148)
实验 39 土壤中对羟基苯甲醛的测定	(152)
实验 40 农作物与土壤中多环芳烃的测定	(155)
实验 41 固体废弃物和土壤中总铬的测定	(159)
实验 42 土壤中敌草隆残留的测定	(162)
实验 43 环境噪声监测	(165)
第六章 综合性研究型实验	(169)
实验 44 校园空气质量监测与评价	(169)
实验 45 校园湖水质量监测与评价	(176)
实验 46 化学实验室内空气质量监测与评价	(178)
参考文献	(183)

第一章 实验要求与实验室安全

一、学生实验守则

(1) 进入实验室要遵守实验室各项规章制度,保持环境卫生,不要高声喧哗,不能吃东西、喝饮料,不能玩手机以及用手机上网。不能迟到、早退。

(2) 实验前应认真预习并完成预习报告,熟悉相关内容,明确实验目的、内容及步骤,接受指导教师的提问和检查。未完成预习报告或无故迟到者,指导教师有权停止其实验。

(3) 实验中要遵守所使用设备的操作规程,未经指导教师允许,不准搬弄或动用与实验无关的仪器设备。要注意节约用水、用电和易耗品,爱护器材。

(4) 进实验室后按规定分组进行实验,准备就绪后,必须经指导教师同意,方可进行正式实验,实验过程中如对设备有疑问,应及时向指导教师提出,不得自行拆卸。

(5) 实验时要注意安全,严格遵守实验室安全制度。实验中如出现事故(包括人身、设备、水电等),应立即向指导教师报告,并停机检查原因,保护现场。

(6) 做实验时必须严格要求,实事求是,严格遵守操作规程,服从教师指导,认真观察、记录实验现象,如实记录实验数据,实验结果(数据)必须现场提交指导教师审阅、通过。

(7) 实验完毕,应整理清点好仪器、设备、工具、量具及附件,盖好仪器罩,切断水、电源,搞好清洁卫生,保持室内整洁,在指定地点处理污物和废液。经指导教师同意后,方可离开实验室。

(8) 按规定时间和要求,认真分析、整理和处理实验结果,撰写实验报告,不得抄袭或臆造,按时提交实验报告。

(9) 实验不合格者必须重做,但须向实验室预约,并安排在课外或自习时间进行。实验报告不合格者,必须重写。

(10) 进行综合性、设计性实验的学生,在进入实验室前必须做好相关准备工作,认真阅读与实验相关的文献资料,理解实验原理,熟悉仪器性能;凡设计性实验,应预先拟订设计方案,经教师认可后,方可进行实验。

(11) 创新性实验如需使用大型、精密仪器设备,必须先经过技术培训,经考核合格后方可上机操作,使用中要严格遵守操作规程,并按规定认真填写设备使用记录。

(12) 对不遵守本守则的学生,指导教师和实验技术人员视情节给予批评教育,直至责令停止其实验。

二、实验室突发事件应急处置预案

1. 危险化学品泄漏应急处置

(1) 关闭阀门、堵塞容器泄漏口,控制泄漏源。

(2) 泄漏物的处置。对于少量的液体泄漏,可用沙土或其他不燃吸附剂吸附,收集于容器内,然后贴上有害废物标签进行处理。

(3) 处理酸碱溅洒泄漏时，处置人员必须做好个人防护。

(4) 易燃易爆物溅洒泄漏，应首先断开溅洒泄漏处的检测仪器开关；无法控制时，应立即组织疏散，并拨打报警电话。

2. 实验室爆炸应急处置

(1) 实验室爆炸发生时，实验室负责人或安全员在其认为安全的情况下必须及时切断电源和管道阀门。

(2) 所有人员应听从临时召集人的安排，有组织地通过安全出口或用其他方法迅速撤离爆炸现场。

(3) 应急预案领导小组负责安排抢救工作和人员安置工作。

3. 实验室火灾应急处置

(1) 发现火情，现场工作人员立即采取措施处理，迅速移走一切可燃物，切断电源，关闭通风设施，防止火势蔓延并迅速报告。

(2) 确定火灾发生的位置，判断出火灾发生的原因，如压缩气体、液化气体、易燃液体、易燃物品、自燃物品等。

(3) 明确火灾周围环境，判断出是否有重大危险源分布及是否会带来次生灾难发生。

(4) 明确救灾的基本方法，并采取相应措施，按照应急处置程序采用适当的消防器材进行扑救；易燃可燃液体、易燃气体和油脂类等化学药品火灾，使用大剂量泡沫灭火剂、干粉灭火剂将液体火灾扑灭。带电电气设备火灾，应切断电源后再灭火，因现场情况及其他原因，不能断电，需要带电灭火时，应使用沙子或干粉灭火器，不能使用泡沫灭火器或水。可燃金属，如镁、钠、钾及其合金等火灾，应用特殊的灭火剂，如干砂或干粉灭火器等来灭火。

(5) 依据可能发生的危险化学品事故类别、危害程度级别，划定危险区，对事故现场周边区域进行隔离和疏导。

(6) 视火情拨打“119”报警求救，并到明显位置引导消防车。

4. 实验室中毒应急处置

实验中若感觉咽喉灼痛、嘴唇脱色或发绀，胃部痉挛或恶心呕吐等症状时，则可能是中毒所致。视中毒原因施以下述急救后，立即送医院治疗，不得延误。

(1) 首先将中毒者转移到安全地带，解开领扣，使其呼吸通畅，让中毒者呼吸到新鲜空气。

(2) 误服毒物中毒者，须立即引吐、洗胃及导泻，患者清醒而又合作，宜饮大量清水引吐，亦可用药物引吐。对引吐效果不好或昏迷者，应立即送医院用胃管洗胃。

(3) 重金属盐中毒者，喝一杯含有几克 $MgSO_4$ 的水溶液，立即就医。不要服催吐药，以免引起危险或使病情复杂化。砷和汞化物中毒者，必须紧急就医。

(4) 吸入刺激性气体中毒者，应立即将患者转移离开中毒现场，给予2%~5%碳酸氢钠溶液雾化吸入、吸氧。气管痉挛者应酌情给解痉药物雾化吸入。应急人员一般应配置过滤式防毒面罩、防毒服装、防毒手套、防毒靴等。

(5) 有毒物质落在皮肤上，要立即用棉花或纱布擦掉，除白磷烧伤外，其余的均可以用大量水冲洗。

5. 实验室触电应急处置

(1) 使触电者迅速脱离电源，越快越好，触电者未脱离电源前，救护人员不准用手直接

触及伤员。

(2) 使伤者脱离电源方法：①切断电源开关；②若电源开关较远，可用干燥的木橇、竹竿等挑开触电者身上的电线或带电设备；③可用几层干燥的衣服将手包住，或者站在干燥的木板上，拉触电者的衣服，使其脱离电源。

(3) 触电者脱离电源后，如神志不清，应就地仰面躺平，且确保气道通畅，并以5s时间为间隔呼叫伤员或轻拍其肩膀，以判定伤员是否意识丧失，必要时实施心肺复苏急救。

(4) 抢救的伤员应立即就地坚持用人工心肺复苏法正确抢救，并设法联系校医务室接替救治。

6. 实验室化学灼伤应急处置

(1) 强酸、强碱及其他一些化学物质，具有强烈的刺激性和腐蚀作用，发生这些化学灼伤时，应用大量流动清水冲洗，再分别用低浓度的(2%~5%)弱碱(强酸引起的)、弱酸(强碱引起的)进行中和。处理后，再依据情况而定，作下一步处理。

(2) 溅入眼内时，在现场立即就近用大量清水或生理盐水彻底冲洗。冲洗时时间应不少于15min，切不可因疼痛而紧闭眼睛。处理后，再送医院治疗。

7. 实验室发生烫伤、割伤应急处置

(1) 发生烫伤时，在烫伤处涂抹烫伤膏，切勿用水冲洗。

(2) 轻微割伤可用药棉擦净伤口，贴上创可贴。割伤严重者，应立即扎止血带，送医院治疗。

8. 实验室钢瓶泄漏应急处置

(1) 人员应迅速撤离泄漏污染区人员至上风或空旷通风处，并进行隔离，严格限制出入。

(2) 切断火源。应急处理人员佩戴自给正压式呼吸器，穿一般作业工作服。

(3) 避免与可燃物或易燃物接触。尽可能切断泄漏源。合理通风，加速扩散。

(4) 漏气容器要妥善处理，修复检验后再用。

三、实验室安全知识

1. 玻璃器具使用注意事项

(1) 玻璃器具在使用前要仔细检查，避免使用有裂痕的仪器。特别用于减压、加压或加热操作的场合，更要认真进行检查。

(2) 烧杯、烧瓶及试管之类仪器，因其壁薄，机械强度很低，用于加热时，必须小心操作。

(3) 吸滤瓶及洗瓶之类厚壁容器，往往因急剧加热而破裂。

(4) 把玻璃管或温度计插入橡皮塞或软木塞时，常常会折断而使人受伤。为此，操作时可在玻璃管上沾些水或涂上碱液、甘油等作润滑剂。然后，左手拿着塞子，右手拿着玻璃管，边旋转边慢慢地把玻璃管插入塞子中。此时，右手拇指与左手拇指之间的距离不要超过5cm。并且，最好用毛巾保护着手，这样较为安全。橡皮塞等钻孔时，打出的孔要比管径略小，然后用圆锉把孔锉一下，适当扩大孔径即可。

2. 高温装置使用注意事项

(1) 注意防护高温对人体的辐射。使用高温装置时，常要预计到衣服有被烧着的可能。因而，要选用能简便脱除的服装。要使用干燥的手套。如果手套潮湿，导热性即增大。同

时,手套中的水分汽化变成水蒸气而有烫伤手的危险。故最好用难以吸水的材料做手套。

(2) 熟悉高温装置的使用方法,并细心地进行操作。需要长时间注视赤热物质或高温火焰时,要戴防护眼镜。使用视野清晰的绿色眼镜比用深色的好。

(3) 使用高温装置的实验,要求在防火建筑内或配备有防火设施的室内进行,并保持室内通风良好。

(4) 按照实验性质,配备最合适的灭火设备——如粉末、泡沫或二氧化碳灭火器等。

(5) 高温实验禁止接触水。如果在高温物体中一旦混入水,水即急剧汽化,发生水蒸气爆炸。高温物质落入水中时,也同样产生大量爆炸性的水蒸气而四处飞溅。

3. 强酸性物质使用注意事项

此类物质包括: HNO_3 (发烟硝酸、浓硝酸)、 H_2SO_4 (无水硫酸、发烟硫酸、浓硫酸)、 HSO_3Cl (氯磺酸)、 CrO_3 (铬酐)等。

(1) 强酸性物质若与有机物或还原性等物质混合,往往会发热而着火。注意不要用破裂的容器盛载。要把它保存于阴凉的地方。

(2) 如果加热温度超过铬酐的熔点时, CrO_3 即分解释放出 O_2 而着火。

(3) 洒出此类物质时,要用碳酸氢钠或纯碱将其覆盖,然后用大量水冲洗。

(4) 加热处理此类物质时,要戴橡皮手套。

(5) 对由强酸性物质引起的火灾,可大量喷水进行灭火。

4. 气体钢瓶使用注意事项

气体钢瓶是储存压缩气体的特制的耐压钢瓶。使用时,通过减压阀(气压表)有控制地放出气体。由于钢瓶的内压很大(有的高达 15MPa),而且有些气体易燃或有毒,所以在使用钢瓶时要注意安全:

(1) 钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源(如阳光、暖气、炉火)处。可燃性气体钢瓶必须与氧气钢瓶分开存放。

(2) 绝不可使油或其他易燃性有机物沾在气瓶上(特别是气门嘴和减压阀)。也不得用棉、麻等物堵漏,以防燃烧引起事故。

(3) 使用钢瓶中的气体时,要用减压阀(气压表)。各种气体的气压表不得混用,以防爆炸。

(4) 不可将钢瓶内的气体全部用完,一定要保留 0.05MPa 以上的残留压力(减压阀表压)。可燃性气体如 C_2H_2 应剩余 $0.2\sim 0.3\text{MPa}$ 。

(5) 为了避免各种气瓶混淆而用错气体,通常在气瓶外面涂以特定的颜色以便区别,并在瓶上写明瓶内气体的名称。

5. 易燃、具腐蚀性药品及毒品使用注意事项

(1) 浓酸和浓碱等具有强腐蚀性的药品,不要洒在皮肤或衣物上。

(2) 不允许在不了解化学药品性质时,将药品任意混合,以免发生意外事故。

(3) 使用易燃、易爆化学品,例如氢气、强氧化剂(如氯酸钾)时,要首先了解它们的性质,使用中应注意安全。

(4) 有机溶剂(如苯、丙酮、乙醚)易燃,使用时要远离火焰。

(5) 制备有刺激性的、恶臭的、有毒的气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 等),加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时,应该在通风橱内进行。

(6) 氰化物、砷盐、铋盐、可溶性汞盐、铬的化合物、镉的化合物等都有毒,不得进入

口内或接触伤口。

6. 实验室废弃物处理注意事项

(1) 由于废液的组成不同, 在处理过程中, 往往伴随着产生有毒气体以及发热、爆炸等危险。因此, 处理前必须充分了解废液的性质, 然后分别加入少量所需添加的药品。同时, 必须边注意观察边进行操作。

(2) 含有络离子、螯合物之类物质的废液, 只加入一种消除药品有时不能把它处理完全。因此, 要采取适当的措施, 注意防止一部分还未处理的有害物质直接排放出去。

(3) 对于为了分解氰基而加入次氯酸钠, 以致产生游离氯, 以及由于用硫化物沉淀法处理废液而生成水溶性的硫化物等情况, 其处理后的废水往往有害。因此, 必须把它们加以再处理。

(4) 沾附有有害物质的滤纸、包药纸、棉纸、废活性炭及塑料容器等东西, 不要丢入垃圾箱内。要分类收集, 加以焚烧或其他适当的处理, 然后保管好残渣。

(5) 处理废液时, 为了节约处理所用的药品, 可将废铬酸混合液用于分解有机物, 以及将废酸、废碱互相中和。要积极考虑废液的利用。

(6) 尽量利用无害或易于处理的代用品, 代替铬酸混合液之类会排出有害废液的药品。

(7) 对甲醇、乙醇、丙酮及苯之类用量较大的溶剂, 原则上要把它回收利用, 而将其残渣加以处理。

7. 实验室废弃物收集、贮存注意事项

(1) 废液的浓度超过规定的浓度时, 必须进行处理。但处理设施比较齐全时, 往往把废液的处理浓度限制放宽。

(2) 最好先将废液分别处理, 如果是贮存后一并处理时, 虽然其处理方法将有所不同, 但原则上要将可以统一处理的各种化合物收集后进行处理。

(3) 处理含有络离子、螯合物之类的废液时, 如果有干扰成分存在, 要把含有这些成分的废液另外收集。

(4) 下面所列的废液不能互相混合: ①过氧化物与有机物; ②氰化物、硫化物、次氯酸盐与酸; ③盐酸、氢氟酸等挥发性酸与不挥发性酸; ④浓硫酸、磺酸、羧基酸、聚磷酸等酸类与其他的酸; ⑤铵盐、挥发性胺与碱。

(5) 要选择没有破损及不会被废液腐蚀的容器进行收集。将所收集的废液的成分及含量, 贴上明显的标签, 并置于安全的地点保存。特别是毒性大的废液, 尤其要十分注意。

(6) 对硫醇、胺等会发出臭味的废液和会产生氰、磷化氢等有毒气体的废液, 以及易燃性大的二硫化碳、乙醚之类废液, 要加以适当的处理, 防止泄漏, 并应尽快进行处理。

(7) 含有过氧化物、硝化甘油之类爆炸性物质的废液, 要谨慎地操作, 并应尽快处理。

(8) 含有放射性物质的废弃物, 用另外的方法收集, 并必须严格按照有关的规定, 严防泄漏, 谨慎地进行处理。

(9) 土木工程实验过程中产生的废弃水泥试块、混凝土试块、砂子等禁止随意丢弃, 应先在指定地点放置, 废弃物达到一定数量时或固定时间段后, 请人运送至城市建筑垃圾处理站。

(10) 土木工程实验过程中有水泥或混凝土的实验器具在规定器具内清洗, 禁止在下水槽清洗, 以免堵塞下水道。

8. 关于触电一般应注意的事项

(1) 不要接触或靠近电压高、电流大的带电或通电部位。对这些部位，要用绝缘物把它遮盖起来。并且，在其周围划定危险区域、设置栅栏等，以防进入危险区域。

(2) 电气设备要全部安装地线。对电压高、电流大的设备，要使其接地电阻在几个欧姆以下。

(3) 直接接触带电或通电部位时，要穿上绝缘胶靴及戴橡皮手套等防护用具。不过，通常除非妨碍操作，否则要切断电源，用验电工具或接地棒检查设备，证实确不带电后，才进行作业。对电容器之类装置，虽然切断了电源，有时还会存留静电荷，因而要加以注意。

(4) 对使用高电压、大电流的实验，不要由一个人单独进行，至少要由2~3人以上进行操作。并要明确操作场合的安全信号系统。

(5) 为了防止电气设备漏电，要经常清除沾在设备上的脏物或油污，设备的周围也要保持清洁。

(6) 要经常整理实验室，以保证即使因触电跌倒了，也能确保人身安全。同时，在高空进行作业时，要佩戴安全带之类用具。

第二章 仪器使用操作规程及注意事项

一、气相色谱仪

1. 开机前准备

- (1) 根据实验要求,选择合适的色谱柱;
- (2) 气路连接应正确无误,并打开载气检漏;
- (3) 信号线接所对应的信号输入端口。

2. 开机步骤

(1) 打开所需载气气源开关,稳压阀调至 0.3~0.5MPa,看柱前压力表有压力显示,方可开主机电源,调节气体流量至实验要求;

(2) 在主机控制面板或工作站软件上设定检测器温度、汽化室温度、柱箱温度,载气流速等参数。被测物各组分沸点范围较宽时,还需设定程序升温速率,确认无误后保存参数,开始升温。

(3) 打开氢气发生器或氢气气瓶、纯净空气泵或空气瓶的阀门或减压阀,氢气压力调至 0.3~0.4MPa,空气压力调至 0.3~0.5MPa,在主机气体流量控制面板或工作站上调节气体流量至实验要求;当检测器温度大于 100℃ 时,按“点火”按钮点火,并检查点火是否成功,点火成功后,待基线走稳,即可进样。

3. 关机步骤

关闭 FID 的氢气和空气气源,将柱温降至 50℃ 以下,关闭主机电源,关闭载气气源。关闭气源时应先关闭钢瓶总压力阀,待压力指针回零后,关闭稳压表开关,方可离开。

4. 注意事项

(1) 气体钢瓶总压力表不得低于 2MPa;按照开载气,开仪器,开工作站软件的顺序开仪器,关工作站软件,关仪器主机,最后关载气的顺序关仪器。严禁无载气气压时打开电源。

(2) 进样时应注意手不要拿注射器的针头和有样品部位,不要有气泡,吸样时要慢,快速排出再慢吸,反复几次。10μL 注射器金属针头部分体积 0.6μL,有气泡也看不到,多吸 1~2μL,把注射器针尖朝上气泡上走到顶部再推动针杆排除气泡,进样速度要快(但不宜太快),每次进样保持相同速度,针尖到汽化室中部开始注射样品。

(3) 拆卸安装色谱柱必须在常温下。毛细管色谱柱安装插入的长度要根据仪器的说明书而定,不同的色谱仪汽化室结构不同,所以插进的长度也不同。填充柱要检查两头是否用玻璃棉塞好。防止玻璃棉和填料被载气吹到检测器中。

(4) 氢气和空气的比例对 FID 检测器的灵敏度有影响,可参照仪器说明书按照仪器推荐的比例进行设定。

(5) 使用 TCD 检测器,氢气做载气时尾气一定要排到室外。没通载气时不能设定桥电流,桥电流要在仪器温度稳定后,开始做样前设定。氮气做载气桥电流不能设置过大,比用氢气时要小得多。

(6) 判断 FID 检测器是否点着火。不同的仪器判断方法不同,有基流显示的看基流大小,没有基流显示的用带抛光面的扳手凑近检测器出口,观察其表面有无水汽凝结。

(7) 判断进样口密封垫是否该换。进样时感觉特别容易,用 TCD 检测器不进样时记录仪上有规则小峰出现,说明密封垫漏气该更换。部分仪器密封垫泄漏,仪器会报警提示。

(8) 更换密封垫时不要拧得太紧。一般更换时都是在常温,温度升高后会更紧,当密封垫拧得过紧时会造成进样困难,常常会把注射器针头弄弯。

(9) 选择合适的密封垫。密封垫分为一般密封垫和耐高温密封垫,汽化室温度超过 300℃ 时用耐高温密封垫,耐高温密封垫的一面有一层膜,使用时带膜的面朝下。

(10) 防止进样针弯曲。做色谱分析工作的新手会出现把注射器的针头和注射器杆弄弯的现象,原因是进样口拧得过紧;室温下拧得过紧时,当汽化室温度升高硅胶密封垫膨胀后会更紧,这时注射器很难扎进去。在位置找不好或针扎在进样口金属部位时,造成注射器的针头弯曲。注射器杆弯的原因是进样时用力太猛。进样时一定要稳,急于求快容易把注射器弄弯,进样熟练后就可以做到快速进样。

(11) 注射器清洗。注射器用一段时间就会发现针管内靠近顶部有一小段黑的东西,这时如果取样注射会感到吃力。清洗方法是将针杆拔出,注入一点水,将针杆插到有污染的位置反复推拉,一次不行再注入水直到将污染物弄掉,这时会发现注射器内的水变得浑浊,将针杆拔出用滤纸擦一下,再用酒精洗几次。分析的样品为溶剂溶解的固体样时,进样后要及时用溶剂清洗注射器。

二、液相色谱仪

1. 流动相制备

(1) 流动相均需色谱纯。首先对流动相进行过滤,根据需要进行不同的滤膜,一般为有机系和水系,常用的孔径为 0.22 μm 和 0.45 μm 。

(2) 对抽滤后的流动相进行超声脱气 10~20min。

2. 开机步骤

(1) 打开电源,打开泵、脱气机、柱箱、检测器、控制器、计算机、打印机开关。在计算机上双击工作站快捷键,进入工作站主画面。

(2) 打开工作站窗口,配置检测器及检测通道和文件。设定检测器及泵、柱箱等参数。

(3) 排气,用流动相冲洗 20~30min 后,仪器稳定后可进样。

3. 关机步骤

(1) 样品测试结束后,就要进行色谱仪及色谱柱的清洗和维护。用检验方法规定的流动相冲洗系统,一般需 10 倍柱体积的流动相,检查各管路连接处是否漏液,如漏液应予以排除。如流动相为缓冲试剂,要用超纯水清洗 10~20min,方可用有机相进行保护,否则,有损色谱柱。

(2) 依次关闭控制器、检测器、柱温箱、脱气机、泵、稳压电源。

4. 注意事项

(1) 泵的使用

① 为了延长泵的使用寿命和维持其输液的稳定性,必须防止任何固体微粒进入泵体,因为尘埃或其他任何杂质微粒都会磨损柱塞、密封环、缸体和单向阀,因此应预先除去流动相中的任何固体微粒。流动相最好在玻璃容器内蒸馏,而常用的方法是过滤,可采用

Millipore 滤膜(0.22 μm 或 0.45 μm)等滤器。泵的入口都应连接砂滤棒(或片)。输液泵的滤器应经常清洗或更换。

② 流动相不应含有任何腐蚀性物质,含有缓冲液的流动相不应保留在泵内,尤其是在停泵过夜或更长时间的情况下。如果将含缓冲液的流动相留在泵内,由于蒸发或泄漏,甚至只是由于溶液的静置,就可能析出盐的微细晶体,这些晶体将和上述固体微粒一样损坏密封环和柱塞等。因此,必须泵入纯水将泵充分清洗后,再换成适合于色谱柱保存和有利于泵维护的溶剂(对于反相键合硅胶固定相,可以是甲醇或甲醇-水)。

③ 泵工作时要留心防止溶剂瓶内的流动相被用完,否则空泵运转也会磨损柱塞、缸体或密封环,最终产生漏液。

④ 输液泵的工作压力决不要超过规定的最高压力,否则会使高压密封环变形,产生漏液。流动相应先脱气,以免在泵内产生气泡,影响流量的稳定性,如果有大量气泡,泵就无法正常工作。

⑤ 如果输液泵产生故障,须查明原因,采取相应措施排除故障。如果没有流动相流出,又无压力指示,原因可能是泵内有大量气体,这时可打开泄压阀,使泵在较大流量(如 5mL/min)下运转,将气泡排尽,也可用一个 50mL 针筒在泵出口处帮助抽出气体。另一个可能原因是密封环磨损,需更换。

⑥ 压力和流量不稳。原因可能是气泡,需要排除;或者是单向阀内有异物,可卸下单向阀,浸入丙酮内超声清洗。有时可能是砂滤棒内有气泡,或被盐的微细晶粒或滋生的微生物部分堵塞,这时,可卸下砂滤棒浸入流动相内超声除气泡,或将砂滤棒浸入稀酸(如 4mol/L 硝酸)内迅速除去微生物,或将盐溶解,再立即清洗。

⑦ 压力过高的原因是管路被堵塞,需要清除和清洗。压力降低的原因则可能是管路有泄漏。检查堵塞或泄漏时应逐段进行。

(2) 梯度洗脱

① 要注意溶剂的互溶性,不相混溶的溶剂不能用作梯度洗脱的流动相。有些溶剂在一定比例内混溶,超出范围后就不互溶,使用时更要引起注意。当有机溶剂和缓冲液混合时,还可能析出盐的晶体,尤其使用磷酸盐时需特别小心。

② 梯度洗脱所用的溶剂纯度要求更高,以保证良好的重现性。进行样品分析前必须进行空白梯度洗脱,以辨认溶剂杂质峰,因为弱溶剂中的杂质富集在色谱柱头后会被强溶剂洗脱下来。用于梯度洗脱的溶剂需彻底脱气,以防止混合时产生气泡。

③ 混合溶剂的黏度常随组成而变化,因而在梯度洗脱时常出现压力的变化。例如甲醇和水黏度都较小,当二者以相近比例混合时黏度增大很多,此时的柱压大约是甲醇或水为流动相时的两倍。因此要注意防止梯度洗脱过程中压力超过输液泵或色谱柱能承受的最大压力。

④ 每次梯度洗脱之后必须对色谱柱进行再生处理,使其恢复到初始状态。需让 10~30 倍柱容积的初始流动相流经色谱柱,使固定相与初始流动相达到完全平衡。

(3) 六通阀使用和维护

① 样品溶液进样前必须用 0.45 μm 滤膜过滤,以减少微粒对进样阀的磨损。

② 转动阀芯时不能太慢,更不能停留在中间位置,否则流动相受阻,使泵内压力剧增,甚至超过泵的最大压力;再转到进样位时,过高的压力将使柱头损坏。

③ 为防止缓冲盐和样品残留在进样阀中,每次分析结束后应冲洗进样阀。通常可用水