



天然气工程技术培训丛书

油气水分析化验 及环境节能监测

YOUQISHUI FENXI HUAYAN JI HUANJING JIENENG JIANCE

《油气水分析化验及环境节能监测》编写组 编



石油工业出版社

天然气工程技术培训丛书

油气水分析化验及 环境节能监测

《油气水分析化验及环境节能监测》编写组 编

石油工业出版社

内 容 提 要

本书以天然气开发过程中的气质分析、气田水分析、环境监测和节能监测为对象,涵盖了油气田企业环境节能监测的主要工作内容,重点介绍各类测试方法及操作步骤。

本书可作为环境监测操作员工的培训用书和操作指南。

图书在版编目(CIP)数据

油气水分析化验及环境节能监测/《油气水分析化验及环境节能监测》编写组编. —北京:石油工业出版社, 2017.12

(天然气工程技术培训丛书)

ISBN 978-7-5183-2319-7

I. ①油… II. ①油… III. ①油田水-化学分析②油气田节能-监测 IV. ①TE311②TE43

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 305259 号

出版发行:石油工业出版社

(北京安定门外安华里2区1号 100011)

网 址: www.petropub.com

编辑部: (010) 64251613

图书营销中心: (010) 64523633

经 销: 全国新华书店

印 刷: 北京中石油彩色印刷有限责任公司

2017年12月第1版 2017年12月第1次印刷

787×1092毫米 开本: 1/16 印张: 22.5

字数: 570千字

定价: 79.00元

(如出现印装质量问题,我社图书营销中心负责调换)

版权所有,翻印必究

《天然气工程技术培训丛书》

编委会

主 任：马新华

副主任：熊建嘉 徐春春 廖仕孟 钱治家 谢 军

成 员：胡 勇 文 明 余 刚 李超英 罗大明

党录瑞 梅 林 胡昌权 李 欣 钟克修

罗 明 方 进 许清勇 何玉贵 钟 俊

陈克勤 冷一奎 刘文忠 冯青平 冉红斌

艾天敬 朱 愚 钟国春 徐红鹰 阳梓杰

谭攀峰 李永树 罗立然 陈 凤 颜文全

宋 伟 徐 立 苟文安 梁 兵 刘 桂

余致理 谭 红 廖 建

《油气水分析化验及环境节能监测》编写组

主 编：李珍义

副主编：屈鹏程

成 员：赵 宏 庞 飙 刘 建 陈 燕

熊方利 吴建祥 谭 红 余致理

序

川渝地区是世界上最早开发利用天然气的地区。作为我国天然气工业基地，西南油气田经过近 60 年的勘探开发实践，在率先建成以天然气为主的千万吨级大气田的基础上，正向着建设 $300 \times 10^8 \text{m}^3$ 战略大气区快速迈进。在生产快速发展的同时，油气田也积累了丰富的勘探开发经验，形成了一整套完整的气田开发理论、技术和方法。

随着四川盆地天然气勘探开发的不断深入，低品质、复杂性气藏越来越多，开发技术要求随之越来越高。为了适应新形势、新任务、新要求，油气田针对以往天然气工程技术培训教材零散、不够系统、内容不丰富等问题，在 2013 年全面启动了《天然气工程技术培训丛书》的编纂工作，旨在以书载道、书以育人，着力提升员工队伍素质，大力推进人才强企战略。

历时三年有余，丛书即将付梓。本套教材具有以下三个特点：

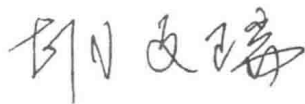
一是系统性。围绕天然气开发全过程，丛书共分 9 册，其中专业技术类 3 册，涵盖了气藏、采气、地面“三大工程”；操作技能类 6 册，包括了天然气增压、脱水、采气仪表、油气水分析化验、油气井测试、管道保护，编纂思路清晰、内容全面系统。

二是专业性。丛书既系统集成在了生产实践中形成的特色技术、典型经验，还择要收录了当今前沿理论、领先标准和最新成果。其中，操作技能类各分册在业内系首次编撰。

三是实用性。按照“由专家制定大纲、按大纲选编丛书、用丛书指导培训”的思路，分专业分岗位组织编纂，侧重于天然气生产现场应用，既有较强的专业理论作指导，又有大量的操作规程、实用案例作支撑，便于员工在学习中理论与实践有机结合、融会贯通。

本套丛书是西南油气田在长期现场生产实践中的技术总结和经验积累，既可作为技术人员、操作员工自学、培训的教科书，也可作为指导一线生产工作的工具书。希望这套丛书可以为技术人员、一线员工提升技术素质和综合技术能力、应对生产现场技术需求提供好的思路和方法。

谨向参与丛书编著与出版的各位专家、技术人员、工作人员致以衷心的感谢！



2017年2月·成都

前 言

石油和天然气作为当今世界主要的能源和重要的化工原料,是由各种碳氢化合物组成的混合物,其产品广泛应用于人类社会活动的各个领域。在其勘探、开发、集输和净化过程中,硫化氢、气田水等有毒有害物质可能对作业人员和环境产生不同程度的威胁和危害。随着 2015 年 1 月 1 日修订版《中华人民共和国环境保护法》正式施行,将改变以往开发设备陈旧以及工艺落后造成能源利用率过低的现状,加强油气田生产各个环节的油气水分析化验及环境节能监测,对保障企业安全生产与提高经济效益具有重要作用。为了适应天然气工业迅速发展以及提高天然气开发技术技能队伍整体素质的需要,按照建成中国天然气工业基地要求,丛书编委会及编写组共同编著了《天然气工程技术培训丛书》,其中操作类包括《天然气增压》《天然气脱水》《油气井测试》《管道保护》《采气仪表》《油气水分析化验及环境节能监测》分册。

《油气水分析化验及环境节能监测》以天然气开发过程中的气质分析、气田水分析、环境监测和节能监测为对象,涵盖了油气田企业环境节能监测的主要工作内容,重点介绍各类测试方法及操作步骤,可以作为环境监测操作员工的培训用书和操作指南。

本书由李珍义任主编,由屈鹏程任副主编。前言由吴建祥、李珍义编写,第一章、第四章由庞飒、谭红编写,第二章由刘建、谭红编写,第三章、第七章由屈鹏程、余致理编写,第五章由陈燕、赵宏编写,第六章由熊方利、吴建祥编写。

本书由钟国春任主审,参与审查的人员有刘炼、宋伟、洪志琼、张小川、雷彬、罗杨等。

在本书的编写过程中得到了许多专家的指导、支持和帮助,在此,谨向所有提供指导、支持与帮助的有关同志表示诚挚的谢意!

由于编者水平有限且时间仓促,书中难免存在一些不完善之处,诚望广大读者批评指正。

《油气水分析化验及环境节能监测》编写组

2016年12月

目 录

第一章 化学分析一般知识	1
第一节 常用基础设备	1
第二节 化学玻璃器皿	9
第三节 实验室用水	11
第四节 化学试剂	14
第五节 常用分析方法	14
习题	21
第二章 天然气分析	23
第一节 样品采集	23
第二节 常规组成分析	35
第三节 水露点测定	50
第四节 硫化氢测定	58
第五节 总硫分析	71
习题	79
第三章 气田水分析	80
第一节 样品采集、保存及标记	82
第二节 电位分析法	85
第三节 离子色谱法	98
第四节 原子吸收光谱法	122
第五节 密度测定	148
第六节 摩尔法测定氯化物	151
习题	155
第四章 环境监测	156
第一节 水质监测	156
第二节 空气和废气监测	188
第三节 物理污染监测	195
第四节 固体废物监测	205
习题	208
第五章 节能监测	209
第一节 主要耗能设备及监测仪器介绍	209
第二节 加热炉监测	232
第三节 注水泵监测	240

第四节	机泵监测	245
第五节	变压器监测	249
第六节	燃气发动机压缩机组监测	257
第七节	电动机压缩机组监测	264
第八节	空气压缩机监测	267
第九节	风机监测	270
第十节	照明监测	274
第六章	质量控制	281
第一节	实验室监测质量保证管理	281
第二节	实验室质量保证	283
第三节	监测数据数理统计处理	310
第四节	标准分析方法和分析方法标准化	316
第五节	标准物质	319
	习题	325
第七章	实验室安全管理	326
第一节	安全知识	326
第二节	危险化学品管理	333
第三节	应急管理	342
第四节	有毒化学物质的处理	344
第五节	安全管理守则	345
	习题	348
	参考文献	349

第一节 常用基础设备

一、电子天平

电子天平是用于称量物体质量的设备。

(一) 电子天平的工作原理

当秤盘上加上载荷时,使秤盘的位置发生了相应的变化,这时位置检测器将此变化量通过 PID(比例积分微分)调节器和放大器转换成线圈中的电流信号,并在此采样电阻上转换成与载荷相对应的电压信号,再经过低通滤波器和模数(A/D)转换器,变换成数字信号给计算机进行数据处理,并将此数值显示在显示屏上。

(二) 电子天平的使用

1. 使用方法

(1) 工作环境。电子天平为高精度测量仪器,故仪器安装位置应注意:

- ① 安装平台稳定、平坦,避免震动。
- ② 避免阳光直射和受热,避免在湿度大的环境工作。
- ③ 避免在空气直接流通的通道上使用。

(2) 天平安装:严格按照仪器说明书操作。

(3) 天平使用。

① 调水平:天平开机前,应观察天平后部水平仪内的水泡是否位于圆环的中央,通过天平的地脚螺栓调节,左旋升高,右旋下降。

② 预热:天平在初次接通电源或长时间断电后开机时,至少需要 30min 的预热时间。因此,通常情况下实验室电子天平不要经常切断电源。

③ 称量:按下 ON/OFF 键,接通显示器,等待仪器自检;当显示器显示零时,自检过程结束,天平可进行称量;放置称量纸,按显示屏两侧的 Tare 键去皮,待显示器显示零时,在称量纸加所要称量的试剂称量;称量完毕,按 ON/OFF 键,关断显示器。

2. 注意事项

(1) 为正确使用天平, 要熟悉天平的几种状态:

显示器右上角显示 0: 表示显示器处于关断状态。

显示器左下角显示 0: 表示仪器处于待机状态, 可进行称量。

显示器左上角出现菱形标志: 表示仪器的微处理器正在执行某个功能, 此时不接受其他任务。

(2) 天平在安装时已经过严格校准, 故不可轻易移动天平, 否则校准工作需重新进行。

(3) 严禁不使用称量纸直接称量。每次称量后, 清洁天平, 避免对天平造成污染而影响称量精度, 以及影响他人的工作。

二、pH 计

pH 计是一种常用的仪器设备, 主要用来精密测量液体介质的酸碱度值。

(一) pH 计的工作原理

pH 是拉丁文 “pondus hydrogenii” 的缩写, 表示水中氢离子活度的负对数值, 表示为:

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$$

pH 是用来量度物质中氢离子的活性, 其直接关系到水溶液的酸性、中性和碱性。

测量 pH 值的方法很多, 主要有化学分析法、试纸法、电位法。pH 计是应用电位法测得 pH 值的设备。

(二) pH 计分类

按测量精度可分 0.2 级、0.1 级、0.01 级或更高精度。

按仪器体积分有笔式 (迷你型) 酸度计、便携式酸度计、台式酸度计以及在线连续监控测量的在线式酸度计。笔式 (迷你型) 酸度计与便携式酸度计一般由检测人员带到现场检测使用。

(三) pH 计使用

1. 仪器的使用方法

(1) 配制 3mol/L KCl 溶液。在电极初次使用或保存较长时间后重新使用前, 重新更换电极填充液, 并将电极浸泡于 3mol/L KCl 溶液中 2h 以上, 以活化电极。电极头应浸泡于 3mol/L KCl 溶液中 2cm, 如浸泡的尖端过短, 可能不能活化电极。

(2) 更换电极填充液。每 1~2 月更换 1 次, 先用注射器将填充液吸出, 再注入少许新鲜填充液润洗电极腔, 再吸出, 然后注入新鲜填充液至距填充孔 1.5cm 处。在测量强酸性、强碱性、含有有机溶剂或污染严重的样品时, 电极填充液至少应 2 周更换 1 次。在更换新鲜电极填充液后, 将电极浸泡于 3mol/L KCl 溶液中 2h 以上后再使用。

(3) 校正电极 pH。在正常情况下, 每天使用前校正电极 1 次。在电极的使用频率高时, 可对电极进行 pH 校正 2~3 次。校正所用的 pH 缓冲液必须新鲜配制, 并且应避免校正时的污染, 重复应用的次数不应超过 5 次。样品和 pH 校正缓冲液的温差不应大于 5℃, 建议

样品和 pH 校正缓冲液置于同一室温下。电极 pH 校正采用二点自动校正。

(4) 样品的测量。先将活化的电极用蒸馏水冲洗, 然后用纸巾吸附电极头的水滴, 但不应用纸巾擦拭电极头, 以防止产生静电造成不稳定和误差。

2. 注意事项

(1) 在定标和测量时, 应采用磁力搅拌器, 特别是对于悬浮液体。为防止搅拌器将热量传递给样品溶液, 在样品烧杯和搅拌器之间应置一隔热纸板。在电极的使用过程中, 电极的填充孔必须打开。

(2) 电极在每次使用后, 均应用 ddH₂O (双蒸水) 彻底冲洗干净。如果每天均使用, 可将电极浸泡于 3mol/L KCl 溶液中。如果长期不用, 应将电极填充孔封闭, 并在电极保护套中填塞一小块浸润过 3mol/L KCl 溶液的海绵, 然后将电极轻轻装入电极套中, 以防止电极头干燥。

三、电导仪

电导仪是测量物质导电能力的仪器。水中含盐量越大, 水的导电性能越强。故根据电导的大小, 可以推算水中矿化度的大小。

(一) 电导仪的工作原理

由欧姆定律可得:

$$E_m = \frac{R_m}{R_m + R_x} E = \frac{R_m E}{R_m + \frac{1}{G}} \quad (1-1)$$

式中 E ——振荡器产生的标准电压, V;

R_x ——电导池的等效电阻, Ω ;

R_m ——标准电阻器电阻, Ω ;

E_m —— R_m 上的交流分压, V;

G ——电导池的电导, S。

由此可见, 当 R_m 、 E 为常数, 溶液的电导有所改变时 (即电阻值 R_x 发生变化时), 必将引起 E_m 的相应变化, 因此, E_m 的值就反映了电导 G 的高低。 E_m 信号经放大检波后, 由 0~1mA 电表改制成的电导度表头直接指示出来。

(二) 电导仪的使用

1. 使用方法

- (1) 检查指针是否指零, 如果不指零, 调节电导仪上的调零旋钮。
- (2) 将电导仪调节到校正挡, 指针指向最大刻度。
- (3) 按照电极常数调节旋钮, 测量时调节到测量挡。

2. 注意事项

- (1) 电极的引线不能潮湿, 否则将测不准。
- (2) 高纯水被盛入容器后应迅速测量, 否则电导升高很快, 因为空气中的 CO₂ 溶入水

里变成碳酸根离子。

(3) 盛被测溶液的容器必须清洁，无离子污染。

四、分光光度计

分光光度计又称光谱仪，是将成分复杂的光分解为光谱线的仪器。测量范围一般包括波长范围为 400~760nm 的可见光区和波长范围为 200~400nm 的紫外光区。不同的光源都有其特有的发射光谱，因此可采用不同的发光体作为仪器的光源。

(一) 分光光度计的工作原理

分光光度计采用一个可以产生多个波长的光源，通过系列分光装置，从而产生特定波长的光源。光线透过测试的样品后，部分光线被吸收，计算样品的吸光值，从而转化成样品的浓度。样品的吸光值与样品的浓度成正比，用数学表达式表示为：

$$A=KLC \quad (1-2)$$

式中 C ——该物质的浓度，mol/L。

L ——光程，cm；

K ——摩尔消光系数，即当溶液浓度为 1mol/L，光程为 1cm 时所测得的一定波长下的吸光度。

分光光度计主要结构功能块介绍如下：

(1) PLC：自动检测仪器的核心组成部分，通过运行检测程序和链接显示器以及其他外部设备，实现在线自动检测、数据储存与采集、远程控制等。

(2) 进样、计量装置：九通阀——实现多个反应试剂及样品的进液；计量装置——控制反应试剂及样品进样量。

(3) 光源：发出所需波长范围内的连续光谱，有足够的光强度，稳定。

(4) 反应池（吸收池）：检测时的化学反应均在反应池内进行，反应结束后被测试液将由检测系统将信号传输并分析。因此，反应池有两个作用：一是作为分光光度检测的化学反应装置；二是作为分光光度检测的比色皿。

(5) 检测系统：将通过被测试液吸收后的光信号（强度）放大，并通过显示器以数值形式显示出来。

(二) 分光光度计的使用

1. 操作方法

(1) 接通电源，打开仪器开关，掀开样品室暗箱盖，预热 10min。

(2) 将灵敏度开关调至“1”挡（若零点调节器调不到“0”时，需选用较高挡。）

(3) 根据所需波长转动波长选择钮。

(4) 将空白液及测定液分别倒入比色杯 3/4 处，用擦镜纸擦清外壁，放入样品室内，使空白管对准光路。

(5) 在暗箱盖开启状态下调节零点调节器，使读数盘指针指向 $t=0$ 处。

(6) 盖上暗箱盖, 调节“100”调节器, 使空白管的 $t=100$, 指针稳定后逐步拉出样品滑杆, 分别读出测定管的光密度值并记录。

(7) 比色完毕, 关上电源, 取出比色皿洗净, 样品室用软布或软纸擦净。

2. 注意事项

(1) 该仪器应放在干燥的房间内, 使用时放置在坚固平稳的工作台上, 室内照明不宜太强。热天时不能用电扇直接向仪器吹风, 防止灯泡灯丝发亮不稳定。

(2) 使用本仪器前, 使用者应该首先了解本仪器的结构和工作原理, 以及各个操纵旋钮的功能。在未接通电源之前, 应该对仪器的安全性能进行检查, 电源接线应牢固, 通电良好, 各个调节旋钮的起始位置应正确, 然后再接通电源开关。

(3) 在仪器尚未接通电源时, 电表指针必须于“0”刻线上, 若不是, 则可以用电表上的校正螺钉进行调节。

(4) 若大幅度改变测试波长, 需稍等片刻, 等热平衡后, 重新校正“0”和“100%”点, 然后再测量。

(5) 指针式仪器在未接通电源时, 电表的指针必须位于零刻度上。若不是这种情况, 需进行机械调零。

(6) 比色皿使用完毕后, 应立即用蒸馏水冲洗干净, 并用干净柔软的纱布将水迹擦去, 以防止表面光洁度被破坏, 影响比色皿的透光率。

(7) 操作人员不应轻易动灯泡及反光镜灯, 以免影响光效率。

(8) 在预热时, 应打开比色皿盖或使用挡光杆, 避免长时间照射使其性能漂移而导致工作不稳。

(9) 放大器灵敏度换挡后, 必须重新调零。

(10) 比色杯必须配套使用, 否则将使测试结果失去意义。在进行每次测试前均应进行比较, 透射比之差在 $\pm 0.5\%$ 的范围内则可以配套使用。

五、烘箱

烘箱又名电热鼓风干燥箱, 采用电加热的方式进行鼓风循环干燥试验, 分为鼓风干燥和真空干燥两种。鼓风干燥是通过循环风机吹出热风, 保证箱内温度平衡; 真空干燥是采用真空泵将箱内的空气抽出, 让箱内大气压低于常压, 使产品在一个很干净的状态下做试验。烘箱是一种常用的仪器设备, 主要用来干燥样品, 也可以提供实验所需的温度环境。

(一) 烘箱的工作原理

烘箱是用数显仪表与温度传感器的连接来控制工作室的温度, 采用热风循环送风来干燥物料。热风循环系统分为水平送风和垂直送风, 均经过专业设计, 风源是由电动机运转带动送风风轮, 使吹出的风吹在电热管上形成热风, 将热风由风道送入烘箱的工作室, 且将使用后的热风再次吸入风道成为风源再度循环加热, 大大提高了烘箱温度均匀性。如烘箱箱门使用中被关闭, 可借此送风循环系统迅速恢复操作状态温度值。

（二）烘箱的使用

1. 使用方法

- （1）把需干燥处理的物品放入烘箱内，关好箱门。
- （2）把电源开关拨至“1”处，此时电源开关亮，显示屏有数字显示。
- （3）按温度控制器操作说明，设置需要的工作温度和工作时间（工作时间可以不设置）。
- （4）设备会自动运行需要的工作条件，使用结束后关闭电源开关，取出物品。
- （5）如果运行温度过高（一般高于 70°C ），务必等到设备冷却以后再取出物品。

2. 注意事项

- （1）烘箱恒温干燥时，恒温室下方的散热板上不能放置物品，以免烤坏物品或引起燃烧。
- （2）烘箱消耗的电流比较大。因此，它所用的电源线、闸刀开关、熔断丝、插头、插座等都必须有足够的容量。为了安全，箱壳应接好地线。
- （3）放入烘箱内的物品不应过多、过挤。
- （4）严禁把易燃、易爆、易挥发的物品放入烘箱内，以免发生事故。
- （5）对玻璃器皿进行高温干热灭菌时，须等烘箱内温度降低之后，才能开门取出，以免玻璃骤然遇冷而炸裂。
- （6）放置试样时切勿过密与超载，以免影响热空气对流。
- （7）切勿把本机箱体放在含酸、含碱的腐蚀环境中，以免破坏电子部件。

六、马弗炉

马弗炉应用于定量分析灼烧沉淀、测定灰分和熔融试样等。

（一）马弗炉的工作原理

马弗炉是英文 muffle furnace 翻译过来的。muffle 是包裹的意思，furnace 是炉子、熔炉的意思。马弗炉在中国的通用叫法有以下几种：电炉、电阻炉、茂福炉、马福炉。马弗炉是一种通用的加热设备，常用温度为 $600\sim 950^{\circ}\text{C}$ ，最高使用温度为 1000°C 。但使用时间不能太长，高温电炉加热室用耐火材料及二氧化硅、氧化镁、氧化铝等制成，电热丝为镍铬合金丝，高温电炉外部由铁板制成，涂以皱纹漆。

（二）马弗炉的使用

- （1）当马弗炉第一次使用或长期停用后再次使用时，必须进行烘炉干燥：在 $20\sim 200^{\circ}\text{C}$ 时打开炉门烘 2~3h，在 $200\sim 600^{\circ}\text{C}$ 时关门烘 2~3h。
- （2）实验前，温控器应避免震动，放置位置与电炉不宜太近，防止过热使电子元件不能正常工作。扳动温控器时应将电源开关置“关”。
- （3）使用前，将温控器调至所需工作温度，打开启动编码使马弗炉通电，此时电流表有读数产生，温控表实测温度值逐渐上升，表示马弗炉、温控器均在正常工作。
- （4）工作环境要求无易燃易爆物品和腐蚀性气体，禁止向炉膛内直接灌注各种液体及

熔解金属,经常保持炉膛内的清洁。

(5) 使用时炉膛温度不能超过最高炉温,不能在额定温度下长时间工作。实验过程中,使用人员不能离开,应随时注意温度的变化,如发现异常情况应立即断电,并由专业维修人员检修。

(6) 使用时炉门要轻关轻开,以防损坏机件。坩埚钳放取样品时要轻拿轻放,以保证安全和避免损坏炉膛。

(7) 温度超过 600°C 后不要打开炉门,等炉膛内温度自然冷却后再打开。

(8) 实验完毕后,样品退出加热并关掉电源,在炉膛内放取样品时,应先微开炉门,待样品稍冷却后再小心夹取样品,防止烫伤。

(9) 加热后的坩埚宜转移到干燥器中冷却,放置在缓冲耐火材料上,防止吸潮炸裂。冷却后称量。

(10) 搬运马弗炉时,注意避免剧烈震动,严禁抬炉门,避免炉门损坏。放置处应远离易燃易爆物、水等。

七、微波消解器

微波消解器应用于消解、萃取、蛋白质水解等多种分析化学的样品前处理工作。

(一) 微波消解器的工作原理

微波消解通常是指利用微波加热封闭容器中的消解液(各种酸、部分碱液以及盐类)和试样,从而在高温增压条件下使各种样品快速溶解的湿法消化(也有敞开容器微波消解的,不予讨论)。密闭容器反应和微波加热这两个特点,决定了微波消解器具有完全、快速、低空白的优点,但不可避免地带来了高压(可能过压的隐患)、消化样品量小的不足。高压(最高可达 $10\sim 15\text{MPa}$)、高温(通常为 $180\sim 240^{\circ}\text{C}$)、强酸蒸气给实验者带来了安全方面的心理压力。现在的商品微波消解系统,一般都有测温/测压甚至控温/控压技术,因此在安全性上已经有了较大保证。

(二) CEM 微波消解器的使用

1. 仪器操作

(1) 微波启动后 15s 内不能关掉,微波停止后 5min 内不得关机。

(2) 必须保持微波腔体、转盘、腔体保护板干燥清洁。

(3) 开关机间隔应大于 0.5min。

(4) 不要空载运行仪器。

2. 传感器

传感器为红外温度传感器,必须保持窗口的干燥清洁。必要时用镜头纸清洁。

3. 消解样品准备

(1) 表 1-1 中样品不适合在微波消解容器中使用。

表 1-1 禁止在微波系统中随意操作的物质

炸药（TNT、硝化纤维等）	高氯酸盐
推进剂（肼、高氯酸胺等）	引火化学品
二元醇（乙二醇、丙二醇等）	乙炔化合物
航空燃料（JP-1 等）	乙醇
醚（熔纤剂-乙二醇苯基醚等）	丙烯醛
酮（丙酮、甲基乙基酮等）	甘油
烷烃（丁烷、己烷等）	漆
双组分混合物（硝酸和苯酚、硝酸和三乙胺、硝酸和丙酮等）	硝酸甘油酯，硝化甘油或其他有机硝化物

- (2) 严禁使用高氯酸；使用硫酸、磷酸时应有严格的温控措施。
- (3) 不得在反应罐内使用碱类、盐类消解样品。
- (4) 样品未知时或为有机物样品，干样品量不得大于 0.5g，无机物应小于 1g。
- (5) 对于未知样品，应在开口反应罐内预消解 15min。
- (6) 加样时不要使样品沾在容器壁上。如沾附，在加入溶剂时冲洗到溶液内。
- (7) 对于加入酸后即有反应或有起泡现象，要预消解（不盖盖子，放置 15min）。
- (8) 溶液量不小于 8mL，不大于 30mL。
- (9) 同一批消解必须保证每个反应罐内试剂一致、样品一致，空白与样品不要一起消解。

4. 萃取样品准备

- (1) 不得在微波仪器内萃取带有金属颗粒的样品。
- (2) 萃取试剂应对微波有较强的吸收，否则应改变试剂体系或使用加热子。
- (3) 萃取的样品量不大于 5g。
- (4) 加样时不要使样品沾在容器壁上。如沾附，在加入溶剂时冲洗到溶液内。
- (5) 溶液量不小于 10mL，不大于 30mL。
- (6) 同一批萃取必须保证每个反应罐内试剂一致、样品一致。

5. 反应罐

- (1) 使用的反应罐必须与选择方法设定的反应罐相同，否则可能引起传感器或反应罐损坏；在同一批反应中，不可混用不同型号的反应罐。
- (2) 必须保证反应罐支架、外套、弹片的干燥清洁；外套不得浸泡清洗。
- (3) 反应罐放置必须确保完全插入外套中。
- (4) 注意反应罐使用的温度限制。
- (5) 转盘上摆放反应罐时，应尽量均匀对称。使用 Xpress 反应罐时，一批反应至少要六个反应罐。
- (6) 反应完成后，仪器自动风冷反应罐。应在温度低于 80℃并低于溶液沸点时，在通风柜内通过排气螺帽释放压力后，才打开反应罐。对于 Xpress 反应罐，只需自动风冷 15min，即可从仪器内取出转盘和反应罐，在通风柜内打开反应罐。