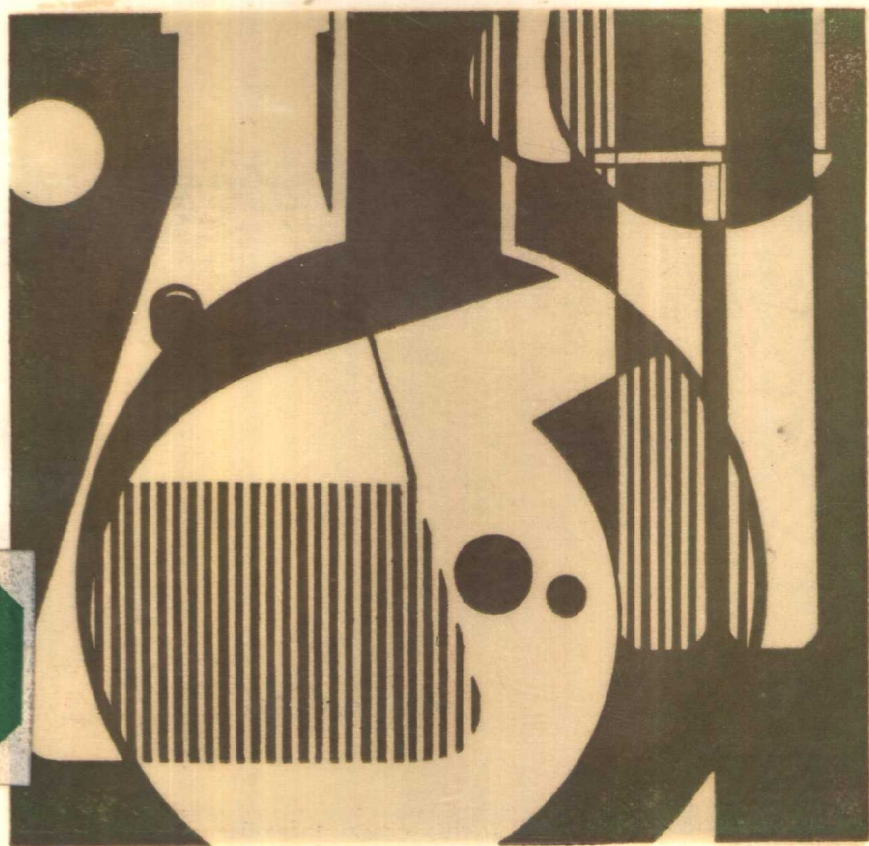


CHANGKUANGYOUHAIWUZHIFENXI

厂矿有害物质分析

刘景尧 编著



劳动人事出版社

厂矿有害物质分析

刘景尧 编著

劳动人事出版社

内 容 提 要

本书简要地叙述了厂矿有害物质分析的基本知识及污水、空气、粉尘样品的采集、制备和保存方法；比较详细地介绍了污水、空气中有害物质的分析方法，包括常规方法和气相色谱法、原子吸收法、离子选择电极法、荧光法等仪器分析技术。对主要有害物质一般给出2~8种分析方法，以便各化验室根据实际情况选用。

本书可供厂矿、农业、卫生及劳动保护、环境保护等部门从事有害物质分析的化验人员及管理人员参考，亦可作为有关专业和培训班的教材。

厂 矿 有 害 物 质 分 析

刘景尧 编著

劳动人事出版社出版
(北京市和平里中街12号)

北京市新源印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

787×1092毫米 32开本 16.375印张 368千字

1985年12月北京第1版 1985年12月北京第1次印刷

印数：1—4500

书号：15238·0128 定价：3.60元

前 言

厂矿尘毒监测是劳动保护和环境保护工作的重要组成部分。在评价作业场所污染状况和整个尘毒治理过程中都离不开对周围环境各种有害物的测定。

随着现代工业的发展,有害物质的种类不断增加,其中有些毒物用常规化学分析无法检出。为了适应监测工作发展的需要,近年来快速、灵敏的仪器分析在这一领域中得到日益广泛的应用。

本书结合我国厂矿化验室现有仪器设备状况,重点介绍了水质、空气污染监测中常用的比色法和分光光度法、气相色谱法、原子吸收分光光度法、发射光谱法和电化学分析法等的基本原理,力求简明扼要,通俗易懂。

鉴于仪器分析技术的迅速发展,本书还对一些新的分析方法如离子选择电极、荧光分光光度法和离子色谱法等作了简要叙述,希望能对读者了解新技术有所帮助。

本书后两章介绍了各种常见毒物的检验方法,对主要有害物质一般给出2~3种测定方法,供化验人员选用。

在许多情况下,对某一种特定的毒物而言,无论是水、空气或其他样品,最后的测定过程都是相同的,主要差别在于样品的采集和预处理方法,所以在分析水中有害物质一章里已经叙述过的问题,在空气检测一章中不再重复。

本书在编写过程中,刘松涛、张竞二位同志参加了部分工作,在此深表谢意。

由于编者水平所限，书中错误之处在所难免，敬请读者批评指正。

编 者

目 录

第一章 有害物质分析基础	1
第一节 有害物质分析监测的意义	1
第二节 化验室常用仪器	2
一、天平	2
二、器皿	8
第三节 分析用水的制备	9
一、蒸馏法	10
二、离子交换法	10
三、水质纯度的检验	13
四、分析用水的贮存	15
第四节 试剂及滤纸	16
一、试剂	16
二、滤纸	19
第五节 溶液	20
一、溶液浓度的表示方法	20
二、溶液的配制	24
三、溶液的pH值	25
第六节 分析的误差及数据处理	27
一、误差及其产生的原因	27
二、准确度、精密度及其表示方法	28
三、数据处理	29
第七节 化验室安全技术	31
一、概述	31
二、电气设备	32

三、化学药品	33
四、防火防爆	33
五、使用高压气瓶注意事项	34
第二章 样品的采集与处理	35
第一节 水	35
一、水样的采集	35
二、水样的保存	38
三、水样的预处理	41
四、污染与损失	50
第二节 空气	56
一、空气中有毒物质的存在状态及其浓度的表示方法	56
二、空气样品的采集方法	58
三、采样仪器	61
四、采样原则	65
五、标准气的配制	66
第三章 分析方法	74
第一节 比色法及分光光度法	74
一、概述	74
二、朗伯-比耳定律	78
三、比色法	81
四、紫外-可见分光光度法	95
五、红外分光光度法	105
第二节 分子荧光分光光度法	107
一、测定原理	108
二、仪器	110
第三节 气相色谱法	111
一、概述	111
二、气相色谱理论基础	119
三、色谱柱及其填料	124

四、检测器	140
五、色谱操作条件的选择	155
六、定性和定量分析	159
第四节 发射光谱法	183
一、概述	183
二、光谱分析仪器设备	184
三、光谱定性分析	194
四、光谱定量分析	199
第五节 原子吸收分光光度法	203
一、概述	203
二、原子吸收分光光度法基本原理	205
三、原子吸收分光光度计	210
四、测定条件的选择	220
五、定量分析方法	223
六、灵敏度和检测限	225
七、原子荧光分光光度法简介	226
第六节 电化学分析法	230
一、电化学分析法的一些基本概念	230
二、离子选择电极	236
三、极谱分析法	246
第七节 离子色谱法	257
一、概述	257
二、离子色谱法的基本原理	259
三、离子色谱法的应用	263
第四章 废水中有害物质的测定	264
一、原子吸收分光光度法测定铜、铅、锌、镉、锰、铁、钴、 镍、铍和铬	264
二、极谱法测定铜、铅、锌、镉	267
三、镉	276

四、铅	281
五、镍	285
六、铍	290
七、砷	295
八、锌	301
九、铜	304
十、铬	307
十一、汞	316
十二、硒	323
十三、酚类	329
十四、氰化物	339
十五、油脂类	350
第五章 空气中有害物质的测定	354
第一节 粉尘	354
一、粉尘总浓度的测定	356
二、游离二氧化硅的测定	359
三、粉尘分散度的测定	364
四、粉尘中金属元素的测定	369
第二节 金属及其化合物	377
一、汞	377
二、铅	383
三、四乙基铅	387
四、锰	393
五、铬(六价)	398
六、镉	400
七、阳极溶出伏安法测定铜、铅、锌、镉	404
第三节 非金属无机化合物	407
一、一氧化碳、二氧化碳气相色谱法	407
二、二氧化硫	410

三、硫化氢	417
四、游离氯	421
五、氯化氢	424
六、氨	426
七、氟化物	431
八、氰化氢及氰化物	439
第四节 有机化合物 (气相色谱法)	445
一、氯乙烯	445
二、环氧乙烷	448
三、氯丁二烯	450
四、总烃	454
五、卤代烃	456
六、苯系物	460
七、醇	467
八、醚	473
九、酯	475
十、醛	481
十一、酮	484
十二、乙腈、丙烯腈	488
十三、三硝基甲苯	490
十四、六六六、DDT	492
附录:	
一、常用酸碱溶液的当量浓度和比重	496
二、尘毒监测分析常用仪器设备	497
三、空气体积换算成标准状况下的系数	498
四、车间空气中有害物质的最高容许浓度	503
五、居住区大气中有害物质的最高容许浓度	508
六、十三类有害物质的排放标准	509
七、工业废水最高容许排放浓度	512
八、常用原子量表 (1979)	513

第一章 有害物质分析基础

第一节 有害物质分析监测的意义

现代工业的迅速发展,使生产过程中排出的有害物质的数量和种类日益增加,其形态可能是固体、液体或气体。各种污染物不仅直接危害人体健康,破坏自然环境,而且会给国民经济造成重大损失。

震惊世界的水俣病和骨痛病,就是厂矿排出的含汞和含镉废水所致。我国工业当前仍以煤炭为主要能源,估计每年排放到大气中的二氧化硫就有1,500多万吨。而地球大气中二氧化碳的含量正以每年0.6~0.7ppm的速度递增。

现已查明,人体由60余种元素组成,它们是在生命漫长进化过程中形成的。当有害物质通过呼吸道、肠胃、皮肤等进入人体后,人体内微量元素正常含量遭到破坏,从而导致机体处于暂时或永久性病理状态,特别是某些毒物还具有致癌作用。为保护作业场所工人和广大居民的身体健康,必须大力加强厂矿的劳动保护工作和三废治理,从根本上消除污染源。在此过程中,分析监测则是不可缺少的一环。概括起来它包括以下几方面内容:

(1)监测作业场所和周围环境有害物质浓度,了解污染状况。

(2)监督国家颁布的卫生标准、三废排放标准等实施情况,并为制订和修改各种标准提供科学依据。

(3)调查有害物质迁移、转化和积累规律以及对人体健康的影响。

(4)评价有害物质治理效果,并为科学研究工作提供可靠数据。

(5)调查有毒物质污染事故及其危害程度。

由于厂矿有毒物质成分复杂,数量和浓度变化范围很大,这就给分析监测工作提出了许多新课题。采用的分析手段,不仅包括常规的化学分析,而且快速、灵敏和准确的仪器分析在这一领域也得到日益广泛的应用。分析工作者只有掌握这些现代技术,才能更好地为四个现代化服务。

第二节 化验室常用仪器

一、天平

分析天平是化验室不可缺少的常备仪器。为使分析工作迅速准确,化验人员必须熟练掌握分析天平的使用和维护方法。

(一)天平的类型

按其用途可分为托盘天平、工业天平、分析天平、微量天平和标准天平。此外还有压力天平、采样天平、热天平和气体密度天平等专用天平。

天平按精度划分为10级。即以天平的最小分度值(mg)与最大载荷(mg)之比将天平分成10级,如表1-1所示。

厂矿化验室使用的分析天平,一般都在3~5级范围内。普通分析工作要求能准确称量到0.1毫克(mg),载荷通常不超过200克(g),其具体型号、规格见表1-2。

表1-1

天平的等级

最小分度值(mg) 最大载荷(g)	等 级									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5000	0.5	1	2.5	5	10	25	50	100	250	500
2000	0.2	0.4	1.0	2	4	10	20	40	100	200
1000	0.1	0.2	0.5	1	2	5	10	20	50	100
200	0.00	0.04	0.1	0.2	0.4	1	2	4	10	20
100	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2	0.5	1	2	5	10
50	0.005	0.01	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5	1	2.5	5

表1-2

常用分析天平规格、型号

名 称	型 号	最大载荷 (g)	分 度 值 (mg)	精度等级
微量天平	TG 332A	20	0.01	3
半自动电光天平	TG 328B	200	0.1	3
全自动电光天平	TG 328A	200	0.1	3
单盘精密天平	DT-100	100	0.1	4
阻尼天平	TG 528B	200	0.4	5

(二)天平的构造与安装

分析天平从结构上可分成两大类：等臂天平和不等臂天平。目前我国以等臂天平应用最为广泛。

图1-1是一台全自动光电分析天平构造图。

安放天平的房间应避免有振动、潮湿和腐蚀性气体，窗户要用窗帘遮住，以防灰尘和阳光直接照射。天平台一般采用水平而光滑的水泥台面。

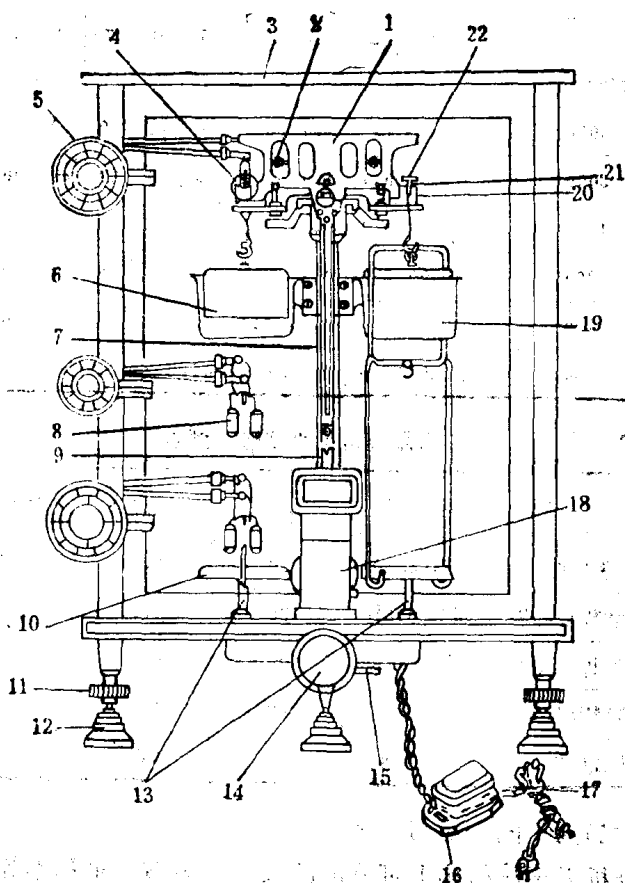


图1-1 全自动光电分析天平结构

- 1-横梁 2-平衡铰 3-天平箱 4-环状毫克砝码 5-拨码手轮 6-阻尼筒上盖 7-支柱 8-圆形克砝码 9-指针 10-称盘 11-脚轴螺丝
水平调节旋钮 12-脚垫 13-盘托 14-开关旋钮 15-零点微调器
16-变压器 17-电源插头 18-照明器 19-阻尼筒底 20-玛瑙刀承
21-承重玛瑙刀 22-吊耳(挂砝)

安装天平之前应仔细阅读说明书。戴上细纱手套，防止手上的汗液沾污零件。将天平箱放在天平台上，再用软毛刷或麂皮擦去每个零件上的灰尘。玛瑙刀刃和玛瑙平面必须用棉花浸以无水乙醇或乙醚轻抹。透镜、反射镜只能用软毛刷轻刷。清理完毕后，旋动底座下螺旋脚，观察水准器，使天平保持水平。

1. 横梁、指针安装

先装上开关旋钮，再沿顺时针方向转动旋钮，使制动系统上部两翼下垂，再用右手轻轻将横梁侧斜着放在横梁托架的三个支点上，用旋钮关上开关，升起两翼，使三个支点接触并托起横梁。安装横梁时，切勿碰伤玛瑙刀口及指针下端的微分刻度标尺。

2. 吊耳、阻尼器及称盘的安装

吊耳带有双重挂钩，有左右之分，并标有记号。在安装时将注有“1”的部件装在左边，注有“2”的部件装在右边。两个吊耳下部的挂钩挂上内阻尼器后，分别装在天平外阻尼器上面的支架上，在天平底座的两个小圆孔中分别插入盘托，再将两个称盘分别挂在吊耳上部的挂钩上。

3. 砝码的安装

如果是半自动光电天平，1克以下的全部毫克砝码都是圈状挂式砝码。将圈码从里往外依次放到砝码承受架的相应位置上，然后转动拨码手轮，使相应的钩子落下，再用镊子将该圈码挂到钩子上，旋转拨码手轮，把钩子提起来。如果是全自动光电天平，其毫克砝码安装方法与上述相同。1克以上砝码做成“U”形，并挂在各自的挂钩上。全部砝码共分三组，上层为毫克组，中层为1~9克组，下层为10~100克组。

各组砝码挂好以后，可用另一盒砝码进行核对。

(三)天平的调整

1.零点的调整 较大范围的零点调整，可旋动横梁上端左右两个平衡铤。较小的零点调整，可以用底座下面的零点微调器来调整。

零点调整后，需经一次或数次称量，检查零点是否改变。

2.感量的调整 将10毫克砝码加到称盘上，开启天平后光学读数应在9.9~10.1毫克范围内，如果感量过低或过高，可以旋低或旋高横梁支点刀上方的重心螺母。转动重心螺母时，必须将横梁按稳，以免损坏刀刃。旋动重心螺母后应重新调整天平零点。

3.盘托对称盘的调整 正常的天平在停止使用时，称盘在空载时应由盘托轻轻地托住，这样可以保证称盘在加上负载时，盘托能将称盘托牢，以免称盘晃动。但又不宜使盘托过高地将称盘托起，以免在称量时仍托着称盘造成计量误差。如果盘托与称盘接触过高或过低，可将盘托取出，拧松螺帽后调整高低螺丝，然后再拧紧螺帽，调整到称盘与盘托呈微托状态为止。

4.光路调整 如果天平已装好，使用时投影屏上显示刻度应明亮而清晰，否则应进行调整。调整时可按下述几方面进行（图1—2）：

(1)光源不强，将照明筒上的定位螺钉松开，逆时针方向转动灯头座8，如果还不够明亮，可将照明筒前后移动或转动，使光源与聚光管中心在一直线上，直到刻度清晰为止，然后将定位螺钉紧固。

(2)影像不清晰，松开物镜筒旁的螺钉，前后移动或转

动物镜筒，直到刻度清晰为止，然后紧固螺钉。

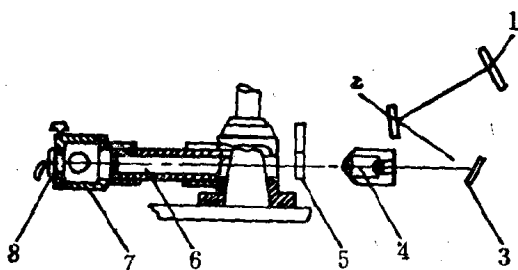


图1-2 光电天平光学系统示意图

- 1-投影屏 2-大反射镜 3-小反射镜 4-物镜筒 5-指针
6-聚光管 7-照明筒 8-灯头座

(8)投影屏有黑影，可调节小反射镜和大反射镜相互间角度。如左右光度不满时，可旋转照明筒，直到充满光亮无黑影为止。

(四)使用天平的注意事项

1.天平室要保持清洁和干燥，为了防潮，天平箱内应放有干燥剂。

2.称量前必须用软毛刷清扫天平，检查天平是否处于水平状态，并检查和对好天平零点。

3.天平载荷不得超过天平最大负载量，每一架天平只能使用其专用砝码，同一次实验，应使用同一台天平。

4.要注意保护玛瑙刀口，取放物体加减砝码时，一定要先将天平关闭后才能进行。

5.被称量的物体应与室温相同。样品不能直接放在称盘上，吸湿性或能放出腐蚀性气体的物质，必须放在密闭的容器内称量。

6.光电天平加砝码时，应一挡一挡地慢慢加码，防止砝码跳落、互撞。称量结束后，将全部砝码手轮拨回到“0”，