

土壤和固体 废弃物 监测分析技术

刘凤枝 刘潇威 主编

TURANG
HE
GUTI FEIQIWU
JIANCE
FENXI
JISHU



化学工业出版社

土壤 和 固体 废弃物 监测分析技术

刘凤枝 刘潇威 主编

TURANG
HE
GUTI FEIQIWU
JIANCE
FENXI
JISHU



化学工业出版社

· 北 京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

土壤和固体废弃物监测分析技术/刘凤枝, 刘潇威主编.
北京: 化学工业出版社, 2007. 6
ISBN 978-7-5025-9375-9

I. 土… II. ①刘…②刘… III. 土壤-固体废物-监测
IV. X705

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 001516 号

责任编辑: 刘兴春
责任校对: 王素芹

装帧设计: 尹琳琳

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印刷: 北京云浩印刷有限责任公司

装订: 三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 58 $\frac{1}{4}$ 字数 1550 千字 2007 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 168.00 元

版权所有 违者必究

《土壤和固体废弃物监测分析技术》编写人员

主 编 刘凤枝 刘潇威

副主编 战新华 李重九 徐亚平 蔡彦明 刘 铭

编写人员 (按姓氏笔画排序)

万晓红	马晓东	王立仁	兰希平	任济星	刘 峰
刘 珺	刘 铭	刘凤枝	刘建波	刘潇威	李 杰
李占军	李重九	李晓娟	杨立国	肖 潇	吴 成
吴 迪	佟 玲	邱 丹	宋淑玲	张玉芳	张新忠
陈珊珊	项亚玲	赵少亭	战新华	姜国君	袁家齐
徐亚平	董文光	程晓东	蔡彦明		

前 言

土壤是人类赖以生存和发展的最重要的物质基础之一。我国人多地少，是土壤资源高度约束型国家，其耕地、林地和草地的人均占有量分别仅为世界平均水平的1/3、1/5和1/4，且总体质量不高。由于可供开垦的后备土壤资源已十分有限，随着人口的增长，我国所面临的土壤资源短缺的压力将越来越大。中国已经是世界上土壤资源利用强度最高的国家之一，但随着我国工业的快速发展、城镇人口的剧增、农业集约化的快速发展，人们生活方式迅速变更和资源高强度开发利用，大量未经妥善处理的工业“三废”和城镇生活污水肆意向农田排放、未经处理的固体废弃物也转移到农田，加之农业投入品的不合理使用，已造成我国大面积农田土壤环境的显性污染和潜性污染。土壤污染、质量退化，生态环境遭到破坏，这已成为我国农村社会经济可持续发展的最重大问题之一。土壤质量、环境质量的改善和安全是我国陆地生态系统安全、农业生产安全、农产品质量安全以及人民健康安全的重要基础，也是我国人口-资源-环境-经济-社会协调、可持续发展的根本保证。通过有效可靠地监测了解土壤污染现状，评价土壤环境质量已成为控制土壤污染进一步加剧的关键，也是广大环境工作者的首要工作。

《土壤和固体废弃物监测分析技术》一书，针对土壤和对农产品污染风险较高的固体废弃物中主要污染物，编辑、整理和收集了目前国内外较为先进、实用的监测技术和检测质量管理技术，在此介绍给读者，旨在帮助我国建立起科学的环境监测实验室体系、合理的仪器设备组合、标准规范的分析方法、严格的质量管理和质量控制体系、培训一批科学素养高、工作态度严谨的技术群体，整体提高我国土壤环境监测技术水平，为保护我国宝贵的土壤资源发挥积极作用。

本书包括上、中、下三篇。上篇是基础篇，包括第1章~第9章，主要介绍了规范的环境监测实验室的建制和布局、仪器设备的配置和实验室的基本管理要求；土壤污染现状监测任务及监测分析技术的概述；元素监测的主要手段及在监测中的应用；样品的采集与制备。中篇为无机篇，包括第10章~第15章，主要内容是土壤和固体废弃物样品的各种消解方法；18项微量元素、常量元素、稀土元素和化合物等项目的测定，方法首选是现行国标和行标方法，其次是推荐已经比较成熟、被同行业认可，但仍未进入标准的方法。下篇是有机篇，包括第16章~第20章，主要介绍了有机物分析常规的监测手段，色谱、质谱和色质联用技术的原理和应用，收集了整理针对土壤及农用固体废弃物中可能存在的有机污染物的检测方法，包括总论、样品的提取与净化、多种污染物的检测方法。

本书参加编写的人员大多长期从事环境中有毒有害物质监测与污染防治研究，在本领域具有一定影响，选用的许多内容蕴含了他们多年工作经验的结晶。本书力争做到内容完整、阐述详尽、方法实用、操作性强。可供从事环境保护、环境监测、污染防治的广大科研人员、技术人员参考，也可供高等院校相关专业的师生参阅。

在本书的编写过程中，得到了南开大学等有关专家的热情帮助，在此表示由衷的感谢。同时还要向本书所引参考文献的作者以及为此书出版给予支持、帮助的人们表示衷心的感谢。

感谢读者阅读此书，由于时间和水平限制，书中内容可能存在不足之处，敬请有关专家和读者批评指正，以帮助我们进一步加以完善提高，共同促进我国环保监测事业的发展。

编者

2006年12月

目 录

上篇 基 础 篇

第1章 土壤和固体废弃物监测分析方法的

基础知识及质量管理与保证..... 1

1.1 分析实验室的要求及配置	1
1.1.1 天平室及配置	1
1.1.2 高温室及配置	2
1.1.3 制样室及配置	5
1.1.4 样品前处理室及配置	6
1.1.5 气瓶间及配置	7
1.1.6 标准样品储藏室	7
1.1.7 纯水制备室及配置	8
1.2 仪器室的布局及要求	8
1.2.1 大型仪器室	8
1.2.2 小型仪器室	10
1.2.3 分析仪器种类的基本配置	13
1.2.4 分析仪器种类的高档配置	19
1.3 分析实验室对纯水、试剂和器皿的要求	21
1.3.1 纯水的质量要求、检验及制备方法	21
1.3.2 分析实验室对试剂的质量要求	27
1.3.3 试剂的空白检验	29
1.3.4 试剂的配制、使用和保存	29
1.3.5 标准参考物质及使用	33
1.3.6 对常用玻璃器皿的质量要求	35
1.4 误差的表示方法	36
1.4.1 误差的分类	36
1.4.2 误差的表示方法	36
1.5 数理统计基础	38
1.5.1 有关名词解释	38
1.5.2 正态分布	38
1.5.3 t 分布	39
1.5.4 F 分布	40
1.6 数据统计检验	41
1.6.1 离群数据的检验	41
1.6.2 t 检验法	45
1.6.3 F 检验法	49
1.7 分析结果的表示和评价	49
1.7.1 分析结果的单位和有效数字	49
1.7.2 分析结果的几种表示方法	50
1.7.3 分析结果的评价	51

1.8 灵敏度、检出限和测定下限	51
1.8.1 灵敏度、检出限和测定下限的含义	51
1.8.2 空白值的测量及降低空白值的方法	52
1.9 实验室质量控制	53
1.9.1 实验室内质量控制	53
1.9.2 实验室间质量控制	60
1.9.3 协作项目质控程序——六步质 控法	64
1.10 实验室安全及注意事项	65
1.10.1 化学危险品安全知识	65
1.10.2 高压气体的使用和管理	69
1.10.3 使用电器设备的注意事项	70
1.10.4 实验室用水注意事项	71
1.10.5 大型仪器的管理与维护	72
参考文献	72

第2章 土壤污染现状和监测技术概述 .. 74

2.1 土壤污染现状	74
2.1.1 土壤的化学组成	75
2.1.2 土壤元素背景值	76
2.1.3 土壤污染物及来源	78
2.1.4 土壤污染的危害	80
2.1.5 土壤污染的防治	81
2.1.6 土壤污染防治技术	82
2.1.7 土壤环境质量标准	82
2.1.8 农田固体废弃物污染控制标准	83
2.1.9 农用污泥中污染物控制标准	84
2.1.10 城镇垃圾农用控制标准	84
2.2 监测分析技术概述	84
2.2.1 化学分析法	85
2.2.2 分光光度法	86
2.2.3 原子吸收法	87
2.2.4 原子荧光法	87
2.2.5 X射线荧光光谱法	88
2.2.6 电感耦合等离子体质谱法 (ICP- MS)	88
2.2.7 电感耦合等离子体原子发射光谱 法 (ICP-AES)	89
2.2.8 电化学分析法	89

2.2.9 气相色谱法 (GC)	89	5.1 ICP-AES 的分析性能	133
2.2.10 气质联用分析法 (GC-MS)	90	5.2 ICP 光源的特点	134
2.2.11 联用技术的发展	90	5.3 ICP 放电的激发机理	136
参考文献	91	5.3.1 ICP 放电偏离 LTE 状态	136
第3章 原子吸收分光光度法	92	5.3.2 激发机理模型	137
3.1 原子吸收分光光度法的定量分析基础	92	5.4 ICP-AES 定量分析基础	139
3.1.1 原子对光辐射的吸收	92	5.4.1 谱线发射强度与气态分析物总 浓度的关系	139
3.1.2 吸收线的轮廓与强度	92	5.4.2 谱线发射强度与分析物浓度关 系函数 ($I=f(c)$)	141
3.1.3 吸收线的测量	93	5.5 ICP-AES 仪器介绍	141
3.2 火焰原子化	95	5.6 干扰及消除	143
3.2.1 火焰原子化器及火焰类型	95	5.6.1 光谱干扰	143
3.2.2 试样在火焰中的原子化	97	5.6.2 光谱干扰的校正	143
3.3 石墨炉原子化	97	5.6.3 非光谱干扰及消除	144
3.3.1 石墨炉原子化法的原理	97	5.7 ICP-AES 检出限及其测量	144
3.3.2 石墨炉原子化的特点	98	5.7.1 与检出限和精密度有关的几个 术语	144
3.3.3 石墨炉原子化器	100	5.7.2 检出限的测量方法	146
3.3.4 石墨炉原子化程序及参数选择	100	5.7.3 检出限的性质	147
3.4 其他类型原子化	102	5.7.4 ICP-AES 与其他方法检出限的 比较	147
3.5 干扰及消除	103	5.8 ICP-AES 精密度及其测量	149
3.5.1 干扰类型	103	5.9 ICP-AES 的应用	150
3.5.2 消除干扰的方法	105	参考文献	151
3.6 原子吸收分光光度计仪器装置	109	第6章 电感耦合等离子体质谱法 (ICP- MS)	152
3.6.1 仪器组成	109	6.1 耦合等离子体质谱仪的原理	152
3.6.2 仪器类型	111	6.1.1 原理	152
3.6.3 塞曼型仪器及特点	112	6.1.2 四极质谱仪的工作原理	153
3.7 原子吸收分光光度法的分析技术及其 应用	113	6.1.3 飞行时间质谱仪的工作原理	155
3.7.1 样品制备	113	6.1.4 高分辨电感耦合等离子体质谱	156
3.7.2 测定条件的选择	113	6.2 ICP-MS 的结构及特点	156
3.7.3 分析方法	117	6.2.1 炬管与等离子体	157
3.7.4 应用	118	6.2.2 进样系统	157
参考文献	120	6.2.3 离子提取系统	158
第4章 氢化物发生-原子荧光光谱法	121	6.2.4 真空系统	159
4.1 HG-AFS 法的发展概况	121	6.2.5 离子分离与检出系统	160
4.2 HG-AFS 的原理	122	6.2.6 检出限	161
4.3 HG-AFS 法仪器装置	122	6.3 干扰问题	161
4.4 HG-AFS 的分析特点	123	6.3.1 质谱干扰	161
4.5 HG-AFS 法在土壤重金属分析中的 应用	124	6.3.2 非质谱干扰	162
4.5.1 HG-AFS 法在土壤监测中常用 的前处理方法	124	6.4 ICP-MS 在农业领域中的应用	162
4.5.2 HG-AFS 在土壤监测中的应用 实例	125	6.4.1 水样分析	162
参考文献	131	6.4.2 生物样品分析	163
第5章 电感耦合等离子体原子发射 光谱法	133	6.4.3 土壤样品分析	164

6.5 ICP-MS的联用技术与最新进展	165	8.2.3 布点方法	193
6.5.1 联用研究	165	8.3 土壤样品的采集	194
6.5.2 最新进展研究	167	8.3.1 土壤样品的类型	194
参考文献	169	8.3.2 采样准备	195
第7章 X射线荧光光谱法	172	8.3.3 现场采样	195
7.1 简单历史回顾	172	8.3.4 样品运输	197
7.2 X射线荧光主要类型	172	8.3.5 采样注意事项	197
7.2.1 常规XRF	172	8.4 样品制备与管理	198
7.2.2 同步辐射XRF	173	8.4.1 样品制备	198
7.2.3 全反射XRF	173	8.4.2 样品管理	200
7.2.4 粒子激发X射线发射(PIXE)	173	参考文献	200
7.2.5 其他XRF	174	第9章 农用固体废弃物的采集与制备	201
7.3 X射线荧光光谱分析特点	174	9.1 固体废弃物简介	201
7.4 X射线荧光光谱仪发展情况简介	175	9.1.1 固体废弃物的分类	201
7.4.1 X射线荧光光谱仪基本配置	175	9.1.2 固体废弃物处理与处置方法	201
7.4.2 光学器件	177	9.1.3 固体废弃物的破碎	202
7.4.3 探测器	177	9.2 固体废弃物在农业上的应用	202
7.5 制样与定量技术研究	178	9.2.1 农用污泥	202
7.5.1 制样技术	178	9.2.2 堆肥(农用可生化降解固体废弃物)	202
7.5.2 定量技术	178	9.2.3 粉煤灰在农业上的应用	203
7.6 X射线荧光光谱中专家系统研究现状	180	9.2.4 钢渣磷肥	204
7.6.1 XRF专家系统总策略	180	9.2.5 磷石膏在农业生产中的应用	204
7.6.2 结合模糊逻辑与模式识别算法的光谱解释系统	180	9.3 农用固体废弃物样品的采集	204
7.6.3 光谱定性解释专家系统	181	9.3.1 采样方案设计	204
7.6.4 知识控制系统	181	9.3.2 采样技术	205
7.7 土壤样品分析	182	9.3.3 确定份样量	207
7.7.1 土壤样品基本特点	182	9.3.4 确定份样数	207
7.7.2 散射比率原理	183	9.3.5 采样类型	207
7.7.3 峰值强度测量	184	9.3.6 安全措施	209
7.7.4 背景强度测量	184	9.3.7 质量控制	209
7.7.5 谱线干扰校正	185	9.4 固体废弃物的制样	210
7.7.6 样品分析	185	9.4.1 制样方案设计	210
7.8 应用研究	186	9.4.2 制样技术	210
7.9 展望	188	9.4.3 安全措施	211
参考文献	188	9.4.4 质量控制	211
第8章 土壤样品的采集与制备	191	9.5 样品保存	211
8.1 土壤样品采集的目的	191	9.6 农用固体废弃物浸出液的制备方法	212
8.2 布点设计	191	9.6.1 翻转法	212
8.2.1 布点的前期准备	192	9.6.2 水平振荡法	213
8.2.2 布点原则	193	参考文献	214

中篇 无机篇

第10章 土壤样品的消解	215	10.1.2 样品消解方法的概述	215
10.1 样品消解的目的、要求与分类	215	10.2 全消解法	216
10.1.1 样品消解的目的与要求	215	10.2.1 电热板加热酸消解法	216

10.2.2 多孔-长管-控温消解法	220	12.1.5 ICP-AES 法 (同时测定多种元素)	249
10.2.3 高压罐密闭酸消解法	221	12.1.6 ICP-MS 法 (同时测定多种元素)	253
10.2.4 微波消解法	223	12.2 土壤中镉的测定	255
10.2.5 恒温水浴消解法	225	12.2.1 火焰原子吸收法 (测定镉、铅) ..	255
10.2.6 熔融法	226	12.2.2 KI-MIBK 萃取火焰原子吸收法 (测定镉、铅) (GB/T 17140—1997)	257
10.3 部分消解法	229	12.2.3 石墨炉原子吸收法 (测定镉、铅) (GB/T 17141—1997)	260
10.3.1 常用浸提剂种类	229	12.2.4 ICP-AES 法	262
10.3.2 土壤的水提取法	229	12.2.5 ICP-MS 法	262
10.3.3 土壤的酸提取法	230	12.3 土壤中铬的测定	262
10.3.4 联合试剂提取法	230	12.3.1 火焰原子吸收分光光度法 (GB/T 17137—1997)	262
10.4 土壤消解器皿及方法的选择	231	12.3.2 二苯碳酰二肼光度法	264
10.4.1 土壤消解器皿	231	12.3.3 差示脉冲导数极谱法	265
10.4.2 土壤消解方法的选择	232	12.3.4 硫酸亚铁铵滴定法	267
参考文献	233	12.3.5 ICP-AES 法	268
第 11 章 固体废弃物的消解	234	12.3.6 ICP-MS 法	268
11.1 固体废弃物样品前处理方法概述	234	12.4 土壤中铜的测定	268
11.1.1 湿法消解	234	12.4.1 火焰原子吸收法 (测定铜、锌) (GB/T 17138—1997)	269
11.1.2 干法灰化	235	12.4.2 石墨炉原子吸收法	271
11.2 农用工业固体废弃物的消解	236	12.4.3 铜试剂光度法	272
11.2.1 常用的浸提剂及浸提液的保存 ..	236	12.4.4 ICP-AES 法	273
11.2.2 固体废弃物浸出液的制备方法 ..	236	12.4.5 ICP-MS 法	273
11.2.3 用浸出液直接测定实例	236	12.5 土壤中汞的测定	273
11.3 污泥的消解	237	12.5.1 冷原子吸收法 (GB/T 17136—1997)	274
11.3.1 用浸出液直接测定实例	237	12.5.2 冷原子荧光光谱法	276
11.3.2 酸溶法	237	12.5.3 ICP-AES 法	278
11.4 粉煤灰的消解	238	12.5.4 ICP-MS 法	278
11.4.1 用浸出液直接测定实例	238	12.6 土壤中镍的测定	278
11.4.2 酸溶法	238	12.6.1 火焰原子吸收法 (GB/T 17139—1997)	279
11.4.3 微波消解法	239	12.6.2 镉试剂萃取光度法	280
11.5 有机肥料的消解	239	12.6.3 5-Br-PADAP 光度法	281
11.5.1 用浸出液直接测定实例	239	12.7 土壤中铅的测定	282
11.5.2 酸溶法	239	12.7.1 火焰原子吸收法	283
11.5.3 干灰化法	239	12.7.2 石墨炉原子吸收法	283
11.6 畜、禽粪便的消解	240	12.8 土壤中锌的测定	283
11.6.1 用浸出液直接测定实例	240	12.9 土壤中锰的测定	283
11.6.2 酸溶法	240	12.10 土壤中铁的测定	284
11.7 农用垃圾的消解	240	12.10.1 火焰原子吸收光度法	284
参考文献	241		
第 12 章 土壤中微量元素的测定	242		
12.1 土壤中砷的测定	242		
12.1.1 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法 (GB/T 17134—1997)	242		
12.1.2 硼氢化钾-硝酸银分光光度法 (GB/T 17135—1997)	244		
12.1.3 氢化物发生原子吸收法	247		
12.1.4 氢化物发生原子荧光法	248		

12.10.2 邻菲罗啉光度法	285	12.19.3 氢化物发生-原子荧光光谱法 ...	313
12.11 土壤中铅的测定	286	12.19.4 ICP-AES 法	313
12.11.1 硫氰化钾分光光度法	286	12.19.5 ICP-MS 法	313
12.11.2 催化极谱法 (测定铅、锡)	288	12.20 土壤中砷的测定	313
12.11.3 ICP-AES 法	289	12.21 土壤中铜的测定	313
12.11.4 ICP-MS 法	290	12.21.1 石墨炉原子吸收法 (测定 铜、钨)	313
12.12 土壤中硒的测定	290	12.21.2 ICP-AES 法	315
12.12.1 DAN 荧光光度法	290	12.21.3 ICP-MS 法	315
12.12.2 氢化物发生-原子荧光光谱法 ...	292	12.22 土壤中铈的测定	315
12.12.3 催化波极谱法	293	12.22.1 石墨炉原子吸收法	315
12.12.4 气相色谱法	295	12.22.2 ICP-AES 法	315
12.12.5 ICP-AES 法	296	12.22.3 ICP-MS 法	315
12.12.6 ICP-MS 法	296	12.23 土壤中银的测定	315
12.13 土壤中钒的测定	296	12.23.1 石墨炉原子吸收法	315
12.13.1 N-BPHA 光度法	296	12.23.2 ICP-AES 法	316
12.13.2 PAR 光度法	298	12.23.3 ICP-MS 法	316
12.13.3 ICP-AES 法	299	12.24 土壤中铈的测定	316
12.13.4 ICP-MS 法	299	12.24.1 火焰原子吸收法	316
12.14 土壤中钴的测定	299	12.24.2 ICP-AES 法	318
12.14.1 火焰原子吸收法	299	12.24.3 ICP-MS 法	318
12.14.2 5-Cl-PADAB 光度法	300	12.25 土壤中硼的测定	318
12.14.3 5-Br-PADAP 光度法	301	12.25.1 亚甲基蓝光度法 (全硼)	318
12.14.4 ICP-AES 法	302	12.25.2 土壤有效硼测定方法 (GB 12298—90)	319
12.14.5 ICP-MS 法	302	12.25.3 ICP-AES 法	320
12.15 土壤中锡的测定	302	12.25.4 ICP-MS 法	320
12.15.1 氢化物发生-原子荧光光谱法 ...	302	12.26 土壤中碘的测定	320
12.15.2 催化极谱法	303	12.26.1 离子色谱法	320
12.15.3 ICP-AES 法	303	12.26.2 流动注射光度法	322
12.15.4 ICP-MS 法	303	参考文献	324
12.16 土壤中钨的测定	303	第13章 土壤中常量元素的测定	325
12.16.1 火焰原子吸收法	303	13.1 钾	325
12.16.2 ICP-AES 法	305	13.1.1 全钾 (包括钠) (原子吸收光 度法)	325
12.16.3 ICP-MS 法	305	13.1.2 速效态钾 (原子吸收光度法) ...	326
12.17 土壤中铍的测定	305	13.1.3 速效态钾 (四苯硼钠比浊法) ...	327
12.17.1 铍试剂Ⅲ光度法	305	13.2 钠	328
12.17.2 石墨炉原子吸收法	306	13.3 钙	329
12.17.3 ICP-AES 法	307	13.3.1 EDTA 络合滴定法 (钙、镁 总量, 包括镁)	329
12.17.4 ICP-MS 法	307	13.3.2 全钙 (包括镁) (原子吸收光 度法)	331
12.18 土壤中铋的测定 (包括砷)	307	13.4 镁	332
12.18.1 氢化物发生-原子荧光光谱法 (测定铋、砷)	308	13.4.1 全镁 (原子吸收法)	332
12.18.2 ICP-AES 法	310	13.4.2 全镁 (EDTA 滴定法)	332
12.18.3 ICP-MS 法	310		
12.19 土壤中铈的测定	310		
12.19.1 5-Br-PADAP 光度法	310		
12.19.2 火焰原子吸收法	312		

13.5 铝(氟化物取代-EDTA 容量法)	332	7875—1987)	357
13.6 钛	334	15.3.2 土壤有效硫的测定(磷酸盐- 乙酸提取, 硫酸钡比浊法)	361
13.6.1 二安替比林甲烷比色法	334	15.3.3 土壤中硫酸根的测定	362
13.6.2 变色酸光度法	335	15.4 土壤中氯化物的测定(离子选择电 极法)	363
13.7 硅(重量法)	336	15.5 土壤中氯化物的测定(硝酸银滴 定法)	365
参考文献	338	15.6 土壤中氯化物的测定(异烟酸-吡 啶啉酮分光光度法)	367
第14章 土壤中稀土元素的测定	339	15.6.1 定性	367
14.1 土壤中稀土元素氧化物总量的测 定——对马尿酸偶氮氯磷光度法	339	15.6.2 定量	367
14.2 稀土分量的 ICP-AES 测定	341	15.7 土壤中碳酸根、重碳酸根的测定	368
14.2.1 稀土元素分离分析方法概述	341	15.8 土壤水分测定法(GB 7172— 1987)	370
14.2.2 土壤样品的分解方法	342	15.9 土壤中可溶性盐分的测定	371
14.2.3 分离分析方法	342	15.9.1 重量法	371
参考文献	345	15.9.2 电导法	373
第15章 无机化合物分析	346	15.10 土壤中 pH 值的测定	374
15.1 土壤中磷的测定	346	15.10.1 玻璃电极法	374
15.1.1 土壤全磷测定法(GB 9837— 1988)	346	15.10.2 比色法	375
15.1.2 石灰性土壤有效磷测定方法 (GB 12297—1990)	348	15.11 土壤中硼的测定	376
15.2 土壤中氮的测定	350	15.11.1 土壤有效硼测定方法(GB 12298—1990)	376
15.2.1 土壤全氮测定法(半微量开 氏法)(GB 7173—1987)	350	15.11.2 亚甲基蓝光度法	378
15.2.2 土壤中铵态氮的测定 (纳氏比色法)	352	15.11.3 碳酸钠熔融-甲亚胺-H 比色法	379
15.2.3 土壤硝态氮及亚硝态氮的测定 (还原蒸馏法、镀铜镉还原-重氮 化偶合比色法)	353	15.11.4 ICP-AES 法	380
15.2.4 土壤水解性氮的测定(碱解扩 散法)	356	15.12 土壤有机质测定法(GB 9834— 1988)	380
15.3 土壤中硫的测定	357	15.13 土壤中矿物油的测定(5A 分子 筛吸附法)	382
15.3.1 森林土壤全硫的测定(GB		参考文献	383

下篇 有机篇

第16章 色谱、质谱和色质联用技术	384	作用	410
16.1 色谱法	384	16.3 色质联用技术	414
16.1.1 色谱法的发展历史及基本概念	384	16.3.1 气质联用仪	415
16.1.2 色谱学理论基础	385	16.3.2 液质联用仪	418
16.1.3 色谱法在分析中的应用	391	16.4 色质联用技术在环境样品分析中的 应用	420
16.1.4 气相色谱法	395	16.4.1 全扫描-质量色谱法	420
16.1.5 液相色谱法	400	16.4.2 选择离子检测和离子存储技术	420
16.2 有机质谱法	404	16.4.3 多级质谱技术	421
16.2.1 有机质谱基本概念	405	16.4.4 多种检测器联用技术	421
16.2.2 有机质谱仪	406	参考文献	423
16.2.3 质谱在有机分子结构鉴定中的			

第 17 章 总论	424	18.4.8 质量控制	465
17.1 质量控制	424	18.5 索氏提取法	465
17.1.1 简介	424	18.5.1 适用范围	465
17.1.2 QA 项目计划	424	18.5.2 方法摘要	465
17.1.3 现场操作	427	18.5.3 干扰	465
17.1.4 实验室操作	431	18.5.4 仪器和材料	465
17.1.5 定义	435	18.5.5 试剂	466
17.2 有机分析物的采样	438	18.5.6 样品的收集、保存和处理	467
参考文献	441	18.5.7 操作步骤	467
第 18 章 有机物的提取和样品的制备 ...	442	18.5.8 质量控制	469
18.1 概述	442	18.6 自动索氏提取法	469
18.1.1 各类样品基质的提取方法及 分析物种类	442	18.6.1 适用范围	469
18.1.2 方法摘要	442	18.6.2 方法摘要	470
18.1.3 干扰	443	18.6.3 干扰	470
18.1.4 仪器和材料	443	18.6.4 设备和材料	470
18.1.5 试剂	443	18.6.5 试剂	471
18.1.6 操作步骤	445	18.6.6 样品的收集、保存和处理	471
18.1.7 质量控制	447	18.6.7 操作步骤	471
18.1.8 方法性能	450	18.6.8 质量控制	472
18.2 分液漏斗液-液萃取法	450	18.6.9 方法性能	473
18.2.1 适用范围	450	18.7 半挥发性有机物的提取	474
18.2.2 方法摘要	450	18.7.1 方法适用范围	474
18.2.3 干扰	450	18.7.2 方法摘要	474
18.2.4 仪器和设备	451	18.7.3 干扰	477
18.2.5 试剂	451	18.7.4 仪器和材料	477
18.2.6 样品的收集、保存和处理	452	18.7.5 试剂	478
18.2.7 操作步骤	452	18.7.6 样品的收集、保存和处理	479
18.2.8 质量控制	454	18.7.7 操作步骤	480
18.3 连续液-液分配提取	454	18.7.8 质量控制	483
18.3.1 适用范围	454	18.7.9 方法性能	484
18.3.2 方法摘要	454	18.8 加压流体提取法	484
18.3.3 干扰	455	18.8.1 适用范围	484
18.3.4 设备和材料	455	18.8.2 方法摘要	484
18.3.5 试剂	456	18.8.3 干扰	485
18.3.6 样品的收集、保存和处理	456	18.8.4 设备和材料	485
18.3.7 操作步骤	456	18.8.5 试剂	485
18.3.8 质量控制	459	18.8.6 样品的收集、保存和处理	486
18.4 固相萃取 (SPE)	459	18.8.7 操作步骤	486
18.4.1 适用范围	459	18.8.8 质量控制	488
18.4.2 方法摘要	459	18.8.9 方法性能	488
18.4.3 干扰	459	18.8.10 安全性	488
18.4.4 仪器和材料	460	18.9 超声波提取法	489
18.4.5 试剂	461	18.9.1 适用范围	489
18.4.6 样品的收集、保存和处理	461	18.9.2 方法摘要	489
18.4.7 操作步骤	461	18.9.3 方法干扰	489
		18.9.4 设备和材料	489

18.9.5 试剂	490	19.1.1 有机化合物净化方法及类型	511
18.9.6 样品的收集、保存和处理	492	19.1.2 方法摘要	511
18.9.7 操作步骤	492	19.1.3 干扰	511
18.9.8 质量控制	495	19.1.4 设备和材料	511
18.10 石油中全部可回收碳氢化合物的		19.1.5 试剂	512
超临界流体提取法	495	19.1.6 样品的收集、保存和处理	512
18.10.1 方法使用范围	495	19.1.7 操作步骤	512
18.10.2 方法摘要	496	19.1.8 质量控制	513
18.10.3 方法干扰	496	19.2 氧化铝柱净化法	513
18.10.4 设备和材料	496	19.2.1 方法适用范围	513
18.10.5 试剂	497	19.2.2 方法摘要	514
18.10.6 样品的收集、保存和处理	497	19.2.3 干扰	514
18.10.7 操作步骤	497	19.2.4 设备和材料	514
18.10.8 质量控制	499	19.2.5 试剂	515
18.10.9 安全性	499	19.2.6 样品的收集、保存和处理	515
18.11 多环芳烃的超临界流体提取法	499	19.2.7 操作步骤	515
18.11.1 方法使用范围	499	19.2.8 质量控制	517
18.11.2 方法摘要	500	19.2.9 方法性能	518
18.11.3 方法干扰	500	19.3 氧化铝柱净化和分离石油废弃物	518
18.11.4 设备和材料	500	19.3.1 适用范围	518
18.11.5 试剂	502	19.3.2 方法摘要	518
18.11.6 样品的收集、保存和处理	502	19.3.3 干扰	518
18.11.7 操作步骤	502	19.3.4 设备和材料	519
18.11.8 质量控制	505	19.3.5 试剂	519
18.11.9 方法性能	505	19.3.6 样品的收集、保存和处理	519
18.12 废弃物的稀释	505	19.3.7 操作过程	519
18.12.1 方法适用范围	505	19.3.8 质量控制	520
18.12.2 方法摘要	505	19.3.9 方法性能	520
18.12.3 干扰	506	19.4 弗罗里硅土净化法	521
18.12.4 设备和材料	506	19.4.1 适用范围	521
18.12.5 试剂	506	19.4.2 方法摘要	521
18.12.6 样品的收集、保存和处理	506	19.4.3 干扰	521
18.12.7 操作步骤	506	19.4.4 仪器和设备	521
18.12.8 质量控制	506	19.4.5 试剂	522
18.13 挥发性有机废弃物的稀释	507	19.4.6 样品的收集、保存和处理	523
18.13.1 方法适用范围	507	19.4.7 操作步骤	523
18.13.2 方法摘要	507	19.4.8 质量控制	529
18.13.3 干扰	507	19.4.9 方法性能	530
18.13.4 设备和材料	507	19.5 硅胶净化法	533
18.13.5 试剂	508	19.5.1 方法适用范围	533
18.13.6 样品的收集、保存和处理	508	19.5.2 方法摘要	533
18.13.7 操作步骤	508	19.5.3 干扰	534
18.13.8 质量控制	509	19.5.4 设备和材料	534
参考文献	509	19.5.5 试剂	534
第 19 章 有机物的净化	511	19.5.6 样品的收集、保存和处理	535
19.1 有机化合物的净化	511	19.5.7 操作步骤	535

19.5.8	质量控制	539	20.1.4	设备和材料	567
19.5.9	方法性能	540	20.1.5	试剂	570
19.6	凝胶渗透净化法	540	20.1.6	样品的收集、保存和处理	570
19.6.1	方法适用范围	540	20.1.7	操作过程	570
19.6.2	方法摘要	546	20.1.8	质量控制	582
19.6.3	干扰	546	20.1.9	方法性能	588
19.6.4	设备和材料	546	20.2	EDB/DBCP 的检测	589
19.6.5	试剂	547	20.2.1	适用范围	589
19.6.6	样品的收集、保存和处理	548	20.2.2	方法摘要	589
19.6.7	操作步骤	548	20.2.3	干扰	589
19.6.8	质量控制	553	20.2.4	设备和材料	590
19.6.9	方法性能	553	20.2.5	试剂	590
19.7	酸-碱分配净化法	553	20.2.6	样品的采集、保存和处理	591
19.7.1	方法适用范围	553	20.2.7	步骤	591
19.7.2	方法摘要	554	20.2.8	质量控制	592
19.7.3	干扰	554	20.3	丙烯腈、丙烯酰胺、丙烯醛和乙腈 的检测	593
19.7.4	设备和材料	554	20.3.1	丙烯腈的气相色谱分析方法	593
19.7.5	试剂	554	20.3.2	丙烯酰胺的气相色谱分析方法	596
19.7.6	样品的收集、保存和处理	555	20.3.3	乙腈的气相色谱分析方法	600
19.7.7	操作步骤	555	20.3.4	丙烯酰胺、丙烯腈和丙烯醛的 高效液相色谱分析方法	603
19.7.8	质量控制	556	20.4	挥发性有机化合物	605
19.8	硫净化法	556	20.4.1	非卤代有机物的气相色谱法 分析	605
19.8.1	方法适用范围	556	20.4.2	挥发性卤代物和芳香烃的气相 色谱分析	617
19.8.2	方法摘要	557	20.4.3	挥发性有机化合物的气相色谱/ 质谱 (GC/MS) 分析	626
19.8.3	干扰	557	20.5	农药	651
19.8.4	设备和材料	557	20.5.1	有机氯农药的气相色谱分析	651
19.8.5	试剂	557	20.5.2	有机磷农药的气相色谱分析	669
19.8.6	样品收集、保存和处理	557	20.5.3	氨基甲酸酯类农药的液相色谱 分析	681
19.8.7	操作步骤	558	20.5.4	含氮类农药和对二氨基联苯类 化合物的高效液相色谱/质谱 分析	686
19.8.8	质量控制	559	20.5.5	氯代除草剂的气相色谱分析	696
19.8.9	方法性能	559	20.6	酚类化合物	709
19.9	硫酸/高锰酸钾净化法	559	20.7	邻苯二甲酸酯类化合物	722
19.9.1	方法适用范围	559	20.8	氯代醚类化合物	729
19.9.2	方法摘要	559	20.9	氯代苯类化合物	735
19.9.3	干扰	559	20.10	硝基苯/环酮类化合物	744
19.9.4	设备和材料	559	20.11	苯胺及苯胺衍生物	753
19.9.5	试剂	560	20.12	半挥发性有机物	758
19.9.6	样品的收集、保存和处理	560	20.13	二噁英类	787
19.9.7	操作步骤	560			
19.9.8	质量控制	561			
参考文献		561			
第 20 章	有机物化合物的检测	563			
20.1	色谱法检测有机化合物	563			
20.1.1	适用范围	563			
20.1.2	方法摘要	565			
20.1.3	干扰/色谱性能	566			

20.13.1	多氯二苯并二噁英/多氯二苯并呋喃的高分辨气相色谱/低分辨质谱 (HRGC/LRMS) 分析	787	20.14.4	PAHs 和 PCBs 的气相色谱/质谱法分析	866
20.13.2	多氯二苯并二噁英 (PCDDs) 和多氯二苯并呋喃 (PCDFs) 的高分辨气相色谱/高分辨质谱联用仪 (HRGC/HRMS) 分析	813	20.15	醛类化合物	876
20.14	PAHs & PCBs	839	20.16	不挥发性有机化合物	889
20.14.1	多环芳烃的气相色谱分析	839	20.17	亚硝胺类化合物	904
20.14.2	多氯联苯 (PCBs) 的气相色谱分析	843	20.18	爆炸物	909
20.14.3	多环芳烃的液相色谱分析	862	20.18.1	硝基芳香化合物和硝基胺类化合物的液相色谱分析	909
			20.18.2	特屈拉辛的液相色谱分析	914
			20.18.3	硝化甘油的液相色谱分析	917
			参考文献		920

上篇 基 础 篇

第 1 章 土壤和固体废弃物监测分析方法的基础 知识及质量管理与保证

1.1 分析实验室的要求及配置

1.1.1 天平室及配置

天平室是完成样品称量的场所，它的位置应靠近样品的前处理室，天平室的房间面积以 15m^2 为宜，最好具有隔离过道的双道门，具有防尘和缓冲的作用。放置天平的台子应具有独立地基（一楼天平室），在二楼或以上楼层的天平室，虽然不能设计独立地基，但是放置天平的台面应该是较厚的水泥制台面，以防意外的震动影响天平的性能和使用。每层实验室应有各自的天平室。天平室应该恒温、恒湿，安装空调，墙上应挂有温度计和湿度计，天平放置的位置应避免阳光直接照射，每台天平应配有防尘罩，不使用天平时应将天平罩好。使用前和使用后要检查天平零点，并填好天平的使用记录。经常注意更换天平中的干燥剂，严格按天平操作规则使用，定期由计量部门进行质量检定。每台天平必须有使用记录和检定维修技术档案。

每间天平室安放两台万分之一天平为宜，最好不要超过三台，因为同时使用天平人数太多会影响正常的称量。微量元素分析使用精度为万分之一（标尺分度值 0.1mg ）天平就能满足使用，因为 0.1mg 的精度引起的称量误差最大为 $\pm 0.2\text{mg}$ ，若称 1g 样品，其相对误差为 0.02% ，称量 0.1g 样品，其相对误差为 0.2% ，完全能满足分析误差的要求。因为在分析的全过程中，造成误差最大的一步是样品的定量移取和定容，容量瓶和移液管刻度误差最小为 0.2% ，从误差传递的角度来分析，称量引起的误差很小，可以忽略。所以使用 0.1mg 精度的天平就完全可以满足要求，没有必要追求使用更精密的分析天平，同样称量大于 1g 以上的样品，使用千分之一（ 1mg ）天平就可以了。天平室如何配置天平，表 1-1 中介绍了国产及进口的分析天平。

表 1-1 分析天平的规格型号及技术参数

名 称	规格型号	技 术 参 数	产 地
电子分析天平	FA1004	$100\text{g}/0.1\text{mg}$	中国
电子分析天平	FA2004	$200\text{g}/0.1\text{mg}$	中国
电子分析天平	FC104	$110\text{g}/0.1\text{mg}$	中国
电子分析天平	FC204	$200\text{g}/0.1\text{mg}$	中国
光学分析天平	TG328A	$200\text{g}/0.1\text{mg}$	中国
光学分析天平	TG328B	$200\text{g}/0.1\text{mg}$	中国
单盘分析天平	DTG160	$160\text{g}/0.1\text{mg}$	中国
一级精密天平	TG128	$200\text{g}/0.02\text{mg}$ (十万分之二)	中国
微量天平	TG332A	$20\text{g}/0.01\text{mg}$ (十万分之一)	中国
精密微量天平	TG335	$2\text{g}/0.001\text{mg}$ (百万分之一)	中国
电子精密天平	JA1003	$100\text{g}/1\text{mg}$ (千分之一)	中国

续表

名 称	规格型号	技 术 参 数	产 地
电子精密天平	JA2003	200g/1mg(千分之一)	中国
单盘分析天平	TG729C	100g/1mg(千分之一)	中国
电子天平	JY1002	100g/10mg(百分之一)	中国
电子天平	JY2002	200g/10mg(百分之一)	中国
电子分析天平	AB104-S/A	0~110g/0.1mg	瑞士
电子分析天平	AB204-S/A	0~220g/0.1mg	瑞士
电子分析天平	GR120	120g/0.1mg	日本
电子分析天平	HM-200	210g/0.1mg	日本
电子分析天平	AP110	110g/0.1mg	美国
电子分析天平	AP210	210g/0.1mg	美国
电子分析天平	AX204	220g/0.1mg	瑞士
电子分析天平	AX205	220g/0.01/0.1mg(变量程,万分之一至十万分之一)	瑞士
电子分析天平	AX105	110g/0.01/0.1mg(变量程,万分之一至十万分之一)	瑞士
电子分析天平	BS210S	210g/0.1mg	德国
电子分析天平	BS110S	110g/0.1mg	德国
电子分析天平	ME215S	210g/0.01mg	德国
电子天平	PR203	210g/0.001mg	瑞士
电子天平	SE2020	200g/1mg	美国
电子天平	BP211D	8/210g/0.01/0.1mg	德国
电子天平	BP301S	303g/0.1mg	德国
电子天平	BP221S	220g/0.1mg	德国
电子天平	BP121S	120g/0.1mg	德国
电子天平	LA310S	310g/0.1mg	德国
电子天平	LA230S	230g/0.1mg	德国
电子天平	LA120S	120g/0.1mg	德国
电子天平	ME254S	250g/0.1mg	德国
电子天平	ME414S	410g/0.1mg	德国
电子天平	ME215P	60/110/210g/0.01/0.02/0.05mg	德国

1.1.2 高温室及配置

分析实验室中的高温室是指对试样进行高温处理的场所。如试样需要干法消解时,一般是在高温炉(马弗炉)中进行,高温炉的温度可达到1500℃左右;有些样品则需要在恒温干燥箱(烘箱)中进行恒温处理,如采用密封高压消解罐分解样品时,需将它放入干燥箱中进行。这种封闭式的高温加热设备应集中安置在高温室。

高温室的面积以15m²为宜,一间高温室放置一台高温炉和两台干燥箱较为合适,既可满足常规的需要又可保证实验空间的合理性。

放置高温设备的台面应是水泥台面而不能使用木质台面。室内应有自来水水池,用于迅速冷却加热的溶样罐;室内应有通风橱,用于样品处理后赶酸和排除室内的热量;室内应安装空调,调节室内温度,尤其在夏季,维持室内温度更为重要。