



环境水质监测 质量保证手册

第二版

中国环境监测总站 编
《环境水质监测质量保证手册》编写组

化学工业出版社

环境水质监测 质量保证手册

第 二 版

中 国 环 境 监 测 总 站
《环境水质监测质量保证手册》编写组 编

化学工业出版社

· 北 京 ·

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

环境水质监测质量保证手册/中国环境监测总站《环境水质监测质量保证手册》编写组编. —2版.

—北京:化学工业出版社,1994

ISBN 7-5025-1378-7

I. 环… I. 中… III. 水质监测-质量保证-手册 IV. X 832-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(94)第 05761 号

责任编辑:袁珊堂

封面设计:吴 亭

*

化学工业出版社 出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号)

北京市联华印刷厂印刷

河北省三河市前程装订厂装订

新华书店北京发行所经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 31 3/4 字数 783 千字

1994 年 8 月 第 2 版 1994 年 8 月 北京第 1 次印刷

印 数 1—7,100

定 价 精 装 27.80 元

第二版前言

由中国环境监测总站组织环境监测系统部分监测中心站联合编写的《环境水质监测质量保证手册》(以下简称《手册》),自1984年问世以来,以其内容丰富翔实、对水质监测质量保证与质量控制(QA/QC)工作的开展起到明显作用而深受有关各界的公认与好评,并于1988年荣获第四届全国优秀科技图书评选二等奖。这些殊荣都给予作者以极大的鼓舞。

十年来,《手册》在环境监测、环境科学研究、环境影响评价和企业管理等诸多方面得到了广泛应用。经过众多科研与监测技术人员的大量实践,积累了比较丰富的经验。环境监测与科研涉及广泛的空间和时间,工作中常需要较多实验室和技术人员参加,而要获得准确一致和可比的结果,必须实行严格的质量保证与质量控制。多年来的实践使环境水质监测的质量保证程序和质量控制的科学方法得到普及和推广,提高了监测技术人员的业务素质和技术水平;通过开展重点城市监测站及网络监测站质控考核、重点城市环境综合整治定量考核、甲级与乙级环境影响评价证书的质控考核,以及在国家有关重点科技攻关课题中推行QA/QC等,促进了监测质量和科研水平的提高。在总结实际经验的基础上,又逐步推行监测人员的质控考核和持合格证上岗的制度以及创建、评选优质监测实验室和开展计量认证等工作,这些都进一步加强了环境监测的质量管理,并业已初步形成制度。

当前,我国的环境保护工作已逐步形成了一系列强化管理制度,要求环境监测必须为环境管理服务,为环境管理提供技术支持、技术监督和技术服务。与此同时,也要求环境管理要依靠环境监测。在此新形势下,环境监测不仅要做好环境质量监测,还要进一步开拓并做好污染源监测;在进行浓度控制监测的同时,也要进一步开拓污染物总量控制的监测;在完成城市环境监测时,更要逐步开拓生态环境的监测。

鉴于我国环境保护事业的不断发展以及监测分析及其QA/QC在科学性和技术性等方面都有了不少新进展,根据积累的新经验与面临的新形势及广大读者的要求,中国环境监测总站及各位作者以极大的热忱与责任感对《手册》进行了修订。

第二版与第一版相比仍保留了原结构,其内容主要是加强了水质采样和实验室监测的 QA/QC 技术和程序,增加了新的经验。

第一篇加强了采样的 QA/QC,着重补充了优化布点和污染源采样方面的技术和理论,以及采集现场质控样的有关内容。

第二篇除改写了一些基本操作技术外,增补了某些新玻璃仪器和常用分析仪器的操作误差来源与预防方法。

细菌和放射性物质监测的 QA/QC 将另成册,第二版内已删除这方面的内容。

第三篇补充了数据处理的某些新方法,增写了微机处理数据的质量控制。结合十年的工作经验,依据国家有关标准,介绍了方法验证的程序和标准方法编制要求,着重讨论了实验室内分析质量控制技术和污染源监测的质量控制,以及实验室间系统误差的检验方法,增补了新的标准物质和有机标样及其研制等内容。

在组织修订工作中,首先约请第一版的原作者继续合作。当某些原作者由于工作性质变动等原因不再参加编著或推荐新作者时,经慎重考虑后约请了部分新作者。这些新、老作者都是理论水平较高、实际经验丰富、在第一线从事专业工作多年的专业技术人员。

在《手册》修订过程中,承蒙寇洪如、郑用熙、朱裕栋、陈维杰、王维德等专家对文稿有关部分分别进行了审阅和指导;吴鹏鸣、刘振庄、陈佩璇、何金娣、戴克慧等提供了有关的技术资料;全书由魏复盛先生总审。对此,一并表示诚挚的谢意。

由于作者业务水平和工作经验的局限性,《手册》第二版尚存在诸多不尽如意之处,殷切希望广大同行与各界读者继续给予关怀和支持,在诸如废水的测流和采样技术,总量控制监测技术,样品的保存技术,废水监测 QA/QC 的有效方法,废水中有机污染物的采样、分离及测量的系统方法与质量保证,废水监测用的系列化标准样品与质控样品的研制和使用等各领域,不断开拓、研究新技术,总结新经验。我们热诚地欢迎来自各方面的新观点、新技术和新经验,以使《手册》能得到不断的充实和完善,更好地为广大读者服务。

中国环境监测总站

1994 年春于北京

前 言

质量保证是环境监测十分重要的技术工作和管理工作。环境监测的对象具有成分复杂,随机多变,时间、空间、量级上分布广泛,不易准确测量等特点。我国环境保护系统尚未建立统一的环境监测质量保证程序,因此,难免出现调查资料互相矛盾,有些监测数据不能利用的现象。许多大规模的环境调查,常需要在同一时间,由许多实验室同时参加分析监测,这就要求各实验室提供的数据具有足够的准确性和可比性,以便作出正确的结论。科学地管理环境监测的各个环节、提高监测分析质量、保证数据准确可靠,是当前环境监测必须重视并应切实解决的问题。环境监测质量保证和质量控制,是一种保证监测数据准确可靠的方法,也是科学管理实验室的有效措施,可以大大提高数据的质量,使环境监测建立在可靠的基础之上。

环境监测质量保证是整个环境监测过程的全面质量管理,包含了保证环境监测数据正确可靠的全部活动和措施。其主要内容是制订良好的监测计划;根据需求和可能、经济成本和效益,确定对监测数据的质量要求;规定相应的分析测量系统等。诸如采样方法,样品处理和保存,实验室供应,仪器设备、器皿的选择和校准,试剂、基准物质的选用,分析测量方法,质量控制程序,数据的记录和整理,技术培训,实验室的清洁度和安全,以及编写有关的文件、指南、手册等,均属质量保证的具体内容。

环境监测质量控制是对于分析过程的控制方法,它是质量保证的一部分。质量控制包括内部质量控制和外部质量控制,内部质量控制包括空白试验、校准曲线核查、仪器设备定期标定、平行样分析、加标样分析,密码样品分析,编制质量控制图等,是实验室自我控制质量的常规程序。外部质量控制一般由常规监测之外的有经验人员来执行,以便对数据质量进行独立的评价,采用的方法有分析测量系统的现场评价和分发标准样品进行实验室间的评价。其目的在于协助各实验室发现问题,提高监测质量。

美国和西欧的一些国家开展环境监测质量保证工作较早,已积累了一定的经验。美国在水、空气、细菌监测方面规定了质量保证的一系

列程序,制订了相应的文件。目前,国际间环境监测工作也开始注意质量保证问题。世界卫生组织(WHO)主持编写的《全球环境监测系统水监测操作指南》中质量控制也占有显著地位。在我国,一些成立较早、技术条件较好的环境监测实验室也已开展了质量保证和质量控制工作,获得了较好的效果。

鉴于我国环境监测站的建设已初具规模,并进行了一定范围和时期的水质监测工作,开展环境水质监测的质量保证和质量控制工作已具备一定条件。为此,我们在总结我国环境水质监测工作经验的基础上,吸取了国外环境水质监测质量保证的实用方法,编写了这本《环境水质监测质量保证手册》(以下简称《手册》),作为一个开端,以便为更好地开展环境监测质量保证工作并为正确实施《环境监测分析方法》、《污染源统一监测分析方法》提供实用的工具和资料。《手册》内容包括水质监测采样质量保证、水质监测实验室基础及水质监测实验室质量保证等三篇,比较全面地阐述了水质监测质量保证和实验室质量控制的内容、程序、方法和必要的管理制度,可供各级环境监测站和环境科研、环境管理工作者使用和参考。本《手册》仅包含了水质监测的最基本的内容,由于各地情况相差很大,某些特殊环境和特殊条件未能一一列入,有待以后逐步补充。

我们在环境监测质量保证领域尚缺乏完整经验,因而这本《手册》的内容不可避免地存在着局限性和不成熟、不完善的地方,又由于编写者的水平所限,《手册》中也会有错、漏和不当之处,请各单位和各界读者随时提出意见,告知中国环境监测总站,以便不断修改完善。

城乡建设环境保护部环境保护局监测处的同志对《手册》的编写给了具体指导和帮助;各有关单位和专家对《手册》的内容和初稿提出了宝贵意见,并提供了部分资料与素材,谨此一并致谢。

《环境水质监测质量保证手册》总编组

1984年元月于北京

《环境水质监测质量保证手册》由城乡建设环境保护部环境保护局委托中国环境监测总站组织环境监测系统的有关单位共同编写。参加编写的单位和人员名单如下(按在《手册》正文中出现的先后顺序排列)。

编 写 单 位

| | |
|--------------|------------|
| 中国环境监测总站 | 长沙市环境保护监测站 |
| 北京市环境保护监测中心 | 吉林市环境保护监测站 |
| 湖南省环境保护监测站 | 杭州市环境保护监测站 |
| 浙江省环境保护监测站 | 安徽省环境保护监测站 |
| 北京市环境保护科学研究所 | 陕西省环境保护监测站 |
| 重庆市环境科研监测所 | |

编 写 人 员

总编组：吴鹏鸣 刘培哲 章亚麟 李颀君
第一篇主编：曾北危 李 健
第二篇主编：胡望钧 许征帆
第三篇主编：吴鹏鸣
各章编写人员：李 健 唐尚筠 夏劲松 郭希利 邴馨若
黄家矩 刘士励 李颀君 许征帆 郑 宋 吴乾丰 章亚麟
胡望钧 胡雅晖 沈叔平 严文凯 丁国斌 程少庄 全 浩

内 容 提 要

本书第二版仍保留第一版原有结构,即以质量保证为中心介绍水质监测质量保证工作过程的三个步骤:采样;实验室基础;实验室质量保证。与第一版相比,第二版作了大量修订补充,总修订量约占全书篇幅的70%。第一篇加强了采样的质量保证和质量控制,着重补充了优化布点和污染源采样的技术和理论以及采集现场质控样的有关内容。第二篇除改写了一些基本操作技术外,还增补了某些新玻璃仪器以及常用分析仪器的操作误差来源与预防方法。第三篇补充了某些数据处理新方法,增写了微机处理数据的质量控制;结合十年来的工作经验并依据国家有关标准,介绍了方法验证的程序和标准方法编制要求;着重讨论了实验室内分析质量控制技术以及实验室间系统误差的检验方法;增补了新的标准物质和有机标样及其研制等内容。

目 录

| | |
|------------------------------|----|
| 总 论..... | 1 |
| 第一篇 水质监测采样质量保证与质量控制 | |
| 引 言..... | 9 |
| 第一章 监测站位设计 | 10 |
| 第一节 地面水监测站位设计..... | 11 |
| 一、调查研究和资料收集..... | 12 |
| 二、理论计算..... | 12 |
| 三、站位的确定..... | 13 |
| (一)对照(或背景)断面的 确定..... | 13 |
| (二)控制断面的确定..... | 13 |
| (三)消减断面的确定..... | 14 |
| (四)湖泊、水库中采样断面 的确定..... | 14 |
| (五)潮汐河流监测断面的 确定..... | 15 |
| 四、采样点位置的确定..... | 15 |
| (一)河流采样点位置的确定 | 15 |
| (二)湖泊、水库采样点位置 的确定..... | 16 |
| (三)河口(感潮河流)采样点 位置的确定..... | 16 |
| 五、专家会审与论证..... | 17 |
| 六、环保主管部门批准..... | 17 |
| 七、断面和点位编号及断面岸 边标志..... | 17 |
| 第二节 地下水监测站位设计..... | 17 |
| 一、调查研究和资料收集..... | 18 |
| 二、站位的确定..... | 19 |
| (一)优化布点..... | 19 |
| (二)站位的具体调整和确定 原则..... | 19 |
| 三、站位编号..... | 21 |
| 第三节 废水和污水采样站位 设计..... | 22 |
| 一、调查研究和资料收集..... | 22 |
| (一)调查工业用水情况..... | 22 |
| (二)调查工业废水类型..... | 23 |
| (三)调查工业废水的排污去 向..... | 28 |
| (四)调查生活污水的排放情 况..... | 28 |
| 二、站位的确定..... | 29 |
| (一)工业废水采样点的确定..... | 29 |
| (二)综合排污口、排污渠采样 点的确定..... | 30 |
| 第四节 沉积物监测站位设计..... | 30 |
| 一、调查研究和资料收集..... | 30 |
| 二、站位的设置..... | 31 |
| (一)采样断面的设置..... | 31 |
| (二)采样点的设置..... | 31 |
| (三)柱状样品采样点的设置..... | 31 |
| 第二章 监测频率和监测项目 | 32 |
| 第一节 地面水监测频率和监测 项目..... | 32 |
| 一、监测频率的确定..... | 32 |
| (一)根据实际情况确定..... | 32 |
| (二)理论计算..... | 32 |
| 二、监测项目的确定..... | 33 |
| 第二节 地下水监测频率和监测 项目..... | 33 |
| 一、监测频率的确定..... | 33 |
| (一)根据实际情况确定..... | 33 |
| (二)理论计算..... | 34 |
| 二、监测项目的确定..... | 34 |

| | | | |
|-----------------------------|----|---------------------------|----|
| (一)常规监测项目的确定..... | 34 | 第三节 悬浮物样品的采集和采样 | |
| (二)特殊项目选测..... | 34 | QA/QC | 65 |
| 第三节 废水和污水监测频率和 | | 一、悬浮物样品的采集 | 65 |
| 监测项目 | 34 | 二、悬浮物样品的分离 | 66 |
| 一、监测频率的确定 | 34 | (一)压滤法 | 66 |
| (一)车间排污口 | 34 | (二)吸滤法 | 66 |
| (二)工厂排污口 | 35 | 三、悬浮物采样的 QA/QC | 67 |
| (三)城市主要入江排污口 | 35 | 第四节 沉积物样品的采集及 | |
| (四)确定采样频率和采样方法 | | 采样 QA/QC | 67 |
| 的注意事项 | 35 | 一、样品容器的准备 | 67 |
| 二、监测项目的确定 | 36 | 二、采样设备和采样方法 | 67 |
| 第四节 水体沉积物监测频率和 | | 三、沉积物采样的 QA/QC | 67 |
| 监测项目 | 38 | 四、柱状沉积物岩芯样品采集 | |
| 一、监测频率的确定 | 38 | 及采样 QA/QC | 69 |
| 二、监测项目的确定 | 38 | (一)样品采集 | 69 |
| 第三章 采样方法、采样设备及采样的质量 | | (二)样品采集的 QA/QC | 70 |
| 保证与质量控制(QA/QC) | 39 | (三)采样记录 | 70 |
| 第一节 地面水和地下水的采样方法、 | | 第四章 样品保存、运输及其质量保证 | |
| 采样设备和采样 QA/QC | 39 | 与质量控制(QA/QC) | 72 |
| 一、采样前的准备 | 39 | 第一节 水样的保存方法及 | |
| (一)容器材质的选择 | 39 | QA/QC | 72 |
| (二)容器的封口材料 | 40 | 一、水样的保存要求 | 72 |
| (三)容器的洗涤 | 40 | 二、水样的保存方法 | 72 |
| 二、水样采集和采样设备及采样 | | (一)冷藏法 | 72 |
| QA/QC | 40 | (二)化学法 | 72 |
| (一)水质物理化学特征的现场测定 | | 三、对保存剂的要求 | 73 |
| 与描述 | 40 | 四、保存剂的添加 | 73 |
| (二)水文参数的测量 | 41 | 五、水样的过滤和离心分离 | 73 |
| (三)采样方法、采样设备及采样 | | 六、水样的保存技术 | 74 |
| QA/QC | 41 | 七、水样管理 | 75 |
| 三、采样中的质量控制样 | 52 | 第二节 固体样品的保存、处理 | |
| (一)密码质控样 | 52 | 和 QA/QC | 79 |
| (二)现场-实验室质控样 | 52 | 一、沉积物样品的保存和处理 | 79 |
| 第二节 废水和污水采样方法、采样设备 | | 二、悬浮物样品的保存和处理 | 81 |
| 和采样 QA/QC | 53 | 第三节 样品运输的 QA/QC | 81 |
| 一、采样前的准备 | 53 | 第四节 采样安全 | 82 |
| 二、样品采集 | 53 | 一、水质采样的安全要求 | 82 |
| (一)流量测量 | 54 | 二、采样设备的安全操作要求 | 83 |
| (二)采样方法、采样设备及采样 | | 三、采样设备的安全运输 | 83 |
| QA/QC | 64 | 第一篇主要参考文献 | 84 |

第二篇 水质监测实验室基础

| | | | |
|----------------------------|----|----------------------------|-----|
| 第五章 分析仪器 | 85 | 维护..... | 97 |
| 第一节 一般注意事项 | 85 | 三、电极 | 97 |
| 一、验收 | 85 | (一)玻璃电极的使用和维护..... | 97 |
| (一)开箱清点..... | 85 | (二)参比电极的使用和维护..... | 98 |
| (二)安装调试..... | 85 | 四、标准缓冲溶液的配制与 | |
| 二、操作使用 | 86 | 使用 | 98 |
| 三、仪器的维护和管理 | 86 | 五、测量时的注意事项 | 99 |
| (一)定期维护..... | 86 | 第四节 离子选择性电极 | 99 |
| (二)仪器技术档案..... | 86 | 一、概述 | 99 |
| 第二节 天平和砝码 | 86 | 二、原理 | 99 |
| 一、概述 | 86 | 三、特点 | 100 |
| 二、天平的分类与分级 | 86 | (一)线性范围广..... | 100 |
| (一)天平的分类..... | 86 | (二)快速..... | 100 |
| (二)天平的分级..... | 87 | (三)应用范围宽..... | 100 |
| 三、天平的计量性能指标 | 87 | (四)设备简单..... | 100 |
| 四、天平的检定 | 88 | (五)用样量少..... | 100 |
| (一)外观检查..... | 88 | (六)离子选择性电极法的局限 | |
| (二)计量性能检定..... | 88 | 性 | 100 |
| (三)检定结果的处理..... | 91 | 四、仪器与电极的正确使用 | 101 |
| 五、天平的使用和维护 | 91 | 五、测量误差来源与消除方法 | 102 |
| (一)天平的正确使用..... | 91 | (一)仪器..... | 102 |
| (二)天平的维护..... | 92 | (二)离子选择性电极和参比 | |
| 六、天平的常见故障及其调修 | 93 | 电极 | 102 |
| (一)横梁摆动异常..... | 93 | (三)溶液..... | 102 |
| (二)横梁自落..... | 93 | (四)测量条件..... | 102 |
| (三)横梁扭转..... | 93 | 第五节 电导仪 | 103 |
| (四)跳针..... | 93 | 一、概述 | 103 |
| (五)带针..... | 94 | 二、电导仪的级别 | 103 |
| (六)吊耳倾侧及脱耳..... | 94 | 三、仪器的主要性能指标 | 104 |
| (七)光学系统的常见故障..... | 94 | 四、仪器的校正 | 104 |
| 七、砝码 | 95 | (一)电导池常数的测定..... | 104 |
| (一)砝码的等级和用途..... | 95 | (二)电导值刻度的校正..... | 105 |
| (二)砝码的允差..... | 95 | (三)温度系数的测定和温度 | |
| (三)砝码的正确使用..... | 96 | 校正 | 105 |
| (四)砝码的保养..... | 97 | 五、仪器的维护 | 105 |
| 第三节 pH计 | 97 | (一)电气部分的维护..... | 105 |
| 一、概述 | 97 | (二)电导池的维护..... | 106 |
| 二、使用的注意事项与日常 | | 六、电导率测定的注意事项 | 106 |

| | | | |
|----------------|-----|----------------|-----|
| 第六节 测汞仪 | 106 | (二)光电倍增管 | 117 |
| 一、冷原子荧光测汞仪 | 106 | (三)燃烧器火焰 | 117 |
| (一)概述 | 106 | (四)雾化器 | 117 |
| (二)仪器的主要性能指标 | 106 | (五)乙炔气钢瓶 | 117 |
| (三)仪器的正常安置 | 107 | (六)测定与维护 | 117 |
| (四)测定条件的设定和影响 | | 三、最佳测定条件的选择 | 117 |
| 测定的因素分析 | 107 | (一)空心阴极灯电流 | 118 |
| (五)仪器的日常维护及常见 | | (二)通带宽度 | 118 |
| 故障排除 | 108 | (三)波长 | 118 |
| 二、冷原子吸收测汞仪 | 109 | (四)增益 | 118 |
| (一)概述 | 109 | 四、火焰原子吸收法操作注意 | |
| (二)仪器的主要性能指标 | 109 | 事项 | 118 |
| (三)仪器的正确使用与 | | (一)灵敏度检查 | 118 |
| 日常维护 | 109 | (二)粘度及雾化效率 | 118 |
| (四)影响测量结果的因素 | | (三)线性范围 | 118 |
| 分析 | 110 | (四)试样的酸化 | 119 |
| (五)常见的误差来源与 | | (五)试剂与器皿 | 119 |
| 消除方法 | 110 | (六)基体影响 | 119 |
| (六)仪器的常见故障与 | | (七)记忆效应 | 119 |
| 排除方法 | 111 | (八)校准曲线 | 119 |
| 第七节 紫外-可见分光光度计 | 111 | (九)背景校正 | 119 |
| 一、概述 | 111 | (十)仪器的常见故障与排除 | 119 |
| 二、仪器的校正 | 112 | 五、石墨炉原子吸收法操作注意 | |
| (一)波长的校正 | 112 | 事项 | 120 |
| (二)吸光度的校正 | 113 | (一)环境因素 | 120 |
| (三)杂散光的校正 | 113 | (二)常用器皿 | 120 |
| (四)比色皿的校正 | 114 | (三)水与试剂 | 120 |
| 三、仪器的使用及维护 | 115 | (四)重复测定 | 120 |
| (一)光源强度调节 | 115 | (五)进样 | 121 |
| (二)仪器的灵敏度检查 | 115 | (六)石墨管和石墨锥 | 121 |
| (三)最佳吸光度范围的选择 | 115 | (七)升温程序的设置 | 121 |
| (四)偏离朗伯-比尔定律的 | | (八)干扰或背景 | 122 |
| 原因 | 115 | (九)气体的种类与流量 | 122 |
| (五)比色皿的沾污 | 116 | (十)记忆效应 | 122 |
| (六)控制仪器的温升 | 116 | 第九节 气相色谱仪 | 122 |
| (七)控制实验条件 | 116 | 一、概述 | 122 |
| 第八节 原子吸收分光光度计 | 116 | 二、气相色谱的分析流程和 | |
| 一、概述 | 116 | 分析方法 | 122 |
| 二、仪器的使用与维护 | 116 | (一)分析流程 | 122 |
| (一)空心阴极灯 | 116 | (二)分析方法 | 122 |

| | |
|----------------------------|-----|
| 三、气相色谱分析的准备 | 124 |
| (一)气路系统 | 124 |
| (二)进样系统 | 124 |
| (三)色谱分离系统 | 125 |
| (四)检测系统 | 126 |
| (五)记录系统 | 128 |
| 四、色谱仪使用的注意事项 | 128 |
| 五、仪器的日常维护 | 129 |
| (一)色谱柱 | 129 |
| (二)流路系统 | 129 |
| (三)检测器 | 129 |
| (四)微量注射器 | 129 |
| (五)进样器 | 129 |
| (六)流量计 | 130 |
| 六、异常色谱图的分析 | 130 |
| (一)无峰 | 130 |
| (二)拖尾峰 | 130 |
| (三)大拖尾峰 | 130 |
| (四)前延峰 | 130 |
| (五)重叠峰 | 131 |
| (六)圆头峰 | 131 |
| (七)平顶峰 | 131 |
| (八)怪峰 | 131 |
| (九)主峰后的负尖峰 | 131 |
| (十)主峰前的负尖峰 | 131 |
| (十一)保留值正常而灵敏度 很低 | 132 |
| (十二)保留值增加时灵敏度 降低 | 132 |
| (十三)保留值重复性差 | 132 |
| (十四)连续进样时灵敏度重复 性差 | 132 |
| (十五)基线和记录笔不回零 | 132 |
| (十六)程序升温时基线上升 | 133 |
| (十七)程序升温时基线漂移 | 133 |
| (十八)等温时基线不规则漂 移 | 133 |
| (十九)基线的周期性毛刺 | 133 |
| (二十)基线不能调满程 | 133 |
| (二十一)基线噪声 | 133 |

| | |
|-----------------------------|-----|
| 第六章 玻璃仪器 | 135 |
| 第一节 玻璃仪器的分类与型号 | 135 |
| 一、容器与量器 | 135 |
| (一)容器类 | 135 |
| (二)量器类 | 135 |
| (三)其他常用玻璃仪器 | 136 |
| 二、组合玻璃仪器 | 138 |
| (一)分馏装置 | 139 |
| (二)亚沸蒸馏器 | 140 |
| (三)脂肪提取器 | 141 |
| (四)K-D 蒸发浓缩器 | 141 |
| (五)旋转蒸发浓缩器 | 142 |
| (六)半自动精密微量移液 装置 | 142 |
| (七)精密微量注射进样器 | 145 |
| 第二节 玻璃仪器的洗涤 | 145 |
| 一、洗涤液的配制和使用 | 145 |
| (一)强酸性氧化剂洗液 | 145 |
| (二)碱性高锰酸钾洗液 | 146 |
| (三)纯酸洗液 | 146 |
| (四)纯碱洗液 | 146 |
| (五)有机溶剂 | 146 |
| (六)RBS 洗剂 | 146 |
| 二、玻璃仪器洗涤法 | 147 |
| (一)例行洗涤法 | 147 |
| (二)不便刷洗的玻璃仪器 洗涤法 | 147 |
| (三)水蒸汽洗涤法 | 147 |
| (四)特殊的清洁要求 | 147 |
| 三、玻璃仪器的干燥 | 148 |
| (一)控干 | 148 |
| (二)烘干 | 148 |
| (三)吹干 | 148 |
| (四)烤干 | 148 |
| 四、玻璃仪器的保存 | 148 |
| 第三节 量器的容量检定 | 149 |
| 一、量器的等级和公差 | 149 |
| (一)精度(容量的允许误差) | 149 |
| (二)流出时间 | 149 |
| 二、量器的校准 | 150 |

| | | | |
|-------------------------|------------|-------------------------|------------|
| (一) 滴定管的校准..... | 152 | 四、去离子水..... | 160 |
| (二) 移液管的校准..... | 153 | (一) 离子交换树脂..... | 160 |
| (三) 量瓶的校准..... | 153 | (二) 交换床..... | 161 |
| 第七章 化学试剂与试液..... | 154 | (三) 树脂处理..... | 161 |
| 第一节 化学试剂..... | 154 | (四) 注意事项..... | 161 |
| 一、试剂的质量规格和用途..... | 154 | 第三节 普通试液..... | 162 |
| (一) 一般试剂..... | 154 | 一、定义..... | 162 |
| (二) 高纯试剂..... | 154 | 二、一般规定..... | 162 |
| (三) 其他规格的试剂..... | 154 | (一) 水和溶剂..... | 162 |
| 二、试剂的使用和保存..... | 155 | (二) 溶质..... | 162 |
| (一) 使用..... | 155 | (三) 容器..... | 162 |
| (二) 保存..... | 155 | 三、浓度表示方法..... | 162 |
| 三、试剂的提纯与精制..... | 156 | (一) 物质的量浓度(原称摩尔 | |
| (一) 蒸馏法..... | 156 | 浓度)..... | 162 |
| (二) 等温扩散法..... | 156 | (二) 质量分数浓度(原称重量百 | |
| (三) 重结晶法..... | 156 | 分比浓度)..... | 162 |
| (四) 冻结法..... | 157 | (三) 体积分数浓度(原称体积百 | |
| (五) 萃取法..... | 157 | 分比浓度)..... | 163 |
| (六) 醇析法..... | 157 | (四) 体积比浓度..... | 163 |
| (七) 其他方法..... | 157 | 四、试液的使用和保存..... | 163 |
| 第二节 水..... | 157 | 第四节 指示剂和指示液..... | 163 |
| 一、实验室用水的质量要求..... | 158 | 一、定义..... | 163 |
| (一) 外观..... | 158 | 二、一般规定..... | 163 |
| (二) 等级..... | 158 | (一) 名称..... | 163 |
| (三) 质量指标..... | 158 | (二) 浓度..... | 163 |
| (四) 贮存..... | 158 | (三) 水和溶剂..... | 163 |
| 二、实验室用水的质量检验..... | 158 | 三、指示剂..... | 164 |
| (一) pH 值测定..... | 159 | (一) pH 指示剂..... | 164 |
| (二) 电导率测定..... | 159 | (二) 氧化还原指示剂..... | 164 |
| (三) 可氧化物检验..... | 159 | (三) 络合指示剂..... | 165 |
| (四) 吸光度测定..... | 159 | (四) 吸附指示剂..... | 165 |
| (五) 二氧化硅测定..... | 160 | (五) 荧光指示剂..... | 165 |
| 三、特殊要求的实验用水..... | 160 | 四、试纸..... | 166 |
| (一) 不含氯的水..... | 160 | 五、pH 指示液..... | 166 |
| (二) 不含氨的水..... | 160 | (一) 常用 pH 指示液..... | 166 |
| (三) 不含二氧化碳的水..... | 160 | (二) 双组分混合 pH 指示液..... | 166 |
| (四) 不含酚的水..... | 160 | (三) 多组分混合 pH 指示液..... | 167 |
| (五) 不含砷的水..... | 160 | 第五节 缓冲溶液..... | 167 |
| (六) 不含铅(重金属)的水..... | 160 | 一、定义..... | 167 |
| (七) 不含有机物的水..... | 160 | 二、一般规定..... | 168 |

| | | | |
|--------------------|-----|-------------------------|-----|
| 三、缓冲溶液的种类 | 168 | (三)沉淀的条件 | 177 |
| (一)弱酸与弱酸盐缓冲溶液 | 168 | (四)纯净沉淀的获得 | 179 |
| (二)弱碱与弱碱盐缓冲溶液 | 168 | 二、沉淀的过滤 | 179 |
| (三)酸式盐与碱式盐缓冲溶液 | 168 | (一)滤器和滤材 | 179 |
| (四)单一盐缓冲溶液 | 168 | (二)滤器和滤材的选用 | 180 |
| 四、缓冲溶液的选用 | 169 | (三)沉淀的过滤 | 180 |
| 五、缓冲溶液的配制 | 169 | 三、沉淀的洗涤 | 181 |
| (一)醋酸-醋酸钠缓冲溶液 | 169 | 四、干燥 | 181 |
| (二)氨水-氯化铵缓冲溶液 | 169 | 五、灼烧 | 182 |
| (三)磷酸盐缓冲溶液 | 169 | (一)灼烧设备 | 182 |
| (四)邻苯二甲酸盐缓冲溶液 | 170 | (二)灼烧容器 | 182 |
| (五)混合酸盐缓冲溶液 | 170 | 六、称量 | 183 |
| 六、标准缓冲溶液 | 171 | (一)称样量的选择 | 183 |
| (一)定义 | 171 | (二)称量方法的选择 | 184 |
| (二)标准缓冲溶液的pH值 | 171 | (三)称量误差 | 184 |
| (三)标准缓冲溶液的配制要求 | 172 | 第二节 容量分析操作技术 | 185 |
| 第六节 标准溶液 | 172 | 一、移液 | 185 |
| 一、定义 | 172 | (一)移液管的选择原则 | 185 |
| 二、一般要求 | 172 | (二)移液注意事项 | 185 |
| (一)溶剂 | 172 | 二、滴定 | 186 |
| (二)试剂 | 173 | (一)容量分析应具备的条件 | 186 |
| (三)仪器 | 173 | (二)滴定管的选择 | 186 |
| (四)浓度 | 173 | (三)滴定量的选择 | 186 |
| 三、标准溶液的配制 | 173 | 三、容量分析法的误差来源 | 186 |
| (一)基准试剂 | 173 | (一)滴定终点与等当点不完全符合所致的滴定误差 | 186 |
| (二)常用的基准试剂 | 173 | (二)滴定条件掌握不当所致的滴定误差 | 187 |
| (三)配制方法 | 174 | (三)滴定管误差 | 187 |
| (四)标定 | 174 | (四)操作者的习惯误差 | 187 |
| 四、标准溶液的管理 | 174 | 第三节 分光光度分析操作技术 | 187 |
| 五、废液 | 175 | 一、分光光度计的校正 | 187 |
| (一)废液的贮存 | 175 | 二、比色皿的选择与使用 | 187 |
| (二)废液的回收利用 | 175 | (一)比色皿的材质 | 187 |
| (三)废液的处理 | 176 | (二)比色皿的光程长度 | 187 |
| 第八章 实验室操作技术 | 177 | (三)比色皿的配套性检验 | 187 |
| 第一节 重量分析操作技术 | 177 | (四)比色皿的使用 | 187 |
| 一、沉淀 | 177 | (五)比色皿的清洗 | 188 |
| (一)沉淀的形成 | 177 | 三、参比液的选择 | 188 |
| (二)沉淀的类型 | 177 | 四、显色剂及其选择原则 | 188 |

| | | | |
|--------------------------------|------------|---------------------------|-----|
| (一)选择性好..... | 188 | (六)易燃液体..... | 202 |
| (二)灵敏度高..... | 188 | (七)压缩气体和液化气体..... | 203 |
| (三)呈色变化鲜明..... | 188 | 二、安全防护措施..... | 203 |
| (四)呈色化合物稳定性好..... | 188 | (一)安全使用..... | 203 |
| (五)呈色化合物组成恒定并 符合一定的化学式..... | 188 | (二)妥善保管..... | 204 |
| (六)呈色反应条件易控制..... | 189 | (三)高压气瓶的安全使用和管 理..... | 205 |
| 五、比色分析的误差来源..... | 189 | 三、实验室灭火..... | 205 |
| (一)方法误差..... | 189 | (一)灭火的紧急措施..... | 205 |
| (二)仪器误差..... | 189 | (二)灭火的方法..... | 206 |
| (三)辨色误差..... | 189 | (三)灭火器的维护..... | 206 |
| 第四节 实验室的一般操作技术..... | 189 | 第二节 防中毒..... | 207 |
| 一、干燥..... | 189 | 一、化学毒物..... | 207 |
| (一)常压加热干燥..... | 189 | (一)中毒途径与特征..... | 207 |
| (二)减压加热干燥..... | 190 | (二)分类..... | 208 |
| (三)化学结合干燥..... | 190 | (三)中毒的预防..... | 208 |
| (四)吸附干燥..... | 190 | (四)中毒的急救..... | 209 |
| (五)常用干燥剂..... | 191 | 二、腐蚀性化学毒物..... | 212 |
| (六)冷冻干燥..... | 193 | (一)特性..... | 212 |
| 二、消解..... | 193 | (二)分类..... | 213 |
| (一)一般规定..... | 193 | (三)常见化学灼伤的急救处 理..... | 213 |
| (二)常用的消解体系..... | 193 | 第三节 安全用电..... | 214 |
| (三)消解操作的注意事项..... | 194 | 一、电气设备安全技术的 基本要求..... | 215 |
| 三、萃取..... | 194 | (一)管线..... | 215 |
| (一)间歇萃取..... | 195 | (二)设备与实验室照明..... | 215 |
| (二)连续萃取..... | 196 | (三)接地与防雷..... | 215 |
| 四、蒸馏..... | 196 | (四)电气设备的安全检查..... | 216 |
| (一)一般规定..... | 197 | 二、触电的预防与救护..... | 216 |
| (二)常压蒸馏..... | 197 | (一)触电的原因..... | 216 |
| (三)减压蒸馏..... | 197 | (二)触电的预防..... | 216 |
| (四)分馏..... | 198 | (三)触电的急救..... | 217 |
| (五)其他类型的蒸馏..... | 198 | 第四节 常用外伤药物、器械及敷 料..... | 218 |
| 第九章 实验室安全..... | 200 | 一、常用外伤药物..... | 218 |
| 第一节 防火与防爆..... | 200 | (一)碘酒..... | 218 |
| 一、实验室常用的易燃易爆物..... | 200 | (二)酒精..... | 218 |
| (一)爆炸物品..... | 200 | (三)红汞溶液..... | 218 |
| (二)强氧化剂..... | 200 | (四)紫药水..... | 218 |
| (三)自燃物品..... | 201 | | |
| (四)遇水燃烧物品..... | 201 | | |
| (五)易燃固体..... | 202 | | |