

34

水与废水实验室中 分析质量控制手册

中国医学科学院卫生研究所
中国医学科学院环境卫生监测站

一九八〇年八月

17F34/52

为了开展环境监测中水和废水的监测工作，保证监测数据的可靠性和进行科学管理，翻译介绍美国环境保护局辛辛那地环境监测与支持研究所的“Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories, 1979”

本书是水和废水分析质量控制方面的专著，内容比较全面，可以作为我国环境保护，水利、卫生和有关工业部门从事水质监测工作的同志参考。

中国医学科学院卫生研究所

中国医学科学院环境卫生监测站

一九八〇年八月

R
81.1971
2

目 录

第一章 质量控制的重要性

1.1 概论	(1)
1.2 质量保证规划	(1)
1.3 分析方法	(2)
1.4 参考文献	(3)

第二章 实验室供应

2.1 概论	(4)
2.2 蒸馏水	(4)
2.3 压缩空气	(7)
2.4 真空	(7)
2.5 通风橱	(7)
2.6 供电	(7)
2.7 参考文献	(8)

第三章 仪器选择

3.1 前言	(9)
3.2 分析天平	(9)
3.3 PH/离子选择电报	(10)
3.4 电导仪	(12)
3.5 浊度仪	(13)
3.6 分光光度计	(14)
3.7 有机碳分析仪	(17)
3.8 气相色谱仪	(18)
3.9 参考文献	(18)

第四章 玻璃仪器

4.1 概论	(20)
4.2 玻璃仪器型号:	(20)
4.3 容量分析	(21)
4.4 联邦政府玻璃容量仪器规格	(22)

4.5	玻璃仪器及瓷器清洁	(24)
4.6	特殊清洁要求	(24)
4.7	可处置的玻璃仪器	(25)
4.8	特殊的玻璃仪器	(25)
4.9	砂芯玻璃仪器	(26)
4.10	参考文献	(27)
第五章 试剂、溶剂和气体		
5.1	前言	(28)
5.2	试剂质量	(28)
5.3	测定误差的消除	(30)
5.4	参考文献	(32)
第六章 分析工作质量控制		
6.1	前言	(34)
6.2	质量控制的工业方法	(34)
6.3	在环境实验室中应用控制图	(35)
6.4	推荐的实验室质量保证规划	(42)
6.5	全面的质量保证规划的概述	(43)
6.6	有关的问题	(44)
6.7	参考文献	(45)
第七章 数据处理和报告		
7.1	前言	(47)
7.2	分析的数值	(47)
7.3	统计学术语词汇	(49)
7.4	报告形式	(50)
7.5	参考文献	(56)
第八章 微量有机分析特殊要求		
8.1	前言	(58)
8.2	采样和样品处理	(58)
8.3	萃取处理	(60)
8.4	供应和试剂	(61)
8.5	质量保证	(63)
8.6	参考文献	(64)
第九章 技术和训练		
9.1	概论	(65)
9.2	技术	(66)
9.3	训练	(67)
第十章 水和废水采样		
10.1	前言	(69)

10•2	采样方面·····	(69)
10•3	参考文献·····	(74)
第十一章	放射化学	
11•1	前言·····	(75)
11•2	样品采集·····	(75)
11•3	实验室操作·····	(76)
11•4	质量控制·····	(78)
11•5	参考文献·····	(78)
第十二章	微生物学	
12•1	背景·····	(80)
12•2	微生物学的特殊要求·····	(80)
12•3	实验室内部的质量控制·····	(80)
12•4	实验室间的质量控制·····	(81)
12•5	制订正式的质量保证规划·····	(81)
12•6	质量保证规划的文件·····	(81)
12•7	微生物学样品一系列保管手续·····	(82)
12•8	参考文献·····	(88)
第十三章	水生生物学	
13•1	一般准则摘要·····	(89)
13•2	讨论·····	(89)
13•3	参考文献·····	(91)
第十四章	实验室安全	
14•1	关于安全与健康 的法律和职权·····	(92)
14•2	环保局 (EPA) 的实验室安全规定·····	(95)
14•3	实验室安全操作·····	(96)
14•4	不安全或不利于健康条件的报告·····	(104)
14•5	参考文献·····	(104)
附录A	环境保护局 (EPA) 实验室范围安全评价所建议的清单·····	(108)

图 的 目 录

图号

4—1	玻璃仪器符号举例·····	(24)
6—1	基本控制图·····	(35)
6—2	Shewhart百分回收率控制图·····	(38)
6—3	评价监测研究所得到的质量控制数据的步骤·····	(46)
7—1	实验室纪录表格式·····	(52)

7—2	总数据表举例	(53)
7—3	STORET报告格式举例	(54)
7—4	在一组控制的实验室测定系列中过程操作程序图	(57)
12—1	样品一系列保管手标签	(84)
12—2	样品纪录单的实例	(85)
12—3	一系列保管手续的记录实例	(86)
14—1	健康与安全检查清单	(98)
14—2	不利于健康的或不安全的条件报告	(105)
14—3	不利于健康或不安全条件的通知单	(106)

表 格 的 目 录

表格号码

2—1	水 纯 度	(4)
2—2	试 剂 水 的 要 求	(5)
2—3	全玻璃蒸馏器及金属蒸馏器蒸馏水的比较	(5)
3—1	PH/离子选择电极典型的功能特性	(12)
3—2	氯化钾参比溶液的电导度	(13)
4—1	玻璃容量仪器的公差	(23)
4—2	砂芯玻璃仪器的孔径	(26)
6—1	总磷酸盐—磷标准的分析,以mg/l总PO ₄ —P表示	(37)
6—2	对三个项目不同浓度范围差距 ($R = 1A - B1$) 和工业统计量 ($I = 1A - B1/A + B$) 进行评价	(40)
6—3	对三个项目在特定的浓度范围重复样品之间分析的差值的临界范围R _c 和Shewhart上控制限	(41)
6—4	不同浓度的临界范围值	(42)
9—1	标准分析操作技术时间定额	(67)
10—1	水和废水采样的指南	(70)
11—1	样品处理、保存、方法和需用的主要仪器	(76)

第一章 质量控制的重要性

1.1 概论

分析实验室提供定性及定量数据，作为判断之用。能准确说明送交实验室样品所含组分的浓度与特征，则数据是有价值的。在许多情况下，大约的或不正确的结果，可引起错误的判断，这就比没有数据还坏些。

制订环境水质的PH、溶解氧、重金属及杀虫药标准，以建立符合饮用、渔业、灌溉、发电或其它用水的条件，实验室数据可确定什么条件能够符合以及什么水可用于预期的目的。对废水分析，实验室数据可鉴定处理厂流出水的性质、接纳水体最后负荷的影响及处理工艺的有效措施。决定改变工艺流程、工厂改造或建造新设备，均以实验室分析结果作依据。这些决定涉及到财经问题，分析应极为注意。

控制水污染的有效研究，亦依赖可靠的实验室数据。这些数据对研究本身的进程，对可得到的水污染—控制两方面选择的能力，又给以充分的评价。

水及废水实验室分析数据，亦可用来决定工业污染排放的允许限度或地面水的标准，如果实验室结果指出违犯了标准，须要由负责部门加以纠正。法律及社会的压力，可导致支持环境保护。化验师应当了解：样品有争论时，他有责任要提供可靠的实验室说明；对他的专业能力，所用操作步骤的可靠性及报告结果值，也可争论（或上诉）。化验师对这些争论，可用有适当记录的方案，提供与研究结果有关因素控制测量的可靠记录，以支持实验室数据。

1.2 质量保证规划

由于实验室分析对决定应当遵守的实际方针有重要意义，质量保证规划，对保证水及废水数据的可靠性是重要的。虽然所有化验师对实际质量控制（QC）在量的方面依靠所受训练、个人才能及重要的特殊的设计，但在实际工作条件下，充分详细的质量控制，可以被忽略。一个已经建立的、常规用于每一个分析试验的质量保证规划，可以减轻化验师须要创作每个质量控制的力量。

质量保证规划对实验室有两个主要的功能。第一，此规划可连续监督所报结果的可靠性（准确度及精密度），即可连续回答“所得结果的良好程度（准确度与精密度）”，这

种功能为决定质量。第二个功能为控制质量（符合规划要求的可靠性）。例如，操作一加标水样为决定测量质量，但用分析级试剂，则为一控制测量，这是两种功能的区别。

每个分析方法，有一个法律的议定书。类似的，质量控制结合一个试验，应包含固定须要的措施，以监督试验并保证结果正确。这些质量保证措施随分析型式不同而改变，例如滴定法，经常标化滴定液为质量控制的一个重要方面，对仪器法，校准及检查仪器响应值，亦为质量控制功能。所有这些实验的变量，可影响最后结果，应予以重视及控制。

总之，化验师报告的实验室数据，以毫克/升表示，可被工厂工程师理解为同意或不同意排放；或由政府污染控制机关决定须要另外采样与分析，以证实是否违犯；或由EPA证明这些废水处理规定，足以保护受排放影响的地面水。

本手册讨论水及废水测量的基本因素，这些因素可决定分析结果值，提供劝告以控制这些因素，保证分析结果是可能好的。引进质量保证规划并以此作基础，可增加对所报分析结果可靠性的信任。

一个实验室指导人对提供分析结果的可靠性，毕竟要负充分的责任，对设计与执行质量保证规划，也要负全部责任。

1.3 分析方法

已采用多年的水中普通污染物的许多分析方法，被用于许多环境实验室，例如测 Cl^- 、 NO_3^- 、PH、比电导及溶解氧。水及废水试验广泛用的分析方法，一般认为是可靠的，因此可支持所报试验结果的可靠性。相反，用不常见的分析技术，强制水及废水数据使用人信任实验室化验师的判断，化验师则应辩护他所选择的分析技术与结论。现在联邦政府规定，公共法92—500（联邦水污染控制修正案，1977）特别条款304—h及暂行饮用水管理条例，特别要求用EPA承认的分析方法。

当有许多数据使用人时，在单一实验室与一批合作的实验室之间，方法要求一致，以避免方法学上的变异因素。当几个实验室提供数据于一普通数据储存（如STORET*），或共同联合调查，方法学的一致是特别重要的。缺乏一致的方法，可增加对报告结果可靠性的感疑。假设相同组分，用不同的分析步骤在一个实验室测量，或用不同的步骤在不同的实验室测量，试问那个步骤好些？为什么没有采用较好的方法？各种方法及步骤对数据与说明有何影响？

用于水及废水实验室的物理与化学测量方法，按下列标准选择：

a，水样存在正常干扰时，所选方法对要测量的组分，有足够的精密度与准确度，达到符合水数据的要求。

b，所选分析步骤，可利用一般水平的水污染控制实验室与供水实验室原有的设备与技术。

c，所选方法，应充分试验，以建立可靠性。

d，所选方法应充分迅速，可允许重复常规用于检查大批水样。

规定所有实验室用EPA的方法提供数据于EPA，允许由不同的EPA规划合并数据，支持EPA决定的可靠性。

用于一个实验室的分析方法，方法学应当仔细的备有证明文件。在一些报告中指定用

经过研究的、由有权威的文献（如文献1）的标准方法，当细致的检查曾指出，这些方法也并非完全严格的。由于最近现代科学技术水平的进展，或实验室成员的个人爱好，标准方法可以改进或完全更换。用以得出实验数据的备有证明文件的测量操作步骤，应当是清楚的，公正的及有适当的文献，操作步骤应按文件所述，准确采用。

评论家可采用每一特别方法所附的精密度与准确度，以说明实验室结果，如果分析方法的准确度和精密度不知道或不肯定时，数据使用人在进行说明之前，应建立所说明结果的可靠性。

须要严格坚持认可了的水及废水分析方法，也不应阻止研究以改进分析操作步骤，甚至对承认的、备有证明文件的操作步骤，也存在改进的机会。例如，消除不常见的干扰物质，或为了提高灵敏度。当须要改良一操作步骤时，应仔细地系统说明，积累原方法与改进方法的数据，以表示后者的优越性，此结果可请有关机构注意，予以鉴定。为了方便采用，改良的步骤，用标准格式写出，通常包括：适用范围、原理、设备、试剂、操作步骤、结果计算及期望的精密度与准确度。

由用一个非标准的步骤（即一方法尚未经广泛采用与认可）所得结果的责任，由化验师与管理人承担。

由于难以将样品送到实验室，须在野外操作，或检查大批样品（例如，为了显著的特性），有时须要采用野外快速的方法以获得近似的答案。应清楚了介：那些方法所得结果，不如由标准实验室操作步骤所得结果那样可靠。事实上，那些曾经用过的方法应当有记录，结果也不要与比较可靠的分析报告同等角度来报告。数据使用人应当知道，那些方法仅提供近似值，或在野外为了筛选的目的而采用。

* STORET为一简称，同计算机研究，美国环境保护局质量控制信息系统用STORET表示储存与收回信息。

1.4 参考文献

1. 水及废水标准检验法，14版，APHA，纽约（1975）。

张宏陶、彭应馥 译校

第二章 实验室供应

2.1 概论

水及废水实验室分析质量控制，包括考虑与控制那些影响得出可靠数据的许多易变因素，化验师所得到的实验室供应的质量，应包括在内。大量供应的蒸馏水，无干扰成分及其它污染物，这是绝对须要的。应供给合适来源的清洁、干燥的压缩空气，实验室常规用的电源及精密电子仪器用稳压电源。本章着重叙述保持这些供应质量的方法，以用于水及废水实验室操作。

2.2 蒸馏水

实验室用蒸馏水或去离子水以稀释，预备试剂溶液冲洗玻璃仪器。普通蒸馏水一般是不纯的，可被溶解的气体与贮存器溶解出的物质所污染。供水中挥发性有机物可被蒸馏出，非挥发性杂质亦可由雾滴偶然地被蒸气带出，这些污染物的浓度通常是很微小的，不必进一步纯化即可用于许多分析。但蒸馏器，贮存罐及任何附属管子，应注意选择、安装并保持尽可能少受污染。

有许多不同的方式来规定水的纯度，一个通常可接受的规定品格为：由蒸馏或去离子或用两种方法预备的高纯水，比电阻 $\geq 500,000 \Omega$ （或电导率 < 2.0 微欧姆/厘米），这一规定对工作基本是满意的，但对许多严格的要求，分别列于表2—1，以表示纯度（1）

表 2—1 水纯度

纯度级别	最大电导率 (微欧姆/厘米)	电解质大约浓度 (毫克/升)
纯	10	2—5
很纯	1	0.2—0.5
超纯	0.1	0.01—0.02
理论纯	0.055	0.00

美国材料试验学会（ASTM）规定用于化学分析及物理试验方法的水为四级，预备各种级别试剂水的方法，决定了杂质的限度，各型试剂水及ASTM规定见表2—2。

表 2—2 试剂水的要求

水级别	最大总残渣 毫克/升	最大电导率 25°C 微欧姆/厘米	最小电阻率* 25°C (兆欧·厘米)	PH 25°C	高锰酸钾 颜色最小保留时间(分)
I型	0.1	0.06	16.67	—	60
II型	0.1	1.0	1.0	—	60
III型	1.0	1.0	1.0	6.2—7.5	10
IV型	2.0	5.0	0.2	5.0—8.0	10

* 见文献 2

第一级：由蒸馏供给的水预备，25°C时其最大电导率为20微欧姆/厘米，再经混合柱离子交换树脂交换及0.2— μm 滤膜过滤。

第二级：用所设计的蒸馏器预备，产生的蒸馏水25°C时电导率 <1.0 微欧姆/厘米，也可由重蒸馏或用一蒸馏器合并特别的分馏板及去气体装置预备，以达到要求。

第三级：由蒸馏、离子交换或反相渗析，再以0.45— μm 滤膜过滤。

第四级：由蒸馏、离子交换，反相渗析或电透析预备。

由有声望的制造商设计的金属蒸馏器，可提供合适可靠的蒸馏水，这种蒸馏器通常用铜、黄铜、青铜制造，所有接触蒸馏液的表面，均厚镀纯锡以防止金属污染，金属的蒸馏水储存罐应有坚固的结构与严密的盖子，通气孔装有过滤器，以除去灰尘、气体及烟。

为了特殊目的，宁愿用全玻璃蒸馏器，这种蒸馏器一般较金属蒸馏器小，容量受到限制。用光谱分析微迹金属污染，比较两种蒸馏水，结果见表2—3，可以看出：全玻璃蒸馏器预备的蒸馏水，Zn、Cu、Pb污染较低。

表2—3 全玻璃蒸馏器及金属蒸馏器蒸馏水比较

来 源	元素及浓度(微克/升)							
	Zn	B	Fe	Mn	Al	Cu	Ni	Pb
全玻璃蒸馏器	<1	12	1	<1	<5	5	<2	<2
金属蒸馏器	9	13	2	<1	<5	11	<2	26

各种蒸馏器应定期清洗，以除去由供水沉积的固形物。硬水及溶解固形物高的水引起在蒸发器形成水垢，清洗的频率取决于供水的质量。全玻璃蒸馏器的煮沸器，应每天将水放于另装清洁水，形成的水垢易于检查，煮沸器及冷凝器蛇形管应经常清洗。金属蒸馏器常合并有恒定泄水器，可减低水垢形成，但这些部件应定期拆下清洗。清洗工作可按说明书进行。

将进水预处理。常可改进蒸馏器性能与提高蒸馏水质量。例如，硬水在蒸馏前预先软化以除去钙、镁，可减少在煮沸器与冷凝器形成水垢，由此可减少维修工作。利用离子交换原理，用一氯化钠循环作软化器，用费是较低的。有机物可带至蒸馏液中，在进水处安装一碳过滤系统除去，如考虑除去微量离子，蒸馏液可经过混合柱离子交换器。

至少有两个商品系统，由离子交换可生产高纯度蒸馏水。米里卜S—Q系统（米里卜有限公司），主要包括沉积筒以预过滤、吸收有机物、去离子及微孔过滤。该公司声称可生产10—M Ω 水，无 $>0.45\mu\text{m}$ 的粒子，速度为20加仑/小时。CWC公司宣传一系统，可按用户要求改装，最小流速为45加仑/小时，总固形物 <0.1 毫克/升。

测量比电导，可迅速决定蒸馏水无机物含量。上面讨论的各种蒸馏器，可产生25°C时比电导 <2.0 微板姆/厘米的蒸馏水，相当于0.5—1.0毫克/升的离子化物质，应经常检查以保持最佳性能。在蒸馏器与储存容器之间安装一个纯度计以氯化钠毫克/升表示，可监视蒸馏水的电导率，如纯度计读数升至提出的电导率限度以上时，采取有效措施以消除污染来源，有机的质量不易监视，但对有机污染物，可简单迅速的检查有机总碳。

为了方便，可用一管道系统分送蒸馏水于实验室内使用地点，在这种情况下，应特别注意在蒸馏器与使用点之间，水的质量不应降低。管子可用锡、镀锡的黄铜、不锈钢、塑料或抗化学玻璃等，按照对水质量的要求、预期的用途及可用的经费来决定。锡最好但太贵，为了折衷起见，用塑料管或玻璃管在联接处用聚四氟乙稀○一环，对许多目的都是满意的。当要求无微量有机物时，玻璃管有明显的优点。

当蒸馏水不用管道供应时，可在实验室贮于5加仑聚乙稀或玻璃瓶中，如果贮存在玻璃容器内，蒸馏水可由玻璃渐渐溶出更多的可溶性物质，使溶解固形物增高。另外，聚乙稀瓶含有机增塑剂，也可由容器壁溶出微量的有机物，除用于有机分析外，影响很少。橡皮塞常用于储存容器，含有可溶解物质包括显著量的锌，因蒸馏水不直接与塞子接触，通常是没有问题的。但化验师应当注意，特别当不常使用与补充时，可能受污染。

蒸馏水放出管可用一玻璃管，伸至瓶的底部，在瓶颈上面向下弯曲，有一3—4英尺的弹性管子，为移动用。聚乙稀管可溶解物质少，较乳胶管好，但在出口处也要用一小段乳胶管，好用弹簧夹控制。塞子的通气管应加保护，避免灰尘。

普通蒸馏水是适合许多分析用的，包括测定主要的阳离子与阴离子，某些要求需要重蒸或三蒸水。由碱性高锰酸钾溶液重蒸馏，所得蒸馏水有机物本底低。当用有机溶剂提取，气相色谱法测定微量有机物时，很难得到低本底的蒸馏水，此时将用于各个分析中的有机溶剂预提取蒸馏水，可有助于消除空白中的非要求峰。某些分析要求特别处理或有限制条件的蒸馏水，讨论于后。

2.2.1 无氨水

普通蒸馏水用强阳离子交换树脂振摇，或通过这种树脂的交换柱，即可除去氨。为了得到少量无氨水，多推荐用魁克普尔（信箱254，芝加哥Ⅱ）500毫升瓶。2.2.3节无离子水，亦适用于测氨。

2.2.2 无二氧化碳水

将蒸馏水煮沸15分钟，冷至室温，即可得无二氧化碳水。也可将蒸馏水通以惰性气体剧烈曝气，常用氮气，一定时间即饱和，可除去二氧化碳。最后水的PH应为6.2—7.2，无二氧化碳水不可久存。

2.2.3 无离子水

将蒸馏水慢慢通过OH型树脂内含有一部分强酸性阳离子交换树脂的离子交换柱，即可得到无微量普通离子多用途的高纯水，可用质量适合分析工作的树脂，科学供应机构研究级的离子交换滤筒，也可满意。用新鲜柱及高质量蒸馏水交换，即可得相当于ASTM指明的第I型试剂水(2) (最大总残渣0.1毫克/升，最大电导率为0.06微欧姆/厘米)，这种水适用于测定氮、微量金属及低浓度的许多阳离子与阴离子。由于处理时与离子交换物质接触，增加了有机污染，故不适用于某些有机分析。

2.3 压缩空气

实验室用压缩空气，质量通常是很高的，应当特别注意产生与保持清洁的空气直到输出，不应有油、水、污物等，安装设备以发生干燥、无油的空气是重要的。当需要的压力<50磅/平方英寸时，旋转型压缩器、水封、无油，混进的油在系统中除去。大的、水平式水冷却压缩器，可用于较高的压力。

压缩热空气，由于增加了保留水气的倾向，须一后冷却器以除去水，可用吸收滤器以阻止水气进入管道系统，有螺纹、韧性铁配件的镀锌钢管或焊锡接头铜管，可作实验室压缩气管道用。

当送至实验室的压缩空气质量低时，在出口与使用点之间，装一过滤器以收集油、水气与其它污染物。当无其它来源时，可用钢瓶装的干燥的高质量压缩空气。

2.4 真空

在化学实验室，真空来源，并非绝对需要的项目。主要用于帮助过滤，有时用以吸取及吸管快速干燥。

2.5 通风橱

所有实验室要求一有效的通风橱系统。当用有机溶剂时，或在酸消解步骤，可产生有毒有害的烟气，通风橱可除去。亦可除去原子吸收分析或其它反应所产生的有毒气体。一正规的通风橱，窗框充分打开时，正面流速应有100英尺/分(线性)。

2.6 供电

合适的用电系统，为现代实验室所必须的，包括有115及230伏电源，并对工作有充足的电量，要求有良好的照明，适合灵敏仪器工作，使用高电流的设备也应当考虑。任何专门的设备，可能对供电有特别的要求。

对特殊的工作，要求照明系统与其它地方十分不同。如准确读玻璃仪器的刻度、天平的游标尺及其它测量线，滴定终点，有时包括颜色的锐敏改变或发暗，应当观察到。照明水平、亮度、眩光及光源的位置，应控制来有利易于测量，对使用人提供最大的舒适。

分光光度计、火焰光度计、原子吸收、发射光谱及气相色谱等仪器，有复杂的电子线路，需要比较恒定的电压以维持稳定，仪器操作无漂移，如果这些线路的电压改变，则改

变电阻、温度、电流、性能光输出及部件寿命。这些特征是互相联系的，不能有一个改变而不影响其它，因此，需要控制电压以消除这些状况。

许多仪器装有稳压器，可满意地完成这些性能。如缺乏时，一小的、轻便的（可携带的）恒定电压变压器安装在电流输出与仪器之间的线路上。采用Sola Basic工厂产品，当输入为95—130伏时，其恒定输出为118伏。要求比较严格时，仪器仅接受规定的电压才能工作，可用特别的调压变压器以供应恒定电压。另外，这个线路与其它要求较不严格的仪器的工作线路分开。

电热设备提供需要的热源，应有连续可改变温度的控制，加热板及马弗炉的丝用230伏较在115伏工作好。如果特别较低的电压，仅勉强适用。水浴及实验室烘箱最大操作温度约200°C，可用115伏。应注意接地线，因有电击的危险，合并地线的三相插头，最适合于这一目的。

2.7 参考文献

1. Applebaum, S.B. and Crits, G.J., Applebaum, S.B. and Crits, G.J., “生产高纯水”，工业用水工程（9/101964）。

2. ASTM标准，P.20，31部分，“水”（1977）

张宏陶、彭应馥译校

第三章 仪器选择

3.1 前言

现代分析实验室主要依靠仪器设备。虽然这种情况已十分清楚，但是应该知道从晶体管及电子计算机开始发展后，分析的着重点已放在电子仪器方面。由于生产部门不断设计提高产品质量，做到微型化，耐用，灵敏。及自动化，所以从某种程度上说分析仪器还处于发展阶段中。对于实验室管理人员及工作人员在大量的仪器宣传小册子，广告及新产品目录中感到难于选择，所以分析仪器的选择常感到困难。

水及废水分析中常用的仪器如下：

分析天平

PH/离子选择计

电导仪

浊度计

分光光度计（可见，紫外（UV），红外（IR）及原子吸收（AA））。

总碳分析仪

气相色谱仪（GC）

气相色谱及质谱联用仪（GC/MS）

加温设备（烘箱及水浴）

记录仪

这些仪器是常规工作的基本设备，在购买前需仔细考虑。另外，它们的操作及维修应该首先考虑能够产生持续完好的数据。很明显，对仪器设计的了解可使分析家能正确使用仪器，在有些时候有助于对仪器故障的检查。所有实验室的仪器，在使用时用一级标准校正，这通常包括国家标准局的标准参考物质或校正和鉴定方法。核对以上的校正则用二级标准，即是如果每次分析时不需要分析方法校正仪器，可由每个实验室或某些个人进行经常性检定。

下文准备讨论基本仪器的设计，并提供有关所需的仪器性能的一些注意事项。

3.2 分析天平

在任何分析实验室分析天平是很重要的一种设备。天平准确程度反映在有关称重——

预备标准的全部数据的准确性上。虽然实验室的天平应该很仔细保护，但时常忽视这一点。

在市场上有很多根据各种需要设计的天平、天平的类型有顶部载重天平，双盘天平，微量分析天平，电光分析天平，半微量分析天平，分析天平，及其他特殊需要的天平。每种类型的天平在实验室工作中有它各自的用处，而单盘分析天平在得到可靠的结果方面是很重要的。

载重量从20克到200克的单盘分析天平，其灵敏度从0.01—1毫克。单盘分析天平的部件有机械加码及电动加码，数字显示，空盘自动调零及自动预量和称量的功能。虽然设计改进但现代的分析天平一直是容易损坏的仪器，如操作时遭受震动，温度和湿度的变化，错误的操作以及其他的损害。保护及延长天平寿命的注意事项如下：

a. 分析天平需要装在坚实的，防振的桌上。最好有足够的工作面及一个合适的抽屉来放天平的附件，天平的水平应经常校正或需要时应调节。

b. 天平不要放在实验室的交通道上，不要受突然来的气流及湿度变化影响。

c. 天平的温度应与室温相同，如果在不工作时，暖气关闭或温度降低时此点特别重要。

d. 当天平不用时，梁需从刀口升起，砝码转回梁上，称物从盘上移开，关好天平门。

e. 特别注意避免腐蚀性的化学药品溢出在盘上或天平内，天平内应保持非常清洁。

f. 天平应定期由公司的检修人员及顾问校正、调试，假如当地不能检修，应尽量照制造厂说明书操作。提倡签订预防检修合同。

g. 使用天平任何时候都应照制造厂的说明书操作。根据国家标准局（NBS）用来校正天平准确度的标准砝码可到各种不同的供应点购买，整套天平校正操作方法的说明载于美国材料测试学会（ASTM）标准41部分。

因为所有适合水及废水化验室的200克载重分析天平在灵敏度、精密度、方便及价格上多具有相同的设计特点，所以可以认为哪一种型号的天平都没有明显的优点，只要能购买到便可选用。

3.3 PH—离子选择计

PH是代表有效的酸度及碱度，代替了总酸度及总碱度的概念。在一九〇九年被Sorenson提出，到一九四〇年才有市售仪器为实验室常规测定PH用。

仪器包括一个电压源、放大器及刻度表或读数装置，某些附加的精细装置使各型号仪器具有不同的特性。有些类型有刻度放大装置，可增加读数精度；晶体管电路系统使测量稳定，并有高准确高；温度及斜率调节可以校正玻璃电极的不对称电位。另一特征为刻度表，它有助于离子选择电极的使用，记录输出信号，并可与复合数据处理系统连用。

在常规PH测定时玻璃电极作指示电极，甘汞电极作参比电极。玻璃电极在高缓冲溶液中有很快的响应时间，但在低缓冲样品中得到准确读数则很慢，特别当由缓冲液到非缓冲液样品时更是如此。玻璃电极和甘汞电极在每次读数后需用蒸馏水充分淋洗，在测出下一个读数前并应用下一个测试样品淋洗或浸入几次。低缓冲液（低含盐量溶液）测定时需要搅拌。当玻璃电极不用时不能干燥放置，应浸泡于制造厂说明书指定的溶液中。校正仪

器的第一步是将玻璃及甘汞电极浸入一已知的PH缓冲液中，仪器定位在缓冲液的PH值处，并调节适当的控制钮使电路平衡。温度补偿标度应放在缓冲溶液的温度处。为了得到更好的准确度，仪器需用两个接近样品PH的缓冲液校正。

使用不合格的电极时，当仪器第一个缓冲液校正后测第二个参比缓冲液时会得到不正确的PH值，有裂纹的玻璃电极得出的PH值读数，基本上使两个标准缓冲液的PH相同。由于甘汞电极内的氯化钾溶液没有保持正确的水平面，不恰当的保存电极或一些物质如油类及沉积物附于电极的表面使电极的响应减小。不合格的电极可用合适的清洗步骤使其恢复至正常。完整详细的清洗方法载于美国材料试验学会标准31部分（3），电极制造厂一般也提供有方法。

玻璃电极的不对称电位，在很多PH计上是装置一个斜率来调节，使分析家在校正两个不同的PH缓冲液时可改正小的电极误差。不同型号的仪器，斜率调节的说明及校正都不相同。调节斜率时需要更换经过充分清洗或重新灌注电解液的电极。当购买一个新的PH计时斜率调节功能是很需要考虑的。

现在很多PH计用晶体管线路制作比用真空管好，此种仪器大大的降低升温时间并提高仪器的稳定性。同时很多仪器设计了一个整流线路，它使整个从0—14的PH刻度中可读出每一个PH单位，相应地增加了准确度。

当仪器用在电位滴定及离子选择工作时刻度放大的功能是使读数值更明显。对PH读数来说这是靠不住的数据，并且在常规分析中PH的读数中比 ± 0.1 更精确也无必要。一级标准缓冲盐可由国家标准局得到，要求非常准确的，用这些盐类准备参比溶液时需要一些特殊的措施及处理，如用低电导稀释水、干燥箱及无二氧化碳的净化气。此溶液最少每月更换一次。

第二级标准缓冲盐可从国家标准局得到或商店购买缓冲溶液。这种从商业部门购得的溶液因为它与国家标准局标准相比较是合法的，推荐作常规用。

用电量法测PH，受温度改变的影响。第一，是因为温度而使电极输出改变，这种干扰可用仪器的温度补偿来控制，或者校正仪器系统，包括电极在样品中的温度。第二个影响是样品的温度使PH改变。这个误差是由样品引起而无法控制；所以在测定时需注意记录PH及温度。

一般常用的及刻度放大仪器的型号特点列于表3—1

3.3.1 PH电极

一个作普通用及特殊用宽范围的PH电极现在可以得到，符合一般分析实验室应用。检查任何实验室供应目录，仍然对电极的选择是不清楚的。一个具有底边不齐的玻璃或塑料套管的复合电极是很适用于常规工作。用固体凝胶填充的电极使用方便，不需要像水溶液填充的电极那样经常的维修保养。

3.3.2 离子选择电极

在水及废水实验室，电极已发展到测定非常普通的无机离子。这些电极的应用发展很慢目前只有三种批准为美国环境保护局检验时应用。

参考文献5载有氟、氨及溶解氧电极的使用方法。各有不同的使用技术，其他电极