



技术标准出版社



日本环境污染标准分析法手册

日本环境污染标准 分析法手册 上

吴 锦 宇振东 刘洪岐 译
吴景学 王 晶

/

技 术 标 准 出 版 社

内 容 提 要

本书系日本的国家环境监测分析标准。全书分为两册。本册详细介绍了排气采样方法和仪器,排气、燃料及粉尘中所含的几十种无机和有机物的分析方法及化学分析、气相色谱、吸光光度、红外、原子吸收分析法通则,还介绍了气体分析仪的校正及分析,试验允许误差的表示与运算。可供我国从事环境保护工作的科技人员、管理人员、工人以及高等院校有关专业的师生参考。

JIS ハンドブック

公害関係

1980

日本規格協会

日本环境污染标

准分析法手册

上

吴 锦 宇振东

刘洪岐 译

吴景学 王 晶

*

中国标准出版社出版

(北京复外三里河)

冶金工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 850×1168 1/32 印张 22 3/4 字数 600,000

1983年5月第一版 1983年5月第一次印刷

印数 1—9,000

*

书号: 15169·3-218 定价 3.25 元

*

科技新书目

45—143

554
1

译 者 的 话

随着工业的迅速发展和人口的城市化,环境污染问题越来越严重,已引起全国人民的关注。为了控制污染,保护环境,防患于未然,创造良好、舒适、优美的生产、生活环境,加强环境保护,发展环境科学研究已是当务之急。

环境污染调查、环境质量评价、环境管理及污染控制和治理是保护环境的几个基本核心环节,而环境污染监测分析又是上述环节所必须的基本手段。

我国开展环境监测分析工作已有多年,取得了一定的成绩。但是,环境监测的标准分析法尚在制订中,不能满足环境科学发展的需要。为此,我们将1980年日本标准协会出版的“环境污染标准分析法手册”译成中文,供广大从事环境保护工作的科技人员、管理人员和工人参考。

本书分二册出版。上册主要内容为分析通则、气体采样方法和气体分析;下册主要内容为标准物质、自动监测仪、水质分析、噪声和振动分析。

全书译妥后,由中国科学院环境化学研究所顾问、中国环境科学学会常务理事吴锦教授校阅。由于时间仓促和水平所限,难免有错误之点,希望广大读者给予批评指正。

1981年5月

前 言

JIS（日本工业标准）是作为日本的国家标准，根据1946年7月实施的工业标准法制定的。从制定之日起，至少每隔三年就对其内容审议一次，并根据需要随时进行修订。

制订JIS之目的：在生产阶段，谋求提高产品质量、工作效率和降低成本；在流通阶段，谋求产品处理过程的简单化和合理化；在使用消费阶段，则谋求使用安全、耐久以及便于交换。目前，JIS已在各界广泛应用。

以普及工业标准化和JIS为目的之日本标准协会把JIS作为单行本发行和出售。JIS手册是以单行本为基础而整理成便于使用的灵便形式而发行的。从第一版发行以来，受到各方面的欢迎和利用。

本书原则上收录了1980年3月1日以前与公害有关的JIS。

本书内容按以下顺序进行分类和编辑：

术语、分析通则、标准物质、采样、大气、水质、噪声和振动。

作为附录还收集了国家考试问题集（JIS关系）、标准样品制造销售业者一览表等，如能为从事环境污染防治工作的诸贤作为座右铭而利用，实属幸甚。

另外，本书主要是着眼于利用的简便，所以收录的内容大部份是原标准的摘要，至于详细内容，希参阅原标准。

在本书编辑时，得到工业技术院标准部负责人及公害资源研究所的梅崎芳美、今上一成、中村圭吾，日本分析仪器工业会河合隆昌，日本环境测定分析协会后藤孝及关东化学有限公司山田博的指导和协助，在此深表谢意。

为答谢各位读者的爱护使用之谊，每次再版时，都加以修改，但相信仍有不足之处，希望读者把意见写在读者利用卡片上寄给本社为盼。

日本标准协会

目 录

〔分析通則〕

JIS K 0050 (1964)	化学分析通则	(1)
JIS K 0055 (1976)	气体分析装置校正方法通则	(7)
JIS K 0114 (1974)	气相色谱分析法通则	(12)
JIS K 0115 (1973)	吸光光度分析法通则	(26)
JIS K 0117 (1979)	红外分光分析法通则	(37)
JIS K 0121 (1970)	原子吸收分析法通则	(53)
JIS K 0151 (1968)	红外气体分析仪	(70)
JIS Z 8402 (1974)	分析·试验的允许误差通则 (省略附 属书)	(77)

〔采 样〕

JIS K 0095 (1979) 排气采样法(101)

〔鍋 炉〕

	说明 (摘要)	(126)
JIS B 8201 (1977)	陆用钢板制锅炉的结构 (摘要)	(160)
JIS B 8203 (1978)	铸铁锅炉的结构 (摘要)	(164)
JIS B 8222 (1975)	陆用锅炉热平衡计算方式	(166)

〔排 气〕

JIS K 0085 (1976)	排气中溴含量分析法	(202)
JIS K 0086 (1978)	排气中的酚类分析法	(214)
JIS K 0087 (1975)	排气中的吡啶分析法	(226)
JIS K 0088 (1975)	排气中的苯分析法	(231)
JIS K 0089 (1975)	排气中的丙烯醛分析法	(239)
JIS K 0090 (1975)	排气中的光气分析法	(249)
JIS K 0091 (1975)	排气中的二硫化碳分析法	(257)
JIS K 0092 (1975)	排气中的硫醇分析法	(263)
JIS K 0098 (1970)	排气中的一氧化碳分析法	(269)
JIS K 0099 (1969)	排气中的氮分析法	(295)
JIS K 0103 (1977)	排气中的硫氧化物分析法	(310)

	说明	(323)
JIS K 0104 (1974)	排气中的氮氧化物分析法	(343)
	说明	(377)
JIS K 0105 (1967)	排气中的氟化物分析法	(408)
JIS K 0106 (1968)	排气中的氯分析法	(417)
JIS K 0107 (1967)	排气中的氯化氢分析法	(428)
JIS K 0108 (1967)	排气中的硫化氢分析法	(439)
JIS K 0109 (1969)	排气中的氰化氢分析法	(450)

〔燃 料〕

JIS K 2263 (1978)	高压燃烧弹法测定石油制品含硫量的试验方法	(461)
	说明	(468)
JIS K 2301 (1970)	燃料气亨佩式分析法	(471)
JIS K 2302 (1970)	燃料气特殊成分分析法	(480)
JIS K 2536 (1976)	石油制品中烃类成分试验法 (荧光指示剂吸附法)	(503)
JIS K 2541 (1978)	石油制品燃烧管式含硫量试验法	(525)
	说明 (摘要)	(540)
JIS K 2609 (1978)	石油制品含氮量试验法	(542)

〔烟 尘〕

JIS K 0083 (1976)	排气中的钒分析法	(566)
JIS K 0084 (1976)	排气中的镍分析法	(573)
JIS K 0096 (1975)	排气中的铬及锰分析法	(580)
JIS K 0097 (1972)	烟道排气中的镉、铅分析法	(590)
JIS B 9910 (1977)	集尘装置的性能测定法	(606)
	说明 (摘要)	(616)
JIS Z 8808 (1977)	排气中的粉尘浓度测定法	(639)
	说明	(666)

化学分析通则

K 0050—1964

1. 适用范围 本通则规定化学分析中的共同事项。
2. 原子量 采用1961年国际原子量表。
3. 单位及符号 表1中列出长度、面积、体积及重量等单位。

表 1

	单 位	符 号		单 位	符 号		单 位	符 号
长 度	米	m	面	平方米	m ²	体	立方米	m ³
	厘米	cm		平方分米	dm ²		升	l
	毫米	mm		平方厘米	cm ²		毫升	ml
	微米	μ						
	毫微米	nm(m μ)	积			积		
	埃	Å						
重 量	千克	kg	压	大气压	atm			
	克	g		毫米汞柱	mmHg			
	毫克	mg	力					
	微克	μ g						

4. 百分率及百万分率 用“%”表示重量百分率。用 w/v% 表示100ml液体中成分的重量(g)或100ml气体中成分的重量(g)。用 v/v% 表示100ml液体中成分的体积百分率或100ml气体中成分的体积百分率。但是, 如用 w/v% 表示溶液时, 则需将溶质换算成无水物。ppm, 百万分率, 表示重量分数或体积分数。

5. 温度 规定如下:

(1) 用摄氏温标表示温度, °C;

(2) 用deg表示温差;

(3) 标准温度是20°C; 常温是15~25°C; 室温是1~35°C。除另有规定外, 冷处系指1~15°C, 温水系指 40~60°C, 热水在60°C以上, 冷水在15°C以下。

6. **水浴加热** 表示用水浴进行加热。除作特殊规定外，所谓沸水加热系指在约100°C加热。

7. **恒重** 除另有规定外，所谓干燥或加热至恒重系指二次干燥或加热30分钟时，前后重量差在0.3mg以下。

8. 试剂

(1) 除另有规定外，分析试剂均用JIS优质试剂。

(2) 表2中列出盐酸、硝酸、硫酸、醋酸、磷酸和氨水的浓度。

表 2

名 称	化 学 式	% (约)	比重 (约)
盐 酸	HCl	35	1.18
硝 酸	HNO ₃	60	1.38
硫 酸	H ₂ SO ₄	95	1.84
醋 酸	CH ₃ COOH	99	1.06
磷 酸	H ₃ PO ₄	85	1.70
氨 水	NH ₄ OH	28(NH ₃)	0.90

(3) 液体试剂 例如盐酸(1+2)系1ml盐酸和2ml水混合而成。

9. **水** 分析用水均为蒸馏水或去离子水(经离子交换树脂处理)。

10. **溶液** 未指明溶剂时，均指水溶液。

11. **计量器** 计量器有下列几种：

(1) 计量器用于检定。

(2) 化学天平的读数差为0.1mg。除直读化学天平外，均采用一级精度的砝码。如对精密度的要求更高，则需对砝码进行校准。

(3) 化学用体积计，除另有规定外，均用JIS R 3505(玻璃化学体积计)规定的体积计。

(4) 移液管、容量瓶和滴定管的校准。

(a) 移液管 把20格的方格纸(每格1mm)裁成细长条,使移液管的标线与方格纸的中线重迭后贴上。准确称量具塞三角烧瓶(100ml)至0.1mg。用移液管把水吸至方格纸的下端(B),然后把水移入三角烧瓶内称重;再把水吸至移液管的上端(A),把水放到B处,于上述磨口三角烧瓶内称重。

测定气压(mmHg)和气温(°C)。利用下述(c)中的计算公式求出正确的标线。

(b) 容量瓶 先用水洗涤容量瓶,然后用乙醇、乙醚洗涤。用水流泵通空气充分干燥后,和移液管同样贴上方格纸,准确称重。先把水注到下端B处称量水重,然后把水注到A处称量水重。另外,测定气压(mmHg)和气温(°C)。利用下述(c)中计算公式求出正确的标线。

100ml,用精密天平称重;250ml以上,则用台秤称重。所得重量的精密度如下:

100ml.....±0.03g

250ml.....±0.05g

500ml.....±0.07g

1000ml±0.12g

(c) 计算式

$$S = \frac{\frac{1\,000\,000 - (P + P')}{f} - B}{\frac{A - B}{20}}$$

式中: S——正确的标线位置(从下端起算的方格数);

A——A点以下水的重量(mg);

B——B点以下水的重量(mg);

P——标准状态下的校正值(mg,查附表);

P'——气温和气压偏离标准状态(20°C, 760mmHg)时的校正值(mg);气温±1deg时, P' 为±4.0mg;

气压±1mmHg时, P' 为±1.3mg;

f——1000ml/容器体积的毫升数。

把计算得到的新刻度，用另一张方格纸（20格长条纸）贴在相应的部位（用墨水做上记号），使方格纸的中线与移液管或容量瓶的标线重迭，取下先前的方格纸。使用所得到的新标线。

（d）滴定管 0~5ml、0~10ml、0~15ml……、0~50ml等几种规格。用水校准。相应刻度的水流出2分钟后，准确称水重（用300~500ml具塞磨口三角烧瓶），用 W (mg)表示。用下列计算式（e）求出修正值（ B ）。

（e）计算式

$$B = \frac{W}{\frac{1\,000\,000 - (P + P')}{1\,000}} - A$$

式中： A ——容器刻度的数值；

W ——0~ A ml的水重（mg）；

P ——与（c）相同；

P' ——与（c）相同。

外观值 A 与校正值 B 的和（ $A+B$ ）作为正确的数值。读取 A 后，应同时把（ $A+B$ ）（ml）的数值记录下来。

12. 仪器 仪器有下列几种：

（1）除另有规定外，气体分析仪均采用JIS R 3503（气体分析仪）规定的仪器。

（2）除另有规定外，分析所用的陶瓷器均采用JIS R1301~1307规定的仪器。

（3）除另有规定外，化学分析用的铂坩埚均按JIS H 6201所规定的要求选用。

（4）除另有规定外，化学分析用的铂蒸发皿均按JIS H 6202的规定选用。

（5）筛网均按JIS Z 8801（标准筛）的规定选用。

13. 滤纸 除另有规定外，均按JIS P 3801的规定（化学分析滤纸）选用。

14. 计量方法的表示 除另有规定外，样品、试剂的重量及

液体的体积均按下列方法表示：

(1) “约”字表示所记载的量系用简单的计量仪测得的近似值或目测值。

(2) “准确到……”表示要称到接近记载量的值。例如把约1g物质准确称重到0.1mg。

(3) 只标明数值时，就是要求称到该数值的最后一位。

15. 数值的舍入方法 把分析值计算到有效数字的最末一位，再按JIS Z 8401 (数值的舍入方法) 规定进行舍入。

16. 实验报告的形式 实验报告应包括下列各项，可根据需要省略或增加。

- (1) 标题 (包括英文名称)
- (2) 适用范围
- (3) 术语的意义
- (4) 采样和样品处理
- (5) 概要或要点 (包括方法原理)
- (6) 反应
- (7) 试剂
- (8) 装置及仪器
- (9) 分析方法
- (i) 实验准备工作
- (ii) 操作方法
- (iii) 空白试验
- (10) 结果的表示
- (i) 计算式
- (ii) 精密度
- (11) 必须写进报告的实验条件
- (12) 操作的流程图
- (13) 备考

附表 标准状态下的校正值

单位: mg

水温 ℃	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
5	1435	1435	1435	1435	1435	1435	1435	1435	1435	1435
6	1435	1436	1437	1439	1440	1441	1442	1444	1445	1447
7	1448	1451	1454	1457	1459	1462	1465	1468	1470	1473
8	1476	1480	1484	1488	1492	1496	1501	1506	1510	1515
9	1520	1525	1530	1536	1541	1547	1553	1559	1565	1571
10	1577	1583	1589	1596	1603	1610	1617	1624	1631	1638
11	1645	1652	1660	1668	1676	1684	1692	1700	1708	1716
12	1725	1734	1743	1752	1761	1771	1781	1791	1801	1812
13	1823	1834	1846	1858	1870	1882	1894	1902	1914	1922
14	1934	1946	1958	1970	1982	1994	2006	2018	2030	2042
15	2054	2066	2078	2091	2104	2117	2130	2143	2156	2169
16	2183	2197	2211	2225	2239	2253	2267	2282	2297	2312
17	2327	2342	2357	2372	2387	2402	2417	2432	2448	2464
18	2480	2497	2513	2530	2546	2563	2579	2595	2612	2628
19	2645	2663	2681	2699	2717	2735	2753	2771	2789	2807
20	2825	2843	2861	2879	2897	2916	2935	2954	2973	2994
21	3011	3030	3049	3069	3089	3109	3129	3149	3169	3189
22	3209	3229	3249	3269	3290	3311	3332	3353	3374	3395
23	3416	3437	3458	3479	3500	3521	3543	3565	3587	3609
24	3631	3653	3675	3697	3720	3743	3766	3789	3812	3835
25	3858	3881	3905	3929	3953	3977	4001	4025	4049	4073
26	4097	4121	4145	4169	4194	4219	4244	4269	4294	4319
27	4344	4369	4394	4419	4444	4469	4495	4521	4547	4573
28	4599	4625	4651	4677	4703	4729	4755	4781	4807	4834
29	4861	4888	4915	4942	4969	4996	5023	5050	5077	5104
30	5132	5160	5188	5216	5244	5272	5300	5328	5356	5384
31	5412	5441	5470	5499	5528	5557	5586	5615	5644	5673
32	5703	—	—	—	—	—	—	—	—	—

气体分析装置校正方法通则

K 0055—1976

1. 适用范围 本通则规定用标准气校正气体定量分析仪(以下简称分析仪)刻度的方法。

备考 本标准主要适用于排气及环境大气分析装置。

参考 除用本法校准分析装置外,还可用等价液、滤光器和消光仪等进行校准。

2. 各种术语的含义 除下面说明的以外,本标准所用的主要术语均采用JIS K 0212[分析化学用语(光学部分)],JIS K 0213[分析化学用语(电化学部分)],JIS Z 8103[计测用语(精密度部分)]及JIS Z 8104[计测用语(一般计测)]等标准中所作的规定。

(1) 气体分析装置 由采样部分、分析仪、指示记录仪等组成。

(2) 标准气 应符合下述3.1及3.2的规定。

一般,标准气均指符合JIS K 0501(化学标准物质通则)的气态物质。

(3) 高纯气的二级标准 国立公害研究机构制定的高纯气作为一级标准,某官方检查机关*根据此一级标准制定的纯度标准称二级标准。

(4) 基准标准气 在国家的监督下,某官方检查机关*用高纯气二级标准,采用重量比混合法确定其浓度和组成。

参考* 例如财团法人、化学品检查协会。

(5) 校正用气 分析装置所用的校正用气系零点标气、全量程标气和中间点标气的总称。

(6) 零点标气 用来校准分析装置最小刻度值的标气。

(7) 全量程标气 用来校准分析装置测定范围内最大刻度值的标准气。

(8) 中间点标气 用来校准分析装置测定范围内最大和最小刻度间的刻度的标准气。

(9) 稀释气 配制校正用气时, 用来稀释目的物的气体。稀释气不使目的物发生经时变化, 稀释气内不含影响测定值的成分(可用零点标气)。

(10) 校正用气配制装置 用于配制校准用的标准气装置、标准气浓度分配装置、稀释装置、混合装置及零点标气配制装置的总称。

(11) 基准校正用气配制装置 在国家的监督下, 某官方检查研究机关**用来作为检查校正用气发生装置的基准仪器。

参考**例如财团法人、机械电子检查检定协会。

(12) 指示误差 用标准气校正分析装置的刻度时, 标准气的表示浓度或指示浓度和分析装置指示值的偏差。通常, 指示误差用对分析装置的每个测定范围的最大刻度值的偏差百分率表示。

3. 校正用气 对校正用气的要求如下:

气体定量分析用标准试样、分析方法、自动计测仪等应符合日本工业标准***中的有关规定, 同时还必须符合下述 3.1 和 3.2 中的各项规定。

参考*** 参阅有关标准。

3.1 标准气 在国家的监督下, 某官方检查机关*用二级高纯气验证过浓度的高纯标气⁽¹⁾或用基准标气验证过浓度的标气⁽²⁾。

参考* 财团法人、化学品检查协会。

注(1) 高纯标气的纯度原则上在99.5v/v%以上。零点标气用来检查影响测定结果的不纯物种类和浓度。

(2) 标准气分为高纯标气(偏差±1%)和一般标气(偏差±2%)二种。偏差是以基准标气作基础进行测定并按下式算出:

$$\text{偏差}(\%) = \frac{\text{表示浓度值} - \text{测定值}}{\text{测定值}} \times 100$$

3.2 校正气生产装置制造的标气 在国家的监督下, 经官

方检查机关**用基准校正用气生产装置检查过性能⁽³⁾的校正用气生产装置制造的标气。

参考 财团法人、机械电子检查检定协会。**

注(3)

(a) 配制得到的气体表示浓度和测定值(用基准校正用气配制装置)的偏差因浓度而异,在2%~5%以下。

用下式计算偏差:

$$\text{偏差(\%)} = \frac{\text{指示浓度值} - \text{测定值}}{\text{测定值}} \times 100$$

(b) 在浓度比5:1时,指示浓度-测定值间与直线关系的偏差度应在最大指示浓度的1%~3%以下。但是,零点标气配制装置要能验证精制过的气体中所含的杂质种类和浓度。

(4) 配制所用的原料气是3.1中所用的标准气。但是,零点标气配制装置除外。

参考 作为校正用气配制装置,可采用下列方法:

(1) 在气路上,插入毛细管流量阻抗元件来调节气体流量,按照流量比来混合原料气的方法。

(2) 用重量流量调节阀调节原料气混合比的方法。

(3) 用混合泵调节原料气混合比的方法。

(4) 用回转阀调节原料气混合比的方法。

(5) 将渗透管或膜保持一定温度放入混合气中使其混合的方法。

(6) 将稀释气流量保持一定,用溶液电解制造混合气的方法。

(7) 令原料气的全部或一部分发生化学反应制造标准气的方法。

(8) 将稀释气流量保持一定,在一定温度下,使液态气化制得混合气的方法。

(9) 用滤材、冷却器、催化剂和吸附剂等制造零点标气或稀释气的方法。

4. 校正 校正的种类有:日常的零点及全量程调节和定期校正。它们的进行周期应根据分析装置的种类和用途,通过研究

其性能保持时间后预先确定。

4.1 准备

4.1.1 校正用气的选定 校正用气的种类⁽⁵⁾、浓度、纯度和配制装置的性能必须满足分析装置的要求。

注(5) 通常,校正用气由待测成分气及稀释气二组分组成混合气。为使混合气能较广泛使用和补偿分析装置干扰成分的影响,有时也采用三组分混合气。

4.1.2 配管及连接 把校正用气导入分析装置所采用的连接配管要短,不能有游离的空间,配管与确定的入口连接。配管材质的吸附性、反应性及渗透性要小到可以忽略(例如:不锈钢、聚四氟乙烯树脂)。

盛放校正用气的高压容器应安装自动压力调节器。希望选用吸附性和反应性小到可以忽略的材质作隔膜,最好是金属。

4.2 调整零点和全量程 除在测定开始和结束时调节零点和刻度外,根据需要以8小时、24小时、1周或1个月为周期进行调整。

(1) 确信分析装置达到了稳定状态。

(2) 以所规定的流量导入零点标气,待指示稳定后调节零点。

(3) 按规定流量导入全量程标气,待指示稳定后,进行全量程调节。

(4) (2)和(3)的调节操作反复交叉进行,直至在指定的再现性范围内,零点和全量程的指示完全一致时为止。

4.3 定期校正 进行定期校正的间隔为1个月、3个月、6个月,最多不超过一年。在安装分析装置时或修理后要进行校正。

4.3.1 绘制校正曲线的方法

备考 绘制标准曲线时也采用此法。

(1) 校正点的设定 在分析装置的各个测定范围,以大约相当于零点及最大刻度值的20%、40%、60%、80%及100%的各点作为校正点。