

处理遗弃化学武器 环境监测技术及标准

主 编 周黎明

副主编 周学志



 中国标准出版社

处理遗弃化学武器 环境监测技术及标准

主 编 周黎明
副主编 周学志

中国标准出版社

北 京

本书编委会

主 审 石建华

主 编 周黎明

副 主 编 周学志

编写人员	周建梅	蔡冠梁	石建华	李 杰
	朱宝霞	弼 畅	李树仁	王 军
	佟文斌	王道全	徐文莉	王 宁
	周 廷	王新明	王洛国	

序

侵华日军战败后,在我国领土上遗弃了数以百万枚计的化学武器,这些被遗弃的化学武器或被掩埋于地下,或被抛入江河湖海,直接威胁着当地人民的生命健康和生态环境的安全。六十多年来,已造成我国 2 000 多名人员的伤亡,数以百万公顷的国土受到严重污染,因此,彻底铲除毒魔的工作势在必行。

自 1998 年起,根据中日两国政府达成的“关于销毁中国境内日本遗弃化学武器的备忘录”的规定,对日本遗弃在我国领土上的化学武器的挖掘回收工作逐步展开,并将最终对其全面销毁。由于日军遗弃化学武器埋藏年代久远,埋藏状况复杂,且大多已经发生破损、泄漏,因此,为避免挖掘、鉴别、运输、存储等处理过程对当地环境造成污染,确保人员健康和生态环境的安全,必须通过科学的环境监测手段对日本遗弃化学武器处理的各个环节进行控制,以保证这项工作安全、顺利地展开。

《处理遗弃化学武器环境监测技术及标准》一书是对日本遗弃化学武器环境监测十多年工作实践和研究成果的总结与提炼,涵盖了环境监测质量保证的各项措施,系统研究了日本遗弃化学武器环境监测对象和监测因子的确立、日本遗弃化学武器处理的常用环境监测技术和方法,以及日本遗弃化学武器环境监测计划的制定。本书内容丰富、详实具体,实现了理论性、科学性、规范性和实践性的统一,可为从事日本遗弃化学武器环境监测的工作人员提供科学依据,也可作为学员学习环境监测技术的教材。

倪百鸣

2009 年 10 月 1 日

目 录

第一章 概述	1
第一节 环境监测在处理日本遗弃在华化学武器中的作用和任务	1
第二节 化学武器监测技术的体系构成	3
第三节 毒剂监测技术的发展	4
第二章 环境监测质量保证	6
第一节 质量保证的意义和内容	6
第二节 监测实验室基础	6
第三节 实验室认可和计量认证简介	13
第四节 监测数据的统计处理和监测结果表达	22
第五节 实验室质量保证	27
第六节 标准分析方法和分析方法标准化	32
第七节 环境标准物质	35
第八节 环境监测管理	37
第三章 处理日本遗弃化学武器环境监测对象和监测因子	40
第一节 处理日本遗弃化学武器环境监测对象	40
第二节 处理日本遗弃化学武器环境监测因子	40
第四章 销毁日本遗弃在华化学武器环境保护标准	43
第一节 销毁日本遗弃化学武器环境保护国家标准	43
第二节 销毁日本遗弃在华化学武器检测方法标准	53
第三节 常规污染物测定方法标准	63
第五章 日本遗弃在华化学武器野外作业监测仪器的配置	74
第一节 哈尔巴岭挖掘回收工程和销毁工程的分析仪器配置	74
第二节 移动式销毁设施的环境监测仪器配置	76
第三节 小规模野外挖掘回收作业监测分析器材的配置	77
第六章 日本遗弃化学武器快速侦检原理与方法	80
第一节 概述	80
第二节 样品的采集与处理	81

第三节	毒剂、刺激剂检测管的原理与使用	83
第四节	毒剂、刺激剂侦检纸的原理与使用	91
第七章	野外作业环境监测实施方案选编	97
第一节	莲花泡土壤调查采样分析实施方案	97
第二节	哈尔巴岭挖掘回收工程 2008 年度试挖掘作业(第一阶段)环境监测计划 (草案)	101
附录 A	处理日本遗弃化学武器环境保护标准节选	113
附录 A-1	销毁日本遗弃在华化学武器全过程环境保护技术规定(试行) (节选)	113
附录 A-2	销毁日本遗弃在华化学武器固体废物处理处置标准(试行)(节选)	118
附录 A-3	销毁日本遗弃在华化学武器土壤污染控制标准(试行)(节选)	123
附录 A-4	销毁日本遗弃在华化学武器环境土壤中污染物含量标准(试行) (节选)	124
附录 A-5	销毁日本遗弃在华化学武器大气污染物排放标准(试行)(节选)	126
附录 A-6	销毁日本遗弃在华化学武器环境空气中污染物浓度标准(试行) (节选)	129
附录 A-7	销毁日本遗弃在华化学武器工作区空气中污染物最高容许浓度(试行) (节选)	131
附录 A-8	销毁日本遗弃在华化学武器水污染物控制标准(试行)(节选)	133
附录 A-9	销毁日本遗弃在华化学武器地表水中污染物浓度标准(试行) (节选)	136
附录 A-10	销毁日本遗弃在华化学武器地下水中污染物浓度标准(试行) (节选)	137
附录 A-11	销毁日本遗弃在华化学武器土壤采样制样技术规范(试行)(节选)	139
附录 A-12	销毁日本遗弃在华化学武器固体废物采样制样技术规范(试行) (节选)	146
附录 B	处理日本遗弃化学武器环境保护分析方法标准节选	154
附录 B-1	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中芥子气的测定 气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	154
附录 B-2	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中芥子气的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	158
附录 B-3	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中路易氏剂的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	162
附录 B-4	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中路易氏剂的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	167
附录 B-5	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中二苯氰肟的测定 气相色谱-质谱法	

	(试行)(节选)	172
附录 B-6	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中二苯氰肿的测定 气相色谱- 质谱法(试行)(节选)	176
附录 B-7	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中二苯氯肿的测定 气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	181
附录 B-8	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中二苯氯肿的测定 气相色谱- 质谱法(试行)(节选)	185
附录 B-9	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中苯氯乙酮的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	189
附录 B-10	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中苯氯乙酮的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	192
附录 B-11	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中氧联双二苯肿的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	196
附录 B-12	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中氧联双二苯肿的测定 气相 色谱法(试行)(节选)	199
附录 B-13	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中氯乙烯氧肿的测定 乙炔铜分光 光度法(试行)(节选)	202
附录 B-14	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中氯乙烯氧肿的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	205
附录 B-15	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中氯乙烯氧肿的测定 乙炔铜 分光光度法(试行)(节选)	209
附录 B-16	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中氯乙烯氧肿的测定 气相 色谱法(试行)(节选)	212
附录 B-17	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中总氰化物的测定 (试行)(节选)	216
附录 B-18	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中总氰化物的测定 异烟酸-吡啶 酮分光光度法(试行)(节选)	222
附录 B-19	销毁日本遗弃在华化学武器 土壤中总氰化物的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	227
附录 B-20	销毁日本遗弃在华化学武器 固体废物中总氰化物的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	232
附录 B-21	销毁日本遗弃在华化学武器 废气中芥子气的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	237
附录 B-22	销毁日本遗弃在华化学武器 废气中路易氏剂的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	241
附录 B-23	销毁日本遗弃在华化学武器 空气和废气中总砷的测定 二乙基二硫 代氨基甲酸银分光光度法(试行)(节选)	245
附录 B-24	销毁日本遗弃在华化学武器 废气中光气的测定 高效液相色谱法 (试行)(节选)	250

附录 B-25	销毁日本遗弃在华化学武器	空气中光气的测定	高效液相色谱法 (试行)(节选)	253
附录 B-26	销毁日本遗弃在华化学武器	空气中氰溴甲苯的测定	高效液相色谱法 (试行)(节选)	256
附录 B-27	销毁日本遗弃在华化学武器	废气中氰溴甲苯的测定	高效液相色谱法 (试行)(节选)	259
附录 B-28	销毁日本遗弃在华化学武器	空气中芥子气的测定	气相色谱法 (试行)(节选)	261
附录 B-29	销毁日本遗弃在华化学武器	空气中路易氏剂的测定	气相色谱法 (试行)(节选)	265
附录 B-30	销毁日本遗弃在华化学武器	空气中苯氯乙酮的测定	气相色谱法 (试行)(节选)	269
附录 B-31	销毁日本遗弃在华化学武器	废气中苯氯乙酮的测定	气相色谱法 (试行)(节选)	273
附录 B-32	销毁日本遗弃在华化学武器	废气中氧联双二苯肼的测定	气相 色谱法(试行)(节选)	277
附录 B-33	销毁日本遗弃在华化学武器	空气中氧联双二苯肼的测定	气相色谱法 (试行)(节选)	281
附录 B-34	销毁日本遗弃在华化学武器	废气中二苯肼的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	285
附录 B-35	销毁日本遗弃在华化学武器	空气中二苯肼的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	289
附录 B-36	销毁日本遗弃在华化学武器	水中芥子气的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	293
附录 B-37	销毁日本遗弃在华化学武器	水中路易氏剂的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	296
附录 B-38	销毁日本遗弃在华化学武器	水中二苯肼的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	298
附录 B-39	销毁日本遗弃在华化学武器	水中二苯肼的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	301
附录 B-40	销毁日本遗弃在华化学武器	水中芥子砒的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	304
附录 B-41	销毁日本遗弃在华化学武器	水中芥子亚砒的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	307
附录 B-42	销毁日本遗弃在华化学武器	水中氯乙烯肼酸的测定	高效液相色谱法 (试行)(节选)	309
附录 B-43	销毁日本遗弃在华化学武器	水中三苯肼的测定	气相色谱-质谱法 (试行)(节选)	312
附录 B-44	销毁日本遗弃在华化学武器	水中氧联双二苯肼的测定	气相色谱-	

	质谱法(试行)(节选)	315
附录 B-45	销毁日本遗弃在华化学武器 水中氯乙烯氧肿的测定 乙炔铜分光 光度法(试行)(节选)	318
附录 B-46	销毁日本遗弃在华化学武器 水中氯乙烯氧肿的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	320
附录 B-47	销毁日本遗弃在华化学武器 水中氰溴甲苯的测定 高效液相色谱法 (试行)(节选)	323
附录 B-48	销毁日本遗弃在华化学武器 水中苯氯乙酮的测定 气相色谱法 (试行)(节选)	325
附录 B-49	销毁日本遗弃在华化学武器 废气中二噁英类的测定 同位素稀释高 分辨毛细管气相色谱-高分辨质谱法(试行)(节选)	328

第一章 概 述

在处理日本遗弃在华化学武器的过程中实施监测是保护环境和人员安全的重要措施,是必须实施的基础保障技术之一。通过十多年的努力,已经建立了一整套处理日本遗弃在华化学武器的监测技术,在野外作业的实施过程中已形成了科学化、标准化和规范化保障模式,充分发挥了技术支持和保障安全的重大作用,并将在即将开始的哈尔滨巴岭正式挖掘回收工程、销毁工程设施和移动式销毁设施等工程中发挥进一步的作用。

第一节 环境监测在处理日本遗弃在华化学武器中的作用和任务

在处理日本遗弃在华化学武器野外作业过程中,为了确保日本遗弃在华化学武器挖掘回收(处理)工作顺利、安全实施,以及作业人员安全,周边环境不受二次污染,在挖掘回收(处理)作业准备、实施和撤收的全过程必须对化学剂及其相关化合物实施监测。

一、化学剂监测的目的

1. 对挖掘区域周边土壤进行本底分析,以便与挖掘区的土壤分析结果进行对比,确定埋藏区域是否受到化学武器组分的污染。
2. 在挖掘回收作业过程中,确认有无毒剂泄漏,以便及时采取应急措施,确保作业人员的安全。
3. 监测挖掘作业区域的土壤、水、大气、生物底泥以及作业产生的固体废物的污染因子是否超过国家标准,确保现场作业人员和当地居民的安全与健康。

二、化学剂监测的任务

根据日本遗弃在华化学武器挖掘回收(处理)作业的特点,化学武器组分监测分为周边环境监测分析、作业环境监测分析、污染物控制监测分析(包括土壤调查分析)和挖掘回收过程监测分析等任务。

1. 为维护正常作业环境,对野外挖掘回收作业过程中实施监测,确保挖掘回收作业的顺利安全进行;
2. 对作业过程中的突发性事故实施监测分析,确保紧急状态下的人员安全,同时控制污染的扩散;
3. 对影响周边环境因子实施监测分析,确保野外挖掘回收作业不对当地生态环境和居民安全造成危害。

三、化学武器组分监测的对象

(一) 污染源的分析

处理日本遗弃在华化学武器作业涉及的毒剂污染情况主要分布在四个方面,一是作业期间水可能会受到不同程度的污染;二是土壤(包括生物底泥)会受到污染;三是密闭帐篷的空气会受到毒剂及相关化合物的污染;四是处理日本遗弃化学武器产生的固体废物。现分叙如下:

1. 水污染情况分析

日本遗弃在我国境内的化学武器数量大、分布广,而且毒剂品种多。这些遗弃化学武器经过半个多世纪的风风雨雨,大多严重锈蚀和泄漏毒剂。尽管日方已提出,在销毁过程中,对污水实行封闭式管理,污水不外排,对水实施循环再使用或蒸干的办法。但在挖掘、鉴别、包装运输、临时储存以及销毁等野外作业诸过程中,难免会有泄漏。尤其是在事故发生时,应急处理过程中需大量用水,不可避免有地面污染。另外,日本遗弃在华化学武器大多数都埋藏于地下,在挖掘回收过程中不可避免的会产生渗水,由于在野外作业下雨时的雨水也会进入挖掘帐篷内溶解污染土壤中的毒剂或有毒有害化合物产生污染水。因此水的污染在野外作业中也是必须考虑的因素之一。为了尽可能地防止污染、保护环境,我们必须对遗弃化学武器销毁处理的全过程进行严格的环境管理。根据销毁日本遗弃在华化学武器水污染排放控制标准的要求,对野外作业产生的各种污染水进行有效的监测和管理。

2. 土壤(生物底泥)污染分析

日本侵华战争失败后,将大量化学武器遗弃在中国十多个省市的几十个地区。在对日本遗弃在华化学武器的调查中已经发现埋藏的部分化学武器因锈蚀而发生毒剂的泄漏现象。泄漏的毒剂首先污染土壤,然后通过蒸发和向下渗透进而污染大气和地下水,危害生态环境并危害参与野外作业人员的安全与健康。由于日本遗弃在华化学武器中毒剂泄漏程度不同以及毒剂在土壤中的迁移转化作用,土壤受污染的程度也不同。在以往的日本遗弃在华化学武器现场调查和挖掘回收作业中都有大量被日本遗弃化学武器污染的土壤。在这些污染土壤中既检出了毒剂原体又有毒剂的降解产物,人体接触这些污染土壤是非常危险的,特别是在挖掘、包装和临时储存时,必须采取适当的防护措施才能保护作业人员的安全。

在大量的日本遗弃在华化学武器埋藏地区域内,受日本遗弃化学武器污染的水流经水道或小溪等,污染物会沉积在底泥中化学武器组分会污染生物底泥,对污染水流经的地域的生态环境会产生影响,因此对生物底泥也要进行监测。

3. 空气污染分析

一般的处理日本遗弃化学武器野外作业挖掘回收或取化学剂等都在密闭的负压帐篷内进行,因此污染的空气只在帐篷内产生。产生的原因有多方面的,例如毒剂弹、毒剂桶等的泄漏会产生毒剂蒸气,从而污染帐篷内的空气;已经泄漏至土壤中的毒剂蒸发到空气中而产生污染空气;挖掘过程中由于空气比较干燥可能产生气溶胶或受毒剂污染的土壤产生的悬浮颗粒污染帐篷内的空气产生有毒气体。因此在密闭帐篷内作业的工作人员必须采取严格的防护措施,才能保证作业过程中人员的安全健康。

4. 固体废物污染分析

在处理日本遗弃在华化学武器过程中会产生各种各样的固体废物,这些固体废物与毒剂组分接触后会受到污染,例如炮弹皮、使用过的防护器材、包装化学弹的包装器材、销毁化学炮弹时产生的飞灰等都要进行监测分析,才能进行最终处理。

(二) 污染源的监测

日本遗弃在华化学武器挖掘回收工程的环境监测工作主要着眼于与日本遗弃化学武器有关的组分进行监测,监测的主体为大气、水体、土壤(包括生物底泥)及固体废弃物中的毒剂及相关化合物,具体监测项目参照第三章的内容。

四、日本遗弃化学武器毒剂监测的原则

环境监测分析必须遵循以下原则:

- (1) 环境监测工作必须遵循中国的法律法规;
- (2) 执行销毁日本遗弃在华化学武器专项环境标准以及相关的监测分析标准和规范;
- (3) 全面监测与重点监测相结合,重点做好挖掘、回收和炮弹处置(销毁)等处的排放口监测;
- (4) 在质量保证和质量控制系统下进行监测分析;
- (5) 以确保人员安全和环境安全为原则,在量力务实基础上完成正常情况下的环境监测任务,随时待命并投入应急情况下的监测分析;
- (6) 根据中日分工实施监测,监测分析结果中日双方共享。

第二节 化学武器监测技术的体系构成

处理日本遗弃化学武器的化学武器监测,由样品采集、快速侦检、化学分析和仪器分析等构成。

一、样品采集

从炮弹表面、污染器材表面、泄漏污染环境介质(土壤、水和空气)和污染的废弃物等污染源上采集样品。样品主要分为水、土壤、大气、生物底泥以及在野外作业中产生的废弃物等五类。在作业过程中,一般分为大气采样组和水、土壤、生物底泥及固体废弃物采样组。

二、快速侦检和报警

化学侦察是使用化学侦察器材查明化学污染情况的专业技术,包括化学观察、报警、侦毒、监测和化验等,用以查明地面、空气、装备器材和水源等是否染毒,确定染毒的种类、程度、范围并标志重要目标,测定染毒浓度和密度,对目标染毒及其变化情况进行监测,为人员组织防护提供依据。从采用的技术角度来讲,化学侦察的实质是在化学袭击后对毒剂的定性定量分析,又称毒剂的侦检分析。本书中重点介绍毒剂的快速侦检(化验)和报

警技术。

三、毒剂的化学分析

利用毒剂与不同的化学试剂反应生成不同的颜色、气味和沉淀等为基础的分析方法称为化学分析方法。例如 T-135 定量分析芥子气、间二硝基苯分析苯氯乙酮、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(GB/T 17134—1997)测定总砷等。毒剂的侦毒、化验也属于化学分析的范畴。在本书中将毒剂毒物的快速半定量的分析归结到化学侦察中,以后本教材中提到的化学分析专指毒剂的准确定量分析。

四、毒剂的仪器分析

根据毒剂的沸点、熔点、比重、蒸汽压、折光率、荧光、电位变化或测定毒剂分子结构的色谱、光谱、质谱、核磁共振波谱等特性,使用相关仪器检测毒剂的方法。在处理日本遗弃化学武器中,根据野外作业的特点和要求,一般采用气相色谱-质谱分析法等。

第三节 毒剂监测技术的发展

处理日本遗弃在华化学武器监测技术经历了从起步阶段借用相关学科的技术、器材,到建立挖掘回收作业中全方位、全过程监测体系的过程。

一、起步阶段

1997 年到 2000 年。在这一阶段中,化学武器监测技术主要是学习、摸索阶段,在这一时期主要从《毒剂侦检分析》、《化学侦察技术》、《化验》、《毒剂的仪器分析》和国内外的的一些相关著作、报道等相关学科借用一些技术,不成系统,没有自己的特色。应用的主要设备有侦毒器、化验箱、FDB02 型和 AP2C 型毒剂报警器和少量的仪器分析设备。

二、发展阶段

2000 年至 2005 年。随着处理日本遗弃化学武器工作的深入,对化学武器监测技术的研究也越来越深入。以《日本遗弃化学武器回收工程技术研究与应用》课题的完成和《销毁日本遗弃在华化学武器环境保护标准》的颁布与试行为标志,建立了由毒剂报警、快速侦检、化学分析和仪器分析相结合的全方位、全过程的监测体系。实现了对毒剂的快速报警、定性分析、半定量分析和定量分析的全面监测能力——不仅能对毒剂原体进行监测,而且能够有效地对毒剂降解产物进行分析。主要表现在:

(1) 建立了由 Chempro100、M90、RAID-X(系列)等毒剂报警器组成的对作业环境中毒剂(中浓度)的实时监测体系,解决了现场作业的毒剂是否存在泄漏的问题。

(2) 开发研制了快速侦检纸、快速侦检箱对污染水、土壤进行定性和半定量的快速侦检技术,解决了应对突发日本遗弃化学武器事件的初步快速判定毒剂种类的问题。

(3) 利用仪器分析方法进行定性和定量分析,创造性地运用了溶剂多步萃取技术,充分利用各种分析仪器的特长,解决了化学弹内装填物易变化和复杂的样品前处理及定性、定量分析等问题。

(4) 建立了大面积日本遗弃化学武器污染土壤的调查技术和机制,并确立了各污染物相应的监测技术和分析方法。

(5) 研究制定了处理日本遗弃化学武器环境保护标准及其相应的监测技术。

(6) 建立了哈尔巴岭挖掘回收工程和销毁设施的毒剂监测的基本方案。

三、完善阶段和今后发展的方向

2006年后,化学武器监测技术一方面在原有基础上完善,一方面朝着更高的方向发展。

(1) 野外作业监测技术方案朝着制度化、规范化发展,监测器材向制式化、便携化、智能化发展。比如,根据处理日本遗弃化学武器环境保护标准对野外作业进行规范化的完善,建立野外便携式分析仪器为主和大型仪器实验室认证相结合的仪器分析模式,野外作业环境监测在线分析的尝试和更适合野外作业的样品处理方法的研究。

(2) 完善哈尔巴岭挖掘回收工程和销毁设施的毒剂监测方法具体方案,并实施了哈尔巴岭试挖掘(第一阶段)的环境监测工作,积累了大规模环境监测的经验。

(3) 加强水下挖掘作业,挖掘点附近水域毒剂监测方法体系的研究。

(4) 加强处理日本遗弃化学武器监测技术的新技术和新方法的研究。

(5) 针对移动式化学武器销毁技术的特点,认真研究化学武器销毁时优先监测项目,制订科学的和详细的监测计划。

(6) 随着处理日本遗弃化学武器工作的进一步展开,暴露的其他需研究和解决环境监测的技术问题。

第二章 环境监测质量保证

第一节 质量保证的意义和内容

环境监测对象成分复杂,时间、空间量级上分布广泛,且随机多变,不易准确测量。特别是在处理日本遗弃在华化学武器野外作业的环境监测中,常需要在最短时间内,同步测定。这就要求实验室从采样到结果所提供的数据有规定的准确性和可比性,以便作出正确的结论。如果没有一个科学的环境监测质量保证程序,由于人员的技术水平、仪器设备、地域等差异,难免出现调查资料互相矛盾、数据不能利用的现象,造成大量人力、物力和财力的浪费。

环境监测质量保证是环境监测中十分重要的技术工作和管理工作。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和监测系统的有效措施,它可以保证数据质量,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监测过程的全面质量管理,包括制订计划;根据需求和可能确定监测指标及数据的质量要求;规定相应的分析监测系统。其内容包括采样、样品预处理、贮存、运输、实验室供应,仪器设备、器皿的选择和校准,试剂、溶剂和基准(标准)物质的选用,统一测量方法,质量控制程序,数据的记录和整理,各类管理和监测人员的要求和技术培训,实验室的清洁度和安全,以及编写有关的文件、指南和手册等。

环境监测质量控制是环境监测质量保证的一个重要组成部分,它包括实验室内部质量控制和外部质量控制两个方面。实验室内部质量控制,是指实验室自我控制质量的常规程序,它能反映分析质量稳定性如何,以便及时发现分析中异常情况,随时采取相应的校正措施。其内容包括空白试验、校准曲线核查、仪器设备的定期标定、平行样分析、加标样分析、密码样品分析和编制质量控制图等;外部质量控制通常是指由常规监测以外的中心监测站或其他有经验人员来执行,以便对数据质量进行独立评价,各实验室可以从中发现所存在的系统误差等问题,以便及时校正、提高监测质量。常用的方法有分析标准样品以进行实验室之间的评价和分析测量系统的现场评价等。

特种化学品实验室的环境监测质量保证工作已全面开展,并逐步走上科学化、规范化。样品的采集和保存等内容将在本书有关的章节中说明,实验室分析操作技术等内容可参阅有关分析化学书籍,本章着重讨论标准分析方法、环境标准物质、实验室质量控制等内容。

第二节 监测实验室基础

实验室是获得监测结果的关键部门,要使监测质量达到规定水平,必须要有合格的实验室和合格的分析操作人员。具体地讲包括仪器的正确使用和定期校正;玻璃仪器的选

用和校正;化学试剂和溶剂的选用;溶液的配制和标定、试剂的提纯;实验室的清洁度和安全工作;分析人员的操作技术和分离操作技术等。

仪器和玻璃量器是为分析结果提供原始测量数据的设备。它的选择视监测项目的要求和实验室条件而定。仪器和量器的正确使用、定期维护和校准是保证监测质量、延长使用寿命的重要工作,也是反映操作人员技术素质的重要方面。

一、实验用水

水是最常用的溶剂,配制试剂、标准物质、洗涤均需大量使用。它对分析质量有着广泛和根本的影响,对于不同用途需要不同质量的水。市售蒸馏水或去离子水必须经检验合格才能使用。实验室中应配备相应的提纯装置。纯水的分级见表 2-1。

表 2-1 纯水分级表

级别	电阻率(25℃) /(MΩ·cm)	制水设备	用 途
1	>16	混合床离子交换柱,0.45 μm 滤膜,亚沸蒸馏器	配制标准水样
2	10~16	混合床离子交换柱,石英蒸馏器	配制分析超痕量(μg/L)级物质用的试液
3	2~10	双级复合床或混合床离子交换柱	配制分析痕量(μg/L~mg/L)级物质用的试液
4	0.5~2	单级复合床离子交换柱	配制分析(mg/L)级以上物质用的试液
5	<0.5	金属或玻璃蒸馏器	配制测定有机物(如 COD、BOD ₅ 等)用的试液

(一) 蒸馏水

蒸馏水的质量因蒸馏器的材料与结构而异,水中常含有可溶性气体和挥发性物质。下面分别介绍几种不同蒸馏器及其所得蒸馏水的质量:

1. 金属蒸馏器

金属蒸馏器内壁为纯铜、黄铜、青铜,也有镀纯锡的。用这种蒸馏器所获得的蒸馏水含有微量金属杂质,如含 Cu²⁺ 约(10~200)×10⁻⁶,电阻率小于 0.1 MΩ·cm(25℃),只适用于清洗容器和配制一般试液。

2. 玻璃蒸馏器

玻璃蒸馏器由含低碱高硅硼酸盐的“硬质玻璃”制成,二氧化硅约占 80%。经蒸馏所得的水中含痕量金属,如含 5×10⁻⁹ Cu²⁺,还可能有微量玻璃溶出物如硼、砷等,其电阻率约 0.5 MΩ·cm,适用配制一般定量分析试液,不宜用于配制分析重金属或痕量非金属试液。

3. 石英蒸馏器

石英蒸馏器含二氧化硅 99.9%以上。所得蒸馏水仅含痕量金属杂质,不含玻璃溶出

物。电阻率约为 $(2\sim3)\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。特别适用于配制对痕量非金属进行分析的试液。

4. 亚沸蒸馏器

它是由石英制成的自动补液蒸馏装置。其热源功率很小,使水在沸点以下缓慢蒸发,故而不存在雾滴污染问题。所得蒸馏水几乎不含金属杂质(超痕量)。适用于配制除可溶性气体和挥发性物质以外的各种物质的痕量分析用试液。亚沸蒸馏器常作为最终的纯水器与其他纯水装置(如离子交换纯水器等)联用,所得纯水的电阻率高达 $16\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上。但应注意保存,一旦接触空气,在不到 5min 内可迅速降至 $2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

(二) 去离子水

去离子水是用阳离子交换树脂和阴离子交换树脂以一定型式组合进行水处理。去离子水含金属杂质极少,适于配制痕量金属分析用的试液,因它含有微量树脂浸出物和树脂崩解微粒,所以不适于配制有机分析试液。通常用自来水作为原水时,由于自来水含有一定余氯,能氧化破坏树脂使之很难再生,因此进入交换器前必须充分曝气。自然曝气夏季约需一天,冬季需三天以上,如急用可煮沸、搅拌、充气,并冷却后使用。湖水、河水和塘水作为原水应仿照自来水先作沉淀、过滤等净化处理。含有大量矿物质,硬度很高的井水应先经蒸馏或电渗析等步骤去除大量无机盐,以延长树脂使用周期。

(三) 特殊要求的纯水

在分析某些指标时,对分析过程中所用的纯水中这些指标的含量应愈低愈好,这就提出某些特殊要求的纯水以及制取方法。

1. 无氯水

加入亚硫酸钠等还原剂将水中余氯还原为氯离子,以联邻甲苯胺检查不显黄色。用附有缓冲球的全玻璃蒸馏器(以下各项的蒸馏同此)进行蒸馏制得。

2. 无氨水

加入硫酸至 $\text{pH}<2$,使水中各种形态的氨或胺均转变成不挥发的盐类,收集馏出液即得,但应注意避免实验室空气中存在的氨重新污染。

3. 无二氧化碳水

(1) 煮沸法:将蒸馏水或去离子水煮沸至少 10min (水多时),或使水量蒸发 10% 以上(水少时),加盖放冷即得。

(2) 曝气法:用惰性气体或纯氮通入蒸馏水或去离子水至饱和即得。制得的无二氧化碳水应贮于以附有碱石灰管的橡皮塞盖严的瓶中。

4. 无铅(重金属)水

用氢型强酸性阳离子交换树脂处理原水即得。所用贮水器事先应用 6mol/L 硝酸溶液浸泡过夜再用无铅水洗净。

5. 无砷水

一般蒸馏水和去离子水均能达到基本无砷的要求。应避免使用软质玻璃制成的蒸馏器、贮水瓶和树脂管。进行痕量砷分析时,必须使用石英蒸馏器、石英贮水瓶、聚乙烯的树脂管。

6. 无酚水

(1) 加碱蒸馏法:加氢氧化钠至水的 $\text{pH}>11$,使水中的酚生成不挥发的酚钠后蒸馏