



武汉工商学院

Wuhan Technology And Business University

# 基于 LIMS 的环境监测实训

## 指导书

武汉工商学院环境与生物工程学院编制

武汉工商学院教务部印刷

# 目 录

实验一 环境监测方案确定等准备工作.....	1
实验二 环境监测项目测定：物理指标检验和化学指标测定.....	6
实验三 环境监测项目测定：重点监测项目测定.....	9
实验四 环境监测实训数据分析及报告撰写.....	27
实验五 基于 LIMS 系统的业务流程管理实训 .....	30
实验六 基于 LIMS 系统的样品过程管理实训 .....	35

# 实验一 环境监测方案确定等准备工作

## 一、目标要求

1. 了解环境监测的目的和意义，了解 LIMS 系统的基本组成和功能；
2. 掌握环境环境监测布点采样方案的制定；
3. 掌握环境监测项目的实验室分析测定方法；
4. 学会查阅文献，并制定环境监测布点采样方案和实验测定方案。

## 二、主要内容

### （一）制订环境监测布点采样方案，实施环境样品采集

以武汉工商学院的静思湖为例，依据 HJ 91.2-2022 《地表水环境质量监测技术规范》，湖泊水环境质量监测方案内容应包括：地表水环境质量手工监测的布点与采样、监测项目与分析方法、监测数据处理、质量保证与质量控制、原始记录、基础资料等内容。

#### 1、布点：湖泊监测垂线、采样点的设置

湖泊通常只设置监测垂线，湖泊的不同水域，如进水区、出水区、深水区、浅水区、湖心区、岸边区等，按水体类别设置监测垂线；若湖泊无明显功能区别，可用网格法均匀设置监测垂线。

湖泊监测垂线上的采样点的设置应符合 HJ 91.2-2022 表 3 的要求。以静思湖为例，水深  $h \leq 5$  m，采样点数量为一点，在水面下 0.5 m 处采集表层水样，水深不足 1m 时，在 1/2 水深处设置采样点。

## 2、采样：确定采样频次与时间、采样准备与样品采集、采样量

实验根据实际情况，力求以最低的采样频次，取得最具时间代表性的样品，既要满足反映水质状况的要求，又要切实可行。

### (1) 采样频次与采样时间

按照监测计划确定的频次开展监测。

### (2) 采样前的准备

确定每次的采样负责人，主要负责采样计划的组织实施。采样计划应包括：监测点位、监测项目和数量、采样质量保证措施、采样时间和路线、采样人员和分工、采样器具和交通工具，以及现场测定项目和安全保证等。

采样前，采样负责人应明确监测任务、目的和要求，了解监测点位周围情况，掌握采样方法、水样容器洗涤和样品保存技术，有现场测定项目时，还应实施现场测定，包括：pH值、溶解氧、水温、电导率、透明度、浊度等项目。

### (3) 样品的采集

采样时应保证采样点位置准确，必要时使用定位仪定位，并拍摄水体现场情况，做好记录。不能抵达指定采样位置时，应记录现场情况和调整后的实际采样位置。

以静思湖采样为例，涉及的采样方式主要为桥上采样和涉水采样，较浅的水域或靠近岸边水浅的采样点可涉水采样，采样人员应站在采样点下游，逆流采集水样，避免搅动底部沉积物导致水样污染，采样人员应能准确控制采样点位置，且能满足现场项目测定要求。

#### (4) 采样量

最少采样量应符合标准分析方法或 HJ 493-2009 《水质 样品的保存和管理技术规定》。

### 3、样品的保存、运输与交接

采集的水样按监测项目标准分析方法规定添加适量保存剂，标准分析方法中没有规定的，按 HJ 493-2009 《水质 样品的保存和管理技术规定》执行。采样结束前，应核对采样计划、记录与水样，如有错误或遗漏，应立即重新采样或补采。

水样运输前，应将样品的瓶盖盖紧，需要冷藏保存的样品应按照规定标准分析方法要求保存，并在运输过程中确保冷藏效果，样品运输过程中应采取措施避免沾污、损失和丢失。水样采集后宜尽快送往实验室。水样交付实验室时，应清点样品，采样记录、样品标签及其包装应完整，若发现样品异常或处于损坏状态，应如实记录，并尽快采取相关处理措施，必要时重新采样。

样品采样记录表

年度:

序号	采样地点	采集日期	样品编号	采样位置		气象参数			现场监测记录			采样人	记录人	备注
				点位号	深度 (m)	气温 (℃)	气压 (hPa)	相对湿度 (%)	水温 (℃)	透明度	感官指标描述			
1														
2														
3														
4														
5														
6														
7														

## **(二) 制订环境监测指标测定方案，规划实验流程，设计实验方案**

### **1、监测项目的确定**

根据监测目的，选择国家和地方地表水环境质量标准中要求控制的监测项目指标。还可根据污染源特征和水环境保护功能，以及区域经济、监测条件和技术水平适当增加监测项目指标。

### **2、分析方法的选择**

监测项目分析方法应优先选用 GB 3838-2002 《地表水环境质量标准》等规定中的标准分析方法，若适用性满足要求，其他国家、行业标准分析方法也可选用。选用的标准分析方法的测定下限应低于该监测项目规定的环境质量标准限值。

## **(三) 认领实验室仪器、设备，领取药品、配制所需试剂**

### **1、仪器设备清单**

根据设计的实验方案测定项目，确定仪器设备清单，认领各监测项目分析方法所需的仪器与设备，记录分析仪器名称及型号等。

### **2、试剂药品清单**

依据标准分析方法，满足适用性要求，确定科学且合理的待领取药品清单，并配制所需试剂、溶液，记录标准溶液名称、浓度及配制日期等。

#### (四) LIMS 系统委托环境监测任务，选定方法、设备、人员等

LIMS (Laboratory Information Management System) 实验室信息管理系统，是通过对样品检验流程、分析数据及报告、实验室资源和客户信息等要素的综合管理，按照标准化实验室管理规范，建立符合实验室业务流程的质量体系，实现实验室信息化管理。

认识 LIMS 在环境监测中的应用，了解 LIMS 各模块功能与作用。



# 实验二 环境监测项目测定： 物理指标检验和化学指标测定

## 一、目标要求

1. 掌握环境监测物理指标采样、检验技术，设备的基本原理与结构；
2. 掌握环境监测化学指标测定的操作技术及仪器设备的原理结构；
3. 掌握环境监测物理指标检验和化学指标测定方法。

## 二、主要内容

### （一）水温的测定（温度计法）

温度计法适用于测量水的表层温度，测量范围-6~40℃。水温应在现场进行测定。将水温度计投入水中至待测深度，感温 5min 后，迅速上提并立即读数，从水温度计离开水面至读数完毕应不超过 20s。

### （二）电导率的测定（电极法）

水的电导率常用电导仪测定，首先测定标准氯化钾溶液的电导，求得电极常数，然后测定水样的电导率。电导率的测定受溶液温度等因素影响，电导仪上一般都采用了补偿或消除措施，经校正后可直接读出水样的电导率。

### （三）透明度的测定（塞氏盘法）

塞氏盘又叫透明度盘，用于现场测定透明度。



塞氏盘中间穿一条带铅锤的绳，上面系一段用厘米（cm）标记的细绳。测定时，将塞氏盘平放入水中，逐渐下沉，到刚好看不到盘面的白色时，记录其深度，以厘米（cm）为单位，即为透明度。

#### **（四）浊度的测定（浊度计法）**

浊度计是利用光学传感器测量水中悬浮颗粒对光线的散射率，将其转换为浊度值。浊度计校准后，将水样倒入比色瓶中，放入浊度计测量池，读取浊度值。测量时，需确保比色瓶清洁无污染，避免气泡影响测量结果。

#### **（五）pH 值的测定（电极法）**

##### **1、准备**

配制 pH 标准缓冲溶液（25℃时）：0.05mol/L 邻苯二甲酸氢钾 pH 为 4.00，0.025mol/L 磷酸二氢钾+0.025mol/L 磷酸氢二钠 pH 为 6.86，0.01mol/L 硼砂 pH 为 9.18。

仪器组装，接通电源，开机预热 20min。调节温度补偿，进入 pH 测量状态，按“温度”键调节温度，使温度显示值与溶液温度一致。

##### **2、校准（两点校准法）**

用 pH 试纸粗测水样的酸碱性，根据样品 pH 大小选择两种标准缓冲溶液，样品 pH 尽量在两种标准缓冲溶液 pH 范围间。进行两点校准，先用 pH=6.86 的中性标准缓冲溶液进行定位，再用 pH=4.00 的酸性标准缓冲溶液或 pH=9.18 的碱性标准缓冲溶液进行斜率校准。

### 3、测定

将清洗干净的电极浸入被测溶液中，轻轻搅拌或摇动溶液，待读数稳定后读出溶液的 pH 值。测量完毕后，取出电极，用蒸馏水清洗电极头，并用滤纸吸干水分。

## (六) 溶解氧的测定（电化学探头法）



JPBJ-609L 型便携式溶解氧测定仪  
简易操作指南

INESA  
INSTRUMENT  
上海仪电科学仪器

#### 准备

1. 安装好溶解氧电极。具体操作流程如下：
  - 将膜帽从电极上打下来，然后用蒸馏水把膜帽的内外冲洗干净并用干布擦干；
  - 用蒸馏水把电极的阴阳极组件清洗，并擦干；
  - 往膜帽内注入四分之三体积的电解液；
  - 把膜帽拧到电极上，直到拧紧为止，膜片应当与电极阴极的头完全接触无隙。

备注 1：电极的透气膜片不能受到任何损伤，避免触碰膜片。如果膜片损坏，请更换新的膜帽。溶解氧电解液在使用一段时间后需更换。溶解氧电解液使用时间和使用状况有关。

备注 2：详细的电极使用、清洗、保存和维护等请见电极使用说明书。

2. 安装好仪器后测试前需要极化电极。操作流程如下：
  - 将电极连接仪器表；
  - 开机给电极供电，极化约 60 分钟；
  - 如果电极从仪表上拔下不超过 1 个小时，允许在使用前极化不少于 25 分钟。

3. 准备样品。准备标定电极的溶液：新鲜配制的 5% 亚硫酸钠溶液和去离子水。

4. 选择测量方法：
  - 仪器默认测量方法为“Na-001 直接测量方法”，若采用默认方法进行测量，此步骤可省略。
  - 按 进入测量方法管理，可选择方法列表中方法，也可根据需要创建新方法。

#### 标定

1. 按“电极标定”后，仪器进入溶解氧电极标定界面。



2. 选择“参数设置”-“溶解氧补偿设置”，设置盐度值为“0g/L”，设置大气压补偿模式为“自动 mBar”，单位为“kPa”。
3. 将清洗干净的溶解氧电极放入零氧水中，待读数稳定后，按“标定零氧”进行标定。完成零氧标定后，用纯水将电极清洗干净，并小心吸干电极膜表面的水分。
4. 将电极靠近水面上方但不要浸入水中，电极膜表面不能挂水滴。待读数稳定后，按“标定满氧”进行满量程标定，完成后自动结束标定，仪器显示并存储标定结果，并回到起始界面。



#### 测量

1. 选择“参数设置”-“读数方式设置”，可修改读数方式和平衡条件；选择“参数设置”-“溶解氧参数设置”，可设置溶解氧电极信息、溶解氧报警限值值和溶解氧标准溶解等信息。

备注 1：读数方式支持连续读数方式，定时读数方式和平衡读数方式设置，客户根据需要进行选择，按“确认”键完成设置。

备注 2：溶解氧参数设置客户根据需要进行选择，若采用仪器默认设置，本步骤可省略。

2. 通过 键进入测量参数选择界面，选择“溶解氧”后进入测量状态，待读数稳定后（数据稳定标志闪烁，并显示 Stable），即可进行读数。



备注：若需准确测量，请在同一温度下进行标定和测量。

3. 按“存储”键保存测量结果。

# 实验三 环境监测项目测定：重点监测项目测定

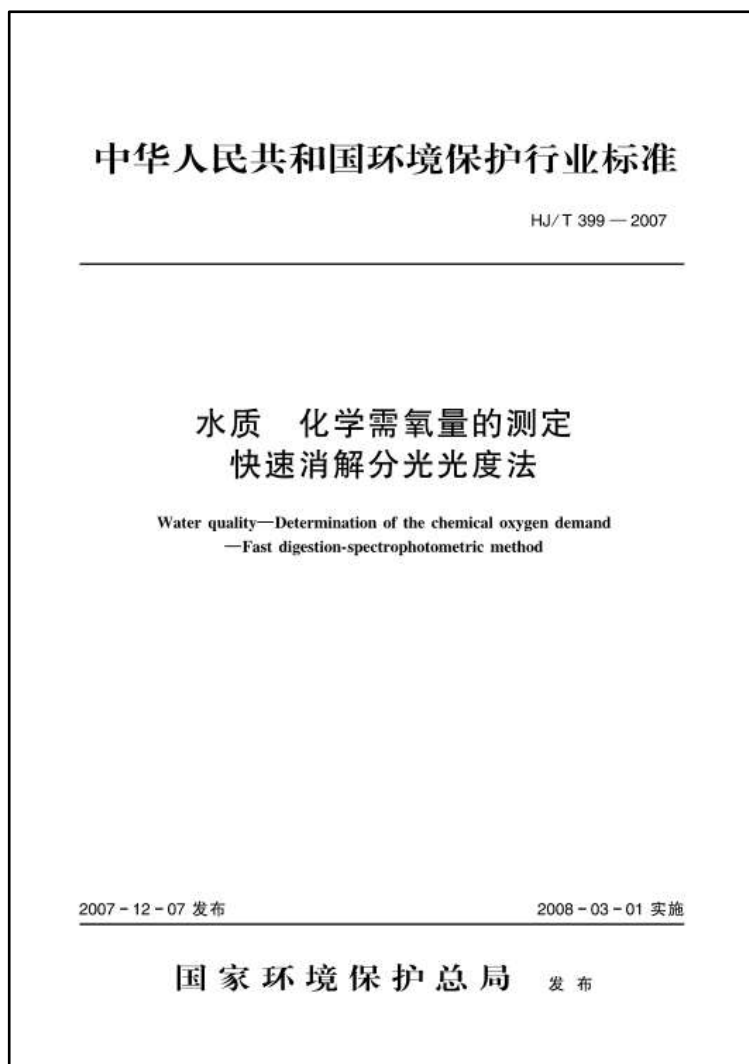
## 一、目标要求

1. 掌握环境监测重点监测项目的采样操作技术及采样器的基本结构；
2. 掌握环境监测重点监测项目的测定方法。

## 二、主要内容

### （一）化学需氧量的测定（快速消解分光光度法）

HJ/T 399-2007 《水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法》



# 水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法

警告：硫酸汞属于剧毒化学品，硫酸也具有较强烈的化学腐蚀性，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服，若含硫酸溶液溅出，应立即用大量清水清洗；在通风柜内进行操作；检测后的残渣残液应做妥善的安全处理。

## 1 适用范围

本标准规定了水质化学需氧量快速消解分光光度测定方法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中化学需氧量（COD）的测定。

本标准对未经稀释的水样，其 COD 测定下限为 15 mg/L，测定上限为 1 000 mg/L，其氯离子质量浓度不应大于 1 000 mg/L。

本标准对于化学需氧量（COD）大于 1 000 mg/L 或氯离子含量大于 1 000 mg/L 的水样，可经适当稀释后进行测定。

## 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款，凡是不注日期的引用文件，其最新有效版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水的规格和试验方法

GB/T 11896 水质 氯化物的测定 硝酸银滴定法

JJG 975 化学需氧量（COD）测定仪

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 化学需氧量（Chemical Oxygen Demand, COD）

在一定条件下，经重铬酸钾氧化处理，水样中的溶解性物质和悬浮物所消耗的重铬酸钾的量相对应的氧的质量浓度，1 mol 重铬酸钾（ $1/6 K_2Cr_2O_7$ ）相当于 1 mol 氧（ $1/2 O$ ）。

## 4 原理

试样中加入已知量的重铬酸钾溶液，在强硫酸介质中，以硫酸银作为催化剂，经高温消解后，用分光光度法测定 COD 值。

当试样中 COD 值为 100 ~ 1 000 mg/L，在 600 nm ± 20 nm 波长处测定重铬酸钾被还原产生的三价铬（ $Cr^{3+}$ ）的吸光度，试样中 COD 值与三价铬（ $Cr^{3+}$ ）的吸光度的增加值成正比例关系，将三价铬（ $Cr^{3+}$ ）的吸光度换算成试样的 COD 值。

当试样中 COD 值为 15 ~ 250 mg/L，在 440 nm ± 20 nm 波长处测定重铬酸钾未被还原的六价铬（ $Cr^{6+}$ ）和被还原产生的三价铬（ $Cr^{3+}$ ）的两种铬离子的总吸光度；试样中 COD 值与六价铬（ $Cr^{6+}$ ）的吸光度减少值成正比例，与三价铬（ $Cr^{3+}$ ）的吸光度增加值成正比例，与总吸光度减少值成正比例，将总吸光度值换算成试样的 COD 值。

## 5 试剂和材料

本标准所用试剂除另有注明外，均应为符合国家标准和分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

### 5.1 水

应符合 GB/T 6682 一级水的相关要求。

### 5.2 硫酸： $\rho(H_2SO_4) = 1.84 g/ml$ 。

### 5.3 硫酸溶液：(1+9)。

将 100 ml 硫酸（5.2）沿烧杯壁慢慢加入到 900 ml 水中，搅拌均匀，冷却备用。

### 5.4 硫酸银-硫酸溶液： $\rho(Ag_2SO_4) = 10 g/L$ 。

将 5.0 g 硫酸银加入到 500 ml 硫酸（5.2）中，静置 1~2 d，搅拌，使其溶解。

### 5.5 硫酸汞溶液： $\rho(HgSO_4) = 0.24 g/ml$ 。

将 48.0 g 硫酸汞分次加入 200 ml 硫酸溶液（5.3）中，搅拌溶解，此溶液可稳定保存 6 个月。

5.6 重铬酸钾 ( $K_2Cr_2O_7$ ): 优级纯。

5.7 重铬酸钾标准溶液

5.7.1 重铬酸钾标准钾溶液:  $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0.500 \text{ mol/L}$ 。

将重铬酸钾 (5.6) 在  $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  下干燥至恒重后, 称取  $24.5154 \text{ g}$  重铬酸钾 (5.6) 置于烧杯中, 加入  $600 \text{ ml}$  水, 搅拌下慢慢加入  $100 \text{ ml}$  硫酸 (5.2), 溶解冷却后, 转移此溶液于  $1000 \text{ ml}$  容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。溶液可稳定保存 6 个月。

5.7.2 重铬酸钾标准溶液:  $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0.160 \text{ mol/L}$ 。

将重铬酸钾 (5.6) 在  $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  下干燥至恒重后, 称取  $7.8449 \text{ g}$  重铬酸钾 (5.6) 置于烧杯中, 加入  $600 \text{ ml}$  水, 搅拌下慢慢加入  $100 \text{ ml}$  硫酸 (5.2), 溶解冷却后, 转移此溶液于  $1000 \text{ ml}$  容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。溶液可稳定保存 6 个月。

5.7.3 重铬酸钾标准溶液:  $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0.120 \text{ mol/L}$ 。

将重铬酸钾 (5.6) 在  $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  下干燥至恒重后, 称取  $5.8837 \text{ g}$  重铬酸钾 (5.6) 置于烧杯中, 加入  $600 \text{ ml}$  水, 搅拌下慢慢加入  $100 \text{ ml}$  硫酸 (5.2), 溶解冷却后, 转移此溶液于  $1000 \text{ ml}$  容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。溶液可稳定保存 6 个月。

5.8 预装混合试剂

5.8.1 在一支消解管 (7.1) 中, 按表 1 的要求加入重铬酸钾溶液、硫酸汞溶液和硫酸银-硫酸溶液, 拧紧盖子, 轻轻摇匀, 冷却至室温, 避光保存。在使用前应将混合试剂摇匀。

5.8.2 配制不含汞的预装混合试剂, 用硫酸溶液 (5.3) 代替硫酸汞溶液 (5.5), 按照 (5.8.1) 方法进行。

5.8.3 预装混合试剂在常温避光条件下, 可稳定保存 1 年。

表 1 预装混合试剂及方法 (试剂) 标识

测定方法	测定范围/ (mg/L)	重铬酸钾 溶液用量/ml	硫酸汞溶液 用量/ml	硫酸银-硫酸 溶液用量/ml	消解管 规格/mm
比色池 (皿) 分光光度法 <sup>(1)</sup>	高量程 100 ~ 1 000	1.00	0.50	6.00	$\varnothing 20 \times 120$
		(5.7.1)			$\varnothing 16 \times 150$
	低量程 15 ~ 250 或 15 ~ 150	1.00	0.50	6.00	$\varnothing 20 \times 120$
		(5.7.2) 或 (5.7.3)			$\varnothing 16 \times 150$

测定方法	测定范围/ (mg/L)	重铬酸钾 溶液用量/ml	硫酸汞溶液 用量/ml	硫酸银-硫酸 溶液用量/ml	消解管 规格/mm
比色管分光 光度法 <sup>(2)</sup>	高量程 100 ~ 1 000	1.00	[2 + 1]	4.00	$\varnothing 16 \times 120^{(3)}$
		重铬酸钾溶液 (5.7.1) + 硫酸汞溶液 (5.5)			$\varnothing 16 \times 100$
	低量程 15 ~ 150	1.00	[2 + 1]	4.00	$\varnothing 16 \times 120^{(3)}$
		重铬酸钾溶液 (5.7.3) + 硫 酸汞溶液 (5.5)			$\varnothing 16 \times 100$

(1) 比色池 (皿) 分光光度法的消解管可选用  $\varnothing 20 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$  或  $\varnothing 16 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$  规格的密封管, 宜选  $\varnothing 20 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$  规格的密封管; 而在非密封条件下消解时应使用  $\varnothing 20 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$  的消解管。

(2) 比色管分光光度法的消解管可选用  $\varnothing 16 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$  或  $\varnothing 16 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$  规格的密封消解比色管, 宜选  $\varnothing 16 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$  规格的密封消解比色管; 而非密封条件下消解时, 应使用  $\varnothing 16 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$  的消解比色管。

(3)  $\varnothing 16 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$  密封消解比色管冷却效果较好。

5.9 邻苯二甲酸氢钾[C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>(COOH)(COOK)]: 基准级或优级纯。

1 mol 邻苯二甲酸氢钾[C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>(COOH)(COOK)] 可以被 30 mol 重铬酸钾(1/6K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)完全氧化, 其化学需氧量相当 30 mol 的氧(1/2 O<sub>2</sub>)。

5.10 邻苯二甲酸氢钾 COD 标准贮备液

5.10.1 COD 标准贮备液: COD 值 5 000 mg/L。

将邻苯二甲酸氢钾(5.10)在 105~110 °C 下干燥至恒重后, 称取 2.127 4 g 邻苯二甲酸氢钾(5.10)溶于 250 ml 水(5.1)中, 转移此溶液于 500 ml 容量瓶中, 用水(5.1)稀释至标线, 摇匀。此溶液在 2~8 °C 下贮存, 或在定容前加入约 10 ml 硫酸溶液(5.3), 常温贮存, 可稳定保存一个月。

5.10.2 COD 标准贮备液: COD 值 1 250 mg/L。

量取 50.00 ml COD 标准贮备液(5.10.1)置于 200 ml 容量瓶中, 用水(5.1)稀释至标线, 摇匀。此溶液在 2~8 °C 下贮存, 可稳定保存一个月。

5.10.3 COD 标准贮备液: COD 值 625 mg/L。

量取 25.00 ml COD 标准贮备液(5.10.1)置于 200 ml 容量瓶中, 用水(5.1)稀释至标线, 摇匀。此溶液在 2~8 °C 下贮存, 可稳定保存一个月。

5.11 邻苯二甲酸氢钾 COD 标准系列使用液

5.11.1 高量程(测定上限 1 000 mg/L) COD 标准系列使用液: COD 值分别为 100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、800 mg/L 和 1 000 mg/L。

分别量取 5.00 ml、10.00 ml、20.00 ml、30.00 ml、40.00 ml 和 50.00 ml 的 COD 标准贮备液(5.10.1), 加入到相应的 250 ml 容量瓶中, 用水(5.1)定容至标线, 摇匀。此溶液在 2~8 °C 下贮存, 可稳定保存一个月。

5.11.2 低量程(测定上限 250 mg/L) COD 标准系列使用溶液: COD 值分别为 25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、200 mg/L 和 250 mg/L。

分别量取 5.00 ml、10.00 ml、20.00 ml、30.00 ml、40.00 ml 和 50.00 ml COD 标准贮备液(5.10.2)加入到相应的 250 ml 容量瓶中, 用水(5.1)稀释至标线, 摇匀。此溶液在 2~8 °C 下贮存, 可稳定保存一个月。

5.11.3 低量程(测定上限 150 mg/L) COD 标准系列使用溶液: COD 值分别为 25 mg/L、50 mg/L、75 mg/L、100 mg/L、125 mg/L 和 150 mg/L。

分别量取 10.00 ml、20.00 ml、30.00 ml、40.00 ml、50 ml 和 60.00 ml COD 标准贮备液(5.10.3)加入到相应的 250 ml 容量瓶中, 用水(5.1)稀释至标线, 摇匀。此溶液在 2~8 °C 下贮存, 可稳定保存一个月。

5.12 硝酸银溶液:  $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

将 17.1 g 硝酸银溶于 1 000 ml 水。

5.13 铬酸钾溶液:  $\rho(\text{K}_2\text{CrO}_4) = 50 \text{ g/L}$ 。

将 5.0 g 铬酸钾溶解于少量水中, 滴加硝酸银溶液(5.12)至有红色沉淀生成, 摇匀, 静置 12 h, 过滤并用水将滤液稀释至 100 ml。

## 6 干扰及消除

6.1 氯离子是主要的干扰成分, 水样中含有氯离子会使测定结果偏高, 加入适量硫酸汞与氯离子形成可溶性氯化汞配合物, 可减少氯离子的干扰, 选用低量程方法测定 COD, 也可减少氯离子对测定结果的影响。

6.2 在 600 nm ± 20 nm 处测试时, Mn(III)、Mn(VI) 或 Mn(VII) 形成红色物质, 会引起正偏差, 其 500 mg/L 的锰溶液(硫酸盐形式)引起正偏差 COD 值为 1 083 mg/L, 其 50 mg/L 的锰溶液(硫酸盐形式)引起正偏差 COD 值为 121 mg/L; 而在 440 nm ± 20 nm 处, 则 500 mg/L 的锰溶液(硫酸盐形式)的影响比较小, 引起的偏差 COD 值为 -7.5 mg/L, 50 mg/L 的锰溶液(硫酸盐形式)的影响可忽略不计。

6.3 在酸性重铬酸钾条件下, 一些芳香烃类有机物、吡啶等化合物难以氧化, 其氧化率较低。

6.4 试样中的有机氮通常转化成铵离子, 铵离子不被重铬酸钾氧化。

## 7 仪器和设备

### 7.1 消解管

7.1.1 消解管应由耐酸玻璃制成，在 165 ℃ 温度下能承受 600 kPa 的压力，管盖应耐热耐酸，使用前所有的消解管和管盖均应无任何破损或裂纹。

7.1.2 首次使用的消解管，应按以下方法进行清洗：

在消解管中加入适量的硫酸银 - 硫酸溶液 (5.4) 和重铬酸钾溶液 (5.7.1) 的混合液 [6 + 1]，也可用铬酸洗液代替混合液。

拧紧管盖，在 60 ~ 80 ℃ 水浴中加热管子，手执管盖，颠倒摇动管子，反复洗涤管内壁。

室温冷却后，拧开盖子，倒出混合液，再用水冲洗净管盖和消解管内外壁。

7.1.3 当消解管作为比色管进行光度测定时，应从一批消解管中随机选取 5 ~ 10 支，加入 5 ml 水 (5.1)，在选定的波长处测定其吸光度值，吸光度值的差值应在  $\pm 0.005$  之内。

7.1.4 消解管作比色管应符合使用说明书的要求，消解管用于光度测定的部位不应有擦痕和粗糙；在放入光度计前应确保管子外壁非常洁净。

### 7.2 加热器

7.2.1 加热器应具有自动恒温加热、计时鸣叫等功能，有透明且通风的防消解液飞溅的防护盖。

7.2.2 加热器加热时不会产生局部过热现象。加热孔的直径应能使消解管与加热壁紧密接触。为保证消解反应液在消解管内有充分的加热消解和冷却回流，加热孔深度一般不低于或高于消解管内消解反应液高度 5 mm。

7.2.3 加热器加热后应在 10 min 内达到设定的 165 ℃  $\pm 2$  ℃ 温度，其他指标及检验参照 JJG 975 的有关要求。

### 7.3 光度计

光度测量范围不小于 0 ~ 2 吸光度范围，数字显示灵敏度为 0.001 吸光度值。

#### 7.3.1 普通光度计

在测定波长处，可用普通长方形比色皿测定的光度计。

#### 7.3.2 专用光度计

在测定波长处，用固定长方形比色皿（池）测定 COD 值的光度计或用消解比色管测定 COD 值的光度计。

宜选用消解比色管测定 COD 的专用分光计。

#### 7.3.3 性能校正

在正常工作时，比色池（皿）或消解比色管装入适量水 (5.1) 调整吸光度值为 0.000 时，每隔 1 min，读取记录一次数据，20 min 内吸光度小于 0.005。光度计其他指标及检验参照 JJG 975 的有关要求。

### 7.4 消解管支架

不擦伤消解比色管光度测量的部位，方便消解管的放置和取出，耐 165 ℃ 热烫的支架。

### 7.5 离心机

可放置消解比色管进行离心分离，转速范围为 0 ~ 4 000 r/min。

### 7.6 手动移液器（枪）

最小分度体积不大于 0.01 ml。

### 7.7 A 级吸量管、容量瓶和量筒

### 7.8 搅拌器（机）

## 8 样品

### 8.1 水样的采集与保存

水样采集不应少于 100 ml，应保存在洁净的玻璃瓶中。采集好的水样应在 24 h 内测定，否则应加入硫酸 (5.2) 调节水样 pH 值  $\leq 2$ 。在 0 ~ 4 ℃ 保存，一般可保存 7 d。

## 8.2 试样的制备

### 8.2.1 水样氯离子的测定

在试管中加入 2.00 ml 试样，再加入 0.5 ml 硝酸银溶液 (5.12)，充分混合，最后加入 2 滴铬酸钾溶液 (5.13)，摇匀。如果溶液变红，氯离子溶液低于 1 000 mg/L；如果仍为黄色，氯离子质量浓度高于 1 000 mg/L。或按 GB/T 11896 方法测定水样中氯离子的质量浓度。

### 8.2.2 水样的稀释

应将水样在搅拌均匀时取样稀释，一般取被稀释水样不少于 10 ml，稀释倍数小于 10 倍。水样应逐次稀释为试样。

初步判定水样的 COD 质量浓度，选择对应量程的预装混合试剂 (5.8)，加入相应体积的试样，摇匀，在  $165\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  加热 5 min，检查管内溶液是否呈现绿色，如变绿应重新稀释后再进行测定。

## 9 测定条件的选择

9.1 分析测定的条件见表 1 和表 2。宜选用比色管分光光度法测定水样中的 COD。

9.2 比色池 (皿) 分光光度法选用  $\varphi 20\text{ mm} \times 150\text{ mm}$  规格的消解管时，消解可在非密封条件下进行。

9.3 比色管分光光度法选用  $\varphi 16\text{ mm} \times 150\text{ mm}$  规格的消解比色管时，消解可在非密封条件下进行。

表 2 分析测定条件

测定方法	测定范围/ (mg/L)	试样用量/ml	比色池 (皿) 或比色管规格/mm	测定波长/nm	检出限/(mg/L)
比色池 (皿) 分光光度法	高量程 100 - 1 000	3.00	20 <sup>(1)</sup>	600 ± 20	22
	低量程 15 - 250 或 15 - 150	3.00	10 <sup>(1)</sup>	440 ± 20	3.0
比色管分 光光度法	高量程 100 - 1 000	2.00	$\varphi 16 \times 120$ <sup>(2)</sup>	600 ± 20	33
			$\varphi 16 \times 100$ <sup>(2)</sup>		
	低量程 15 - 150	2.00	$\varphi 16 \times 120$ <sup>(2)</sup>	440 ± 20	2.3
			$\varphi 16 \times 100$ <sup>(2)</sup>		

(1) 长方形比色池 (皿)。

(2) 比色管为密封管，外径  $\varphi 16\text{ mm}$ ，壁厚 1.3 mm，长 120 mm 密封消解比色管消解时冷却效果较好。

## 10 分析步骤

### 10.1 校准曲线的绘制

10.1.1 打开加热器，预热到设定的  $165\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

10.1.2 选定预装混合试剂 (5.8)，摇匀试剂后再拧开消解管管盖。

10.1.3 量取相应体积的 COD 标准系列溶液 (试样) 沿到管内壁慢慢加入到管中。

10.1.4 拧紧消解管管盖，手执管盖颠倒摇匀消解管中溶液，用无毛纸擦净管外壁。

10.1.5 将消解管放入  $165\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的加热器 (7.2) 的加热孔中，加热器温度略有降低，待温度升到设定的  $165\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，计时加热 15 min。

10.1.6 从加热器中取出消解管，待消解管冷却至  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右时，手执管盖颠倒摇动消解管几次，使管内溶液均匀，用无毛纸擦净管外壁，静置，冷却至室温。

10.1.7 高量程方法在  $600\text{ nm} \pm 20\text{ nm}$  波长处，以水 (5.1) 为参比液，用光度计 (7.3) 测定吸光度值。

低量程方法在  $440\text{ nm} \pm 20\text{ nm}$  波长处，以水 (5.1) 为参比液，用光度计 (7.3) 测定吸光度值。

10.1.8 高量程 COD 标准系列使用溶液 COD 值对应其测定的吸光度值减去空白试验测定的吸光度值的差值，绘制校准曲线。

低量程 COD 标准系列使用溶液 COD 值对应空白试验测定的吸光度值减去其测定的吸光度值的差值，绘制校准曲线。

## 10.2 空白试验

用水代替试样,按照 10.1.1 至 10.1.7 的步骤测定其吸光度值,空白试验应与试样同时测定。

## 10.3 试样的测定

10.3.1 按照表 1 和表 2 的方法的要求选定对应的预装混合试剂 (5.8),将已稀释好的试样 (8.2) 在搅拌均匀时,取相应体积的试样 (8.2)。

10.3.2 按照 10.1.1 至 10.1.8 的步骤进行测定。

10.3.3 若试样中含有氯离子时,选用含汞预装混合试剂 (5.8) 进行氯离子的掩蔽。

在加热消解前,应颠倒摇动消解管,使氯离子同  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  易形成  $\text{AgCl}$  白色乳状块消失。

10.3.4 若消解液混浊或有沉淀,影响比色测定时,应用离心机离心变清后,再用光度计测定。

若消解液颜色异常或离心后不能变澄清的样品不适用本测定方法。

10.3.5 若消解管底部有沉淀影响比色测定时,应小心将消解管中上清液转入比色池 (皿) 中测定。

10.3.6 测定的 COD 值由相应的校准曲线查得,或由光度计自动计算得出。

## 11 结果计算

在  $600\text{ nm} \pm 20\text{ nm}$  波长处测定时,水样 COD 的计算:

$$\rho(\text{COD}) = n[k(A_s - A_b) + a] \quad (1)$$

在  $440\text{ nm} \pm 20\text{ nm}$  波长处测定时,水样 COD 的计算:

$$\rho(\text{COD}) = n[k(A_b - A_s) + a] \quad (2)$$

式中:  $\rho(\text{COD})$ ——水样 COD 值,单位为  $\text{mg/L}$ ;

$n$ ——水样稀释倍数;

$k$ ——校准曲线灵敏度,单位为  $(\text{mg/L})/1$ ;

$A_s$ ——试样测定的吸光度值,单位为 1;

$A_b$ ——空白试验测定的吸光度值,单位为 1;

$a$ ——校准曲线截距,单位为  $\text{mg/L}$ 。

注: COD 测定值一般保留三位有效数字。

## 12 准确度和精密度

### 12.1 高量程方法测定的准确度和精密度

同一实验室平行六次测定  $132\text{ mg/L}$  COD 标准溶液相对误差为  $-2.3\%$ ,  $511\text{ mg/L}$  COD 标准溶液相对误差  $0.8\%$ ;

六个实验室分别测定 COD 值为  $100\text{ mg/L}$  的标准溶液实验室内相对标准偏差为  $4.7\%$ , 实验室间相对标准偏差为  $5.4\%$ ;

六个实验室分别测定 COD 值为  $400\text{ mg/L}$  的标准溶液实验室内相对标准偏差为  $1.5\%$ , 实验室间相对标准偏差为  $1.8\%$ ;

六个实验室分别测定 COD 值为  $1000\text{ mg/L}$  的标准溶液实验室内相对标准偏差为  $0.9\%$ , 实验室间相对标准偏差为  $0.9\%$ 。

### 12.2 低量程方法精密度和准确度

同一实验室平行六次测定  $51.9\text{ mg/L}$  COD 标准溶液相对误差为  $2.9\%$ ;  $204\text{ mg/L}$  COD 标准溶液相对误差  $1.0\%$ ;

六个实验室分别测定 COD 值为  $25.0\text{ mg/L}$  的标准溶液实验室内相对标准偏差为  $7.4\%$ , 实验室间相对标准偏差为  $8.8\%$ ;

六个实验室分别测定 COD 值为  $100\text{ mg/L}$  的标准溶液实验室内相对标准偏差为  $3.1\%$ , 实验室间相对标准偏差为  $3.2\%$ ;

六个实验室分别测定 COD 值为  $250\text{ mg/L}$  的标准溶液实验室内相对标准偏差为  $1.7\%$ , 实验室间相对标准偏差为  $1.7\%$ 。

## (二) 总磷的测定 (钼酸铵分光光度法)

GB 11893-89 《水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法》

UDC 628.19 + 543.06  
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB 11893—89

### 水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法

Water quality—Determination of total phosphorus—  
Ammonium molybdate spectrophotometric method

国家标准全文公开系统专用。此文系仅供个人学习、研究之用，  
未经授权，禁止复制、发行、汇编、翻译或网络传播等，侵权必究。  
国家标准全文公开服务平台：<https://std.sam.gov.cn>

1989-12-25 发布

1990-07-01 实施

国家技术监督局 发布

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用过硫酸钾(或硝酸-高氯酸)为氧化剂,将未经过滤的水样消解,用钼酸铵分光光度测定总磷的方法。

总磷包括溶解的、颗粒的、有机的和无机磷。

本标准适用于地面水、污水和工业废水。

取 25 mL 试料,本标准的最低检出浓度为 0.01 mg/L,测定上限为 0.6 mg/L。

在酸性条件下,砷、铬、硫干扰测定。

## 2 原理

在中性条件下用过硫酸钾(或硝酸—高氯酸)使试样消解,将所含磷全部氧化为正磷酸盐。在酸性介质中,正磷酸盐与钼酸铵反应,在钨盐存在下生成磷钼杂多酸后,立即被抗坏血酸还原,生成蓝色的络合物。

## 3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均应使用符合国家标准或专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 硫酸( $H_2SO_4$ ),密度为 1.84 g/mL。

3.2 硝酸( $HNO_3$ ),密度为 1.4 g/mL。

3.3 高氯酸( $HClO_4$ ),优级纯,密度为 1.68 g/mL。

3.4 硫酸( $H_2SO_4$ ),1+1。

3.5 硫酸,约  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=1\text{ mol/L}$ ;将 27 mL 硫酸(3.1)加入到 973 mL 水中。

3.6 氢氧化钠(NaOH),1 mol/L 溶液:将 40 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 000 mL。

3.7 氢氧化钠(NaOH),6 mol/L 溶液:将 240 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 000 mL。

3.8 过硫酸钾,50 g/L 溶液:将 5 g 过硫酸钾( $K_2S_2O_8$ )溶解于水,并稀释至 100 mL。

3.9 抗坏血酸,100 g/L 溶液:溶解 10 g 抗坏血酸( $C_6H_8O_6$ )于水中,并稀释至 100 mL。

此溶液贮于棕色的试剂瓶中,在冷处可稳定几周。如不变色可长时间使用。

3.10 钼酸盐溶液:溶解 13 g 钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O]$ 于 100 mL 水中。溶解 0.35 g 酒石酸锑钾 $[KSbC_4H_4O_7\cdot \frac{1}{2}H_2O]$ 于 100 mL 水中。在不断搅拌下把钼酸铵溶液徐徐加到 300 mL 硫酸(3.4)中,加酒石酸锑钾溶液并且混合均匀。

此溶液贮存于棕色试剂瓶中,在冷处可保存二个月。

3.11 浊度—色度补偿液:混合两个体积硫酸(3.4)和一个体积抗坏血酸溶液(3.9)。

使用当天配制。

3.12 磷标准贮备溶液:称取  $0.2197\pm 0.001\text{ g}$  于  $110^\circ\text{C}$  干燥 2 h 在干燥器中放冷的磷酸二氢钾( $KH_2PO_4$ ),用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,加入大约 800 mL 水,加 5 mL 硫酸(3.4)用水稀释至标线并混匀。1.00 mL 此标准溶液含  $50.0\ \mu\text{g}$  磷。

本溶液在玻璃瓶中可贮存至少六个月。

3.13 磷标准使用溶液:将 10.0 mL 的磷标准溶液(3.12)转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线并混匀。1.00 mL 此标准溶液含  $2.0\ \mu\text{g}$  磷。

使用当天配制。

3.14 酚酞,10 g/L 溶液:0.5 g 酚酞溶于 50 mL 95%乙醇中。

## 4 仪器

实验室常用仪器设备和下列仪器。

4.1 医用手提式蒸气消毒器或一般压力锅( $1.1\sim 1.4\text{ kg/cm}^2$ )。

4.2 50 mL 具塞(磨口)刻度管。

4.3 分光光度计。

注:所有玻璃器皿均应用稀盐酸或稀硝酸浸泡。

## 5 采样和样品

5.1 采取 500 mL 水样后加入 1 mL 硫酸(3.1)调节样品的 pH 值,使之低于或等于 1,或不加任何试剂于冷处保存。

注:含磷量较少的水样,不要用塑料瓶采样,因易磷酸盐吸附在塑料瓶壁上。

### 5.2 试样的制备:

取 25 mL 样品(5.1)于具塞刻度管中(4.2),取时应仔细摇匀,以得到溶解部分和悬浮部分均具有代表性的试样。如样品中含磷浓度较高,试样体积可以减少。

## 6 分析步骤

### 6.1 空白试样

按(6.2)的规定进行空白试验,用水代替试样,并加入与测定时相同体积的试剂。

### 6.2 测定

#### 6.2.1 消解

6.2.1.1 过硫酸钾消解:向(5.2)试样中加 4 mL 过硫酸钾(3.8),将具塞刻度管的盖塞紧后,用一小块布和线将玻璃塞扎紧(或用其他方法固定),放在大烧杯中置于高压蒸气消毒器(4.1)中加热,待压力达  $1.1 \text{ kg/cm}^2$ ,相应温度为  $120^\circ\text{C}$  时,保持 30 min 后停止加热。待压力表读数降至零后,取出放冷。然后用水稀释至标线。

注:如用硫酸保存水样,当用过硫酸钾消解时,需先将试样调至中性。

6.2.1.2 硝酸-高氯酸消解:取 25 mL 试样(5.1)于锥形瓶中,加数粒玻璃珠,加 2 mL 硝酸(3.2)在电热板上加热浓缩至 10 mL。冷后加 5 mL 硝酸(3.2),再加热浓缩至 10 mL,放冷。加 3 mL 高氯酸(3.3),加热至高氯酸冒白烟,此时可在锥形瓶上加小漏斗或调节电热板温度,使消解液在锥形瓶内壁保持回流状态,直至剩下 3~4 mL,放冷。

加水 10 mL,加 1 滴酚酞指示剂(3.14)。滴加氢氧化钠溶液(3.6 或 3.7)至刚呈微红色,再滴加硫酸溶液(3.5)使微红刚好退去,充分混匀。移至具塞刻度管中(4.2),用水稀释至标线。

注:①用硝酸-高氯酸消解需要在通风橱中进行。高氯酸和有机物的混合物经加热易发生危险,需将试样先用硝酸消解,然后再加入硝酸-高氯酸进行消解。

②绝不可把消解的试样蒸干。

③如消解后有残渣时,用滤纸过滤于具塞刻度管中,并用水充分清洗锥形瓶及滤纸,一并移到具塞刻度管中。

④水样中的有机物用过硫酸钾氧化不能完全破坏时,可用此法消解。

#### 6.2.2 发色

分别向各份消解液中加入 1 mL 抗坏血酸溶液(3.9)混匀,30 s 后加 2 mL 钼酸盐溶液(3.10)充分混匀。

注:①如试样中含有浊度或色度时,需配制一个空白试样(消解后用水稀释至标线)然后向试料中加入 3 mL 浊度—色度补偿液(3.11),但不加抗坏血酸溶液和钼酸盐溶液。然后从试料的吸光度中扣除空白试料的吸光度。

②砷大于  $2 \text{ mg/L}$  干扰测定,用硫代硫酸钠去除。硫化物大于  $2 \text{ mg/L}$  干扰测定,通氮气去除。镉大于  $50 \text{ mg/L}$  干扰测定,用亚硫酸钠去除。

#### 6.2.3 分光光度测量

室温下放置 15 min 后,使用光程为 30 mm 比色皿,在 700 nm 波长下,以水做参比,测定吸光度。扣除空白试验的吸光度后,从工作曲线(6.2.4)上查得磷的含量。

注:如显色时室温低于  $13^\circ\text{C}$ ,可在  $20\sim 30^\circ\text{C}$  水浴上显色 15 min 即可。

#### 6.2.4 工作曲线的绘制

取 7 支具塞刻度管(4.2)分别加入 0.0, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 10.0, 15.0 mL 磷酸盐标准溶液(3.14)。加水至 25 mL。然后按测定步骤(6.2)进行处理。以水做参比,测定吸光度。扣除空白试验的吸光度后,和对应的磷的含量绘制工作曲线。

## 7 结果的表示

总磷含量以  $C$  (mg/L) 表示,按下式计算:

$$C = \frac{m}{V}$$

式中:  $m$  —— 试样测得含磷量,  $\mu\text{g}$ ;

$V$  —— 测定用试样体积, mL。

## 8 精密度与准确度

8.1 十三个实验室测定(采用 6.2.1.1 消解)含磷 2.06 mg/L 的统一样品

### 8.1.1 重复性

实验室内相对标准偏差为 0.75%。

### 8.1.2 再现性

实验室间相对标准偏差为 1.5%。

### 8.1.3 准确度

相对误差为 +1.9%。

8.2 六个实验室测定(采用 6.2.1.2 消解)含磷量 2.06 mg/L 的统一样品

### 8.2.1 重复性

实验室内相对标准偏差为 1.4%。

### 8.2.2 再现性

实验室间相对标准偏差为 1.4%。

### 8.2.3 准确度

相对误差为 1.9%。

质控样品主要成分是乙氨酸( $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$ )和甘油磷酸钠( $\text{C}_3\text{H}_7\text{Na}_3\text{O}_6\text{P} \cdot 5\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ )。

## (三) 氨氮的测定(纳氏试剂分光光度法)

HJ 535-2009 《水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法》



# 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

警告：二氯化汞（ $\text{HgCl}_2$ ）和碘化汞（ $\text{HgI}_2$ ）为剧毒物质，避免经皮肤和口腔接触。

## 1 适用范围

本标准规定了测定水中氨氮的纳氏试剂分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中氨氮的测定。

当水样体积为 50 ml，使用 20 mm 比色皿时，本方法的检出限为 0.025 mg/L，测定下限为 0.10 mg/L，测定上限为 2.0 mg/L（均以 N 计）。

## 2 方法原理

以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成淡红棕色络合物，该络合物的吸光度与氨氮含量成正比，于波长 420 nm 处测量吸光度。

## 3 干扰及消除

水样中含有悬浮物、余氯、钙镁等金属离子、硫化物和有机物时会产生干扰，含有此类物质时要作适当处理，以消除对测定的影响。

若样品中存在余氯，可加入适量的硫代硫酸钠溶液去除，用淀粉-碘化钾试纸检验余氯是否除尽。在显色时加入适量的酒石酸钾钠溶液，可消除钙镁等金属离子的干扰。若水样浑浊或有颜色时可用预蒸馏法或絮凝沉淀法处理。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时所用试剂均使用符合国家标准和分析纯化学试剂，实验用水为按 4.1 制备的水。

### 4.1 无氨水，在无氨环境中用下述方法之一制备。

#### 4.1.1 离子交换法

蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂（氢型）柱，将流出液收集在带有磨口玻璃塞的玻璃瓶内。每升流出液加 10 g 同样的树脂，以利于保存。

#### 4.1.2 蒸馏法

在 1 000 ml 的蒸馏水中，加 0.1 ml 硫酸（ $\rho=1.84 \text{ g/ml}$ ），在全玻璃蒸馏器中重蒸馏，弃去前 50 ml 馏出液，然后将约 800 ml 馏出液收集在带有磨口玻璃塞的玻璃瓶内。每升馏出液加 10 g 强酸性阳离子交换树脂（氢型）。

#### 4.1.3 纯水器法

用市售纯水器临用前制备。

### 4.2 轻质氧化镁（ $\text{MgO}$ ）

不含碳酸盐，在 500℃ 下加热氧化镁，以除去碳酸盐。

### 4.3 盐酸， $\rho(\text{HCl})=1.18 \text{ g/ml}$ 。

### 4.4 纳氏试剂，可选择下列方法的一种配制。

#### 4.4.1 二氯化汞-碘化钾-氢氧化钾（ $\text{HgCl}_2\text{-KI-KOH}$ ）溶液

称取 15.0 g 氢氧化钾（ $\text{KOH}$ ），溶于 50 ml 水中，冷却至室温。

称取 5.0 g 碘化钾（ $\text{KI}$ ），溶于 10 ml 水中，在搅拌下，将 2.50 g 二氯化汞（ $\text{HgCl}_2$ ）粉末分多次加入碘化钾溶液中，直到溶液呈深黄色或出现淡红色沉淀溶解缓慢时，充分搅拌混合，并改为滴加二氯化汞饱和溶液，当出现少量朱红色沉淀不再溶解时，停止滴加。

在搅拌下，将冷却的氢氧化钾溶液缓慢地加入到上述二氯化汞和碘化钾的混合液中，并稀释至 100 ml，于暗处静置 24 h，倾出上清液，贮于聚乙烯瓶内，用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧，存放暗处，可稳定 1 个月。

#### 4.4.2 碘化汞-碘化钾-氢氧化钠 (HgI<sub>2</sub>-KI-NaOH) 溶液

称取 16.0 g 氢氧化钠 (NaOH), 溶于 50 ml 水中, 冷却至室温。

称取 7.0 g 碘化钾 (KI) 和 10.0 g 碘化汞 (HgI<sub>2</sub>), 溶于水, 然后将此溶液在搅拌下, 缓慢加入到上述 50 ml 氢氧化钠溶液中, 用水稀释至 100 ml。贮于聚乙烯瓶内, 用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧, 于暗处存放, 有效期 1 年。

#### 4.5 酒石酸钾钠溶液, $\rho=500$ g/L。

称取 50.0 g 酒石酸钾钠 (KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub> · 4H<sub>2</sub>O) 溶于 100 ml 水中, 加热煮沸以驱除氨, 充分冷却后稀释至 100 ml。

#### 4.6 硫代硫酸钠溶液, $\rho=3.5$ g/L。

称取 3.5 g 硫代硫酸钠 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 溶于水, 稀释至 1 000 ml。

#### 4.7 硫酸锌溶液, $\rho=100$ g/L。

称取 10.0 g 硫酸锌 (ZnSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O) 溶于水, 稀释至 100 ml。

#### 4.8 氢氧化钠溶液, $\rho=250$ g/L。

称取 25 g 氢氧化钠溶于水, 稀释至 100 ml。

#### 4.9 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH})=1$ mol/L。

称取 4 g 氢氧化钠溶于水, 稀释至 100 ml。

#### 4.10 盐酸溶液, $c(\text{HCl})=1$ mol/L。

量取 8.5 ml 盐酸 (4.3) 于适量水中用水稀释至 100 ml。

#### 4.11 硼酸 (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) 溶液, $\rho=20$ g/L。

称取 20 g 硼酸溶于水, 稀释至 1 L。

#### 4.12 溴百里酚蓝指示剂 (bromthymol blue), $\rho=0.5$ g/L。

称取 0.05 g 溴百里酚蓝溶于 50 ml 水中, 加入 10 ml 无水乙醇, 用水稀释至 100 ml。

#### 4.13 淀粉-碘化钾试纸

称取 1.5 g 可溶性淀粉于烧杯中, 用少量水调成糊状, 加入 200 ml 沸水, 搅拌混匀放冷。加 0.50 g 碘化钾 (KI) 和 0.50 g 碳酸钠 (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), 用水稀释至 250 ml。将滤纸条浸渍后, 取出晾干, 于棕色瓶中密封保存。

#### 4.14 氨氮标准溶液

##### 4.14.1 氨氮标准储备溶液, $\rho_N=1\ 000$ $\mu\text{g/ml}$ 。

称取 3.819 0 g 氯化铵 (NH<sub>4</sub>Cl, 优级纯, 在 100~105℃ 干燥 2 h), 溶于水, 移入 1 000 ml 容量瓶中, 稀释至标线, 可在 2~5℃ 保存 1 个月。

##### 4.14.2 氨氮标准工作溶液, $\rho_N=10$ $\mu\text{g/ml}$ 。

吸取 5.00 ml 氨氮标准储备溶液 (4.14.1) 于 500 ml 容量瓶中, 稀释至刻度。临用前配制。

## 5 仪器和设备

5.1 可见分光光度计; 具 20 mm 比色皿。

5.2 氨氮蒸馏装置: 由 500 ml 凯式烧瓶、氮球、直形冷凝管和导管组成, 冷凝管末端可连接一段适当长度的滴管, 使出口尖端浸入吸收液液面下。亦可使用 500 ml 蒸馏烧瓶。

## 6 样品

### 6.1 样品采集与保存

水样采集在聚乙烯瓶或玻璃瓶内, 要尽快分析。如需保存, 应加硫酸使水样酸化至 pH<2, 2~5℃ 下可保存 7 d。

## 6.2 样品的预处理

### 6.2.1 去除余氯

若样品中存在余氯，可加入适量的硫代硫酸钠溶液（4.6）去除。每加 0.5 ml 可去除 0.25 mg 余氯。用淀粉-碘化钾试纸（4.13）检验余氯是否除尽。

### 6.2.2 絮凝沉淀

100 ml 样品中加入 1 ml 硫酸锌溶液（4.7）和 0.1~0.2 ml 氢氧化钠溶液（4.8），调节 pH 约为 10.5，混匀，放置使之沉淀，倾取上清液分析。必要时，用经水冲洗过的中速滤纸过滤，弃去初滤液 20 ml，也可对絮凝后样品离心处理。

### 6.2.3 预蒸馏

将 50 ml 硼酸溶液（4.11）移入接收瓶内，确保冷凝管出口在硼酸溶液液面之下。分取 250 ml 样品，移入烧瓶中，加几滴溴百里酚蓝指示剂（4.12），必要时，用氢氧化钠溶液（4.9）或盐酸溶液（4.10）调整 pH 至 6.0（指示剂呈黄色）~7.4（指示剂呈蓝色），加入 0.25 g 轻质氧化镁（4.2）及数粒玻璃珠，立即连接氮球和冷凝管。加热蒸馏，使馏出液速率约为 10 ml/min，待馏出液达 200 ml 时，停止蒸馏，加水定容至 250 ml。

## 7 分析步骤

### 7.1 校准曲线

在 8 个 50 ml 比色管中，分别加入 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 和 10.00 ml 氨氮标准工作溶液（4.14.2），其所对应的氨氮含量分别为 0.0、5.0、10.0、20.0、40.0、60.0、80.0 和 100  $\mu\text{g}$ ，加水至标线，加入 1.0 ml 酒石酸钾钠溶液（4.5），摇匀，再加入纳氏试剂 1.5 ml（4.4.1）或 1.0 ml（4.4.2），摇匀。放置 10 min 后，在波长 420 nm 下，用 20 mm 比色皿，以水作参比，测量吸光度。

以空白校正后的吸光度为纵坐标，以其对应的氨氮含量（ $\mu\text{g}$ ）为横坐标，绘制校准曲线。

注：根据待测样品的质量浓度也可选用 10 mm 比色皿。

### 7.2 样品测定

7.2.1 清洁水样：直接取 50 ml，按与校准曲线相同的步骤测量吸光度。

7.2.2 有悬浮物或色度干扰的水样：取经预处理的水样 50 ml（若水样中氨氮质量浓度超过 2 mg/L，可适当少取水样体积），按与校准曲线相同的步骤测量吸光度。

注：经蒸馏或在酸性条件下煮沸方法预处理的水样，须加一定量氢氧化钠溶液（4.9），调节水样至中性，用水稀释至 50 ml 标线，再按与校准曲线相同的步骤测量吸光度。

### 7.3 空白试验

用水代替水样，按与样品相同的步骤进行前处理和测定。

## 8 结果计算

水中氨氮的质量浓度按式（1）计算：

$$\rho_{\text{N}} = \frac{A_{\text{s}} - A_{\text{b}} - a}{b \times V} \quad (1)$$

式中： $\rho_{\text{N}}$ ——水样中氨氮的质量浓度（以 N 计），mg/L；

$A_{\text{s}}$ ——水样的吸光度；

$A_{\text{b}}$ ——空白试验的吸光度；

$a$ ——校准曲线的截距；

$b$ ——校准曲线的斜率；

$V$ ——试样体积，ml。

## 9 准确度和精密度

氨氮浓度为 1.21 mg/L 的标准溶液, 重复性限为 0.028 mg/L, 再现性限为 0.075 mg/L, 回收率在 94%~104%。

氨氮浓度为 1.47 mg/L 的标准溶液, 重复性限为 0.024 mg/L, 再现性限为 0.066 mg/L, 回收率在 95%~105%。

## 10 质量保证和质量控制

10.1 试剂空白的吸光度应不超过 0.030 (10 mm 比色皿)。

### 10.2 纳氏试剂的配制

为了保证纳氏试剂有良好的显色能力, 配制时务必控制  $\text{HgCl}_2$  的加入量, 至微量  $\text{HgI}_2$  红色沉淀不再溶解时为止。配制 100 ml 纳氏试剂所需  $\text{HgCl}_2$  与 KI 的用量之比约为 2.3 : 5。在配制时为了加快反应速度、节省配制时间, 可低温加热进行, 防止  $\text{HgI}_2$  红色沉淀的提前出现。

### 10.3 酒石酸钾钠的配制

酒石酸钾钠试剂中铵盐含量较高时, 仅加热煮沸或加纳氏试剂沉淀不能完全除去氨。此时采用加入少量氢氧化钠溶液, 煮沸蒸发掉溶液体积的 20%~30%, 冷却后用无氨水稀释至原体积。

### 10.4 絮凝沉淀

滤纸中含有一定量的可溶性铵盐, 定量滤纸中含量高于定性滤纸, 建议采用定性滤纸过滤, 过滤前用无氨水少量多次淋洗 (一般为 100 ml)。这样可减少或避免滤纸引入的测量误差。

### 10.5 水样的预蒸馏

蒸馏过程中, 某些有机物很可能与氨同时馏出, 对测定有干扰, 其中有些物质 (如甲醛) 可以在酸性条件 ( $\text{pH} < 1$ ) 下煮沸除去。在蒸馏刚开始时, 氨气蒸出速度较快, 加热不能过快, 否则造成水样暴沸, 馏出液温度升高, 氨吸收不完全。馏出液速率应保持在 10 ml/min 左右。

蒸馏过程中, 某些有机物很可能与氨同时馏出, 对测定仍有干扰, 其中有些物质 (如甲醛) 可以在酸性条件 ( $\text{pH} < 1$ ) 下煮沸除去。

部分工业废水, 可加入石蜡碎片等做防沫剂。

### 10.6 蒸馏器清洗

向蒸馏烧瓶中加入 350 ml 水, 加数粒玻璃珠, 装好仪器, 蒸馏到至少收集了 100 ml 水, 将馏出液及瓶内残留液弃去。

## (四) 亚硝酸盐氮的测定 (盐酸萘乙二胺分光光度法)

GB/T 7493-87 《水质 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法》

中华人民共和国国家标准		UDC 614.777 :543.42
水质 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法		GB 7493-87
Water quality—Determination of nitrogen (nitrite)—Spectrophotometric method		
—————		
<p>本标准等效采用 ISO 6777—1984 《水质 亚硝酸盐氮测定 分子吸收分光光度法》。 本标准根据我国标准的格式对 ISO 6777—1984 标准技术上稍作修改和补充。</p>		

## 1 适用范围

本标准规定了用分光光度法测定饮用水、地下水、地面水及废水中亚硝酸盐氮的方法。

### 1.1 测定上限

当试份取最大体积(50ml)时,用本方法可以测定亚硝酸盐氮浓度高达0.20mg/L。

### 1.2 最低检出浓度

采用光程长为10mm的比色皿,试份体积为50ml,以吸光度0.01单位所对应的浓度值为最低检出浓度,此值为0.003mg/L。

采用光程长为30mm的比色皿,试份体积为50ml,最低检出浓度为0.001mg/L。

### 1.3 灵敏度

采用光程长为10mm的比色皿,试份体积为50ml时,亚硝酸盐氮浓度 $C_N = 0.20 \text{ mg/L}$ ,给出的吸光度约为0.67单位。

### 1.4 干扰

当试样 $\text{pH} > 11$ 时,可能遇到某些干扰,遇此情况,可向试份中加入酚酞溶液(3.12)1滴,边搅拌边逐滴加入磷酸溶液(3.4),至红色刚消失。经此处理,则在加入显色剂后,体系 $\text{pH}$ 值为 $1.8 \pm 0.3$ ,而不影响测定。

试样如有颜色和悬浮物,可向每100ml试样中加入2ml氢氧化铝悬浮液(3.9),搅拌,静置,过滤,弃去25ml初滤液后,再取试份测定。

水样中常见的可能产生干扰物质的含量范围见附录A。其中氯胺、氯、硫代硫酸盐、聚磷酸钠和三价铁离子有明显干扰。

## 2 原理

在磷酸介质中, $\text{pH}$ 值为1.8时,试份中的亚硝酸根离子与4-氨基苯磺酰胺(4-aminobenzene sulfonamide)反应生成重氮盐,它再与N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸盐[N-(1-naphthyl)-1,2-diaminoethane dihydrochloride]偶联生成红色染料,在540nm波长处测定吸光度。如果使用光程长为10mm的比色皿,亚硝酸盐氮的浓度在0.2mg/L以内其呈色符合比尔定律。

## 3 试剂

在测定过程中,除非另有说明,均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂,实验用水均为无亚硝酸盐的二次蒸馏水。

### 3.1 实验用水

采用下列方法之一进行制备:

**3.1.1** 加入高锰酸钾结晶少许于1L蒸馏水中,使成红色,加氢氧化钡(或氢氧化钙)结晶至溶液呈碱性,使用硬质玻璃蒸馏器进行蒸馏,弃去最初的50ml馏出液,收集约700ml不含锰盐的馏出液,待用。

**3.1.2** 于1L蒸馏水中加入硫酸(3.3)1ml、硫酸锰溶液[每100ml水中含有36.4g硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )]0.2ml,滴加0.04%(V/V)高锰酸钾溶液至呈红色(约1~3ml),使用硬质玻璃蒸馏器进行蒸馏,弃去最初的50ml馏出液,收集约700ml不含锰盐的馏出液,待用。

**3.2** 磷酸:15mol/L,  $\rho = 1.70 \text{ g/ml}$ 。

**3.3** 硫酸:18mol/L,  $\rho = 1.84 \text{ g/ml}$ 。

**3.4** 磷酸:1+9溶液(1.5mol/L)。

溶液至少可稳定6个月。

### 3.5 显色剂

500ml烧杯内置入250ml水和50ml磷酸(3.2),加入20.0g 4-氨基苯磺酰胺( $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ )。再将1.00g N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸盐( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHC}_2\text{H}_4\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ )溶于上述溶液中,转移至500ml容量瓶中,用水稀至标线,摇匀。

此溶液贮存于棕色试剂瓶中,保存在2~5℃,至少可稳定一个月。

注:本试剂有毒性,避免与皮肤接触或吸入体内。

**3.6 亚硝酸盐氮标准贮备溶液： $c_N = 250 \text{ mg/L}$ 。**

**3.6.1 贮备溶液的配制**

称取1.232g亚硝酸钠 ( $\text{NaNO}_2$ )，溶于150ml水中，定量转移至1000ml容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

本溶液贮存在棕色试剂瓶中，加入1ml氯仿，保存在2~5℃，至少稳定一个月。

**3.7 亚硝酸盐氮中间标准液： $c_N = 50.0 \text{ mg/L}$ 。**

取亚硝酸盐氮标准贮备溶液 (3.6) 50.00ml置250ml容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

此溶液贮于棕色瓶内，保存在2~5℃，可稳定一星期。

**3.8 亚硝酸盐氮标准工作液： $c_N = 1.00 \text{ mg/L}$ 。**

取亚硝酸盐氮中间标准液 (3.7) 10.00ml于500ml容量瓶内，水稀释至标线，摇匀。

此溶液使用时，当天配制。

注：亚硝酸盐氮中间标准液和标准工作液的浓度值，应采用贮备溶液标定后的准确浓度的计算值。

## 4 仪器

所有玻璃器皿都应用2mol/L盐酸仔细洗净，然后用水彻底冲洗。

常用实验室设备及分光光度计。

## 5 采样和样品

### 5.1 采样和样品保存

实验室样品应用玻璃瓶或聚乙烯瓶采集，并在采集后尽快分析，不要超过24h。

若需短期保存 (1~2天)，可以在每升实验室样品中加入40mg氯化汞，并保存于2~5℃。

### 5.2 试样的制备

实验室样品含有悬浮物或带有颜色时，需按照1.4第二段所述的方法制备试样。

## 6 步骤

### 6.1 试份

试份最大体积为50.0ml，可测定亚硝酸盐氮浓度高至0.20mg/L。浓度更高时，可相应用较少量的样品或将样品进行稀释后，再取样。

### 6.2 测定

用无分度吸管将选定体积的试份移至50ml比色管 (或容量瓶) 中，用水稀释至标线，加入显色剂 (3.5) 1.0ml，密塞，摇匀，静置，此时pH值应为 $1.8 \pm 0.3$ 。

加入显色剂20min后，2h以内，在540nm的最大吸光度波长处，用光程长10mm的比色皿，以实验用水做参比，测量溶液吸光度。

注：最初使用本方法时，应校正最大吸光度的波长，以后的测定均应用此波长。

### 6.3 空白试验

按6.2所述步骤进行空白试验，用50ml水代替试份。

### 6.4 色度校正

如果实验室样品经5.2的方法制备的试样还具有颜色时，按6.2所述方法，从试样中取相同体积的第二份试份，进行测定吸光度，只是不加显色剂 (3.5)，改加磷酸 (3.4) 1.0ml。

### 6.5 校准

在一组六个50ml比色管 (或容量瓶) 内，分别加入亚硝酸盐氮标准工作液 (3.8) 0、1.00、3.00、5.00、7.00和10.00ml，用水稀释至标线，然后按6.2第二段开始到末了叙述的步骤操作。

从测得的各溶液吸光度，减去空白试验吸光度，得校正吸光度  $A_c$ ，绘制以氮含量 ( $\mu\text{g}$ ) 对校正吸光度的校准曲线，亦可按线性回归方程的方法，计算校准曲线方程。

## 7 结果表示

### 7.1 计算方法

试份溶液吸光度的校正值 $A$ ，按式(3)计算：

$$A_t = A_s - A_b - A_c \dots\dots\dots (3)$$

式中： $A_s$ ——试份溶液测得吸光度；

$A_b$ ——空白试验测得吸光度；

$A_c$ ——色度校正测得吸光度。

由校正吸光度 $A_t$ 值，从校准曲线上查得（或由校准曲线方程计算）相应的亚硝酸盐氮的含量 $m_N$ （ $\mu\text{g}$ ）。

试份的亚硝酸盐氮浓度按式(4)计算：

$$c_N = \frac{m_N}{V} \dots\dots\dots (4)$$

式中： $c_N$ ——亚硝酸盐氮浓度， $\text{mg/L}$ ；

$m_N$ ——相应于校正吸光度 $A_t$ 的亚硝酸盐氮含量， $\mu\text{g}$ ；

$V$ ——取试份体积， $\text{ml}$ 。

试份体积为 $50\text{ml}$ 时，结果以三位小数表示。

### 7.2 精密度和准确度

7.2.1 取平行双样测定结果的算术平均值为测定结果。

7.2.2 23个实验室测定亚硝酸盐氮浓度为 $7.46 \times 10^{-2} \text{mg/L}$ 的试样，重复性为 $1.1 \times 10^{-3} \text{mg/L}$ ，再现性为 $3.7 \times 10^{-3} \text{mg/L}$ ，加标百分回收率范围为 $96\% \sim 104\%$ 。

15个实验室测定亚硝酸盐氮浓度为 $6.19 \times 10^{-2} \text{mg/L}$ 的试样，重复性为 $2.0 \times 10^{-3} \text{mg/L}$ ，再现性为 $3.7 \times 10^{-3} \text{mg/L}$ ，加标百分回收率范围为 $93\% \sim 103\%$ 。

## 实验四 环境监测实训数据分析及报告撰写

### 一、目标要求

1. 了解环境监测数据分析方法；
2. 掌握环境监测样品测定结果数据处理方法；
3. 学会查阅文献，并独立撰写环境监测分析论文报告。

### 二、主要内容

#### (一) 数据记录与处理

- 1、记录原始数据，绘制表格，有效数字保留至小数点后两位。记录内容应包括：分析日期和时间、取样体积、测定值、计量单位、计算公式、校准曲线、质控措施、分析人员等信息。
- 2、需经公式计算得到的数据，选取其中一组具体计算，并绘制表格。
- 3、汇总所有点位同一指标的测定结果，并绘制时间变化趋势图。

以静思湖为例：

表 1 静思湖 6 个点位水样的\*\*\*\*（单位：\*\*\*）

点位	时间			
	月 日	月 日	月 日	月 日
1#点位				
2#点位				
3#点位				
4#点位				
5#点位				
6#点位				

## (二) 数据分析与评价

1、查阅 GB 3838-2002 《地表水环境质量标准》，进行单一指标评价和趋势变化的影响因素分析；

表 2 静思湖\*\*#点位\*\*\*\*指标分类表（单位：\*\*）

项目	时间	月 日	月 日	月 日	月 日
	***				

2、汇总选定点位所有指标的测定结果，并进行静思湖水质综合评价和原因分析汇总静思湖某一点位所有水质指标 pH、浊度、电导率、溶解氧、化学需氧量、氨氮、总磷、亚硝酸氮的监测数据，并据此进行水质综合分析评价等级确定。

表 3 静思湖\*\*#点位水样所有指标监测结果（单位：\*\*）

项目	时间	月 日	月 日	月 日	月 日
	***				
	***				

3、静思湖水体富营养化评价

(1) 营养状态指数法：卡尔森营养状态指数(TSI)、修正的营养状态指数、综合营养状态指数(TLI)

(2) 营养度指数法

(3) 评分法

## (三) 综合评价

1、进行水体分类，结合采样时记录的水质特点进行水质综合分析。

2、查阅文献，分析湖水水质现状的原因，并提出水质改善措施建议。

#### (四) 论文写作

- 1、封面：将统一格式的封面放在第一页
- 2、目录：将论文的主要项目放在第二页，细化到三级标题
- 3、摘要和关键词：中文摘要和关键词，关键词数量 3~5 个
- 4、正文：
  - (1) 前言
  - (2) 监测方案：监测垂线采样点的布设、采样频次与采样时间、采样前的准备、样品的采集、水样的保存、LIMS 系统监测委托单、样品标签
  - (3) 监测方法：方法原理、试剂配制、测试步骤
  - (4) 监测结果及分析评价：数据处理、单一指标的分析评价；水质的综合分析评价
  - (5) LIMS 系统实验信息管理
  - (6) 结论
  - (7) 心得体会（选做）
- 5、参考文献：格式符合 GB/T 7714-2015《信息与文献 参考文献著录规则》，数量 6-8 篇
- 6、附件材料：样品采样记录表、原始数据记录
- 7、教师评价表

# 实验五 基于 LIMS 系统的业务流程管理实训

## 一、目标要求

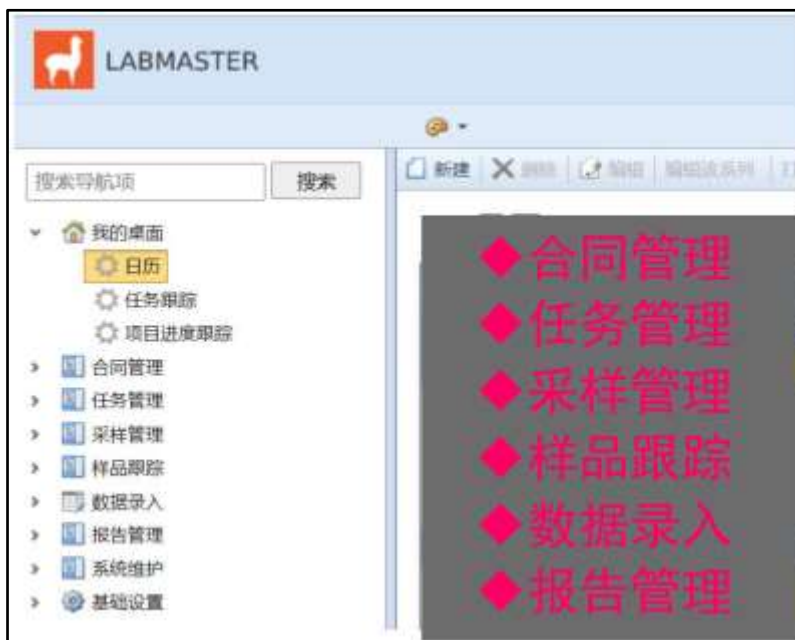
- 1.了解 LIMS 系统的各功能模块及应用；
2. 掌握 LIMS 系统的业务流程管理功能，并学会在系统中操作。

## 二、主要内容

### （一）LIMS 系统概述

LIMS 实验室信息管理系统的主要功能模块：样品管理、数据管理、质量管理、资源管理、报告管理等。

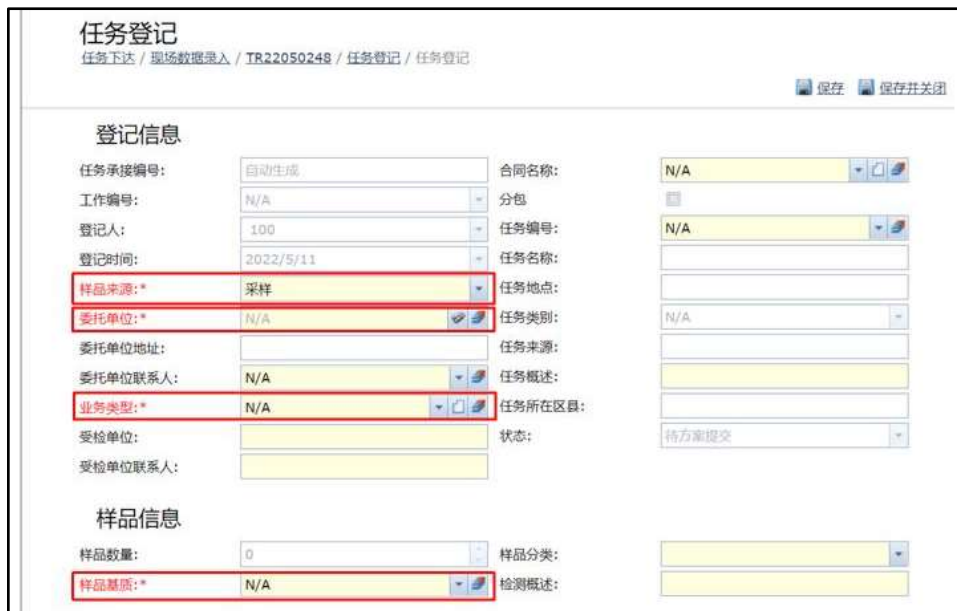
#### 1、LIMS 实验室信息管理系统



#### 2、LIMS 基本功能介绍

- （1）在 LIMS 系统中进行合同管理
- （2）在 LIMS 系统中进行任务登记管理

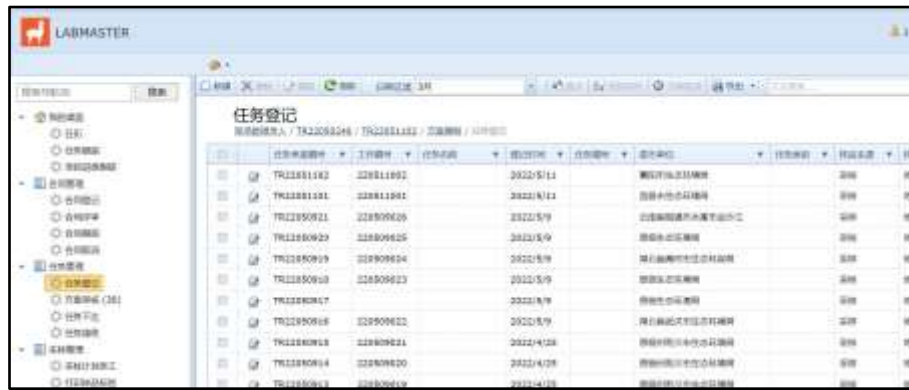
①任务登记:



②方案编制:



③登记完成



④导出委托单



(3) 在 LIMS 系统中进行报告管理

## **(二) LIMS 系统操作**

### **1、LIMS 系统的登录和界面**

### **2、样品管理模块**

样品登记、样品编号、样品信息录入、样品状态跟踪等

### **3、数据管理模块**

数据录入、数据查询、数据统计、数据分析等

### **4、质量管理模块**

质量控制计划制定、质量控制数据录入、质量控制图绘制等

### **5、报告管理模块**

报告模板设置、报告数据选择、报告生成和导出等

## **(三) 基于 LIMS 的环境监测业务流程**

### **1、基于 LIMS 的环境监测业务流程**

### **2、样品采集、保存、运输环节的 LIMS 系统应用**

### **3、样品接收、登记、前处理环节的 LIMS 系统应用**

### **4、样品检测、数据采集、录入环节的 LIMS 系统应用**

### **5、数据处理、质量控制、报告生成环节的 LIMS 系统应用**

# 实验六 基于 LIMS 系统的样品过程管理实训

## 一、目标要求

1. 了解 LIMS 系统的样品过程管理程序；
2. 掌握 LIMS 系统的样品过程管理功能，并学会在系统中操作。

## 二、主要内容

### (一) 在 LIMS 系统中进行采样管理

#### 1、采样计划派工

任务序号	任务名称	任务编号	任务类别	任务地点	责任单位	检测名称	样品基体	样品数量	检测描述
TR22031504					某化工厂	某化工厂三车间的监测	地表水	7	
TR22031503					某化工厂	某化工厂三车间的监测	地表水	7	
TQ22031502					某化工厂	某化工厂三车间的监测	地表水	5	
TR22031401					海城市有限公司		地下水	4	

样品基体	样品位置	样品编号	样品名称	样品序号	采样位置	检测描述	分配任务组	分配任务人	安排日期	最后变更
地表水	1#	22031504-01	样品1	1	pH/电导率/氨化还原电位		李志峰	McElmurryBlak	2022/3/15	McElmu
地表水	1#	22031504-02	样品2	2	pH/电导率/氨化还原电位		李志峰	McElmurryBlak	2022/3/15	McElmu
地表水	1#	22031504-03	样品3	3	pH/电导率/氨化还原电位		李志峰	McElmurryBlak	2022/3/15	McElmu
地表水	1#	22031504-04	样品4	4	pH/电导率/氨化还原电位		李志峰	McElmurryBlak	2022/3/15	McElmu
地表水	1#	22031504-05	样品5	5	pH/电导率/氨化还原电位		李志峰	McElmurryBlak	2022/3/15	McElmu
地表水	1#	22031504-06	样品6	6	pH/电导率/氨化还原电位		李志峰	McElmurryBlak	2022/3/15	McElmu
地表水	1#	22031504-07	样品7	7	pH/电导率/氨化还原电位		李志峰	McElmurryBlak	2022/3/15	McElmu

## 2、现场数据录入



## 3、现场数据审核

现场数据录入后，点击项目编号进入样品信息数据界面（与现场数据录入界面相同），根据数据实际情况：“审核”进入现场数据二审界面，“批准”进入样品跟踪环节，“回滚”退回到现场数据录入模块并重新提交。



### (三) 在 LIMS 系统中进行数据录入及管理

- 1、样品登记和信息录入
- 2、数据采集和录入
- 3、导出数据图表等且与实验原始数据一致

The screenshot displays the LabMaster LIMS system interface. At the top, there is a navigation bar with options like '打印' (Print) and '打印' (Print). Below this, a data entry form is visible, including fields for '报告编号' (Report No.), '样品编号' (Sample No.), '检测日期' (Detection Date), and '检测地点' (Detection Location). The main part of the interface is a large data table with multiple columns, including '样品编号' (Sample No.), '检测日期' (Detection Date), '检测地点' (Detection Location), '检测人员' (Detection Personnel), '检测项目' (Detection Item), '检测结果' (Detection Result), and '备注' (Remarks). The table contains several rows of data, with some cells highlighted in yellow.

### (四) 完成在 LIMS 系统中的实训任务

- 1、质量控制图绘制
- 2、监测报告生成

The screenshot shows the LabMaster LIMS system interface for report generation. The top navigation bar includes '报告' (Report) and '导出' (Export). The main area is titled '报告编制' (Report Generation) and contains a table with columns for '工作项' (Work Item), '样品编号' (Sample No.), '检测' (Detection), and '检测项目' (Detection Item). The table lists multiple rows of data, with some cells highlighted in yellow. The left sidebar contains a navigation menu with options like '报告管理' (Report Management) and '报告生成' (Report Generation).