

# 揭阳职业技术学院

## 化学工程系课程教案

2025-2026 学年第一学期

专业课程：企业岗位实践课

专业班级：分析检验技术 232

任课教师：谢楠耿

计划学时：144

揭阳职业技术学院化工系

2025 年 8 月

---

# 企业岗位实践课

## 一、课程的主要内容

企业岗位实践课是分析检验技术专业教学计划中的一个重要的实践性教学环节，是课堂教学的补充，突出实际流程操作和应变能力的培养，具有较强的实践性。通过三个月的专业实践，使学生将所学的理论知识与生产实际联系起来，巩固和扩大所学的理论知识，增强分析和解决实际问题的能力；同时使学生了解实际生产过程中涉及的原料、过程监控、成品检验全流程的分析检验技术，提高学习专业知识的积极性和创造力；最后让学生能够亲临其境感受到企业的工作氛围和劳动精神，让学生在课程中收获实战能力与经验。

## 二、课程与其他课程的关系

本课程是学生对在校所学所有专业基础课和专业课的知识延伸和能力巩固，结合岗位的实际需要开设的专业实践课。

## 三、课程的现状

本课程重点介绍石化部分产品检测服务、水环境监测、大气监测、土壤中固体污染物的监测、分析检验样品的金属含量前处理和测定全流程、全自动氧化铜生产线的原理和运营、实验室管理、实验室的环境与安全、企业内部污水处理站的管理等 9 个实践项目，注重操作技能的训练。

本课程内容对准岗位需要，针对性强；

知识结构科学合理，利于职业核心能力培养；

体例新颖，利于教与学；

先进性强。

## 四、课程的发展

本课程的发展将主要集中在实践教学内容的发展变革上，以便体现高等职业教育特色，实施“校企合作、工学结合”的人才培养模式，满足学生毕业后达到无适应期上岗的要求。

项目名称	项目一 石化部分产品检测服务		项目编号	1
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	1、了解石油的组成、分类及油品的生产过程等概述情况。 2、理解一般石油产品分析的任务及分析标准。 3、掌握油品分析数据的处理方法以及分析结果报告的一般内容。 4、实践一般油品分析检测项目的内容。			
思政目标	树立热爱大自然、崇尚科学、科技服务人类的观念。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	石油及油品概述	建立石油及油品的基本概念。	教师讲授。	
	油品分析的任务及标准	石油产品分析的任务及分析标准理论知识要内化到学生的工作内容中。	教师讲授。	
	油品分析记录、数据处理及报告	精确到每个科学位数、单位都应正确，把化学检验员认真负责一丝不苟的职业素养深入到每一份报告中。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	油品分析检验项目	掌握四个重要指标蒸发性、抗爆性、安定性和腐蚀性及其评定分指标的关键实验步骤与细节。	教师讲授并示范，学生实践操作。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。			

---

## 项目一 石化部分产品检测服务

### 第一节 石油及油品概述

#### 一、石油及其组成

石油是从地下开采出来的一种流动或半流动的黏稠状可燃性液体，颜色多为黑色、褐色或暗绿色，少数呈黄色。组成石油的元素主要是 C、H、O、N、S。其中，前两种元素合计约占 95%~99%。

根据产地不同还含有微量的 Cl、I、P、As、Si、Na、K、Ca、Mg、Fe、Ni、V 等元素，它们均以化合物形式存在于石油中。非烃元素含量虽少，但对油品的质量影响很大，在油品生产中应尽量精制除去。

#### 二、油品及油品生产

开采出来的石油在未经加工前称为原油。原油经过一系列加工过程（或称为石油炼制过程）而得到的各种商品统称石油产品。

习惯上将石油炼制过程分为一次加工、二次加工和三次加工过程。

一次加工过程是将原油用蒸馏的方法分离成轻重不同馏分的过程，常称为原油蒸馏（或称原油直馏，相应的馏分油称为直馏馏分），它包括原油预处理、常压蒸馏和减压蒸馏。一次加工产品可以粗略地分为轻质馏分油（沸点约在 370℃ 以下的馏分油，如粗汽油、粗煤油，粗柴油等）、重质馏分油（沸点约为 370~540℃ 的馏分油，如重柴油、各种润滑油馏分、裂化原料等）、常压重油和减压渣油（又称残油）。

二次加工过程是一次加工过程产物的再加工。主要是指将重质馏分油和渣油经过各种裂化生产轻质油的过程，包括催化裂化、热裂化、石油焦化、加氢裂化等。其中石油焦化本身也是热裂化，但它是一种完全转化的热裂化，产品除轻质油外还有石油焦。二次加工过程有时还包括催化重整和石油产品精制。前者是使汽油分子结构发生改变，用于提高汽油辛烷值或制取轻质芳烃（苯、甲苯、二甲苯）；后者是对各种汽油、柴油等轻质油品进行精制，或由重质馏分油制取馏分润滑油，由渣油制取残渣润滑油等。

三次加工过程主要是指将二次加工产生的各种气体进一步加工（即炼厂气加工），以生产高辛烷值汽油组分和各种化学品的过程，包括石油烃的烷基化、烯烃叠合、石油烃的异构化等。

#### 三、油品分类

为适应石油产品规格国际化的需要，我国参照采用国际标准 ISO/DIS 8681-1985，

于 1987 年制订了新的石油产品分类标准《石油产品及润滑剂的总分类》，标准代号为 GB/T498—87。

该标准根据石油产品的主要特征和用途将石油产品划分为六大类，其类别名称是按各类产品英文名称的一个前缀字母而确定的。分类方法见下表。

类别	各类别的含义	Designation
F	燃料	Fuels
S	溶剂和化工燃料	Solvents and raw materials for the chemical industry
L	润滑剂和有关产品	Lubricants, industrial oils and related products
W	蜡	Waxes
B	沥青	Bitumen
C	焦	Coke

## 1、燃料

用来作为燃料的各种石油气体、液体，统称石油燃料。石油燃料类分组方法按 GB/T 12692.1—92《石油产品燃料类（F类）分类 第一部分：总则》分为 4 组，见表 1-2。

表 1-2 燃料类分组（GB/T 12692.1—92）

组别代号	燃料类型
G	气体燃料：主要包括甲烷、乙烷或它们混合组成的石油气体燃料
L	液化气燃料：主要由丙烷、丙烯、丁烷和丁烯混合组成的石油液化气燃料
D	馏分燃料：除液化石油气以外的石油馏分燃料，包括汽油、喷气燃料、煤油和柴油。 重质馏分油可含少量蒸馏残油
R	残渣燃料：主要由蒸馏残油组成的石油燃料

## 2、润滑剂及有关产品

我国润滑剂和有关产品是根据 GB/T7631.1—87《润滑剂和有关产品（L类）的分类 第一部分：总分组》，按用途（应用场合）进行分组的，见表 1-4。

表 1-4 润滑剂和有关产品（L类）分类（GB/T 7631.1—87）

组别	应用场合	组别	应用场合
A	全损耗系统	P	风动工具
B	脱模	Q	热传导
C	齿轮	R	暂时保护防腐蚀

D	压缩机（包括冷冻机和真空泵）	T	汽轮机
E	内燃机	U	热处理
F	主轴、轴承和离合器	X	用润滑脂的场合
G	导轨	Y	其他应用场合
H	液压系统	Z	蒸汽气缸
M	金属加工	S	特殊润滑剂应用场合
N	电器绝缘		

### 3、石油蜡、石油沥青和石油焦

石油蜡是由含蜡馏分油或渣油经加工精制而得到的一类石油产品。包括液体石蜡、凡士林（石油脂）、石蜡、微晶蜡（地蜡）和特种蜡等 5 个系列。石油蜡虽少，但在国民经济中却有着重要的用途，广泛应用于轻工、化工、日用化学、食品、医疗、机械、电子、冶金等许多部门。

石油沥青是以减压渣油为主要原料制成的一类石油产品，它是黑色固态或半固态黏稠状物质。石油沥青分为道路沥青、建筑沥青、专用沥青和乳化沥青 4 个系列。主要用于铺设道路和建筑工程，也广泛用于水利工程、管道防腐、电器绝缘和油漆涂料等方面。

石油焦是黑色或暗灰色的坚硬固体石油产品。它带有金属光泽，呈多孔性，是由微小的石墨结晶形成的粒状、柱状或针状结构的炭体物。石油焦通常由减压渣油经延迟焦化而制得，广泛用于冶金、化工等部门，用于制造石墨电极、化工生产的原料或燃料。

### 4、溶剂油和石油化工原料

溶剂油是对某些物质起溶解、稀释、洗涤和抽提作用的轻质石油产品。

国产溶剂油有三种：航空洗涤汽油[SH 0114—92(1998)]、溶剂油[GB/T 1992—80(88)]和 6 号抽提溶剂油（GB 16629—1996），广泛用作精密机件清洗、香料及油脂抽提溶剂、化学试剂、医药溶剂、橡胶溶剂、油漆溶剂等。

## 第二节 油品分析的任务及标准

### 一、油品分析任务

油品检验是指用统一规定或公认的试验方法，分析检验石油和石油产品的理化性质和使用性能的试验过程。其主要任务如下：

#### 1、检验油品质量

确保进入商品市场的油品满足质量要求，促进企业建立健全的质量保证体系。

---

## 2、评定油品使用性能

对超期储存、失去标签或发生混串的油品进行评定，以便确定上述油品能否使用或提出处理意见。

## 3、对油品质量仲裁

当油品生产与使用部门对油品质量发生争议时，可根据国际或国家统一制定的标准进行检验，确定油品的质量，做出仲裁，保证供需双方的合法利益。

## 4、为制定加工方案提供基础数据

对用于石油炼制的油品进行检验，为制定生产方案提供可靠的数据。

## 5、为控制工艺条件提供数据

对石油炼制过程进行控制分析，系统地检验各馏出口产品和中间产品质量，及时调整生产工序及操作，以保证产品质量和安全生产，为改进工艺条件、提高产品质量、增加经济效益提供依据。

# 二、油品分析标准

## 1、油品分析标准的分类

### (1) 按内容分类

石油产品标准

试验方法标准

### (2) 按适用领域和有效范围分类

国际标准、区域标准、国家标准、行业标准、地方标准、企业标准

## 2、我国油品分析标准编号方法

编号的字母（汉语拼音）表示标准等级，带有 T 的为推荐性标准，无 T 的为强制性标准，中间数字为标准序号，末尾的二位或四位数字为审查批准年号，批准年号后面若有括号时，括号内数字为该标准进行重新确认的年号。

例如，GB18351—2004 为中华人民共和国国家标准第 18351 号，2004 年批准；GB/T7607—2002 为中华人民共和国国家推荐性标准第 7607 号，2002 年批准；GB/T264—83（91）为中华人民共和国推荐性标准第 264 号，1983 年批准，1991 年重新确认；SH/T 4508—1999 为中国石油化工股份有限公司推荐性标准第 4508 号，1999 年批准。

## 3、我国油品分析标准制定依据

我国油品分析标准的依据是在充分考虑国际贸易往来和社会对产品使用要求的基础上，并兼顾石油资源特点和生产技术发展水平而制定的。

---

我国采用国际标准或国外先进标准的方式：等同采用，等效采用，非等效采用。

### 第三节 油品分析记录、数据处理及报告

#### 一、油品分析记录

##### 1、原始记录内容

试样的原始记录

分析工作记录

分析数据

分析审核记录

##### 2、原始记录填写要求

及时，准确，完整，客观

不允许追写，重抄，摘录，修饰

不允许贴，刮，描和涂改

数据处理按国家有关标准执行

签名使用本人姓名全称

#### 二、油品分析数据处理

用同一试验方法对同一试样测定所得两个或多个结果的一致性程度，称为精密度。通常，油品检验的精密度用重复性和再现性表示。

##### 1、重复性分析

是指在相同的试验条件下（同一操作者、同一仪器、同一实验室），在短时间间隔，按同一方法对同一试验材料进行正确和正常操作所得独立结果在规定置信水平（95%置信度）下的允许差值  $r$ 。

在重复条件下，取得的两个结果之差小于或等于  $r$  时，则认为结果合格；否则，大于  $r$  时，则两个结果都应认为可疑。

##### 2、再现性分析

两个实验室得到的结果，其差值小于或等于  $R$  时，则认为这两个结果是可接受的，可取这两个结果的平均值作为测定结果；若其差值大于  $R$ ，两个结果均可疑，则需两个试验室至少得到 3 个可接受的结果，然后计算两个实验室所有可接受结果的平均值之差，再用  $R'$  代替  $R$  判断再现性。

$$R' = \sqrt{R^2 - \left(1 - \frac{1}{2K_1} - \frac{1}{2K_2}\right)r^2}$$

---

## 第四节 油品分析检测项目

以下四个重要指标蒸发性、抗爆性、安定性和腐蚀性都是油品分析检验的重要项目，要求学生认真完成每个指标及其评定分指标。

### 一、蒸发性

#### 1、质量要求

在一定的温度下，汽油由液态转化为气态的能力，称为汽油的蒸发性（或称气化性）。车用无铅汽油在发动机中燃烧前，必须在气缸内迅速气化，与空气形成可燃混合气，该过程是保证燃料燃烧稳定、完全的先决条件。因此，蒸发性能是车用无铅汽油的重要性质之一。

车用无铅汽油对蒸发性的质量要求是：保证发动机在冬季易于启动，夏季不易产生气阻，并能充分燃烧。

#### 2、评定指标的分析检验

##### （1）馏程

石油产品主要是由多种烃类及少量烃类衍生物组成的复杂混合物，与纯液体不同，它没有恒定的沸点，其沸点表现为一定的温度范围。油品在规定的条件下蒸馏，从初馏点到终馏点这一温度范围称为馏程。通常，车用无铅汽油的馏程用 10%、50%、90%蒸发温度、终馏点和残留量等来表示。①测定意义

车用无铅汽油馏程各蒸发体积温度的高低，直接反映其轻重组分的相对含量，因此与其使用性能密切相关。

**10%蒸发温度：**表示车用无铅汽油中含低沸点组分（轻组分）的多少，它决定汽油低温启动性和形成气阻的倾向。汽油发动机启动时转速较低（一般为 50~100r/min），吸入汽油量少，若 10%蒸发温度过高，表明缺乏足够的轻组分，其蒸发性差，则冬季或冷车不易启动。因此，车用无铅汽油规格中规定，10%蒸发温度不能高于 70℃。

汽油的 10%馏出温度与发动机能直接启动所允许的最低气温实验数据，如书中表 3-2 所示。若 10%蒸发温度越低，发动机的低温启动性越好。但 10%蒸发温度也不能过低，否则轻组分过多，在炎热的夏季或低大气压下工作时，易在输油管内气化形成气阻，中断燃料供应，影响发动机正常工作。

目前，车用无铅汽油只规定了 10%蒸发温度的上限，其下限实际上是由蒸气压来控制的，一般认为车用无铅汽油的 10%蒸发温度不宜低于 60℃。

**50%蒸发温度：**表示车用无铅汽油的平均蒸发性，它直接影响发动机的加速性和工作平

稳性。若 50%蒸发温度低，汽油在正常温度下能迅速蒸发，可燃气体混合均匀，发动机加速灵敏，运转平稳；反之，50%蒸发温度过高，当发动机加大油门提速时，随供油量的急剧增加，部分汽油将来不及充分气化，引起燃烧不完全，致使发动机功率降低，甚至突然熄火。

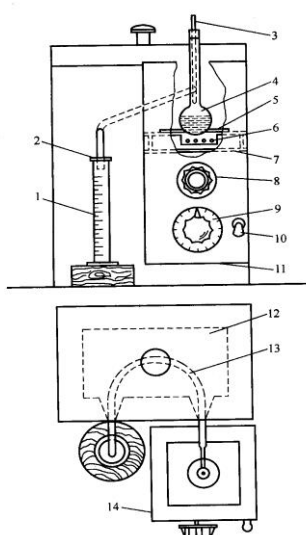
90%蒸发温度和终馏点：表示车用无铅汽油中高沸点组分（重组分）的多少，决定其在气缸中的蒸发完全程度。这两个温度过高，表明重组分过多，不易保证车用无铅汽油在使用条件下完全蒸发及燃烧，导致气缸内积炭增多，排气冒黑烟。这不仅会增大油耗，降低发动机功率，使其工作不稳定，而且没完全气化的重组分还会冲掉气缸壁的润滑油，进而流入曲轴箱，稀释润滑油，降低其黏度，使其润滑性能变差，这都将加剧机械磨损。

因此，车用无铅汽油严格限制 90%蒸发温度不高于 190℃，终馏点不高于 205℃。

残留量：反映车用无铅汽油贮存过程中，氧化生成胶质物质的含量。随残留量的增大，气门、化油器喷管及电喷嘴被堵塞的机会增多，气缸内结焦量增多。因此，车用无铅汽油要求残留量不大于 2%，不允许过多。

## ②分析检验方法

车用无铅汽油馏程的测定按 GB/T 6536—1997《石油产品蒸馏测定法》进行。适用于测定所有发动机燃料、溶剂油和轻质石油产品的馏程。蒸馏装置有手工蒸馏（采用喷灯加热或电加热）和自动蒸馏。有争议时，仲裁试验应采用手工蒸馏。图 3-1 为采用电加热的手工蒸馏装置总装图。



蒸馏测定时，将 100mL 试样在规定条件下进行蒸馏，系统观察温度计读数和冷凝液体积，并根据这些数据，进行计算和报告结果。

蒸馏时，冷凝管较低的一端滴下第一滴冷凝液时的温度计读数，称为初馏点。当馏出物

体积分数为装入试样的 10%、50%、90%时，蒸馏瓶内的温度计读数分别称之为 10%、50%、90%馏出温度。蒸馏过程中，温度计最高读数，称为终馏点（简称终点）。

蒸馏烧瓶底部最后一滴液体气化瞬间所观察到的温度计读数，称为干点，此时不考虑蒸馏烧瓶壁及温度计上的任何液滴或液膜。由于终馏点通常在蒸馏烧瓶底部液体全部气化后才出现，故与干点往往相同。初馏点到终点这一温度范围即称为馏程。

蒸馏结束后，将冷却烧瓶的内容物按规定方法收集到 5mL 量筒中测得的体积分数，称为残留体积分数；而以装入试样体积为 100%减去馏出液体和残留物的体积分数之和，所得之差值称为损失体积分数（简称损失）。

生产实际中常称上述这套完整数据为馏程，它是轻质燃料油的质量指标。

通常，要求蒸馏温度计读数修正至 101.3kPa（760mmHg），报告中应包括观察的大气压力，并说明是否已进行了大气压力修正。修正可按式（3-1）或表（3-3）进行。

$$t_c = t + C \quad (3-1)$$

$$C = 0.0009(101.3 - p_k)(273 + t)$$

真实损失体积分数，应是按式（3-2）或（3-3）修正后的计算值。

$$L_c = \frac{L - 0.499287}{13.65651 - 0.12492914p_k} + 0.4997299 \quad (3-2)$$

$$L_c = AL + B \quad (3-3)$$

蒸馏结束后，量筒内接收冷凝液的最大体积，占装入试样的体积分数，称为最大回收体积分数。最大回收体积分数按式（3-4）进行修正。

$$R_c = R_{\max} + (L - L_c) \quad (3-4)$$

## （2）蒸气压

石油产品蒸气压是指在规定条件下，石油产品在适当的容器中逸出的蒸气所表现出的压力，以 kPa 表示。

石油产品饱和蒸气压是指在规定条件下，石油产品在适当的容器内，气液两相达到平衡时，液面蒸气所显示的最大压力，以 kPa 表示。

雷德蒸气压是指在规定条件下，石油产品在雷德式饱和蒸汽压测定器中所显示的压力，以 kPa 表示。

纯物质的饱和蒸气压只与物质和温度有关，与气相、液相的组成无关。石油产品是各种

---

烃类的复杂混合物，其饱和蒸气压不仅与温度有关，还与油品的组成有关，在一定温度下，油品的馏分越重，饱和蒸气压越小，而油品的组成是随汽化率不同而改变的。在一定量的油品汽化过程中，由于气相中轻组分含量多，因此当汽化率增加时，则液相组成逐渐变重，其饱和蒸气压不断降低。

### ①测定意义

饱和蒸气压是石油产品的蒸发性能之一，它对于油品的储存、输送和使用均有重要影响。同时也是生产、科研和设计中常用的主要物性参数。

用以判断发动机燃料挥发性的大小

通常，发动机燃料的饱和蒸气压愈大，挥发性也愈大，所含的低分子烃类也愈多，易汽化，与空气混合也愈均匀。从而使进入汽缸内的混合气燃烧得愈完全，保证发动机顺利工作；同时减少机件磨损，耗油量低。

用以判断发动机燃料在使用时有无形成气阻的倾向

通常，过高的蒸气压容易在供油管路中形成气阻，使供油不足或中断，造成发动机功率降低，甚至使发动机停止运转。因此，对车用汽油及航空煤油都有其限制指标，但蒸气压过低会影响油料的起动性能，并减少了燃料性能良好的组分。因此在不同季节分别规定对蒸气压的要求。

用以估计发动机燃料贮存和运输时的损失

当贮存、灌注及运输发动机燃料时，油品含轻组分越多，蒸气压越大，蒸气损失也越大。这不仅造成损失，污染环境，而且有着火的危险性。

### ②分析检验方法

车用无铅汽油的蒸气压按 GB/T8017-1987《石油产品蒸气压测定法（雷德法）》测定。本方法适用于测定汽油、易挥发性原油及其他易挥发性石油产品的蒸气压；本方法不适用于测定液化石油气的蒸气压。试样在 37.8℃用雷德式饱和蒸气压测定器所测出的蒸气最大压力，称为雷德饱和蒸气压。

试验所用仪器有：

雷德法自动蒸气压测定器：（带恒温水浴和数字压力表、旋转装置）

蒸气压试验弹：（空气室与油样室体积比为 4±0.2:1）

水银温度计：刻度范围为 34~42℃(或相当的)，分度值 0.1℃

取样器：符合 SY/T 0543 中规定的容器，体积不小于 1L

转样器：有装在包有铝箔软木塞的铜质进气管和转油管

---

冷却装置：冰箱、冰柜或冷浴

试验时，将冷却的试样充入蒸气压测定器的汽油室，并将汽油室与 37.8℃ 的空气室相连接。将该测定器浸入恒温浴（37.8℃±0.1℃），并定期地振荡，直至与测定器上相连接的压力表的压力恒定，压力表读数经修正后即为雷德蒸气压。

## 二、抗爆性

### 1、质量要求

#### （1）汽油机的爆震（汽油机及其工作过程，爆震）

汽油机是用电火花点燃油气混合气而膨胀作功的机械，故又称点燃式发动机。

汽油机发生爆震时，火焰速度极快，瞬间掠过，使燃料来不及充分燃烧便被排出气缸，形成黑烟，造成功率下降，油耗增大。同时受高温高压的强烈冲击，发动机很容易损坏，可导致活塞顶或气缸盖撞裂、气缸剧烈磨损及气缸门变形，甚至连杆折断，迫使发动机停止工作。

#### （2）质量要求

汽油的抗爆性是指汽油在发动机中燃烧时，不发生爆震的能力。车用无铅汽油的辛烷值要求合乎规定，以保证发动机运转正常，不发生爆震，充分发挥功率。

### 2、评定指标的分析检验

#### （1）研究法辛烷值

辛烷值是规定条件下的标准发动机试验中，通过和标准燃料进行比较来测定，采用和被测燃料具有相同抗爆性的标准燃料中异辛烷的体积分数来表示。标准燃料（或称参比燃料）由抗爆性能很高的异辛烷（2，2，4-三甲基戊烷，其辛烷值规定为 100）和抗爆性能很低的正庚烷（其辛烷值规定为 0）按不同体积分数配制而成。标准燃料中所含异辛烷的体积分数就是标准燃料的辛烷值。

研究法辛烷值和马达法辛烷值之差称汽油的敏感性。敏感性越低，发动机的工作稳定性越高。敏感性的高低取决于油品的化学组成，通常烃类的敏感性顺序为：烯烃>芳烃>环烷烃>烷烃。

#### （2）抗爆指数

抗爆指数是反映车辆在行驶时汽油的抗爆性能指标。

（3）研究法辛烷值的测定按 GB/T 5487—1995《汽油辛烷值测定法（研究法）》进行。本标准适用于测定车用无铅汽油和车用乙醇汽油的抗爆性，应用于发动机制造厂、石油炼厂和商业交货验收。

---

### 三、安定性

#### 1、质量要求

油品在储存、运输及使用过程中，保持其质量不发生永久变化，称为油品安定性。

评定车用无铅汽油安定性的指标主要有实际胶质与诱导期。

车用无铅汽油对安定性的质量要求是：诱导期要长，实际胶质要小，在长期储存中不会发生显著的生成胶状物质和酸性物质、辛烷值降低、酸度增大、颜色变深等质量变化。

#### 2、评定指标的分析检验

##### (1) 实际胶质

###### ①概念

汽油在储存和使用过程中形成黏稠、不易挥发的褐色胶状物质称为胶质。所谓实际胶质，是指在试验条件下测得的车用无铅汽油蒸发残留物中不溶于正庚烷的部分，以 mg/100mL 表示。

##### (2) 诱导期

诱导期是指在规定的加速氧化条件下，油品处于稳定状态所经历的时间，以 min 表示。诱导期是评定汽油在长期储存中，氧化生成胶质倾向的指标。

### 四、腐蚀性

#### 1、质量要求

石油产品在储存、运输和使用过程中，对所接触的机械设备、金属材料、塑料及橡胶制品等引起破坏的能力，称为油品的腐蚀性。

对车用无铅汽油腐蚀性的要求是，不腐蚀发动机零件和容器。

评定车用无铅汽油腐蚀性的指标有硫含量、硫醇、铜片腐蚀和水溶性酸、碱。

#### 2、评定指标的分析检验

##### (1) 铜片腐蚀

###### ①测定意义

它是定性检验油品有无活性硫的试验。我国车用无铅汽油要求铜片腐蚀（50℃，3h）不大于 1 级。

###### ②分析检验方法

铜片腐蚀试验按 GB/T5096—85（91）《石油产品铜片腐蚀试验法》进行。该标准等效采用 ASTM D130—83，主要适用于测定航空汽油、喷气燃料、车用无铅汽油、天然汽油或具有雷德蒸气压不大于 124kPa（930mmHg）的其它烃类、溶剂油、煤油、柴油、馏分燃料

---

油、润滑油和其它石油产品对铜的腐蚀性。

测定时，将一块已磨光的铜片浸没在一定的试样中，并按产品标准要求加热到指定的温度，保持一定的时间，待试验周期结束时，取出铜片，经洗涤后与腐蚀标准色板进行比较，确定腐蚀级别。

### ③测定注意事项

试验条件的控制：铜片腐蚀试验为条件性试验，试样受热温度的高低和浸渍试片时间的长短都会影响测定结果。一般情况下，温度越高、时间越长，铜片就越容易被腐蚀。

试片洁净程度：所用铜片一经磨光、擦净，绝不能用手直接触摸，应当使用镊子夹持，以免汗渍及污物等加速铜片的腐蚀。

试剂与环境：试验中所用的试剂会对测定结果有较大的影响，因此应保证试剂对铜片无腐蚀作用；同时还要确保试验环境，没有含硫气体存在。

取样：如果看到试样中有悬浮（浑浊），则用一张中速定性滤纸把足够体积的试样过滤到一个清洁、干燥的试管中。

腐蚀级别的确定：当一块铜片的腐蚀程度恰好处于两个相邻的标准色板之间时，则按变色或失去光泽较为严重的腐蚀级别给出测定结果。

## （2）硫含量和硫醇硫含量

### ①测定意义

含硫物质按其化学性质可分为“活性硫”和“非活性硫”两大类。

“活性硫”包括游离硫、硫化氢、低级硫醇、磺酸等，主要源于石油炼制过程中的含硫化合物分解，这些活性组分残留在轻质馏分油中，能直接与金属作用，尤其是有水存在的时，腐蚀更加显著。

“非活性硫”包括硫醚、二硫化物、环状硫化物（如噻吩）等，通常不能直接与金属作用，但除环状硫化物外，其热安定性都不好，易受热分解生成活性硫，引起进气阀、阀杆、阀座的腐蚀及磨损，当其燃烧后，可转化为腐蚀性更强的二氧化硫和三氧化硫，在冬季还会引起排气管的腐蚀。

硫含量是指存在于油品中的硫及其衍生物的含量，以质量分数表示。我国车用无铅汽油要求硫含量不大于 0.05%。

### ②分析检验方法

硫含量的测定：按 GB/T380—77（88）《石油产品硫含量测定法（燃灯法）》进行。主要适用于测定雷德蒸气压力不高于 80kPa（600mmHg）的轻质石油产品（汽油、煤油、柴油

---

等)的硫含量。

### (3) 水溶性酸或碱

#### ①测定意义

水溶性酸指的是无机酸和低分子有机酸,水溶性碱是指氢氧化钠或碳酸钠等,它们通常为石油产品酸碱精制过程中的残留物,是强腐蚀性物质。水溶水溶性碱对金属,特别是对铝质零件有较强腐蚀性。

水溶性酸几乎对所有金属都有腐蚀作用,尤其是有水存在的情况下,其腐蚀性更为严重;水溶性碱对金属,特别是对铝质零件有较强腐蚀性,例如,汽油中若有水溶性碱时,汽化器的铝制零件易生成氢氧化铝胶体,堵塞油路、滤清器及油嘴。因此,车用无铅汽油中不允许有水溶性酸、碱存在。

#### ②分析检验方法

油品水溶性酸、碱的测定,属于定性分析试验法,按 GB/T 259—88《石油产品水溶性酸及碱测定法》标准试验方法进行,主要适用于测定液体石油产品、添加剂、润滑脂、石蜡、地蜡及含蜡组分的水溶性酸、碱。

测定时,用蒸馏水(或乙醇)与等体积试样混合,摇动,在油、水两相充分接触的情况下,使水溶性酸、碱被抽提到水相中。分离水相,用甲基橙(或酚酞)指示剂或用酸度计测定其 pH 值,以判断试样中是否有水溶性酸、碱存在。

#### ③测定注意事项

取样的均匀程度

试剂、器皿的清洁性

油品的乳化

项目名称	项目二 水环境监测		项目编号	2
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	<p>1. 通过水环境监测实践，进一步让学生巩固课本所学知识，进一步掌握水环境监测中各环境污染因子的水样采集与分析方法、误差分析、数据处理等技能。</p> <p>2. 通过对水质监测，掌握水环境质量现状，并判断水环境质量是否符合国家有关环境标准的要求。</p> <p>2. 培养学生的团结协作精神和实践操作技能、综合分析问题的能力。</p>			
思政目标	培养环境保护意识，培养科学生活观和人生观。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	水环境现状调查和资料收集	训练学生水环境现状调查和资料收集的信息搜索整理能力	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	水环境监测项目确定和范围确定	训练学生设计水环境监测项目确定和范围确定的科学性	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	监测点布设、监测时间和采样方法	训练学生设计监测点布设、监测时间和采样方法的科学性	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	样品的保存和运输	掌握水环境采样的保存和运输方法。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	分析项目的方法确认与数据处理	掌握四个重要指标蒸发性、抗爆性、安定性和腐蚀性及其评定分指标的关键实验步骤与细节	教师讲授并示范，学生实践操作。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。			

---

## 项目二 水环境监测

水环境监测工作程序主要包括以下内容：受领任务——明确目的——现场调查——方案设计——采集样品——运送保存——分析测试——数据处理——综合评价等内容，最后编写监测报告，并按规定程序报出。

### 一、监测资料的收集

水环境现状调查和资料收集，除调查收集区域周围水污染排放情况外，还须了解这些企业的排污情况，周边河流、湖泊水体的用途和有关水污染源及有关接纳水体的情况等。主要包括以下几个方面。

- ① 河流湖泊水体的功能，水中含的物质大致情况。
- ② 调查河流湖泊周边企业类型、污水去向，排水量。
- ③ 调查河流湖泊周边污水处理厂水质处理情况，排水量。
- ④ 调查周边土地功能、农药化肥施用情况。
- ⑤ 调查周边人民群众健康情况。

### 二、水环境监测项目确定和范围确定

1. 监测项目：水质监测项目可分为水质常规项目、特征污染物和水域敏感参数。水质常规项目可根据生活区等排放到水体中的污染物来选取。监测项目根据规定的水质要求和有毒物质确定。

水环境检测的项目包括多个方面，一般可以分为物理和化学两个方面：物理性质：这包括水位、流速、水温、气温、气压、光照强度等参数。化学成分：包括水中溶解氧、化学需氧量、总有机碳、总磷、总氮、氨氮、硝酸盐等指标。

2. 监测范围：地表水监测范围必须包括生活区排水对地表水环境影响比较明显的区域，应能全面反映与地表水有关的基本环境状况。一般来说以下的地方需要检测水环境：

① 商业和家庭用水：水质会影响水生动物赖以生存的环境，如氧含量、光合作用等都会影响水质，水生生物会因为水质的变化作为繁殖或迁移的指标，因此实时监控才能常握水质的各项参数，来应对商业和家庭的需要，并确保维持最佳的水质条件。

② 公共环境：像学校、医院、大型超市的公共建筑里必须按照国家规定的标准进行水质检测和定期监测。

③ 风险环境：若是湖泊水，河道水，地表水，会流经化学工厂或者是城市，就非常有必要测试地下水和地表水的水质。这样才可以防止水源受到污染流入到相应的供水中。

---

同时，气候变化正在影响我们的供水。水可以吸收空气中大量的物质，所以气候变化对水质的影响更为复杂。从而也体现出，水质监测对于确定我们供水环境中发生变化是有用的。总的来说，水质监测是非常必要的，我们应该在生活中积极做到节约用水，保护水资源。

### 三、监测点布设、监测时间和采样方法

1. 监测点布设：根据监测目的和监测项目设置监测断面和采样点，并结合水域类型、水文、气象、环境等自然特征，综合诸多方面因素提出布点方案，在研究和论证的基础上确定。

2. 监测时间与频率：监测目的和水体不同，监测的频率往往也不相同。通过对进行监测的河流和湖泊的水质、水文调查，对所有已选定的水质参数采样分析。各水质参数每天至少采一个样。对工业企业、污水处理厂总废水排放口，可在每天不同时间采样 2~3 次。

2. 采样方法：根据监测项目确定是混合采样还是单独采样。采样器需事先按要求洗涤干净、沥干，采样前用被采集的水样洗涤 2~3 次。采样时应避免激烈搅动水体和漂浮物进入采样桶；采样桶桶口要迎着水流方向浸入水中，水充满后迅速提出水面，需加保存剂时应在现场加入。为特殊监测项目采样时，要注意特殊要求，如应用碘量法测定水中溶解氧，需防止曝气或残存气泡的干扰等。

### 四、样品的保存和运输

水样存放过程中，由于吸附、沉淀、氧化还原、微生物作用等，样品的成分可能发生变化，因此如不能及时运输和分析测定的水样，需采取适当的方法保存。较为普遍采用的保存方法有：控制溶液的 pH 值、加入化学试剂、冷藏和冷冻。

采取的水样除一部分现场测定使用外，大部分要运送到实验室进行分析测试。在运输过程中，为继续保证水样的完整性、代表性，使之不受污染，不被损坏和丢失，必须遵守各项保证措施。根据水样采样记录表清点样品，塑料容器要塞紧内塞、旋紧外塞；玻璃瓶要塞紧磨口塞，然后用细绳将瓶塞与瓶颈拴紧。需冷藏的样品，配备专门的隔热容器，放冷却剂。冬季运送样品，应采取保温措施，以免冻裂样瓶。

### 五、分析方法与数据处理

1. 分析方法：分析方法按国家环保局规定的《水和废水分析方法》进行。

2. 数据处理：监测结果的原始数据要根据有效数字的保留规则正确书写，监测数据的运算要遵循运算规则。在数据处理中，对出现的可疑数据，首先从技术上查明原因，然后再用统计检验处理，经经验验证后属离群数据应予剔除，以使测定结果更符合实际。

2. 分析结果的表示：水质监测分析结果可按下表进行统计。

4. 水质评价：目前我国颁布的水质标准主要有：地面水环境质量标准 (GB3838-2002)；生活饮用水卫生标准等。地面水环境质量标准适用于全国江河、湖泊、水库等水域。因此，学生根据监测结果，对照地面水环境质量标准，对河水进行评价，判断水质属于几级。推断污染物的来源，对污染物的种类进行分类，并提出改进的建议。

断面名称	污染因子	pH	SS	DO	CODcr	BOD5	NH3-N
1	浓度/(mg/L)						
	超标倍数						
2	浓度/(mg/L)						
	超标倍数						
3	浓度/(mg/L)						
	超标倍数						
标准值							

项目名称	项目三 大气监测		项目编号	3
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	<p>1. 根据布点采样原则，选择适宜方法进行布点，确定采样频率及采样时间，掌握测定空气中 SO<sub>2</sub>、NO<sub>x</sub> 和 TSP 的采样和监测方法。</p> <p>2. 通过对环境空气中主要污染物进行定期或连续地监测，判断空气质量是否符合《环境空气质量标准》或环境规划目标的要求，为空气质量状况评价提供依据。</p> <p>2. 根据三项污染物监测结果计算空气污染指数（API），描述我校空气质量状况。</p>			
思政目标	培养工匠精神，树立奋斗人生的价值观。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	监测资料的收集	训练学生大气监测资料收集的信息搜索整理能力	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	大气监测项目的确定和方法确认	训练学生设计大气监测项目的确定和方法确认的科学性	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	监测点布设、监测时间和采样方法	监测点布设、监测时间和采样方法	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	实验原理和步骤及数据记录与处理	掌握 SO <sub>2</sub> 、NO <sub>x</sub> 、TSP 的测定实验的关键步骤与细节	教师讲授并示范，学生实践操作。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。			

---

## 项目三 大气监测

大气监测工作程序主要包括以下内容: 受领任务——明确目的——调查研究——监测点布图分析——采集样品送——分析测试——数据处理——综合评价等内容, 最后编写监测报告, 并按规定程序报出。

### 【实践内容】

#### 一、监测资料的收集

1. 对企业所要调查环境的周边污染源及其排污情况进行调查, 如: 燃烧产物为 CO、CO<sub>2</sub>、SO<sub>2</sub>. 排放方式以及污染物的来源等。

2. 气象资料的收集

#### 二、大气监测项目的确定和方法确认

1. SO<sub>2</sub>的测定: 盐酸副玫瑰苯胺分光光度法;

2. NO<sub>x</sub>的测定: 盐酸萘乙二胺分光光度法;

2. TSP的测定: 重量法;

#### 三、监测点布设、监测时间和采样方法

1. 监测点布设: 按功能区划分, 采样点应设在整个监测区域的高中低三种不同污染物浓度的地方, 综合诸多方面因素提出布点方案, 在研究和论证的基础上确定。

2. 监测时间与频率: 间断采样方法, 采样一天, 每个监测点每天采样三次。

2. 采样方法: 采样点的周围应开阔, 采样口水平线与周围建筑物高度的夹角应不大于 30°。二氧化硫, 氮氧化物的采样高度 3-15m, 以 5-10m 为宜。

#### 四、实验原理和步骤及数据记录与处理

##### 1、空气中 SO<sub>2</sub> 的测定

### 【实验原理】

空气中 SO<sub>2</sub> 被四氯汞钾吸收后, 生成稳定的二氯亚硫酸盐络合物, 此络合物与甲醛及盐酸副玫瑰苯胺发生反应, 生成紫红色络合物, 据其颜色深浅, 用分光光度法测定。

### 【实验仪器】

(1)多孔玻板吸收管; 多孔玻板吸收瓶;

(2)空气采样器 (流量 0~1L/min);

(3)分光光度计。

### 【实验试剂】

---

(1) 四氯汞钾吸收液 (0.04mol/L)：称取 10.9g 氯化汞、6.0g 氯化钾和 0.07g 乙二胺四乙酸二钠盐，溶解于水，稀释到 1000ml。此溶液在密闭容器中贮存，可稳定 6 个月。

(2) 甲醛溶液 (2.0g/L)：量取 36%—38% 甲醛溶液 1.1ml，用水稀释到 200ml，临用时现配。

(3) 氨基磺酸铵溶液 (6.0g/L)：称取 0.60g 氨基磺酸铵溶解于 100ml 水中，临用时现配。

(4) 盐酸副玫瑰苯胺贮备液 (0.2%)：称取 0.20g 经提纯的盐酸副玫瑰苯胺，溶解于 100ml 1.0mol/L 的盐酸溶液中。

(5) 盐酸副玫瑰苯胺使用液 (0.016%)：吸取 0.2% 盐酸副玫瑰苯胺贮备液 20.00ml 于 250ml 容量瓶中，加入 3mol/L 磷酸溶液 200ml，用水稀释到标线。至少放置 24 方可使用。

(6) 磷酸溶液 (3mol/L)：量取 41ml 85% 的浓磷酸，用水稀释至 200ml。

(7) 碘贮备液 (0.10mol/L)：称取 12.7g 碘于烧杯中，加入 40g 碘化钾和 25ml 水，搅拌至全部溶解后，用水稀释至 1000ml，贮于棕色试剂瓶中。

(8) 碘使用液 (0.010mol/L)：量取 50ml 碘贮备液，用水稀释至 500ml，贮于棕色试剂瓶中。

(9) 淀粉指示剂 5g/L：称取 0.5g 可溶性淀粉，加 5ml 水调成糊状，再加入 100ml 沸水，继续煮沸，直至透明，冷却后使用。

(10) 碘酸钾标准溶液 (0.1000mol/L)：称取 2.5668g 碘酸钾，溶解于水，移入 1000ml 容量瓶中，用水稀释至标线。

(11) 硫代硫酸钠贮备液 (0.1mol/L)：称取 25g 硫代硫酸钠，溶解于 1000ml 新煮沸并已冷却的水中，加入 0.20g 无水碳酸钠，贮于棕色瓶中，放置一周后标定其浓度。标定方法：精确量取 25.00ml [ $c(1/6KIO_3)=0.1000\text{mol/L}$ ] 碘酸钾标准溶液，于 250ml 碘量瓶中，加入 75ml 新煮沸放冷的水，再加入 3g 碘化钾及 10ml 1mol/L 盐酸，摇匀后放于暗处静置 5min。用 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定析出的碘，至淡黄色，再加 1ml 5g/L 淀粉指示剂，呈蓝色，再继续滴定至蓝色刚刚消失，即为终点。记录硫代硫酸钠溶液的用量 (V, mL)。重复滴定一次，两次滴定所用硫代硫酸钠溶液体积误差不超过 0.05mL。计算出硫代硫酸钠标准溶液的准确浓度。

(12) 硫代硫酸钠使用溶液 (0.0100mol/L)：精确量取 100ml 经标定后的硫代硫酸钠标准储备液于 1L 容量瓶中，用新煮沸放冷的水稀释至刻度。此溶液不稳定，必须在临用前新配。

(13) 亚硫酸钠标准溶液：称取 0.20g 亚硫酸钠及 0.010g 乙二胺四乙酸二钠，将其溶解于 200ml 新煮沸并已冷却的水中，轻轻摇匀。放置 2h 后标定。此溶液每毫升相当于含 320—400

$\mu\text{g}$  二氧化硫，用碘量法标定出其准确的浓度。准确量取适量亚硫酸盐标准溶液，用四氯汞钾溶液稀释成每毫升含  $2.0\ \mu\text{g}$  二氧化硫的标准使用液。标定方法：取两个碘量瓶 A、B，分别加入  $0.010\text{mol/L}$  碘溶液  $50.00\text{mL}$ 。再在 A 瓶中准确加入  $25\text{mL}$  亚硫酸钠标准储备液，在 B 瓶中加入  $25\text{mL}$  水（空白滴定），混匀后，放置  $5\text{min}$  后，用  $0.0100\text{mol/L}$  硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色，分别加入  $1\text{mL}$   $0.5\%$  淀粉指示剂，继续滴定至蓝色刚好退去，即为终点。分别记录硫代硫酸钠溶液的用量。标液滴定和空白滴定各重复做一次，两次滴定所用硫代硫酸钠溶液体积误差不超过  $0.05\text{mL}$ 。

$$\text{SO}_2 (\mu\text{g/mL}) = 32000 * (B-A) * M / 25$$

式中：A——标液滴定所用硫代硫酸钠标准溶液体积（mL）；

B——空白滴定所用硫代硫酸钠标准溶液体积（mL）；

M——硫代硫酸钠标准溶液的准确浓度（mol/L）；

25——亚硫酸钠标准储备溶液体积（mL）；

32000—— $1\text{mL}$   $1\text{mol/L}$  的硫代硫酸钠溶液相当于二氧化硫的  $\mu\text{g}$  数。

#### 【实验步骤】

(1) 标准曲线的绘制：取 6 支  $10\text{mL}$  具塞比色管，按下列参数和方法配制标准色列。

加入溶液	色列管编号					
$2.0\ \mu\text{g/mL}$ 亚硫酸钠标准使用溶液 (mL)						
四氯汞钾吸收液 (mL)						
二氧化硫含量 ( $\mu\text{g}$ )						

在以上个比色管中加入  $6.0\text{g/L}$  氨基磺酸氨溶液  $0.5\text{mL}$ ，摇匀。再加入  $2.0\text{g/L}$  甲醛溶液  $0.5\text{mL}$  及  $0.016\%$  盐酸副玫瑰苯胺使用液  $1.5\text{mL}$ ，摇匀。当室温为  $15\sim 20^\circ\text{C}$  时，显色  $30\text{min}$ ；室温为  $20\sim 25^\circ\text{C}$  时。显色  $20\text{min}$ ；室温为  $25\sim 30^\circ\text{C}$  时。显色  $15\text{min}$ 。用  $1\text{cm}$  比色皿，与  $575\text{nm}$  波长处，以水为参比，测定吸光度，试剂空白值不大于  $0.050$  吸光度。以吸光度对二氧化硫绘制标准线并计算各点的  $\text{SO}_2$  含量与其吸光度的比值，取各点的  $\text{SO}_2$  含量与其吸光度的比值，取各点计算结果的平均值作为计算因子（Bs）。

(2) 采样：对吸收管进行编号，1、2、3、4 点分别编号 1、2、3、4。量取  $5\text{mL}$  四氯汞钾吸

收液与多空玻璃吸收管内（棕色），通过塑料管连接在采样器上，在各采样点以 0.5L/min 流量采气 10~20L。采样完毕，避光封闭进出口，带回实验室供测定。

(3) 样品测定：将采样后的吸收液放置 20min 后，转入 10ml 比色管中，用少许水洗涤吸收管并转入比色管中，使其总体积为 5ml，在加入 0.5ml 6g/l 的氨基磺酸铵溶液，摇匀，放置 10min，以消除 NOX 的干扰，以下步骤同标准线的绘制。按下列式计算空气中 SO2 浓度：

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = (A - A_0) * B_s / V_N$$

式中：A-样品溶液的吸光度；

A0-试剂空白溶液的吸光度；

Bs-计算因子（ug/吸光度）；

VN-换算成标准状况下的采样体积，L；

在测定每批样品时，至少要加入一个已知 SO2 浓度的控制样品同时测定，以保证计算因子的可靠性。空气中的二氧化硫被四氯化汞溶液吸收后，生成稳定的二氯亚硫酸盐络合物，该络合物再与甲醛及盐酸副玫瑰苯胺作用，生成紫色络合物，其颜色深浅与二氧化硫含量成正比。用最小二乘法计算出标准的回归方程式。其回归方程式为： $y = bx + a$ （y 为标准溶液的洗光度，x 为二氧化硫含量（ $\mu\text{g}$ ），b 为回归方程的斜率，a 为回归方程的截距）。

SO2 标准曲线数据记录表

管号						
2.0ug/mL 亚硫酸钠标准溶液 (mL)						
四氯化汞吸收液 (mL)						
二氧化硫含量 (ug)						
吸光度 A						
校准吸光度 A						
SO2 含量/吸光度						

硫代硫酸钠储备液的标定数据记录

硫代硫酸钠标准溶液 V/mL	V 始 /mL	V 终/mL /mL	V 消耗 /mL	V 平均 /mL
第一次滴定				
第二次滴定				

亚硫酸钠标准溶液的标定数据记录

硫代硫酸钠标准溶液 V/mL	V 初 始/mL	V 终 点/mL	V 消 耗/mL	V 平 均/mL
滴定亚硫酸钠标准溶液				
滴定空白溶液				

2. NO<sub>x</sub>的测定：盐酸萘乙二胺分光光度法

【实验原理】

氮氧化物经过氧化管后，以二氧化氮形式吸收在溶液中形成亚硝酸，与对氨基苯磺酸起重氮化反应，再与盐酸萘乙二胺偶合，生成玫瑰红色偶氮化合物，根据颜色深浅，比色定量。

【试剂】

分析时使用国家标准的分析纯试剂和不含亚硝酸根的蒸馏水。水纯度的检验方法：吸收液的吸光度不得超过 0.005。

(1) N-(1-萘基)乙二胺盐酸盐贮备液：称取 5.0g N-(1-萘基)乙二胺盐酸盐[C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>·2HCl]于 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻线。此溶液贮于密闭棕色瓶中冷藏，可稳定存在三个月。

(2) 显色液：称取 5.0g 对氨基苯磺酸(NH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>H)溶解于 200mL 热水中，冷至室温后转移至 1000 mL 容量瓶中，加入 50.0mLN-(1-萘基)乙二胺盐酸盐贮备液和 50mL 冰乙酸，用水稀释至刻线。此溶液贮于密闭的棕色瓶中，25℃以下暗处存放可稳定三个月。若呈现淡红色，应弃之重配。

(3) 吸收液：使用时将显色液和水按体积比 4:1 比例混合而成。

(4) 亚硝酸钠标准贮备液：称取 0.3750g 优级纯亚硝酸钠(NaNO<sub>2</sub>，预先在干燥箱内放置 4 小时)，溶解于水，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线。此溶液每毫升含 250 μgNO<sub>2</sub>-贮于棕色瓶中于暗处存放，可稳定存在三个月。

(5) 亚硝酸钠标准溶液: 吸取亚硝酸钠贮备液 10.00mL 于 1000ml 容量瓶中, 用水稀释至标线。每毫升含 2.5  $\mu\text{gNO}_2^-$ , 在临用前配置。

**【仪器】**

三氧化铬-石英砂氧化管; 多孔玻板吸收管(装 10ml 吸收液); 便携式空气采样器(流量范围 0--1L/min); 分光光度计。

**【采样】**

在一个多孔玻板吸收管中, 加入 5mL 吸收液, 进气口用尽量短的一小段乳胶管连接氧化管, 以 0.25L/min 流量采样至吸收液呈浅玫瑰红色为止。在采样、样品运输及存放过程中都应采取避光措施。采样后, 样品应尽快进行分析。

**【操作步骤】**

(1) 标准曲线的绘制: 取 6 支 10mL 比色管, 按下表配制标准色列, 将各管溶液混匀于暗处放置 20min, (室温低于 20 $^{\circ}\text{C}$  时放置 40min 以上), 用 1cm 比色皿于 540nm 波长处以水为参比, 测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 相应的标准溶液中  $\text{NO}_2^-$  含量为横坐标, 绘制标准曲线。

二氧化氮标准曲线记录表

管号	0	1	2	3	4	5
标准使用 (mL)	0.00	0.40	0.80	1.20	1.60	2.00
水 (mL)	2.00	1.60	1.20	0.80	0.40	0.00
显色液 (mL)	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00
吸光度						
校正后吸光度						
$\text{NO}_2^-$ 浓度 ( $\mu\text{g} / \text{mL}$ )						

(2) 采样: 量取 10mL 吸收液与多空玻璃吸收管内, 通过塑料管连接在采样器上, 在各采样点以 0.4L/min 的流量避光采样至吸收液呈微红色为止, 记下采样时间, 密封好采样管, 带回实验室, 日测定。若吸收液不变色, 应延长采样时间, 采样量应不少于 1L 再采样的同时, 应测定采样现场的大气压和温度, 并做好纪录。

(3) 样品的测定: 采样后, 放置于暗处 20min (室温低于 20 $^{\circ}\text{C}$  时放置 40min 以上) 后, 用水将吸收管中吸收液的体积补充至标线, 混匀, 将样品溶液移入 1cm 比色皿中, 按绘制标准

---

曲线的方法和条件测量试剂空白溶液和样品溶液的吸光度。

空气中 NO<sub>x</sub> 的浓度： $C_{NOx} = (A - A_0 - a) \cdot V / (b \cdot f \cdot V_0)$

式中： $C_{NOx}$  ——空气中 NO<sub>2</sub> 的浓度（以 NO<sub>2</sub> 计），mg/m<sup>3</sup>；

A ——样品溶液的吸光度；

A<sub>0</sub> ——试剂空白溶液的吸光度；

b、a ——分别为标准曲线的斜率（吸光度 · mL / μg）

V ——采样用吸收液体积，10.00mL；

V<sub>0</sub> ——换算为标准状态下的采样体积

f ——Saltzman 实验系数，0.88。

#### 【注意事项】

- (1) 配制吸收液时，应避免溶液在空气中长时间暴露，以防吸收空气中的氮氧化物。
- (2) 日光照射能使吸收液显色，因此在采样、样品运输及存放过程中，都应采取避光措施。
- (3) 氧化管适于在相对湿度为 30-70% 时使用，当空气相对湿度大于 70% 时，应勤换氧化管；小于 30% 时，则在使用前，用经过水面的潮湿空气通过氧化管，平衡 1h。

## 2. 空气中总悬浮颗粒物（TSP）的测定：重量法

#### 【实验原理】

以恒速抽取定量体积的空气，使之通过采样器中已恒重的滤膜，则 TSP 被截留在滤膜上，根据采样前后之差及采气体积计算 TSP 的浓度。该方法分为大流量采样器法和中流量采样器法。

#### 【实验仪器和材料】

- (1) 中流量采样器；
- (2) 分析天平：称量范围大于或等于 10g，感量 0.1mg；
- (3) 玻璃纤维滤膜；
- (4) 镊子和滤膜袋（或盒）；
- (5) 恒温恒湿箱：箱内空气温度 15-30℃ 可调，控温精度 ±1℃，箱内空气相对湿度控制在（50 ± 5）%；
- (6) 中流量孔口流量计：量程 70-160L/min。

#### 【实验步骤】

- (1) 将滤膜放入恒温箱中恒温 24 小时。

- 
- (2) 用孔口流量计校正采样器的流量。
- (3) 插上电源，打开采样器，设定好各数。
- (4) 称重并记录滤膜夹与滤膜总质量。按设定流量 25L/min 采样 1 小时，待采样完毕后，记录现场采样流量和温度及大气压。
- (5) 按照步骤 4 在一天中分三次采样。每次实验完毕后，称滤膜夹与滤膜总质量，进而求得滤膜增重质量。

$$\text{TSP 含量} (\mu\text{g}/\text{m}^3) = (W_0 - W_1) \cdot 109 / (Q \cdot t)$$

式中：W1——采样后的滤膜重量，g；

W0——空白滤膜的重量，g；

Q——采样器平均采样流量，L/min；

T——采样时间，min。

$$\text{标准体积换算：} V_{\text{标准}} = V_{\text{测量}} \cdot \frac{273}{(273+t)} \cdot \frac{P}{101.325}$$

$$V_{\text{测量}} = Q \cdot T$$

项目名称	项目四 土壤中固体污染物的监测		项目编号	4
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	1. 了解土壤及固体废物的污染来源及危害。 2. 掌握土壤及固体废物样品的采集、制备及预处理方法。 2. 能够对土壤含水量、土壤中重金属污染物及非金属无机污染物进行测定。 4. 能够对固体废物中有害物质及有害特性进行监测。			
思政目标	传承革命精神，培养爱国精神、文化自信。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	监测资料的收集	训练学生土壤监测资料收集的信息搜索整理能力	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	土壤监测项目的确定和方法确认	训练学生设计土壤监测项目的确定和方法确认的科学性	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	监测点布设、监测时间和采样方法	监测点布设、监测时间和采样方法	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	
	土壤监测实例	掌握土壤含水量实验的关键步骤与细节	教师讲授并示范，学生实践操作。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。			

---

## 项目四 土壤中固体污染物的监测

土壤固体污染物的监测工作程序主要包括以下内容：受领任务——明确目的——现场调查、收集资料——方案设计——采集样品——运送保存——分析测试——数据处理——综合评价等内容，最后编写监测报告，并按规定程序报出。

### 【实践内容】

#### 一、监测资料的收集

土壤监测的项目包括很多方面，例如土壤成分、养分、肥力分析，土壤理化指标检测，肥料检测等。在土壤成分、养分、肥力分析方面，可以检测有机质、铵态氮、硝态氮、磷、氮、磷、钾、钙、镁、硫、铁、硼、钼、锌、锰等元素。在土壤理化指标检测方面，可以检测水分、pH值、氟化物、氮、磷、氯离子、硫酸根离子、有机质、有机碳、碳酸盐根、碳酸氢根等指标。在肥料检测方面，可以检测硝态氮、铵态氮、速效磷、速效钾等指标。此外，还可以检测土壤中的重金属元素，如钛、钒、铬、锰等。总之，土壤监测项目非常广泛，不同的领域和目的需要选择不同的检测项目。

为了使土壤样品具有代表性，必须遵循随机选点、多点采样、各点样品等量混合，并尽量使样点数量少而样品具有最大代表性的原则布设采样点。调查内容主要包括：区域的自然条件地质、地貌、植被、水文、气候等；土壤性状土壤类型、剖面特征、分布及物理化学特征等；农业生产情况土地利用、农作物生长情况与产量、耕作制度、水利、肥料和农药的施用等；污染历史与现状 通过水、气、农药、肥料等途径及矿藏的影响。

#### 二、土壤监测项目的确定和方法确认

土壤中固体污染物的监测项目主要包括：物理因素：例如土壤质地、颗粒组成、含水量、密度、孔隙度等。化学成分：例如土壤中的有机质、全氮、全磷、全钾、有效磷、速效钾等。重金属元素：例如铬、铅、镉、汞等有害重金属和残留有机农药。固体废物的危险特性检测：例如检测固体废物中的汞、铅、锌、铜、镉、镍、铍、钡、砷、硒、硼、磷、钼等元素。此外，土壤中固体污染物的监测还包括与固体废物相关的其他参数，如pH值、有机物含量等。具体的监测项目会根据不同的目的和要求而有所不同。总的来说包括一下三大类：

- (1) 金属化合物：镉、铬、铜、汞、铅、锌；
- (2) 非金属无机化合物：砷、氰化物、硫化物、氟化物等；
- (3) 有机化合物：有机农药、苯并[a]芘、三氯乙醛、除草剂、多环芳烃、酚类化合物、石油类化合物、DDT、六六六等。

---

根据土壤污染状况调查，需要监测土壤固体污染物的地方包括：

① 污染严重的工业园区和工矿企业周边：这些区域的土壤污染风险较高，需要进行长期、系统的监测。

② 城市和农村居民区周边：这些区域的土壤污染风险较低，但长期监测可以及时发现土壤污染问题，并采取有效的措施加以解决。

③ 土地利用类型改变前：例如从农业用地变为工业用地、商业用地等，需要对土壤进行监测，以确保土地利用类型改变后的安全性。

④ 建设项目开工前：在建设项目开工前，需要对项目所在地的土壤进行监测，以确保建设项目符合相关环保标准。

⑤ 发生突发事件可能造成土壤污染的：例如地震、洪水等自然灾害后，需要对受灾区域的土壤进行监测，以确保受灾区域的安全性。

总之，需要监测土壤固体污染物的地方很多，具体需要监测哪些地方会根据不同的目的和要求而有所不同。

### 三、 监测点布设、监测时间和采样方法

由于土壤检测与大气、水体监测不同，污染物在土壤中的分布极不均匀，检测中采样误差对结果的影响往往大于分析误差，监测值相差 10%—20%一般是可以理解的。

#### 1、污染土壤样品的采集

采集土样之前，首先要调查该地区的自然条件、农业生产情况、土壤性状以及污染历史与现状，在此基础上选择监测区域、确定有代表性地段、面积，然后布设采样点。

##### 1.1 布点方法

由于土壤样品在水平和垂直方向的分布上具有一定的不均匀性，故应多点采样并均匀混合。

**对角线布点法：**此法适用于污水灌溉祸首污染水灌溉的田块。由田块进水口向对角线引一斜线，将斜线三等分，每个等分的中点即为采样点，每一田块不一定是三个采样点，应根据调查目的、田块面积和地形条件等作适当调整。

**梅花形布点法：**适用于面积较小、地形平坦、土壤较均匀的田块，一般采样点在 5-10 个以内。

**棋盘式布点法：**适用于中等面积、地形平坦、开阔，但土壤不均匀的田块，一般采样点在 10 个以上。此法也适用于受固体废物污染的土壤，因为固体废物分布不均，采样点应在 20 个以上。

---

蛇形布点法：适用于面积较大，地势不太平坦，土壤不够均匀的田块，采样点布设较多。

放射性布点法：适用于大气污染土壤监测。

网格布点法：适用于农用化学物质土壤和土壤背景值调查。

## 1.2 采样深度

一般监测：采样深度为表层 0-20cm。

污染深度监测：挖一个 1m× 1.5m 左右的长方形土坑，然后根据土壤坡面的颜色、结构、质地等情况划分土层，最后由坡面下层逐层向上采集。每层收集样品 1Kg 左右。

## 1.3 采样方法

A、采样筒取样：适用于表层土样的采集。将长 10cm、直径 8cm 的金属或塑料的采样筒直接压入土层内，然后用铲子将其铲出，清除采样筒口多余的土样，采样筒内的土壤即为所取样品。

B、土钻取样：用土钻钻至所需深度后，将其提出，用挖土勺挖出土样。

C、挖坑取样：适用于采集分层的土样。先用铁铲挖出一截面 1m× 1.5m、深 2.0m 的坑，平整一面坑壁，并用干净的小刀或小铲刮去坑壁面 1-5cm 的土，然后在所需层内取 0.5-1.0Kg 土样，装入容器内。

## 1.4 采样时间和频率

采样时间随土壤的监测目的而定。例行监测在作物收获季节采集，必测项目一年一次，其它项目 3-5 次/年。若要了解土壤污染状况，可随时采集土壤样品测定。若要了解土壤上生长的植物受污染状况，则根据植物的生长和收获季节同时采取土壤样和植物样。如了解大气污染土壤状况，则在播种前、生长期和收割前后分别进行。当污染是灌溉沟渠时，可在灌溉前后、收割前后进行。

## 1.5 采样量

由于测定所需土壤是多点混合而成，取土量往往很大，而分析时并不需要太多，具体数量视分析项目而定，一般要求采集 1.0Kg 土样。因此，可反复按四分法弃取，最后留至所需的土量。

## 1.6 注意事项

A 采样点不能设在田边、沟边、路边或堆肥边。

B 要将现场采样点的具体情况，如土壤坡面形态等详细记录在本上。

C 现场写好两张标签，一张装入袋内、一张扎在口袋上。

## 2、土壤背景值样品的采集

---

土壤背景值样品的采样点应考虑以下因素：

- (1) 能代表当地的主要土壤类型。
- (2) 能代表当地的主要土壤母质。
- (3) 尽可能远离已知污染源。
- (4) 采样时还应注意：

A、同一类型的土壤应有 3-5 个以上的重复样点，以检验其可靠性。

B、同一采样点不强调多点混合，只要求选取发育典型、代表性强的土样即可，这一点与污染土壤采样不同。

C、一般采集 1 米以内的表土和心土。

#### 四、土壤监测实例

##### 1. 土壤含水量的测定

水分含量是土壤监测中的必测项目，用于计算土壤中各种成分按烘干土为基准时的测定结果。

(1) 原理 水分含量一般是指样品在 105℃ 烘干后所损失的质量。

(2) 测定 先将玻璃称量瓶在 105℃ 烘至恒重 ( $w_1$ )，放入 20~30g 样品，称重 ( $w_2$ )，放于恒温鼓风干燥箱中，瓶盖半盖在称量瓶上于 105℃ 烘干至恒重，取出放在干燥器中冷却 0.5h 后再称重 ( $w_3$ )。直至两次称量之差在  $\pm 0.1g$  左右为止。

(3) 计算

$$\text{水分含量}\% = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100$$

式中  $w_1$ ——玻璃称量瓶质量，g；

$w_2$ ——玻璃称量瓶质量+湿样质量，g；

$w_3$ ——玻璃称量瓶质量+干样质量，g。

##### 2. 土壤中铜、锌、镉测定实例(AAS法)

###### (1) 标准溶液的制备

制备各种重金属标准溶液使用光谱纯试剂；用于溶解土壤的各种酸皆选用高纯或光谱纯级；稀释用水为蒸馏去离子水。

###### (2) 土样预处理

称取 0.5~1g 土样于聚四氟乙烯坩埚中，用少许水润湿，加入 HCl，在电热板上加热消

---

化，加入  $\text{HNO}_3$  继续加热，再加入  $\text{HF}$  加热分解  $\text{SiO}_2$  及胶态硅酸盐，最后加入  $\text{HClO}_4$  加热 ( $< 200^\circ\text{C}$ ) 蒸至近干。冷却，用稀  $\text{HNO}_3$  浸取残渣，定容。

(3) 铜、锌、镉标准系列混合溶液的配制

各元素标准操作溶液是通过逐次稀释其标准储备液得到的。

(4) 原子吸收分光光度法 (AAS) 测定

(5) 结果计算

项目名称	项目五 分析检验样品的金属含量前处理和测定 全流程		项目编号	5
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	1. 掌握四种不同消解的操作方法及其使用范围。 2. 掌握原子吸收光谱仪的使用流程。			
思政目标	培养科学工作思维和作风，激发勤奋学习的青春动力。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	分析检验样品的金属含量前处理过程	明确各个前处理方法的适用范围，会正确选择合适的消解方法	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论确定最终方案。	重点与难点
	分析检验样品的金属含量测定(原子吸收光谱法)以金属元素铜为例	训练完成一次原子吸收光谱仪测定金属元素的实验	教师讲授并示范，学生实践操作。学生操作教师指导。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。			

## 项目五 分析检验样品的金属含量前处理和测定全流程

### 第一节 分析检验样品的金属含量前处理过程（消解方法）

大多数分析方法都采用溶液进样方式，因此，固体或含有固体的样品必须首先制备成样品溶液。样品溶液制备的关键环节之一是样品分解，通常是在能量（热、微波、紫外线等）和强烈的化学作用下（酸和氧化剂）下，使样品中的有机物降解，无机物解离，即破坏样品基质，使待测元素从样品基质中释放出来。分解后的样品溶于溶液中，必要时还将进行其他净化前处理，方能成为待测样品溶液。

常用的消解方法包括：

#### ① 湿式消解

在湿式消解中，常用浓无机强酸，如硝酸等，下面是常用酸的基本情况。

硝酸：65%浓度，沸点为 120℃；加热易分解，是氧化有机物的典型酸，反应有机物形成一氧化氮，经常与高氯酸、双氧水，盐酸和硫酸混用。

过氧化氢：沸点 150℃，加热缓慢分解，过氧化氢是氧化剂 ( $2\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2$ )；与硝酸混合可减少含氮蒸汽，通过增加温度加速有机样品的消解过程。典型混合比例是  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2 = 4:1$  (体积/体积)，微波消解常用的反应体系。

氢氟酸：40%浓度时沸点为 108℃；用于消解矿物、矿石、土壤、岩石甚至含硅蔬菜；经常与  $\text{HNO}_3$  或  $\text{HClO}_4$  混用。为避免损坏仪器要求去除 HF，可通过加入硼酸除溶液中的 HF。

硫酸：98%浓度的硫酸沸点为 340℃，高于 TFM 罐子的最大工作温度；为避免罐子损坏应仔细关注反应；通过脱水反应破坏有机物；300℃是 TFM 罐子的临界温度，对 PFA 罐子来说温度过高(该温度下将熔化)。所以，建议使用硫酸时应进行严格的温度控制。

$\text{HClO}_4$  (72%)，沸点 130℃，其是一种强氧化剂，能彻底分解有机物。但高氯酸直接与有机物接触会发生爆炸，因此，通常都与硝酸组合使用。或先加入  $\text{HNO}_3$  反应一段时间后再加入  $\text{HClO}_4$ 。 $\text{HClO}_4$  大都在常压下的预处理时使用，较少用于密闭消解中，要慎重使用。注意安全。

$\text{HCl}$  (1.19, 37%)，沸点 110℃  $\text{HCl}$  不属于氧化剂，通常不用来消解有机物。 $\text{HCl}$  在高压与较高温度下可与许多硅酸盐及一些难溶氧化物、硫酸盐、氟化物作用，生成可溶性盐。许多碳酸盐、氢氧化物、磷酸盐、硼酸盐和各种硫化物都能被盐酸溶解。

湿法消解又称湿灰化法，利用氧化性酸和氧化剂对有机物进行氧化、水解，以分解有机物。

优点：是实验室常用的一种消解模式，有机物分解速度快、处理时间短、方法得当时，元素

---

无损失、……

缺点：需随时照管；试剂用量较大，空白值偏高、……

湿化消解注意事项：

1) 加入硝酸、硫酸后，应小火缓缓加热，待反应平稳后方可大火加热，以免泡沫外溢，造成试样损失。

(2) 及时沿瓶壁补加硝酸。避免炭化现象出现。如发生了炭化现象，必须立即添加发烟硝酸。

(3) 补加硝酸等消化液时，最好将消化瓶从电炉上取下，待冷却后再补加。

(4) 如消化中采用硫酸（比色分析时），应加水脱去残存硝酸，以免生成的亚硝酰硫酸能破坏有机显色剂，对测定产生严重的干扰。

(5) 湿法消化的试剂用量较大，试剂的纯度对实验的结果有较大的影响，试验中必须注意。

## ② 能量辐射消解

微波消解是无机元素测定的一种较为有效的前处理手段，其完全在密闭的环境中进行，能尽量避免目标元素的污染和损失。

但是该方法称样量少，消解的样品中有大量的氮氧化合物，存在一定的基体干扰，比较适合于 ICP-MS 的检测（检出限较易达到）。若使用微波消解后的溶液 AFS 测砷，则需要赶酸，否则检测结果偏低。另外，在测定还有有机溶剂样品时，要倍加关注。如：醇与硝酸进行微波消解时会产生爆炸。

微波消解优点：

1. 非常短的消解时间…以分钟计算而不是小时
2. 不损失挥发元素…包括 Hg, Se, As 等
2. 无酸雾…提高实验室的工作环境
4. 无样品污染…无论从环境或其他方面来说
5. 低空白…使用最少量的酸溶液

微波消解需要注意地方：

### 一、样品

- 样品类型：同批次相同或类似样品
- 样品量：样品量一般不大于 0.5 克
- 注意：胶囊类等升温后反应剧烈的样品，推荐预消解或者浸泡过夜。

---

## 二、试剂

- 常用试剂：硝酸、盐酸、双氧水
- 试剂量：5-10mL 为宜（厂家不建议过少，但是过多会带来一系列问题：消解后酸度过高；赶酸耗时；空白高等问题

## 三、程序

- 分步骤：可以使样品中各种不同基体的组分分步骤地消解，使反应更平稳安全。
- 温度控制：
  - 1) 压力控制方法不足：即使同种样品因为称样量的差异，会产生不同的压力，因而产生消解效果的差异。
  - 2) 压力控制对于反应剧烈的样品无法保证安全，因为压力仅仅是样品反应后的结果，非反应的根本原因。而温度是控制反应的最好选择。
- 冷却：冷却到安全温度（低于 50 °C ）后再进行下一步操作

### ③ 干灰化

干灰化法是利用高温除去样品中的有机质，剩余的灰分用酸溶解，作为样品待测溶液。该法适用于食品和植物样品等有机物含量多的样品测定。把装有样品的器皿放在高温炉内，利用高温（450-850℃）分解有机物。利用高温下空气中氧将有机物碳化和氧化，挥发掉易挥发性组分；与此同时，试样中不挥发性组分也多转变为单体、氧化物或耐高温盐类。

干灰化法的优缺点：

优点：干法灰化具有空白低，操作简单，设备便宜，并且可以一次处理大批量样品的优点。

缺点：首先，由于灰化温度比较高，一般都在 500 摄氏度左右，可能会有部分元素因为蒸发而损失掉（部分由于坩埚或器皿的吸附，还有些样品可以与坩埚和器皿反应生成难以用酸溶解的物质如玻璃或耐熔物质等），从而导致元素的部分损失，回收率偏低，准确度低。因此干灰化法的回收率不是很稳定，建议每批样品都做加标回收试验。其次，实验过程比较长，样品碳化时间需要 1 个小时左右，灰化时间在 4-6 小时之间，中途如果灰化效果不好还需要加入助灰化剂。例如测定铅元素时加入过硫酸铵可以防止发生滞留作用，同时增加氧化能力，加速样品灰化彻底。

某些特殊食品干法灰化时注意事项：

含油脂成分较高的食品，如植物油，炭化时非常容易爆沸，同时易燃，因此不建议采用干灰化法。

酒类样品，建议先低温挥干部分液体再炭化，以防液体飞溅。

---

含糖、蛋白质、淀粉较多的样品炭化时会迅速发泡溢出，可加几滴辛醇再进行炭化，以防止炭粒被包裹，灰化不完全。

含磷较多的谷物及制品，在灰化过程中的磷酸盐会包裹沉淀，可加几滴硝酸或双氧水，加速炭粒氧化，蒸干后再继续灰化。

某些元素受灰化温度影响：

Hg 是最易损失的元素，因为它的沸点是 360℃，而其主要化合物在灰化温度下或是被分解，或是挥发性的。某些元素的损失则是因其在样品中存在的形式是挥发性的。如某种果叶中的 Cr、As、Sb，即使在 200℃加热 24h，其气化损失也大于 20%。

在灰化过程中，待测元素也可以与其周围的无机物反应而转变为易挥发性化合物。如 Zn、Pb 与氯化铵共热，生成易挥发的氯化物而损失。待测元素也可以因为与样品中的有机物反应生成易挥发性组分。如 Cd 在灰化中被碳化的有机物还原为熔点和沸点分别为 321℃和 767℃的金属镉而挥发。

消解实验的操作安全问题尤其需要注意，样品分解中需要用到各种化学试剂，并且常在高温甚至是高压下进行人工操作，对潜在的安全风险必须了解并有预防措施。特别是使用强酸进行的湿式消解，即使完全按照相关要求操作也要十分小心。操作者必须在实验全过程中身穿实验服、戴手套、防护眼镜（最好是面部防护罩）。对于发烟的浓酸，如氢氟酸、硝酸、盐酸，必须在状态良好的通风柜中操作。氧化性的酸（硝酸、硫酸、高氯酸）比非氧化性的酸（盐酸、磷酸、氢氟酸）更加危险，更容易发生爆炸，特别是在有还原剂（如有机物）存在时。高氯酸在高浓度和受热时具有强氧化性，所以绝不可将浓高氯酸和有机物接触。酸消解所用的通风柜必须装有能有效去除酸气的装置。高氯酸的蒸发必须在不锈钢、石材或聚丙烯材质的通风柜中进行，同时要有淋洗装置以去除高氯酸盐沉积物。

使用高压消解方法时要特别小心。压力消解罐的工作效率非常高，但也有很高的危险性；有些反应会产生潜在爆炸性的气体，其压力会超过消解罐的耐受限。例如，用硝酸或硝酸与双氧水混合物在密闭罐内消解有机物时，迅速上升的高压就有可能使消解罐爆炸。这种情况需要减少样品称样量或采用逐渐升温的方式来操作。

微波辅助消解有其特殊安全要求。微波消解过程中，微波能量被样品直接吸收，升温非常快，这种情况在其他分解方法中所没有的。微波装置会有相当的安全防护设计和使用要求，操作者应当事先充分了解这些安全措施并接受完整和专业的操作培训。对不熟悉的样品和消解方法，应当首先了解其与常规消解有何不同再开启微波消解。

## 第二节 分析检验样品的金属含量测定（原子吸收光谱法）以金属元素铜为例

---

## 1、原理

试样消解处理后，经石墨炉原子化，在 324.8 nm 处测定吸光度。在一定浓度范围内铜的吸光度值与铜含量成正比，与标准系列比较定量。

## 2、试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T6682 规定的二级水。

### 2.1 试剂

2.1.1 硝酸(HNO<sub>3</sub>)。

2.1.2 高氯酸(HClO<sub>4</sub>)。

2.1.3 磷酸二氢铵(NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)。

2.1.4 硝酸钯[Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]。

### 2.2 试剂配制

2.2.1 硝酸溶液(5+95)：量取 50 mL 硝酸，缓慢加入到 950 mL 水中，混匀。

2.2.2 硝酸溶液(1+1)：量取 250 mL 硝酸，缓慢加入到 250 mL 水中，混匀。

2.2.3 磷酸二氢铵-硝酸钯溶液：称取 0.02 g 硝酸钯，加少量硝酸溶液(1+1) 溶解后，再加入 2 g 磷酸二氢铵，溶解后用硝酸溶液(5+95) 定容至 100 mL，混匀。

### 2.3 标准品

五水硫酸铜(CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O,CAS 号:7758-99-8)：纯度>99.99%，或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的铜标准溶液。

### 2.4 标准溶液配制

2.4.1 铜标准储备液(1 000 mg/L)：准确称取 2.928 9 g(精确至 0.000 1 g) 五水硫酸铜，用少量硝酸溶液(1+1) 溶解，移入 1 000 mL 容量瓶，加水至刻度，混匀。

2.4.2 铜标准中间液(1.00 mg/L)：准确吸取铜标准储备液(1 000 mg/L)1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中，加硝酸溶液(5+95) 至刻度，混匀。

2.4.3 铜标准系列溶液：分别吸取铜标准中间液(1.00 mg/L)0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸溶液(5+95) 至刻度，混匀。此铜标准系列溶液的质量浓度分别为 0 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L 和 40.0 μg/L。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中铜的实际含量确定标准系列溶液中铜元素的质量浓度。

## 3 仪器和设备

---

注：所有玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需硝酸(1+5) 浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

3.1 原子吸收光谱仪：配石墨炉原子化器，附铜空心阴极灯。

3.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 1 mg。

3.3 可调式电热炉。

3.4 可调式电热板。

3.5 微波消解系统：配聚四氟乙烯消解内罐。

3.6 压力消解罐：配聚四氟乙烯消解内罐。

3.7 恒温干燥箱。

3.8 马弗炉。

## 4 分析步骤

### 4.1 试样制备

注：在采样和试样制备过程中，应避免试样污染。

#### 4.1.1 粮食、豆类样品

样品去除杂物后，粉碎，储于塑料瓶中。

#### 4.1.2 蔬菜、水果、鱼类、肉类等样品

样品用水洗净，晾干，取可食部分，制成匀浆，储于塑料瓶中。

#### 4.1.3 饮料、酒、醋、酱油、食用植物油、液态乳等液体样品

将样品摇匀。

### 4.2 试样前处理（已于第一节课完成）

### 4.3 测定

#### 4.2.1 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件见附录 B。

#### 4.2.2 标准曲线的制作

按质量浓度由低到高的顺序分别将 10  $\mu\text{L}$  铜标准系列溶液和 5  $\mu\text{L}$  磷酸二氢铵-硝酸钡溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量) 同时注入石墨炉，原子化后测其吸光度值，以质量浓度为横坐标，吸光度值为纵坐标，制作标准曲线。

#### 4.2.3 试样溶液的测定

与测定标准溶液相同的实验条件下，将 10  $\mu\text{L}$  空白溶液或试样溶液与 5  $\mu\text{L}$  磷酸二氢铵-硝酸钡溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量) 同时注入石墨炉，注入石墨管，原

---

子化后测其吸光度值，与标准系列比较定量。

## 5 分析结果的表述

试样中铜的含量按式(1) 计算。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000}$$

式中:

X —— 试样中铜的含量，单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L)；

$\rho$  —— 试样溶液中铜的质量浓度，单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ )；

$\rho_0$  —— 空白溶液中铜的质量浓度，单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ )；

V —— 试样消化液的定容体积，单位为毫升(mL)；

m —— 试样称样量或移取体积，单位为克或毫升(g 或 mL)；

1 000—— 换算系数。

当铜含量 $\geq 1.00\text{ mg/kg}$ (或  $\text{mg/L}$ )时，计算结果保留三位有效数字；当铜含量 $< 1.00\text{ mg/kg}$ (或  $\text{mg/L}$ )时，计算结果保留两位有效数字。

## 6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

## 7 其他

当称样量为 0.5 g(或 0.5 mL)，定容体积为 10 mL 时，方法的检出限为 0.02 mg/kg(或 0.02 mg/L)，定量限为 0.05 mg/kg(或 0.05 mg/L)。

项目名称	项目六 全自动氧化铜生产线的原理和运营		项目编号	6
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	1、了解高纯氧化铜的概况 2、熟悉氧化铜的全自动生产线流程 3、掌握氧化铜的清洁生产工艺			
思政目标	培养创新精神，探索求真的科学精神。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	高纯氧化铜的概况	让学生充分了解高纯氧化铜的概况。	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论。	
	氧化铜的全自动生产线	让学生充分了解高纯氧化铜全自动生产线的现状。	教师讲授、同学们查找资。	
	氧化铜的清洁生产工艺	让学生参与到氧化铜情节生产工艺的运营中。	教师演示，学生实践。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。			

---

## 项目六 全自动氧化铜生产线的原理和运营

### 第一节 高纯氧化铜的概况

高纯氧化铜由于其优异的物理和化学性质而具有许多潜在的应用,包括催化和气体传感器的研究领域。更高级的应用,如太阳能电池、发光二极管、光催化剂、电化学、电致变色器件等,可能是氧化铜纳米结构材料的研究领域。此外,纳米结构的高纯度氧化铜可用于多种应用以去除无机污染物,并可用作制造纳米器件的潜在组件。

高纯氧化铜还被广泛用于抗菌应用。它被证明是有效的杀生物剂,能够杀死革兰氏阳性菌和革兰氏阴性菌,还可以作为制备抗菌纺织品的材料,浸渍在棉或聚酯织物中,对各种微生物和病毒显示出良好的杀菌效果。高纯氧化铜纳米粒子的细胞毒性对粒度的依赖性在文献中已有报道。

高纯氧化铜在电池领域的应用原理主要是提高电池的性能和稳定性。在铅酸电池中,氧化铜可以作为正极材料中的添加剂,能够提高电池的容量。当氧化铜与铅酸电池中的正极材料反应时,会生成一层致密的氧化铜膜,能够提高正极材料的导电性和电化学活性,从而增加电池的电荷储存能力。

高纯氧化铜在电子、信息通讯、新能源等行业的迅猛发展下,其需求量逐年递增。在光伏产业中,氧化铜作为主要消费领域,需求量极大。此外,电线电缆、塑料助剂、电子器件、橡胶制品等领域对氧化铜的需求也在不断增加。在全球范围内,氧化铜市场主要集中在亚太地区,尤其是中国、日本、韩国等国家和地区的需求量最大。

未来随着新兴应用市场的拓展,氧化铜的需求量还将进一步增长。据有关部门预测,未来 5 至 10 年,全球电子级氧化铜粉市场需求量将稳步增长。目前全

球氧化铜行业的产能主要集中在中国、美国、东南亚等地。中国是全球最大的氧化铜生产国，其氧化铜加工产能已经超过 25 万吨/年。同时，近年来，国内氧化铜产业规模不断扩大，新企业不断加入。因此，中国氧化铜市场的竞争压力很大，新企业要拓展自己的市场份额，需要在技术研发、品质提高等方面提升自身实力。

总体来说，高纯氧化铜的市场前景广阔，随着科技的进步和新应用领域的拓展，其需求量将持续增长。但同时，市场竞争也将变得更加激烈，新企业需要不断提升自身的技术实力和产品质量以适应市场的变化。

## 第二节 氧化铜的全自动生产线

光华科技自 2008 年开始在国内推出高纯氧化铜，是国内最早推出应用于 PCB 领域的企业之一，以其优良的品质迅速赢得市场，并取得良好口碑。在 PCB 领域，光华科技已与全球多家知名标杆客户达成长期战略合作关系，并获得非常高的肯定与认可。2014 年，光华科技通过自主研发设计，建成国内首条氧化铜全自动化生产线，采用先进的设备、数字化的管理系统和严格的质量控制流程，以高纯电解铜为原料，保证产品纯度及品质稳定。氧化铜的生产流程图如下图 1。



图 1 深入学习粉状氧化铜生产流程

---

粉状氧化铜全自动生产线通常包括以下主要设备和环节：

配料系统：根据生产氧化铜的配方，将所需的原料和试剂加入到系统中。

混合系统：将配料系统加入的原料和试剂进行混合，使得混合物均匀一致。

煅烧系统：将混合物送入煅烧炉中进行高温煅烧，使得混合物发生化学反应，得到氧化铜。

粉碎系统：将煅烧后得到的氧化铜进行破碎和粉碎，使得其粒度分布更加均匀。

筛分系统：将粉碎后的氧化铜进行筛分，去除其中的杂质和不合格的颗粒。

包装系统：将筛分后合格的氧化铜进行包装，以备后续使用。

在整个生产线中，自动化控制系统非常重要，它可以确保生产过程中的温度、压力、流量等参数得到精确控制，从而提高产品质量和生产效率。同时，为了保证生产线的正常运行和产品质量，需要进行定期的维护和保养。

### 第三节 氧化铜的清洁生产工艺

#### 一、背景技术

柔性印制电路（FPC）是以聚酰亚胺或聚酯薄膜为基材制成的一种具有高度可靠性、绝佳的可挠性印刷电路。随着微电子技术的飞速发展，印刷电路板向多层化、积层化、功能化和集成化方向迅速的发展，促使印刷电路设计大量采用微小孔、窄间距、细导线进行电路图形的构思和设计，FPC 由于拥有特殊的功能而将被越来越广泛的使用，也将成为未来印制电路板的一个趋势。柔性印制电路板制造技术难度较高，常规的垂直电镀工艺已不能满足高质量、高可靠性互连孔的技术要求，于是产生了水平电镀技术。目前 FPC 业界对水平电镀酸铜体系中铜离子的补充主要依靠氧化铜粉来完成，而该工艺需要的氧化铜粉必须具有很高的活性，且能在电镀液体系中快速溶解。

关于氧化铜的制备方法，不少科技文献和专利文献都有涉及。氧化铜常规的制备方法是將硫酸铜或硝酸铜等可溶性铜盐与沉淀剂，如碳酸钠、碳酸氢钠等在一定温度条件下反应，使可溶性铜盐转变为碱式碳酸铜固体，碱式碳酸铜固体经过洗涤、煅烧分解为氧化铜。常规制备方法由于铜源杂质高，已经不适应于现在高端的 FPC 电镀要求。

---

申请号为 201410550840.5 的中国发明专利申请，公开了一种活性氧化铜粉的制备方法，该方法是以铜板为原料，通过氨浸法制备铜氨络合溶液，再通过精密过滤，采用微负压蒸发得到碱式碳酸铜，然后经低温煅烧得到活性氧化铜粉产品。由该方法制备出的氧化铜具有产品活性高、纯度高的特点，但该方法没有对投入的药剂进行综合循环利用，生产成本低，缺乏市场竞争力。

申请号为 201210068019.0 的中国发明专利申请，公开了一种溶解铜制备氧化铜的方法，该方法是将铜、氨水，以及粉末状的碳酸氢铵或碳酸铵或碳酸氢铵和碳酸铵的混合物投入到反应容器中，不断搅拌的同时通入空气或氧气，进行反应，同时，设置循环装置将从反应容器中挥发的氨气和二氧化碳回收后重新送至反应容器中参与反应，当升高温度体系压强不再变化时，结束反应，将反应体系中未溶解的铜除去，过滤，保留滤饼，洗涤，在温度 500℃-700℃ 下烧结得到氧化铜。虽然该方法在碳酸氢铵溶解铜过程中对碳酸氢铵分解时产生的氨气、二氧化碳进行回收利用，但其回收的办法是利用吸收剂吸收挥发性气体，再加热吸收剂使挥发性气体逸出，这种循环利用的过程需要再次加热，需要消耗能源，不符合环保的要求；另外，铜溶解后形成的铜氨络合溶液中还含有大量的氨和二氧化碳，该方法也没有进行回收利用，而且含有铜离子、少量氨的滤液被作为废水直接排掉，不仅浪费，对环保压力也会很大。

## 二、工艺流程：

为解决以上存在的问题，本发明的目的是提供一种电子级高纯氧化铜的清洁生产工艺，该工艺能对所加入的化学药剂及水进行循环利用。

为实现以上目的，本发明的电子级高纯氧化铜的清洁生产工艺，依次包括如下步骤：

- 1、通过配液装置连续配制碳氨体系溶液，其中  $\text{CO}_2:\text{NH}_3:\text{H}_2\text{O}$  的物质的量比例为 1:1.3-2:17-20；
- 2、将碳氨体系溶液投入到预先装有金属铜的反应容器中，在微负压环境下不断吸入空气、氧气或臭氧，保持反应体系温度  $\leq 60^\circ\text{C}$ ，待碳氨体系溶液的铜浓度达到 80-140g/L 时，关闭负压；

---

3、将铜氨液过滤至脱氨反应釜，加入聚丙烯酸钠，搅拌均匀后在减压环境下加热至 60-80℃下脱氨，聚丙烯酸钠以铜氨滤液的体积 0.2-0.6g/L 的量加入，脱氨过程收集氨水；

4、将步骤 3 脱氨后得到的碱式碳酸铜通过离心机进行固液分离，得到滤饼和含铜清液，含铜清液收集；

5、滤饼在 350-600℃下煅烧 1-5 小时，得到电子级高纯氧化铜，同时收集煅烧过程产生的二氧化碳和水蒸汽；

### 三、技术要点：

上述步骤 3 收集到的氨水、步骤 4 收集到的含铜清液、步骤 5 收集到的二氧化碳和水蒸汽被送至步骤 1 的配液装置中直接作为原料配制碳氨体系溶液，其中的含铜清液作为水使用；

步骤（1）的碳氨体系溶液配制是先往配液装置中注入氨水，然后通入二氧化碳，再以水喷淋配制，且该过程是一个连续闭合的操作过程。

上述步骤（5）收集到的水蒸汽经除尘后与二氧化碳由风机送入配液装置。为了使加入的化学药剂更好被利用。

上述步骤（2）溶铜过程中挥发的氨气由风机送入配液装置形成闭合操作的一部分，进行循环利用。

上述步骤（2）的微负压是在大气压-0.01 至-0.02Mpa 之间。

上述步骤（3）的减压是在大气压-0.03 至-0.08Mpa 之间。

为了更进一步减少环境污染，上述各步骤因气密性问题而产生的微量氨气由集气罩统一回收，回收后再由稀酸喷淋液循环喷淋吸收，得到分析纯的铵盐。

上述稀酸喷淋液优选硫酸、硝酸或醋酸，更优选稀硫酸。

本发明的电子级高纯氧化铜的清洁生产工艺，以金属铜为原料，采用氨浸法制备铜氨络合溶液，通过脱氨、过滤，得到碱式碳酸铜，再经煅烧得到电子级高纯氧化铜，而碳氨体系溶液采用一定比例的氨水、二氧化碳和水配置，使得整个工艺过程各步骤收集到的氨、二氧化碳和含铜清液无需处理就能直接循环使用，不仅节约成本，而且能达到节能减排、减少环境污染的目的。本发明的生产工艺，工艺流程短、能耗低、生产环境友好，得到的产品纯度高、活性高，粒径可控，特别适合 FPC 业界对水平电镀酸铜体系中铜离子的质量要求。

---

## 四、具体实施方式

### 实施例 1

(1) 配制碳氨体系溶液：首次往配液装置中注入 25%氨水 2520g，缓缓通入二氧化碳 1100g，并以纯水喷淋配制，消耗纯水 6125g，整个配制过程保持三种物料的摩尔比 1:1.3-2:17-20 范围内；

(2) 在不锈钢反应釜中加入 10kg 金属铜(过量)，将所配制的碳氨体系溶液 20L 投入反应釜中，然后开启负压循环泵，在-0.01 至-0.02Mpa 下吸入空气，3-4 小时后（时间不是恒定值，视吸入空气的流量决定），停止负压循环泵，溶铜反应结束，剩余金属铜 9.2kg，溶出铜 0.8kg，铜液浓度为 100g/L，溶解过程挥发的氨气通过风机送至配液装置中再利用；

(3) 铜液过滤至脱氨反应釜中，快速搅拌，加入聚丙烯酸钠 6g，搅拌均匀后在-0.03 至-0.08Mpa 条件下加热脱氨，收集到的氨水被送至配液装置；

(4) 固液分离，收集含铜清液，得到碱式碳酸铜 1.6kg，含铜约 50%，含铜清液被送至配液装置中；

(5) 碱式碳酸铜在 450℃ 下煅烧 4 小时，得到氧化铜成品 0.99kg，煅烧过程产生的水蒸汽经除尘后与二氧化碳通过风机送至配液装置中。

### 实施例 2

(1) 配制碳氨体系溶液：（连续配制）往配液装置中以一定流量注入回收氨水 6250g，补充 25%氨水 1070g，同时缓缓通入二氧化碳 655g，并以回收的含铜清液和纯水喷淋配制，消耗含铜清液 2480g，纯水 100g，整个配制过程通过控制流量保持三种物料的摩尔比 1:1.3-2:17-20 范围内；

(2) 投入实施例 1 剩余的金属铜 9.2kg，将所配制的碳氨体系溶液 20L 投入反应釜中，然后开启负压循环泵，在-0.01 至-0.02Mpa 下吸入氧气，2-4 小时后（时间不是恒定值，视吸入氧气的流量决定），停止负压循环泵，溶铜反应结束，剩余电解铜 8.36kg，溶出铜 0.84kg，铜液浓度约为 100g/L，溶解过程挥发的氨气通过风机送至配液装置中再利用；

(3) 铜液过滤至脱氨反应釜中，快速搅拌，加入聚丙烯酸钠 10g，搅拌均匀后在-0.03 至-0.08Mpa 条件下加热脱氨，收集到的氨水溶液被送至配液装置；

---

(4) 固液分离，收集含铜清液，并得到碱式碳酸铜 1.68kg，含铜约 49%含铜清液被送至配液装置中；

(5) 碱式碳酸铜在 400℃下煅烧 4 小时，得到氧化铜成品 1.05kg，煅烧过程产生的水蒸汽经除尘后与二氧化碳通过风机送至配液装置中。

### 实施例 3

(1) 配制碳氨体系溶液：（连续配制）以一定流量往配液装置中注入回收氨水 8580g，补充 25%氨水 170g，同时以一定流量通入二氧化碳 435g，并以回收的含铜清液和纯水喷淋配制，消耗含铜清液 994g，纯水 100g，整个配制过程通过控制流量保持三种物料的摩尔比 1:1.3-2:17-20 范围内；

(2) 投入实施例 2 剩余的金属铜 8.36kg，将所配制的碳氨体系溶液 20L 投入反应釜中，然后开启负压循环泵，在-0.01 至-0.02Mpa 下吸入空气，3-4 小时后（时间不是恒定值，视吸入空气的流量决定），停止负压循环泵，溶铜反应结束，剩余电解铜 7.54kg，溶出铜 0.82kg，铜液浓度约为 100g/L，溶解过程挥发的氨气通过风机送至配液装置中再利用；

(3) 铜液过滤至脱氨反应釜中，快速搅拌，加入聚丙烯酸钠 10g，搅拌均匀后在-0.03 至-0.08Mpa 条件下加热脱氨，收集到的氨水溶液被送至配液装置；

(4) 固液分离，收集含铜清液，并得到碱式碳酸铜 1.67kg，含铜约 49%，含铜清液被送至配液装置中；

(5) 碱式碳酸铜在 500℃下煅烧 3 小时，得到氧化铜成品 1.02kg，煅烧过程产生的水蒸汽经除尘后与二氧化碳通过风机送至配液装置中。

### 实施例 4

(1) 配制碳氨体系溶液：（连续配制）以一定流量往配液装置中注入回收氨水 7994g，补充 25%氨水 160g，同时以一定流量通入二氧化碳 405g，并以回收的含铜清液和纯水喷淋配制，消耗含铜清液 920g，纯水 100g，整个配制过程通过控制流量保持三种物料的摩尔比 1:1.3-2:17-20 范围内；

(2) 投入实施例 (3) 剩余的金属铜 7.54kg，将所配制的碳氨体系溶液 20L 投入反应釜中，然后开启负压循环泵，在-0.01 至-0.02Mpa 下吸入臭氧，1-3 小时后（时间不是恒定值，视吸入臭氧的流量决定），停止负压循环泵，溶铜反应

---

结束，剩余电解铜 6.78kg，溶出铜 0.76kg，铜液浓度约为 100g/L，溶解过程挥发的氨气通过风机送至配液装置中再利用；

(3) 铜液过滤至脱氨反应釜中，快速搅拌，加入聚丙烯酸钠 8g，搅拌均匀后在 -0.03 至 -0.08Mpa 条件下加热脱氨，收集到的氨水溶液被送至配液装置；

(4) 固液分离，收集含铜清液，并得到碱式碳酸铜 1.52kg，含铜约 50%，含铜清液被送至配液装置中。

(5) 碱式碳酸铜在 550℃ 下煅烧 5 小时，得到氧化铜成品 0.95kg，煅烧过程产生的水蒸汽经除尘后与二氧化碳通过风机送至配液装置中。

上述各步骤因气密性问题而产生的微量氨气由集气罩统一回收，回收后的微量氨气再由硫酸、硝酸或醋酸循环喷淋吸收，得到分析纯的铵盐。

对上述实施例 1-4 得到氧化铜产品进行含量和纯度测试，其含量（氧化铜计） $\geq 99.5\%$ ，杂质元素  $\text{Ca} \leq 5\text{ppm}$ ， $\text{Zn} \leq 5\text{ppm}$ ， $\text{Ni} \leq 5\text{ppm}$ ， $\text{Fe} \leq 5\text{ppm}$ ， $\text{Mg} \leq 5\text{ppm}$ ， $\text{Pb} \leq 5\text{ppm}$ ， $\text{Mn} \leq 2\text{ppm}$ ，

项目名称	项目七 实验室管理		项目编号	7
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	1. 了解实验室管理的理论知识。 2. 掌握自身的工作中应当遵循的实验室管理规范。			
思政目标	培养实事求是工作作风和科学务实的创新思维。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	分析检验工作的起源与发展	要求学生结合自己的实际工作内容对分析检验工作有全面的认知。	教师讲授并举例。	
	实验室的定义、基本要素和功能	要求学生结合自己的实际工作内容对实验室的基本要素与功能有全面的认知。	教师讲授并举例。	
	实验室分类	要求学生结合自己的实际工作内容对实验室分类工作有全面的认知。	教师讲授并举例，学生根据自己的实际情况进行讨论和补充。	

	实验室的基础设施要求	要求学生结合自己的实际工作内容对实验室基础设施要求有感性的认知。	教师讲授并举例，学生根据自己的实际情况进行讨论和补充。	
	实验室仪器设备和材料管理	要求学生结合自己的实际工作内容对设备管理、试剂管理、耗材管理等有深刻的理解与掌握，使学生在实验室的工作符合管理规范。	师生讨论现有实验管理情况的不足与改进之处。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。			

## 项目七 实验室管理

### 第一节 分析检验工作的起源与发展

#### 一、现代实验室工作

1、组织管理工作：在于管理者运用计划、组织、领导、控制等各种管理技术、方法和手段，引导和组织起有效有序的分析检验技术工作和其他工作，并使实验室的人力、物力、财力和信息等资源得到有效有序和充分的利用，以实现实验室组织的目标和任务。

#### 2、分析检验技术工作

3、两者的关系：实验室组织管理工作和分析检验技术工作有机的结合在一起，为企业的生产控制、技术改造和新产品的试验等起到无可替代的作用，可以保证实验室目标和任务的完成。

#### 二、实验室的发展

实现生产工艺流程质量指标的现场直接控制以及远程监测等，分析化验人员可以从分析数据中获取有用信息，成为控制生产过程、提高产品质量的参与和决策者。

---

## 第二节 实验室的定义、基本要素和功能

### 一、实验室的定义

#### （一）物质属性的角度

是为控制生产、技术改造、新产品试验及其其他科研工作而进行分析检验等工作的场所。

#### （二）社会属性的角度

是化验系统组织结构的基本单位，因为它被赋予了明确的目标和任务，集合了一定的人力、物力、财力和信息等资源且在时间和空间内进行合理有效内进行合理有效的配置，构成了与分析检验的目标、任务和要求相适应的综合管理和技术环境，并由相关的各类人员有组织进行管理和分析检验等工作。

#### （三）功能的角度

是工业生产企业的监测实验室习惯上的简称，因为分析检验的核心任务是完成对原辅材料、半成品和产品的理化检验，即对检验样品进行物理常数和化学组分等分析检验。

现代实验室的标志是建立了科学、规范的实验室组织与管理体系和完备的分析检验工作质量保证体系并投入运行；具备功能强大的分析检验系统；具有较高的实验室水平和实验室工作质量；获得 CNACL 认可和地方技术监督机构的双重认可。

### 二、实验室的基本要素：

- （1）明确的目标和任务
- （2）一定数量的实验室工作人员
- （3）必要的实验室建筑用房、仪器设备和其他设施
- （4）必需的经费
- （5）有关的信息资料

### 三、实验室功能：

- （1）原辅材料和产品质量分析检验功能
- （2）生产中控分析检验功能
- （3）为技术改造或者新产品试验提供分析检验的功能
- （4）为社会提供分析检验功能

## 第三节 实验室分类

### 一、按认可资格条款分类

---

1、双重认证实验室：获得中国实验室国家认可委员会认可，同时又有地方技术监督机构认证的实验室

这类实验室的特点是：具备必备的实验硬件；实行严格的实验室质量管理，建有实验室的质量体系并投入运行；具有较高的实验室水平和实验室工作质量。

国家认可：说明实验室的工作能力、水平和质量的认可

地方技术监督机构认证：是说明实验室具有分析检验的法定资格

2、技术监督机构认证的实验室

二、按主要使用分析检验方法分类

1、化学分析检验室

2、仪器分析检验室

三、按功能分类

1、中控实验室：为控制生产工艺提供分析检验数据的实验室。一般设在生产企业的车间或者工段上，主要从事生产原料、半成品的分析检验，及时为生产工艺控制部门提供分析检验数据，确保各项指标在规定的正常范围。

2、中心实验室：具备按企业生产和质量管理的要求履行产品检验、控制和监督以及为技术改造或者新产品实验等科研活动提供服务等功能的实验室。

中心实验室一般具有分工明确的各类专业室

四、我国实验室划分的层次

1、水平和工作质量较高的实验室

2、水平和工作质量一般的实验室

3、水平和工作质量较差的实验室

五、对实际工作的指导作用

1、要明确实验室组织与管理工作的提高实验室水平和实验室工作质量的保证。

2、通过科学有效的管理工作来加强实验室建设，也就是要建立起来实验室组织结构、管理体系和完备的分析检验工作质量保证体系。

3、进一步促进组织效率的提高，也就是通过管理者运用各种管理技术、方法和手段来管理实验室。

#### 第四节 实验室的基础设施要求

一、基本实验室的基础设施要求

---

## 1、基本实验室的室内布置

包括：实验台与洗涤池；通风柜与管道检修井；带试剂架的工作台或辅助工作台；药品橱以及仪器设备等

(1) 实验台的布置方式：

①岛式实验台：比较理想的一种布置形式，缺点式占地面积比较大，配管麻烦

②半岛式实验台：一种是靠外墙设置，一种是靠内墙设置

(2) 化学实验台的设计

①台面高度一般选取 850mm 高

②宽度：一般考虑 650mm

③还设有管线通道、管线架与管线盒、药品架、实验台下的器皿柜、实验台的排水设备、台面、实验台的结构形式

## 2、基本实验室的通风系统

(1) 通风柜：是实验室最常用的一种局部通风设备，包括顶抽式通风柜、狭缝式通风柜、供气式通风柜、自然通风式通风柜、活动式通风柜

实验室内通风柜的平面布置：靠墙布置、嵌墙布置、独立布置

排风系统的划分：通风柜的排风系统可分为集中和分散式两种

(2) 排气罩：围挡式排气罩、侧吸罩、伞形罩

应注意：尽量靠近产生有害物的发源地；对于有害物的不同的散发情况应采取不同的排气罩；排气罩要便于实验操作和设备的维护检修

(3) 全室通风：自然通风和机械通风

自然通风：利用室内外的温度差，将室内有害气体排至室外，分为无组织自然排风、有组织的自然排风

机械通风：

## 二、精密仪器实验室的设施要求

### 1、天平室

(1) 天平室的设计：如基本实验室为多层建筑，应每层都设有天平室，应以北向为宜，还应该远离震源，天平室应该采用双层窗，尽量不放置不必要的设备，以减少积灰，天平室一般应有—般照明和局部照明。

(2) 天平台的设计：单面天平台的宽度一般采用 600mm，高度一般采用 850mm

### 2、高温室：一般设在工作台上

- 
- 3、低温室
  - 4、防火室
  - 5、离心机室
  - 6、滴定室

### 三、辅助室的建筑设计：

- 1、中心器皿洗涤室
- 2、中心准备室与溶液配制室
- 3、普通储藏室：良好的通风，避免阳光直射。应该干燥、清洁
- 4、试样制备室
- 5、放射性物品储藏室
- 6、危险药品储藏室
- 7、蒸馏水制备室

## 第五节 实验室仪器设备和材料管理

对实验室仪器设备和材料进行管理，首先是使仪器设备的型号、性能，材料的质量达到分析检验方法或分析检验规程的要求；保证仪器设备的正常运行；促进各类仪器设备相互弥补、协同工作，发挥其最大的使用潜能；以最小的投入和运行成本，实现实验室检验系统的任务和目标。

### 一、仪器设备管理的范围和任务

#### 1、仪器设备管理的范围

根据单价，实验室的仪器设备分为低值仪器设备、一般仪器设备和大型精密仪器设备。重点使加强耐用期一年以上且非易损的一般仪器设备和大型精密仪器设备的管理，应该列入固定资产进行管理。

#### 2、仪器设备管理的任务

确保实验室分析检验工作，技术改造工作和新产品实验等工作对仪器设备的需要

### 二、仪器设备计划管理：

#### 1、仪器设备购置计划的编制

- (1) 编制仪器设备购置计划的依据
- (2) 经常性购置计划和年度购置计划

#### 2、仪器设备的申购、选型、论证和审批

---

(1) 仪器设备的申购、选型、论证

由专业工作室负责人提出仪器设备的申购计划，按工作上适用（是指选购的仪器设备能满足分析检验任务的需要）、技术上先进（是指仪器设备的技术性能和精度满足或超过要求且稳定、可靠、耐用）、经济上合理（是指仪器设备的购置费用和日常运行费用比较合理）的原则做好正确的选型和可行性论证。

(2) 仪器设备申购计划的审批

3、仪器设备申购计划的实施

三、仪器设备的日常事务管理

1、仪器设备的账卡建立和定期检查核对

列入固定资产管理的仪器设备，建卡，一般一式三份

企业财务部门建立固定资产分类总帐，设备管理部门建立分类明细帐等，两个定期核对，一般半年一次，应该是账账相符；设备管理部门和实验室、下级实验室等也要定期核对，一般每年一次，做到账物卡相符合。

实验室应该对属于固定资产的仪器设备进行计算机管理

2、仪器设备的保管和使用

3、仪器设备的调拨和报废

仪器设备如果修复费用 超过新购价格的 50%，都应该做报废处理；报废后要做好固定资产价值或者销帐撤卡工作

4、仪器设备损坏、丢失的赔偿处理

教育为主赔偿为辅的原则

四、仪器设备的技术管理

1、仪器设备的验收

重点在对仪器设备的质量的确认，主要从实物和技术性能两方面进行验收；进行技术验收是将仪器设备安装调试好后，检验其技术指标是否与说明书标注的相符，对分析测试仪器还要用标准样品和样品进行试测

2、仪器设备的维护保养和修理

(1) 仪器设备的维护保养：首先应该根据仪器设备的各自特点制定维护保养细则，严格做到维护保养工作经常化，制度化；坚持实行“三防四定”制度，即认真做到“防尘、防潮、防震”和：定人保管、定点存放、定期维护和定期检修“，将此工作纳入责任制管理范畴。

(2) 仪器设备的修理：分为事后修理和事前检修

---

### 3、仪器设备性能的技术鉴定和校验

是合理使用仪器设备、保证分析检验结果的准确性和可靠性所必须的工作，应该指定专人负责管理

### 五、仪器设备的经济管理

#### 1、经济合理的选购和使用仪器设备

遵循经济合理的原则

#### 2、提高仪器设备的投资效益

#### 3、提高仪器设备的完好率和利用率

(1) 仪器设备的完好率和利用率：完好标志是性能良好，基本保持出厂指标、零部件齐全，运行正常

仪器设备的完好率是指完好的仪器设备台数与在用仪器设备总台数之比率

仪器设备利用率是指仪器设备在一年中的实际使用时间和年额定使用时间的比率

(2) 提高仪器设备的完好率和利用率

### 六、大型精密仪器设备管理概述

管理任务是：最有效的做到买好、用好和管好这三个方面的工作。管理主要分为计划管理、技术管理、经济管理和使用管理考核四个方面。

计划管理主要包括大型仪器设备的购置计划的制定、论证、审批和实施；

技术管理主要包括大型精密仪器设备的安装、调试、验收和索赔，建立操作规程，应用状态监测和故障诊断技术实施针对性的维护保养，开发新功能和改造老技术，建立技术档案等；

经济管理主要包括大型仪器设备的机时定额管理、服务收费管理，利用率考核等；

使用管理考核是指通过考核内容与评估指标体系以及考核工作的实施，使仪器设备管理部门对大型精密仪器设备的使用管理状况有全面确切的了解也是使使用技管人员了解各自的工作成绩与不足。

### 七、材料和低值易耗品的管理

#### 1、材料及低值易耗品的管理

材料：凡一次使用后即消耗或者不能复原的物资。

低值易耗品：凡是不够固定资产标准又不属于材料范围的用具设备。代表了两个概念，一是低值品；二是易耗品：如实验室常用的玻璃器皿

#### 2、材料及低值易耗品的定额管理

---

制定材料定额就是依据实验室的实际管理与分析检验工作,运用数学统计等定量的方法找出其消耗相关器材的规律。

(1) 材料定额管理的基本概念: 定额是指其消耗、供应和储备的标准数量。

材料定额一般分为三种: 第一种是材料消耗定额,是指实验室按照规定完成单位工作量所合理消耗材料的标准数量; 第二种是材料供应定额,是指材料消耗定额与附加的非工艺性损耗量(在一定条件下,除工艺性消耗外完成单位工作量合理的补贴消耗量)之和; 第三中是材料储备定额,是指为确保实验室工作正常进行所必须的合理的库存材料储备限额。

(2) 材料定额管理的作用: 为实验室合理的编制材料计划和经费分配计划提供重要的依据; 增强实验室的节支措施

材料定额是衡量实验室器材管理水平的基本准则,器材管理水平的高低,其标准之一就是看其是否制定和执行了有关材料定额。

(3) 制定材料储备定额应考虑的因素: 应充分考虑材料的消耗量、供货条件和材料储备天数等因素。

材料消耗量是指其消耗量的大小、全年的消耗量、平均每天的消耗量;

供货条件包括市场供应情况、计划调拨期、整批还是分批交货、外埠采购在途天数等。

季节性用料或一次性用料,不列于储备定额,单独给予解决。

公式如下:

材料储备天数 = 采购间隔天数 + 外埠采购在途天数 + 仓库储备天数

每种材料的储备资金定额 = 每种材料全年耗用量 × 单价 × 储备天数 / 360 天

每类材料的储备资金定额 = 每类材料全年耗用总金额 × 储备天数 / 360 天

### 3、材料及低值易耗品的仓库管理

(1) 仓库管理的工作的基本要求

要做到对所储存的材料严格验收、妥善保管、厉行节约、保证安全;健全和执行相关的规章制度;实施岗位责任制,提供规范合格的服务。

严格验收是指材料在入库验收工作中应该严格遵循验收程序和要求。(对化学试剂,还要求标签完整、字迹清楚、无泄漏、无水湿等现象,所呈性状与规定相吻合)。

妥善保管是指要根据各类材料不同的性质和存储要求,创造较好的存储环境;建立和执行材料经常性保管和保养工作规范、材料进出库以及材料报废处理等制度;定期进行库存材料的盘点和核对。(可以到实验室去,给学生看看新进的药品应该怎么样进行严格验收)

(2) 储备定额的制定

---

经常储备定额和保险储备定额组成，经常储备定额是指从上一批材料进库开始，到后一批材料进库之前的储备量。它是储备中可变部分，又称周转储备。

保险储备定额是指在材料供应中，为防止因运输停滞、交货期延误、材料质量不合格等原因造成材料来源不济而建立的供若干任务需要的储备量，它是储备中的不变部分，又称固定储备。（问题：我们实验室建立的药品室里面的药品是什么储备定额呢？两者都有）。

### （3）ABC分析法在材料定额管理中的应用

按照价值高低，用量大小，重要程度和采购难易分为ABC三类，对A类，在订购批量和存储管理等方面，实行重点控制；C用简单的方法处理；B用通常的方法进行控制。

一般来说，A类品种占总数的15%左右，价值占总价值的80%左右；B类品种的25%，价值占15%；C类品种占60%，价值占5%左右。

## 八、化学试剂的管理

化学试剂是实验室检验系统经常性消耗而且使用量较大的材料，使用较多的是按用途和化学组成的分类方法，这种方法是将化学试剂先分成大类，在每一个大类中又分成若干小类；也有按照化学试剂的纯度进行分类的方法

（可以在这里要求学生到药品室去给药品进行分类，或者先去统计药品室的药品总类总数，拟定出一个分类保管的方法）

### 1、通用化学试剂：优级纯、分析纯、化学纯试剂

除基准试剂及标志性标准是强制性标准外，其他的都是推荐性两种，其符号应在标准号中加字母T

### 2、标准试剂

标准物质分类两个级别，一级是有证标准物质，二级是工作标准物质

### 3、危险性化学试剂

可能引起燃烧、爆炸的试剂，或具有强腐蚀性、剧毒性的试剂（强氧化剂、液体有机试剂）

### 4、化学试剂溶液

### 5、其他化学品

包括实验室清洗剂、浴油类、其他化学材料

### 6、实验室常用材料的管理

注意事项：（1）在使用化学试剂时，要熟悉其性质

（2）所有的化学试剂要分类存放

（3）易燃易爆品应该存放在主建筑外的防火库底下，不易碰撞的地方

- (4) 使用和临时存放的注意事项
- (5) 剧毒品的管理和使用注意事项
- (6) 标签的标识注意情况

项目名称	项目八 实验室的环境与安全		项目编号	8
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	1. 了解实验室环境的理论知识。 2. 掌握自身的工作中可能出现的危险及处理方案。			
思政目标	培养正确认识问题、分析问题和解决问题的能力。			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	实验室的环境	要求学生结合自己的实际工作内容对实验室环境要求有全面的认知。	教师讲授并举例，学生根据自己的实际情况进行讨论和补充。	
	实验室安全技术	要求学生结合自己的实际工作内容对实验室潜在危险及处理等有深刻的理解与掌握，使学生在实验室的工作最大程度保证安全。	师生讨论现有实验管理情况的不足与改进之处。	重点与难点
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成

考核方法	实践考核。
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面，由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。
分组要求	无
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结，学习总结应含有本次项目内容。

## 项目八 实验室的环境与安全

### 第一节 实验室的环境

#### 一、实验室环境的管理

- 1、实验室的位置
- 2、实验室的环境
- 3、实验室人员

#### 二、维持与控制

##### 1、维持

主要作用是使与检验工作相关的各种因素始终保持在一个优良的状态，它具有经验性的特征。一个检验室的各种设施的完好性和环境条件的符合性来自于日常维护与管理。

##### 2、控制

主要作用是在依据标准的前提下，通过监督与纠偏的方法有效的完成检验工作的过程，它具有监管性的特性

对于检验工作，控制可以通过两种渠道达到目的，其一是在检验过程中，若环境条件对测试结果和设备精度有影响，应按照影响程度采取不同的监控措施，即设施监控；其二：是在质量监督人员在履行监督职责时，发现检验过程中环境条件或者辅助设施不符合要求，应提出纠正和整改意见，即人员监控。

---

### 三、质量工作区域的控制

质量工作区域是指完成组织质量目标而进行实施作业的场所。控制质量工作区域有两个目的：一是确保分析检验结论的准确率和有效性，防止其他外来因素带来的不利影响；二是对于特殊目的的研究、开发的最新成果或者实验室中的重要结论等需要保密，必须进行控制，以防泄密。质量工作区域实施控制应该有明显的标识。

## 第二节 实验室安全技术

### 一、实验室安全守则

1、意义：首先要了解实验室的自然环境及熟悉与试验过程相关的知识，做到事先有充足的准备

#### 2、安全守则

- (1) 分析人员必须认真学习分析规程和有关的安全技术规程
- (2) 进行危险性的工作，应该有第二者陪伴
- (3) 玻璃管等拆装的时候，应先用水浇湿，手上垫棉布
- (4) 打开浓酸等，应带防护用具，在通风厨当中进行
- (5) 夏天打开易挥发的溶液，应该用冷水冷却，瓶口不要对着人
- (6) 稀释浓硫酸，要放在塑料盆中
- (7) 蒸馏易燃液体严禁用明火
- (8) 标签要相符合
- (9) 操作中不得离开岗位
- (10) 禁止吸烟、进食，离室前要用肥皂洗手
- (11) 应穿工作服，长发要扎起
- (12) 工作完毕检查水电气窗等

### 二、实验室潜藏的危险因素

1、潜藏危险的客观因素：

2、潜藏危险性的分类：

- (1) 爆炸危险性：发生燃烧的危险带有普遍性
- (2) 中毒危险性：大多数药品是有毒物质
- (3) 触电危险性：检验工作离不开电气设备
- (4) 割伤、烫伤、冻伤危险性：

---

(5) 射线危险性：

### 三、实验室的防火、防爆和灭火

控制可燃物的着火温度是防止起火的关键

#### 1、常见易燃易爆物质

都属于危险化学品

- (1) 爆炸品
- (2) 压缩气体和液化气体
- (3) 易燃液体
- (4) 易燃固体
- (5) 自燃物品
- (6) 遇湿易燃物品
- (7) 强氧化剂和有机过氧化物

#### 2、实验室防火和防爆措施

(1) 预防加热过程起火：在加热的热源附近严禁放置易燃易爆物品；灼烧的物品不能直接放在木制的实验台上，应放在石棉板上；蒸馏、蒸发和回流易燃物的时候，决不允许明火直接加热；操作可燃液体时候，操作人员不能离开现场；加热用的仪器，用完应该立即关闭；禁止用火焰检查可燃气体；倾注可燃物的时候，附近不能有明火；点燃煤气灯时候，应先关闭风门；身上等有易燃物时候，应立即清洗干净；实验室不宜过多存放易燃易爆物质

(2) 预防化学反应过程着火或者爆炸：检验人员必须熟悉所作试验的反应原理和所用化学试剂的特性；易发生爆炸的试验操作应在通风柜中进行；严禁可燃物与氧化物一起研磨；易燃液体的废液应该有专门的储器收集；在工作中不要使用不知其成分的物质；及时销毁残存的易燃易爆品

#### 3、实验室的灭火：

主导原则：工作人员应该冷静沉着，快速选择合适的灭火器材进行扑救，同时注意自身的安全保护

(1) 灭火的紧急措施：防止火势扩展，切断电源，关闭煤气阀门；根据起火的原因及性质，采取恰当的措施扑灭火焰；选择合适的灭火器

(2) 灭火的注意事项：在回流加热时，应先切断热源，在进行扑救；敞口器皿发生燃烧，要设法找一个适当的材料盖住器皿口；扑救有毒气体，要注意防毒；衣服着火，要立即用湿布等物品灭火

---

(3) 灭火器的维护

### 3、实验室的灭火：

主导原则：工作人员应该冷静沉着，快速选择合适的灭火器材进行扑救，同时注意自身的安全保护

(1) 灭火的紧急措施：防止火势扩展，切断电源，关闭煤气阀门；根据起火的原因及性质，采取恰当的措施扑灭火焰；选择合适的灭火器

(2) 灭火的注意事项：在回流加热时，应先切断热源，在进行扑救；敞口器皿发生燃烧，要设法找一个适当的材料盖住器皿口；扑救有毒气体，要注意防毒；衣服着火，要立即用湿布等物品灭火

(3) 灭火器的维护

### 四、常见毒物的中毒症状和急救方法

#### 1. 中毒和毒物的分级

(1) 意义：检验人员应该了解毒物的性质，侵入途径、中毒症状和急救方法，这样在检验工作才能减少化学毒物引起的中毒事故，一旦发生中毒时可以争分夺秒的采取有效的自救措施，使毒物对人体的损坏程度降至最低限

(2) 毒物侵入途径、中毒症状和急救方法

2、中毒的预防：剧毒品要有明显的标志；严禁试剂入口；严禁用鼻子贴近试剂瓶口鉴别试剂；如有中毒现象，要立即离开实验室，到户外呼吸新鲜空气，严重的要马上送到医院救治

### 五、实验室废弃物的处理

#### 1、废气处理

对于少量的废气可以直接通过通风柜排放到室外，但是对于大量的高浓度的废气要进行预处理，最常用的预处理方法是吸收法，选择合适的吸收剂吸收

#### 2、废液处理

(1) 废液处理依据：根据排放标准

(2) 废液处理方法：见书 P114

#### 3、废渣处理

先解毒（采用合适的化学方法或者高温分解的方式）后深埋

### 六、实验室常用电器设备及安全用电

#### 1、电热设备：

(1) 电炉：最常用加热设备之一。按功率大小有 500、800、1000、1500 和 2000W 等不同规

---

格。功率越大，发热量也越大。暗式电炉或封闭式电炉，功率可调；球形电炉，用于加热圆底烧瓶类容器；电热套用于有机溶剂的蒸馏等实验中。

(2) 高温电炉：箱式电阻炉（马福炉）、管式电阻炉（管式燃烧炉）和高频感应加热炉等。

(3) 电热恒温干燥箱：用于水分测定、基准物质处理、干燥试样、熔蜡、灭菌、烘干玻璃器皿及其他物品。常用温度在 100~150℃，最高温度可达 300℃。

(4) 电热恒温水浴：用于物质的蒸发、浓缩、结晶及样品恒温加热处理的电热设备。规格上有两孔、四孔、六孔及多孔不等，可根据实验需要选择。水浴用电加热，电源电压为 220V，一般电热恒温水浴的恒温范围在 37~100℃，温差为±1℃。

## 2、其他电气设备

(1) 电冰箱：电冰箱是化实验室常用的制冷设备由箱体、制冷系统、自动控制系统和附件四部分组成。

(2) 真空泵：真空泵在化实验室中主要用于那些在高温下易分解样品的干燥和真空蒸馏以及真空过滤等方面。工作原理是利用运动部件在泵腔内连续运动，使泵腔内容积变化，产生抽气作用。

(3) 电磁搅拌器：用于 pH 值的测定、选择性电极测定离子、电位滴定及其他需要的化学反应中面板上有电源开关，转速调节旋钮，加热开关，电源指示灯及加热指示灯等。

## 3、电气安全

(1) 电击防护：设备完好，绝缘好；手必须干燥；裸露部分要有绝缘装置；修理不许带电工作；使用漏电保护器

(2) 静电防护：静电是在一定的物体中或其表面上存在的电荷。静电不象电击那样直接给人们带来伤害，但是由它引发的事故给人们带来的后果是严重的。

静电的防护措施：

①防静电区内不要使用塑料地板、地毯等易产生静电的材料。

②在易燃易爆场所，不要穿化纤类织物、胶鞋及绝缘鞋底的鞋，以免产生静电。

③高压带电体应有屏蔽措施，以防人体感应产生静电。

④进入防静电实验室时，应徒手接触金属接地棒，以消除人体从外界带来的静电。坐着工作的场合可在手腕上带接地腕带。

⑤保持静电区域内合适的相对湿度。

## 4、使用电气设备的安全规定

## 七、气瓶的安全使用

---

1、气瓶和减压阀

2、气瓶内装气体的分类

(1) 压缩气体

(2) 液化气体

(3) 溶解气体

3、高压气体钢瓶的漆色和标志

4、气瓶的存放及安全使用

八、实验室外伤的救治

是指意外受到的烧伤、创伤和冻伤、化学灼伤等

1、化学灼伤：是由于操作者的皮肤触及腐蚀性化学试剂所致。

化学性灼伤处理需要遵循以下步骤：

① 迅速脱离现场，终止化学物质对机体的继续损害。

② 用大量清水冲洗皮肤表面多余的化学药品和任何被污染的衣物。这一步的目的不仅是稀释化学药品，还通过机械冲洗将化学物质从创面和黏膜上冲洗干净。

③ 如果发现眼、鼻、耳、口腔等部位受到污染，需要特别注意清洗。特别是眼睛，应首先冲洗，动作要轻柔。

④ 及时进行全面的体检和化学检测，以便了解身体的状况并采取有效的治疗措施。

如有需要，可以寻求专业医疗人员的帮助，如到医院就诊。

2、烧伤的救治：包括烫伤和火伤。

(1) 烧伤分度

(2) 烧伤的处理需要遵循以下步骤：

① 尽快脱离致伤源，包括火焰、蒸气、高温液体、金属等。

② 用大量清水冲洗烧伤部位，以降低局部温度，减少创面损伤。

③ 就地打滚压灭火焰，禁止站立或奔跑呼叫，以避免头面部烧伤或吸入性损伤。

用不易燃材料灭火，如用湿布、沙土等覆盖火焰。

④ 脱去着火或沸液浸湿的衣服，特别是化纤衣服，以免热液继续作用，使创面加深。

用干净布覆盖烧伤区域，避免在烧伤处沾上灰尘和污垢。

⑤ 如果烧伤严重，烧伤面积大，需要到医疗机构检查治疗。

需要注意的是，不可涂抹任何油膏或药剂，不可挑破水泡或在伤处吹气，以免污染伤处。

同时，如果烧伤严重，需要尽快拨打急救电话寻求医疗帮助。

3、冻伤处理

4、创伤处理：主要来自机械和玻璃仪器破损造成的伤害

5、苏生法：

(1) 口对口人工呼吸法

(2) 心脏挤压法

6、X射线的防止

项目名称	项目九 企业内部污水处理站的管理		项目编号	9
隶属课程	企业岗位实践课			
教学目的	1、了解企业内部污水处理站的现状 2、掌握一般企业污水处理流程 3、对污水处理系统的发展有一定的认识。			
思政目标	培养科学思维和探索精神			
教学学时	16 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	企业内部污水处理站的现状	训练学生观察实际工作单位的污水处理情况。	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论。	
	污水处理流程	要求学生结合自己的实际工作内容对工作产生污水及其处理方法等有深刻的理解与掌握，建立环保绿色的生产观念。	教师讲授、同学们查找资料，师生讨论。	重点与难点

	污水处理系统的发展	要求学生结合自己的实际工作单位的污水系统进行评估, 指出其中不足, 形成一定的概率方案在学习总结中有所体现。	教师讲授、同学们查找资料, 师生讨论。	
	实践总结报告部分内容的书写	能正确编制报告, 实验内容完整、书写正确、清晰。		课程结束完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	课程学习成绩由平时表现、学习过程的态度、学习任务的独立完成情况等方面, 由企业兼职教师和任课教师共同按 7:3 比例综合评分。			
分组要求	无			
其它要求	课程结束每位学生需提交一份学习总结, 学习总结应含有本次项目内容。			

## 项目九 企业内部污水处理站的管理

### 第一节 企业内部污水处理站的现状

自进入 21 世纪以来, 在社会经济稳健发展的大背景下, 我国污水处理技术水平日趋成熟, 各种污水工艺应运而生, 从传统的氧化沟、CASST、A2O、SBR 等工艺层出不穷, 为我国的环保做出了历史性的贡献。随着环保要求的日益提高, 处理水质标准也不断提升。

目前, 污水处理控制系统普遍采用以自控系统为主, 以视频监控、周界报警系统为辅。污水处理的整个过程, 包括: 污水的收集, 自动化加药系统的运行, 沉降池的运行, 生化池、厌氧池、好氧池的运作, 处理后的水的排放, 有关污泥的处理等等。在工业废水处理装置中, 污水经过初步沉淀和分离, 去除大颗粒悬浮物和泥沙等杂质。经过初步处理的污水被送入曝气池, 通过曝气处理, 去除水中的有机污染物和氨氮等物质。曝气池出水进入沉淀池, 进一

---

步去除水中的悬浮物和沉淀物，使水质更加清澈。经过沉淀池处理的水进入过滤器，过滤掉水中的细小颗粒和杂质，使水质更加纯净。过滤后的水进入消毒池，通过加入消毒剂进行消毒处理，杀死水中的细菌和病毒等有害物质。消毒后的污水经过检测合格后，可以排放到城市污水处理厂或者直接回用。

## 第二节 污水处理流程

### 第一步：污水的收集

污水的收集主要通过以下步骤进行：将生产装置排出的污水导入工业废水处理装置中。

值得注意的是某些石化企业会用到污油罐，所谓污水处理的污油罐是一种专门用于储存污油的容器，通常由钢铁制成。在污水处理过程中，污油罐的作用是储存从污水处理设备中分离出来的污油，以防止其进入污水处理系统而影响水质。污油罐通常分为立式和卧式两种类型，立式污油罐的顶部设有开口，可以将污油从顶部倒入罐内；卧式污油罐则通常与污水处理设备相连，将污油直接从污水处理设备中导入罐内。

在使用污油罐时，需要注意以下几点：1.污油罐需要定期清洗，以防止污油积聚过多而影响污水处理效果。2.污油罐需要安装在通风良好的地方，以防止其内部温度过高而影响污油的质量。3.在倒入污油时，需要避免将杂物倒入罐内，以免堵塞污油罐。4.在使用过程中，需要保证污油罐的安全，避免其发生泄漏等情况而影响环境。5.在使用过程中，需要定期检查污油罐的情况，如果发现其存在异常情况，需要及时进行处理。

### 第二步：自动化加药系统的运行

污水处理自动化加药系统可以确保污水处理设备的正常运转，提高污水处理的效率。在污水处理设备的入口处设置传感器，检测污水的水位和流速。当污水流经传感器时，传感器将污水的水位和流速转换成电信号，并将电信号传送给 PLC（可编程逻辑控制器）或 DCS

---

(分布式控制系统)。PLC 或 DCS 根据污水的水位和流速,自动计算出需要加入的化学药剂的种类和数量。

在污水处理设备中加入相应的化学药剂,例如碱、酸、氧化剂、还原剂等,以调节污水的 pH 值、氧化还原电位等参数。加入的化学药剂与污水中的有机污染物、重金属离子等发生反应,将污染物去除,达到净化水质的目的。污水处理过程中,需要对加入的化学药剂进行实时监测和控制,确保药剂的种类和数量符合计算结果。

污水处理中的高浓度 Voc 是指有机废气,具有较高的浓度和较大的毒性,需要进行处理。高浓度有机废气的处理方法有多种,包括吸附法、燃烧法、生物法、冷凝法等。其中吸附法是最常用的方法之一,它是利用吸附剂(如活性炭、分子筛等)对有机废气的吸附作用,将其从废气中分离出来。活性炭吸附法具有处理效率高、适用范围广、操作简单、维护方便等优点,被广泛应用于各种有机废气的处理。活性炭吸附法的主要原理是利用活性炭的吸附作用,将有机废气中的有害物质吸附在活性炭表面,从而实现废气的净化。

污水处理自动化加药系统在污水处理过程中扮演着重要角色,它可以通过自动添加化学药剂来达到净化水质的目的。以下是该系统的几个关键特点:①节省人力和物力:由于该系统为自动化运行,可以减少人力投入,降低加药成本。②提高水质:通过自动添加化学药剂,可以更精确地控制水质参数,提高水质稳定性。③高效节能:该系统采用高效传感器和计量装置,能够精确控制药剂的添加量,降低能源消耗。④智能管理:该系统可以通过网络连接进行远程监管和管理,方便远程控制,提高运行效率和安全性。总的来说,污水处理自动化加药系统能够提高水质、节省人力和物力、降低能源消耗并实现智能管理,是污水处理过程中不可或缺的一部分。

### **第三步:生化池、厌氧池、好氧池的运作**

#### **1、生化池**

---

污水处理的生化池是一种时间程序的污水处理设备,它通过一系列的生物化学反应来净化污水,而不是像空间程序那样通过物理或化学反应来净化污水。生化池在污水处理过程中扮演着非常重要的角色,它可以有效地去除污水中的有机污染物、重金属离子等有害物质,并提高水质。生化池的设计和构造因不同的情况而异,但一般包括以下几个部分:

预处理区:预处理区是污水进入生化池之前的最后一个处理环节,主要作用是去除大颗粒悬浮物、泥沙等杂质,为后续的生物化学反应做准备。

生物膜反应区:生物膜反应区是生化池的核心区域,它利用微生物在固体载体表面的附着生长,形成一层生物膜,通过生物膜上的微生物对污水中的有机污染物进行分解和转化,从而达到净化水质的目的。

悬浮物反应区:悬浮物反应区是生化池中另一个重要的区域,它主要利用活性污泥中的微生物对污水中的悬浮物进行吸附和分解,从而达到净化水质的目的。

后处理区:后处理区是生化池处理完污水后进行最后一步处理的区域,主要作用是去除水中的残余有机污染物、重金属离子等有害物质,并进行消毒处理,使水质达到排放标准或回用标准。

## 2、厌氧池

厌氧池的工作原理是利用厌氧菌的作用,将污水中的有机污染物分解成无机物和二氧化碳。厌氧池的设计和构造因不同的情况而异,但一般包括以下几个部分:污水入口、配水系统、池体、填料、出水口等。

厌氧池的填料可以是塑料环、陶瓷环、生物球等,这些填料为厌氧菌提供了附着生长的场所,使厌氧菌能够更有效地分解有机污染物。

厌氧池的出水口一般设置在池子的底部,污水从底部流出进入后续的处理环节。

厌氧池的优点包括:能够处理高浓度有机污水,处理效率高,运行费用低,占地面积小

---

等。

### 3、好氧池

好氧池是污水处理中的一种曝气池，它利用活性污泥法进行污水处理，为好氧微生物提供一定的污水停留时间，满足其所需的氧量以及污水与活性污泥充分接触的混合条件。

好氧池的主要作用是去除污水中的有机污染物和氨氮等物质。在好氧池中，活性污泥中的好氧微生物通过曝气的作用，将空气中的氧气溶解于水中，同时将水中的有机污染物吸附在微生物的表面，并通过微生物的代谢作用将其分解成无机物和二氧化碳等物质，从而达到净化水质的目的。

好氧池的设计和构造因不同的情况而异，但一般包括以下几个部分：污水入口、配水系统、曝气系统、池体、填料、出水口等。曝气系统是其中的关键部分，它通过曝气机等设备向池中注入空气，为活性污泥提供足够的氧气，并促进污水与活性污泥的混合和搅拌。

好氧池的填料可以是悬浮填料、半沉性填料、固定床填料等，这些填料为微生物提供了附着生长的场所，使微生物能够更有效地分解有机污染物。

#### **第四步：处理后的水的排放**

过滤后的水进入消毒池，通过加入消毒剂进行消毒处理，杀死水中的细菌和病毒等有害物质。

消毒后的污水经过检测合格后，可以排放到城市污水处理厂或者直接回用。

### **第三节 污水处理系统的发展**

污水处理的除臭系统是也是污水处理厂中必不可少的设备，它主要的作用就是去除污水中的异味。污水厂除臭系统主要采用生物滤池、生物滴滤塔、生物滤床、植物提取液等方法进行除臭。生物滤池主要包括增湿器和生物处理装置两部分。由引风机收集的臭气经增湿装

---

置预处理（有的预处理还包括温度调节、去除颗粒物等）后进入生物处理装置，气体中的污染物从气相主体扩散到填料外层的水膜并被填料所吸附，被降解为二氧化碳、水等，处理后的气体从生物滤池的顶部排出。生物滴滤塔和生物滤床的除臭原理是将气体收集并加湿后通过管道输入生物滤床底部并使其扩散于土壤内，臭气中多种污染成分溶于水后吸附于土壤颗粒表面。植物提取液除臭的机理为臭气中的异味分子被喷洒分散在空间的植物提取液液滴吸附，在常温下发生各种反应，生成无味无毒的分子。在污水厂中，植物提取液除臭剂主要应用于提升泵房、生物处理池、污泥脱水车间等产生恶臭气体且恶臭气体不便于收集的构筑物内。活性炭吸附也是污水厂除臭系统中常用的方法。

污水处理领域的新方法和技术不断涌现，以下是未来新发展的方向：

①**高效化和智能化**：未来的污水处理系统将更加高效、智能化和自动化，采用更先进的技术，如智能控制系统、机器学习、人工智能等，以提高污水处理的效率和处理效果，降低运营成本。

②**新型处理技术**：未来将采用更加环保、能耗低的新型处理技术，如微生物技术、高级氧化技术、膜分离技术等，以有效地去除污染物。

③**能源回收和资源化**：未来污水处理系统将更加注重能源回收和资源化，采用先进的技术将污水中的能源和营养物质回收利用，如采用沼气发电、生物质燃烧发电等技术。

④**绿色化和生态化**：未来的污水处理系统将更加注重绿色化和生态化，采用低能耗、低排放、环保的处理技术，降低对环境的影响，促进生态文明建设。

⑤**多元化和适应性**：未来的污水处理系统将更加多元化和适应性强，采用适合不同地域、不同水质的处理技术和方案，满足不同地区、不同行业、不同需求的污水处理要求。

例如，光催化技术和矿物质污水处理技术也是目前研究的热点。光催化技术主要利用催化的作用将有机污染物或无机污染物转化为无害物质；矿物质污水处理技术则是利用某些非

---

金属矿物，如膨润土、沸石、硅藻土等具有处理污水的能力的特性来处理污水。

以上污水处理的新方法新发展在提高污水处理的效率、降低成本、减少对环境的影响等方面都有积极作用。