实习报告

学院：中国环境管理干部学院

系部：环境科学系

班级：环境规划与管理**G112**班  
姓名：杨广萍

学号:20110101238

实习报告

一、 实习时间及单位

**2014**年**2**月**24**日至**2014**年**5**月**31**日，于唐山众联环境检测有 限公司实习三个月。

二、 实习目的

通过在校专业课程的学习，已掌握了一些简单的环境检测原理及 技术方法，但这些仅仅是理论知识，虽然我们也开设了一些实验课程, 但其根本无法与实际应用相比对，理论与实践之间的差别以及实践中 存在困难的复杂性，是在课本的理论知识中无法掌握的。

通过这段时间的实习，在实际操作过程中运用理论知识指导实 践，并根据实践得出的结果分析理论知识运用的是否得当，以及理论 知识理解不够彻底所导致的错误，对他们之间的异同点和相辅相成的 关系也得到了更清楚的认识。另外，在实践过程中也更加系统全面地 了解了完成一次环境检测工作所需进行的工作内容、工作流程以及工 作过程中需要注意的问题等。

在唐山众联环境检测有限公司实习的三个月中，主要工作是负责 污染项目的前期采样和后期检验两项工作。在这一过程中，有很多地 方都用到了我们上学时候所学习的《环境监测》和《环境综合实验》 等相关课程的理论知识，通过在校期间对理论知识的学习和理解，让 我们在完成实际工作的过程中更加得心应手，但是理论知识毕竟是建 立在相对理想化的情况上，而在实际工作中会有很多的突发情况会影 响和限制到工作进度，影响工作效率。因此让我体会到，理论知识固 然重要，但是具有一定的实践经验才能顺利的完成任务。

三、实习过程

在实习期间，我学习到了好多在学校时候没有注意到的细节，也 让我认识到了实践的重要性。

例如：实验所用到的玻璃仪器每次使用前都应该用超纯水洗两遍 以上；对于强酸性试剂应该在通风橱内配制和使用；强酸强碱性药剂 在开瓶使用时，应该先开对向外侧的一面；氢氧化钠等强碱性药品会 遇水放热，应该边加水边搅拌；使用分光光度计时要调零，记录皿差, 以免受到皿差问题影响实验数据结果等等，这些问题在学校时候可能 不是很清除，现在通过自己亲身经历就让我非常明确，并且永远掌握。

另外，在校期间对环境实验的大型仪器只有理论上的一些了解， 而在实习期间对大型仪器进行了进一步的学习和操作，更加全面的掌 握了各类大型仪器的原理和特点。

**1**、离子色谱

**（1）**基本原理

离子色谱的分离机理主要是离子交换，有**3**种分离方式，它们是 高效离子交换色谱**（HPIC）**、离子排斥色谱**（HPIEC）**和离子对色 谱**（MPIC）**。用于**3**种分离方式的柱的填料树脂骨架基本都是苯乙 烯-二乙烯基苯的共聚物，但树脂的离子交换功能基和容量各不相同。 **HPIC**用低容量的离子交换树脂，**HPIEC**用高容量的树脂，**MPIC**用 不含离子交换基团的多孔树脂。**3**种分离方式各基于不同分离机理。

**HPIC**的分离机理主要是离子交换,**HPIEC**主要为离子排斥，而**MPIC** 则是主要基于吸附和离子对的形成。又分为高效离子交换色谱，离子 排斥色谱，离子排斥色谱。

**（2）**离子色谱的优点

1. 快速、方便

对 **7** 种常见阴离子**（F—**、**Cl—**、**Br—**、**NO2—**、**N03—**、**SO42—**、**PO43-）** 和**6**种常见阳离子**（Li+**、**Na+**、**NH4+**、**K+**、**Mg2+**、**Ca2+）**的平均 分析时间已分别小于**8min**。用高效快速分离柱对上述**7**种最重要的 常见阴离子达基线分离只需**3min**。

1. 灵敏度高

离子色谱分析的浓度范围为低**pig/L （1-lOgg/L）**至数百**mg /Lo**直接进样**（25**卩**L）,**电导检测，对常见阴离子的检出限小于**10**瞄 **/Lo**

1. 选择性好

**IC**法分析无机和有机阴、阳离子的选择性可通过选择恰当的分 离方式、分离柱和监测方法来达到。与**HPLC**相比，**IC**中固定相对 选择性的影响较大。

1. 可同时分析多种离子化合物

与光度法、原子吸收法相比，**IC**的主要优点是可同时检测样品 中的多种成分。只需很短的时间就可得到阴、阳离子以及样品组成的 全部信息。

1. 分离柱的稳定性好、容量高

与**HPLC**中所用的硅胶填料不同，**IC**柱填料的高**pH**值稳定性允 许用强酸或强碱作淋洗液，有利于扩大应用范围。

**（3）**离子色谱的应用

1. 无机阴离子的检测
2. 无机阳离子的检测
3. 有机阴离子和阳离子分析

**1）** 生物胺的检测

**2）** 有机酸的检测

**3）** 糖类分析

**2**、 无机前处理室

此实验室主要是为液相色谱处理所涉及到的药品，是必不可少的 步骤，看似简单，但是十分重要。

**3**、 气相色谱室

我们见到的是**GC-14B**气相色谱仪，主要是针对于挥发性和半挥 发性有机物。还有**FID**氢火焰检测器，而它主要是针对于苯系物和非 甲烷总炷。一般使用离子队将离子打成片段，若有物质泄漏，可以通 过离子片段，将物质确定出来。

色谱法的最早应用是用于分离植物色素，其方法是这样的：在一 玻璃管中放入碳酸钙，将含有植物色素（植物叶的提取液）的石油醜倒 入管中。此时，玻璃管的上端立即出现几种颜色的混合谱带。然后用 纯石油醜冲洗，随着石油醜的加入，谱带不断地向下移动，并逐渐分 开成几个不同颜色的谱带，继续冲洗就可分别接得各种颜色的色素， 并可分别进行鉴定。色谱法也由此而得名。

**（1）**基本原理：

在色谱法中存在两相，一相是固定不动的，我们把它叫做固定相; 另一相则不断流过固定相，我们把它叫做流动相。

色谱法的分离原理就是利用待分离的各种物质在两相中的分配 系数、吸附能力等亲和能力的不同来进行分离的。

使用外力使含有样品的流动相（气体、液体）通过一固定于柱中或 平板上、与流动相互不相溶的固定相表面。当流动相中携带的混合物 流经固定相时，混合物中的各组分与固定相发生相互作用。

由于混合物中各组分在性质和结构上的差异，与固定相之间产生 的作用力的大小、强弱不同，随着流动相的移动，混合物在两相间经 过反复多次的分配平衡，使得各组分被固定相保留的时间不同，从而 按一定次序由固定相中先后流出。与适当的柱后检测方法结合，实现 混合物中各组分的分离与检测。

1. 基本流程:样品由载气吹动 > 样品经色谱柱分离 >

检测器检测成分——> 工作站打印分析结果一色谱法也叫层析法， 它是一种高效能的物理分离技术，将它用于分析化学并配合适当的检 测手段，就成为色谱分析法。

1. 色谱分类方法：色谱分析法有很多种类，从不同的角度出 发可以有不同的分类方法。

从两相的状态分类：

色谱法中，流动相可以是气体，也可以是液体，由此可分为气相 色谱法**(GC)**和液相色谱法**(LC)O**固定相既可以是固体，也可以是涂在 固体上的液体，由此又可将气相色谱法和液相色谱法分为气-液色谱、 气-固色谱、液-固色谱、液-液色谱。

1. 色谱仪应用：检测站、质检部门、环境保护部门、医院、 酒厂、化工厂、石化企业、炼油厂、液化器厂、食品厂、高等院校生 物化学专业等

**4**、液相色谱室：

1. 基本原理：高效液相色谱法是在经典色谱法的基础上，引用了 气相色谱的理论，在技术上，流动相改为高压输送(最高输送压力可 达**4.9'107Pa)**;色谱柱是以特殊的方法用小粒径的填料填充而成，从 而使柱效大大高于经典液相色谱(每米塔板数可达几万或几十万)；

同时柱后连有高灵敏度的检测器，可对流出物进行连续检测。

1. 主要特点：
2. 高压：液相色谱法以液体为流动相（称为载液），液体流经色 谱柱，受到阻力较大，为了迅速地通过色谱柱，必须对载液施加高压。 一般可达 **150 〜350xl05Pa**。
3. 高速：流动相在柱内的流速较经典色谱快得多，一般可达**1〜 10ml/mino**高效液相色谱法所需的分析时间较之经典液相色谱法少得 多，一般少于**lh o**
4. 高效：近来研究出许多新型固定相，使分离效率大大提高。
5. 高灵敏度：高效液相色谱已广泛采用高灵敏度的检测器，进一 步提高了分析的灵敏度。如荧光检测器灵敏度可达**10-llgo**另外，用 样量小，一般几个微升。
6. 适应范围宽：气相色谱法与高效液相色谱法的比较：气相色谱 法虽具有分离能力好，灵敏度高，分析速度快，操作方便等优点，但 是受技术条件的限制，沸点太高的物质或热稳定性差的物质都难于应 用气相色谱法进行分析。而高效液相色谱法，只要求试样能制成溶液, 而不需要气化，因此不受试样挥发性的限制。对于高沸点、热稳定性 差、相对分子量大（大于**400**以上）的有机物（这些物质几乎占有 机物总数的**75%〜80%** ）原则上都可应用高效液相色谱法来进行 分离、分析。据统计，在已知化合物中，能用气相色谱分析的约占 **20%,**而能用液相色谱分析的约占**70〜80%**。

**5**、煤质分析室

主要采用的就是全自动工业分析仪和**5E-2500A**电脑量热仪。

**I**、全自动工业分析仪

1. 基本原理 **HKGF-8000**全自动工业分析仪主要由分析仪、计 算机系统、打印机三部分组成。其将远红外加热设备与电子天平结合 在一起，在特定的气氛条件、规定的时间内对受热过程中的试样予以 称重，以此计算出试样的水分、灰熔点测定仪分及挥发分等工业分析 指标。用分析仪**I**测定挥发分、分析仪**II**测定水分和灰分。**PC**机既 可同时控制分析仪**I**、分析仪**II**测定煤样的挥发分、水分、灰分，又 可单独控制分析仪**I**或分析仪**II**单独测定煤样的挥发分、水分、灰分。 测挥发分的**I**仪和测水分、灰分的**II**仪要一一对应放置样品。
2. 操作要点：
3. 煤炭挥发分的测定 其流程如下：运行仪器的测试程序， 进入工作测试菜单，输入相关的试样信息后仪器自动称量挥发份带盖 空**W，**空坦蜗称量完毕，放置试样**0.8〜1.2g,**然后系统称量试样 质量并开始加热高温炉，高温炉温度到**900°C**恒温**2min**后，送样杆 样土甘垠送入高温炉内**900°C**区域灼烧**7min**后再开始分析下一个煤样。
4. 水分、灰分测定其流程如下：运行仪器的测试程序，进 入工作测试菜单，输入相关的试样信息后仪器自动称量水分、灰分空 士甘蜗，空士甘垠称量完，放置试样**0.6〜0.8g,**然后系统称量试样质量 并开始加热高温炉，系统自动打开氮气阀，向高温炉内通氮气，流量 控制在**4〜5L/min,**先将高温炉加热**120°C**恒温**lOmin**后开始称量土甘 垠，当増垠质量变化不超过系统设置时水分分析结束，系统报出水分 测定结果，同时关闭氮气阀，高温炉继续加热至**500°C**恒温**30min**后, 然后再加热至**815°C**恒温**45min,**系统开始称量士甘蜗，当増垠质量变 化不超过系统设置值时灰分分析结束，系统报出灰分测定结果。

**II**、电脑量热仪主要应用的就是氧氮量热法，温度小数点一般 保留四位。

**6**、 测硫仪器

实习单位监测站主要用的是国际标准，一般采用的则是

**5E-B5/AII**全自动测硫仪，还有一种就是**S-144DR**型红外定硫仪，现 在不怎么太常用

**7**、 原子吸收室

实习单位主要有的原子吸收是火焰原子吸收和石墨炉原子吸收。

仪器有原子吸收分光光度计。在这主要介绍一下火焰原子吸收：

1. 基本原理：仪器从光源辐射出具有待测元素特征谱线的光，通 过试样蒸气时被蒸气中待测元素基态原子所吸收，由辐射特征谱线光 被减弱的程度来测定试样中待测元素的含量。
2. 特点:灵敏度高、抗干扰能力强、精密度高、选择性好、仪器 简单、操作方便。
3. 用途：原子吸收光谱仪可测定多种元素，火焰原子吸收光谱 法可测到**10-9g/mL**数量级，石墨炉原子吸收法可测到**10-13g/mL**数 量级。其氢化物发生器可对**8**种挥发性元素汞、碑、铅、硒、锡、璐、 锐、错等进行微痕量测定。

因原子吸收光谱仪的灵敏、准确、简便等特点，现已广泛用于冶 金、地质、采矿、石油、轻工、农业、医药、卫生、食品及环境监测 等方面的常量及微痕量元素分析。

**8**、 原子荧光吸收室

用的主要是原子荧光仪，主要是用于测量汞、碑、硒、併元素， 但是一般是测量地表水和地下水，而不能测污水，此仪器只能测微量 元素，而污水中这些元素的含量会很高。

**9**、 **COD**的测量

这里看到的仪器与我们实验室的不同，这里的更加简便，而且 误差更小，一般是用标准**COD**消解器。

①基本原理在强酸性溶液中，准确加入过量的重铭酸钾标准溶 液，加热回流，将水样中还原性物质（主要是有机物）氧化，过量的 重铭酸钾以试亚铁灵作指示剂，用硫酸试亚铁灵标准溶液回滴，根据 所消耗的重铭酸钾标准溶液计算水样化学需氧量。

**10**、 自动检测

空气质量自动检测：可以测量大气能见度，主要是采用红外的方 法.

沙尘暴自动检测：是国家新增的项目，能更好的检测到沙尘暴， 可以让人们做好准备。

温室气体检测

**CH4,**非**CH4**分析仪 **ALPH5**

**CO2**分析仪**360E**

氢气发生器**HG-1805**

零器发生器**TH-2007**

四、实习总结

通过同事对环境监测各种测量仪器的讲解指导，强化运用理论知 识进行现状分析、数据处理、报表填写等基本技能，掌握环境监测的 工作流程，同时也更加了解了先进的环境监测技术和装备。而且还让 我们开阔了眼界，增长了见识，为了我们以后更好的工作打下来坚实 的基础，这次的实习使我更深入地接触专业知识，更加理解测量仪器 的原理，进一步了解环境保护工作的实际，了解环境治理过程中存在 的问题和理论和实际相冲突的难点问题。