

环境科学与工程系列教材

# 水质分析实验

Water Quality Analysis Experiment

施召才 宋小飞 编



科学出版社

环境科学与工程系列教材

# 水质分析实验

施召才 宋小飞 编



科学出版社

北 京

## 内 容 简 介

本书涵盖水质分析实验中各类常用的方法,从样品采集到现代分析仪器的使用,从常规滴定分析到复杂环境样品中微量污染物分析。本书共 59 个实验,力求囊括水质分析实验涉及的常见实验仪器和实验方法,由基础分析操作练习到较复杂现代仪器分析技术,以便循序渐进地学习。附录部分还为读者提供样品采集与处理,仪器使用说明,现行部分水质标准及实验室基本知识等内容。

本书可作为高等院校给排水工程及相关专业的实验教材,为实践教学提供较为系统的教学参考,也可供相关领域技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

---

水质分析实验/施召才,宋小飞编. —北京:科学出版社,2016.3

(环境科学与工程系列教材)

ISBN 978-7-03-047912-9

I.①水… II.①施… ②宋… III. ①水质分析-实验-高等学校-教材  
IV.①O661.1-33

---

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 058827 号

责任编辑:朱 丽 杨新政 / 责任校对:张小霞

责任印制:徐晓晨 / 封面设计:耕者设计工作室

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

北京教图印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2016 年 3 月第 一 版 开本: B5 (720×1000)

2016 年 3 月第一次印刷 印张: 18

字数: 343 000

定价: 56.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

## 《环境科学与工程系列教材》丛书编委会

主 编 叶代启

副主编 朱能武 银玉容

编 委 (按姓氏汉语拼音排序)

党 志 郭楚玲 刘 利 卢桂宁

马伟文 牛晓君 秦玉洁 施召才

石振清 史 伟 宋小飞 杨 琛

易筱筠 银玉容 张太平 张小平

朱能武 邹定辉

## 丛 书 序

环境教育的兴起是 20 世纪以来人们对环境问题的严重性、资源的有限性以及生态环境破坏的难以恢复性的体验与认知的结果。1948 年托马斯·普里查德(Thomas Pritchard)提出了“环境教育”一词,但真正现代意义上的“环境教育”起源和发展于 20 世纪 60 年代西方发达国家的“生态复兴运动”。环境教育的历史演进,从 20 世纪 60 年代出现在学校教育后,便常被视为是自然研习(nature study)、户外教育(outdoor education)、环境修复教育(environmental conservation education)的传承者。然而环境教育的特质与内涵,在社会、科学、技术三者的交互作用中,特别重视有关环境危机的问题,所以环境教育虽然继承于自然研习、户外教育及环境修复教育,但也有别于它们。而今进入 21 世纪,环境教育又蜕变为永续发展教育(sustainable development education)。

环境教育是国际环境界的新事物,是历史的产物,是随着公众社会的发展,为解决新出现的环境问题而产生的。随着经济社会的发展,公众的生产能力不断提高,规模不断扩大,致使许多自然资源被过度利用,生态环境日益恶化。面对全球日益严重的环境问题,国际社会达成了共识:通过宣传和教育,提高人们的环境意识,是保护和改善环境的重要治本措施。但是对环境教育的定义、性质、目标该当如何确定,由于个人的学术背景不同、观点兴趣各异,而产生了不同的见解。通过对环境教育定义的界定,能帮助我们进一步认识环境教育的本质。

环境教育的未来发展趋势,一是公众的环境教育,包括中小学的环境教育,旨在使广大人民群众养成自觉保护环境的道德风尚,提高全民族的环境与发展意识。通过环境通识教育,能够使人们更好地理解地球上的生命都是相互依赖的,提升公众的经济、政治、社会、文化及科技认识水平,加深人们对环境问题影响社会可持续发展的理解,使得公众能够更加有效地参与地方、国家和国际层面上有关环境可持续发展活动,推动整个社会向着更为公正和可持续发展的未来前进。二是专业性的环境教育,主要目的是培养和造就消除环境污染和防治生态破坏,改善和创造高质量的生产和生活环境所需的各种专门人才,培养和造就具有环境保护与持续发展综合决策和管理能力的各层次管理人才。

《环境科学与工程系列教材》丛书是华南理工大学环境学科多年从事环境科学与工程类课程的教学和实践经验的总结。这套丛书涵盖了目前较为缺乏的《环境

物理学》《环境生态学》《环境统计学》《城市水工程概论》《固体废物处理与处置工程》等专业理论课程教材，《水质分析实验》《环境科学综合实验》实验类教材，以及《环境通识教育教程》《环境科学与工程通识教程》环境通识类教材。

该丛书的内容丰富翔实，是作者们多年教学实践和相关科研成果的结晶，是环境科学与工程类教材的有益补充和丰富，必将从全局上有力推动环境教育的发展，值得同行重视和参考。

该丛书结构严谨、语言通俗、内容科学、案例经典，推荐环境科学与工程及相关领域的教师、学生、环保人员阅读使用。



2016年2月

# 前 言

“水分析化学”课程是给水排水工程专业的一门重要的专业课程，而“水质分析实验”是这门课程的重要实践环节。由于给水排水工程专业取消“分析化学实验”，所以“水质分析实验”变得尤为重要。因为一方面这是一门专业实验课程，另一方面是该专业学生的基础课程，对其后续的实验课程是培养学生实验研究能力和动手能力的重要手段。

本书内容包括水质分析实验基本操作、常规分析、仪器分析，同时介绍了样品采集、保存、处理等相关内容。本书共六章，第1章介绍实验室基本知识，第2章介绍水质分析实验操作规范，第3章介绍水质分析基础操作训练，第4章介绍水样的采集和保存管理，第5章介绍水质分析中化学分析和微生物实验，第6章介绍水质分析中仪器分析实验。附录部分介绍水样取样记录、分析报告样式，水质分析实验中常见实验仪器使用说明，以及现行部分水质标准和实验室基本知识等内容。

参加本教材编写工作的还有马伟文、银玉容、朱能武、史伟等，在此表示感谢。

由于编者水平有限，本书中难免存在缺点和错误，恳请广大读者批评指正。

编 者

2015年10月

# 目 录

丛书序

前言

|                      |    |
|----------------------|----|
| 第 1 章 实验室基本知识        | 1  |
| 1.1 基本要求             | 1  |
| 1.2 实验室安全知识          | 1  |
| 1.3 水质分析实验用水规格及制备方法  | 2  |
| 1.3.1 实验用水规格         | 2  |
| 1.3.2 纯水的检验方法        | 3  |
| 1.3.3 特殊用水的制备方法      | 4  |
| 1.4 常用试剂的规格及试剂的使用和保存 | 5  |
| 1.4.1 化学试剂的分类        | 5  |
| 1.4.2 使用试剂注意事项       | 6  |
| 1.4.3 试剂的保存          | 7  |
| 1.5 玻璃器皿的洗涤和干燥       | 8  |
| 1.5.1 容器的洗涤          | 8  |
| 1.5.2 容器的干燥          | 9  |
| 第 2 章 水质分析实验操作规范     | 10 |
| 2.1 水质分析的常见器皿        | 10 |
| 2.2 分析天平             | 11 |
| 2.2.1 称量原理及特点        | 11 |
| 2.2.2 外形及基本部件        | 11 |
| 2.2.3 操作方法           | 12 |
| 2.2.4 分析天平的使用规则      | 12 |
| 2.3 称量方法             | 13 |
| 2.3.1 称量瓶和干燥器        | 13 |
| 2.3.2 称量方法           | 13 |
| 2.4 重量分析操作           | 15 |
| 2.4.1 样品的溶解          | 15 |



|                                                   |    |
|---------------------------------------------------|----|
| 2.4.2 沉淀                                          | 16 |
| 2.4.3 过滤和洗涤                                       | 16 |
| 2.4.4 沉淀的烘干与灼烧                                    | 20 |
| 2.5 滴定分析法基本操作                                     | 21 |
| 2.5.1 移液管                                         | 21 |
| 2.5.2 滴定管                                         | 22 |
| 2.5.3 容量瓶                                         | 25 |
| 2.5.4 滴定分析仪器使用注意事项                                | 26 |
| 2.6 滴定分析量具的校正                                     | 27 |
| 2.6.1 滴定管的校正                                      | 28 |
| 2.6.2 移液管的校正                                      | 28 |
| 2.6.3 容量瓶的校正                                      | 29 |
| 2.6.4 移液管与容量瓶的相对校正                                | 29 |
| 2.7 标准溶液的配制和标定                                    | 29 |
| 2.7.1 标准溶液的配制                                     | 29 |
| 2.7.2 标准溶液浓度的标定                                   | 30 |
| 第3章 水质分析基础操作                                      | 31 |
| 实验1 电子天平的操作及称量练习                                  | 31 |
| 实验2 滴定分析量器的使用及滴定操作练习                              | 33 |
| 实验3 $\text{Zn}^{2+}$ 标准溶液的配制                      | 35 |
| 实验4 $\text{Ca}^{2+}$ 标准溶液的配制                      | 36 |
| 实验5 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液的配制     | 37 |
| 实验6 $\text{NaOH}$ 标准溶液的配制和标定                      | 38 |
| 实验7 $\text{HCl}$ 标准溶液的配制和标定                       | 39 |
| 实验8 $\text{AgNO}_3$ 标准溶液的配制和标定                    | 42 |
| 实验9 $\text{NH}_4\text{SCN}$ 标准溶液的配制和标定            | 44 |
| 实验10 $\text{EDTA}$ 标准溶液的标定                        | 45 |
| 实验11 $\text{KMnO}_4$ 标准溶液的配制和标定                   | 47 |
| 实验12 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制和标定 | 50 |
| 实验13 $\text{I}_2$ 标准滴定溶液的配制和标定                    | 52 |
| 第4章 水样的采集和保存                                      | 55 |
| 4.1 水样的采集                                         | 55 |
| 4.1.1 环境水样的采集(地表水)                                | 55 |

|                                     |            |
|-------------------------------------|------------|
| 4.1.2 废水水样的采集                       | 58         |
| 4.2 水样运输和保存                         | 60         |
| 4.2.1 水样的运输                         | 61         |
| 4.2.2 水样的保存                         | 61         |
| 4.3 样品的管理                           | 63         |
| <b>第5章 化学分析、微生物实验</b>               | <b>65</b>  |
| 实验 14 水中 pH、电导率、透明度和浊度的测定           | 65         |
| 实验 15 水中游离二氧化碳的测定                   | 71         |
| 实验 16 水中色度的测定                       | 73         |
| 实验 17 水中臭阈值的测定                      | 75         |
| 实验 18 水中总不可滤残渣(SS)的测定               | 77         |
| 实验 19 水中溶解性固体的测定(重量法)               | 79         |
| 实验 20 水质矿化度的测定(重量法)                 | 81         |
| 实验 21 水中硫酸盐的测定(重量法)                 | 82         |
| 实验 22 水中碱度的测定(酸碱滴定法)                | 85         |
| 实验 23 钙硬度和总硬度的测定(络合滴定法)             | 88         |
| 实验 24 水中 Cl <sup>-</sup> 的测定(沉淀滴定法) | 91         |
| 实验 25 水中余氯的测定                       | 94         |
| 实验 26 水中高锰酸盐指数的测定                   | 97         |
| 实验 27 水中溶解氧的测定(碘量法)                 | 99         |
| 实验 28 五日生化需氧量(BOD <sub>5</sub> )的测定 | 103        |
| 实验 29 硫化物的测定(碘量法)                   | 107        |
| 实验 30 水中 COD 的测定(重铬酸钾法)             | 111        |
| 实验 31 显微镜的使用及微生物基本形态的观察             | 114        |
| 实验 32 水中细菌菌落数和大肠菌群数的测定              | 122        |
| <b>第6章 仪器分析实验</b>                   | <b>130</b> |
| 实验 33 水中铁测定条件的选择                    | 130        |
| 实验 34 水中铁的测定(邻二氮菲吸收光谱法)             | 134        |
| 实验 35 自来水中锰的测定(甲醛肟光度法)              | 137        |
| 实验 36 水中氨氮的测定(纳氏试剂光度法)              | 140        |
| 实验 37 水中凯氏氮的测定                      | 144        |

|       |                                             |     |
|-------|---------------------------------------------|-----|
| 实验 38 | 水中亚硝酸盐氮的测定[N-(1-萘基)-乙二胺光度法]                 | 146 |
| 实验 39 | 水中硝酸盐氮的测定(酚二磺酸光度法)                          | 150 |
| 实验 40 | 总氮的测定(过硫酸钾氧化-紫外分光光度法)                       | 154 |
| 实验 41 | 水中氰化物的测定(异烟酸-吡唑啉酮光度法)                       | 156 |
| 实验 42 | 水中六价铬及总铬的测定                                 | 160 |
| 实验 43 | 水中磷的测定(钼锑抗分光光度法)                            | 164 |
| 实验 44 | 水中二氧化硅的测定(硅钼蓝光度法)                           | 167 |
| 实验 45 | 水中甲醛的测定(乙酰丙酮分光光度法)                          | 170 |
| 实验 46 | 水中挥发酚的测定(4-氨基安替比林光度法)                       | 174 |
| 实验 47 | 水中阴离子洗涤剂的测定(亚甲蓝分光光度法)                       | 180 |
| 实验 48 | 富营养化湖泊中藻类的检测(叶绿素 a 法)                       | 183 |
| 实验 49 | 水中钠的测定(静态法)                                 | 186 |
| 实验 50 | 氟离子的测定(离子选择电极法)                             | 189 |
| 实验 51 | 水中矿物油的测定                                    | 194 |
| 实验 52 | 水中镍的测定(火焰原子吸收分光光度法)                         | 197 |
| 实验 53 | 钒的测定(石墨炉原子吸收分光光度法)                          | 199 |
| 实验 54 | ICP-AES 法同时测定水中铝、镉、铜、铁、锰、铅、锌的含量             | 201 |
| 实验 55 | 高效液相色谱法测定环境样品中的多环芳烃                         | 204 |
| 实验 56 | 水中的氟离子、氯离子、溴离子、亚硝酸根、硝酸根、磷酸根、硫酸根离子的测定(离子色谱法) | 208 |
| 实验 57 | 氯苯类化合物的测定(气相色谱法)                            | 212 |
| 实验 58 | 水中多氯联苯的测定(气相色谱-质谱法)                         | 216 |
| 实验 59 | 水中总有机碳的测定(非色散红外吸收法)                         | 218 |
| 附录 1  | 水样取样记录、分析报告样式                               | 222 |
| 附录 2  | 仪器使用说明                                      | 225 |
| 附录 3  | 水质标准及实验室基本知识表                               | 243 |
| 附表一   | 常用环境标准                                      | 243 |
| 附表二   | 生活饮用水卫生标准(GB 5749—2006)                     | 245 |
| 附表三   | 欧盟饮用水水质指令                                   | 249 |
| 附表四   | 美国饮用水水质标准                                   | 251 |
| 附表五   | 常用试剂的配制                                     | 256 |

---

|      |                         |     |
|------|-------------------------|-----|
| 附表六  | 常用酸、碱溶液的密度和浓度 .....     | 261 |
| 附表七  | 常见金属及其化合物的溶解方法 .....    | 261 |
| 附表八  | 常用熔剂和坩埚 .....           | 263 |
| 附表九  | 常用基准物质及其干燥条件和应用 .....   | 263 |
| 附表十  | 常用滤器及其使用 .....          | 264 |
| 附表十一 | 元素相对原子质量表(2005 年) ..... | 265 |
| 附表十二 | 常用化合物的相对分子质量表 .....     | 267 |
| 附表十三 | 基本单位换算表 .....           | 270 |
| 参考文献 | .....                   | 271 |

# 第 1 章 实验室基本知识

## 1.1 基 本 要 求

为培养学生的科学实验能力,养成良好的实验习惯和严谨细致、实事求是的科学态度,使实验达到预期的目的,取得较好的实验结果。实验基本要求如下:

(1) 实验前认真预习。实验前要做好充分的预习,做到心中有数。理解实验原理和方法,熟悉实验步骤、操作方法及注意事项,将实验步骤提炼简化,写出实验提纲,使自己一目了然,避免机械地履行操作步骤,看一句做一步。

(2) 实验时认真操作和记录。实验时应正确操作,仔细观察,善于思考,合理安排时间,保持实验仪器整齐清洁,将各种测量数据及相关现象及时准确地记录在记录本上。实验数据当场交由主讲老师签字确认。记录实验数据要实事求是,切忌带有主观因素,更不能为了追求得到某一结果,擅自更改数据。不得将实验数据随意记在纸片上或其他任意地方。

(3) 实验后认真写实验报告。实验完毕要清洗仪器,将有关仪器和试剂放回原处,打扫卫生,关好水、电及门窗。实验结束后,根据实验记录对实验现象和数据进行归纳、计算和总结,写出实验报告。实验报告的具体内容及格式因实验类型而异,一般包括以下内容:

实验编号,实验名称,实验目的,简要实验原理,主要试剂和仪器,简要实验步骤流程,实验数据及其处理、误差及误差分析。

对于实验数据及其处理,应用文字、表格、图形将数据表示出来。按实验要求及计算公式,计算出分析结果,并进行有关数据和误差处理,尽可能地使记录表格化。

## 1.2 实验室安全知识

水质分析实验中,经常使用水、电、大量易破损的玻璃仪器和一些具有腐蚀性甚至易燃易爆或有毒的化学试剂。为确保人身和实验室的安全且不污染环境,实验中需严格遵守实验室的安全规则。主要包括如下规则。

(1) 禁止将食物和饮料带进实验室,实验中注意不要用手摸脸、眼等部位。一切化学药品严禁入口,实验完毕后必须洗手。

(2) 使用浓酸、浓碱以及其他腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣物上。涉及浓硝酸、盐酸、硫酸、高氯酸、氨水等的操作,均应在通风橱内进行。实验中强酸、强碱、刺激性液体等不慎溅到、流到皮肤、眼睛、衣物上时,应首先用大量的清水冲洗,再视情况进行处理(如强酸入眼可用稀氨水清洗,强碱可用稀硼酸清洗)。需要时送医院治疗。夏天开启浓氨水、盐酸时一定要先用自来水将其冷却,再打开瓶盖。使用汞、汞盐、镉盐、六价铬、砷化物、氰化物等剧毒药品时,要实行登记制度,取用时特别小心,切勿泼洒在实验台面和地面上,用过的废物、废液切不可乱扔,应分别回收,集中处理。实验中的其他废物、废液也要按照环保的要求妥善处理。

(3) 注意防火。实验室严禁吸烟。万一发生火灾,要保持镇静,立即切断电源和燃气源,并采取针对性的灭火措施。一般的小火用湿布、防火布或沙子覆盖燃烧物灭火。不溶于水的有机溶剂以及能与水起反应的物质,如金属钠,一旦着火,绝不能用水浇,应用二氧化碳灭火器灭火。如电器起火,不可用水冲,应当立即切断电源,用 121(二氟一氯一溴甲烷)灭火器灭火。情况紧急应立即报警。

(4) 使用各种仪器时,要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后,方可动手操作。

(5) 安全使用水、电。离开实验室时,应仔细检查水、电、气、门、窗是否关好。

(6) 如发生烫伤和割伤应及时处理,严重者应立即送医院治疗。

## 1.3 水质分析实验用水规格及制备方法

### 1.3.1 实验用水规格

水质分析实验应使用纯水,一般是蒸馏水或去离子水。有的实验要求二级蒸馏水或更高规格的纯水,如液相色谱、离子色谱等实验。纯水并非绝对不含杂质,只是杂质含量极微而已。水质分析实验用水的级别及主要技术指标见表 1-1。

(1) 蒸馏水:通过蒸馏方法除去水中非挥发性杂质而得到的纯水称为蒸馏水。同是蒸馏所得纯水,其中含有的杂质种类和含量并不相同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水含有  $\text{Na}^+$  和  $\text{SiO}_3^{2-}$  等;而用铜蒸馏器所制得的纯水则可能含有  $\text{Cu}^{2+}$ 。

(2) 去离子水:利用离子交换剂去除水中阳离子和阴离子杂质所得的纯水,称为离子交换水或去离子水。未进行处理的去离子水可能含有微生物和有机物杂质,使用时应注意。

表 1-1 水质分析实验用水的级别及主要技术指标(引自 GB/T 6682—2008)

| 指标名称                               | 一级     | 二级    | 三级      |
|------------------------------------|--------|-------|---------|
| pH 范围(25℃)                         | —      | —     | 5.0~7.5 |
| 电导率(25℃)(mS/cm)                    | ≤0.01  | ≤0.10 | ≤0.50   |
| 可氧化物质含量(以 O 计)(mg/L)               | —      | ≤0.08 | ≤0.4    |
| 吸光度(254nm, 1cm 光程)                 | ≤0.001 | ≤0.01 | —       |
| 蒸发残渣(105℃±2℃)含量(mg/L)              | —      | ≤1.0  | ≤2.0    |
| 可溶性硅(以 SiO <sub>2</sub> 计)含量(mg/L) | ≤0.01  | ≤0.02 | —       |

注 1: 由于在一级水、二级水的纯度下, 难于测定其真实的 pH, 因此, 对一级水、二级水的 pH 范围不做规定。

注 2: 由于在一级水的纯度下, 难于测定可氧化物质和蒸发残渣, 对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

### 1.3.2 纯水的检验方法

纯水质量的检验——纯水的质量检验指标很多, 分析化学实验室主要对实验用水的电导率、酸碱度、钙镁离子、氯离子的含量等进行检测。

(1) 电导率。选用适合测定纯水的电导率仪(最小量程为 0.02μS/cm)测定(见表 1-1)。水的电导率越低, 表示水中的离子越少, 水的纯度越高。25℃时, 电导率为 0.1~5.0μS/cm 的水称为纯水, 电导率小于 0.1μS/cm 的水称为超纯水。超纯水应储存于石英或聚乙烯塑料容器中。

(2) 酸碱度。要求 pH 为 6~7。检验方法如下:

简易法: 取 2 支试管, 各加待测水样 10mL, 其中 1 支加入 2 滴甲基红指示剂应不显红色; 另 1 支试管加 5 滴 0.1%溴麝香草酚蓝(或溴百里香酚蓝)不显蓝色为合格。

仪器法: 用酸度计测量与大气相平衡的纯水的 pH, 在 6~7 为合格。

(3) 硅酸盐。取 20mL 待测水于试管中, 用(1+3)硝酸 5mL、5%钼酸铵溶液 5mL 室温下放置 5min 后, 加入 10%亚硫酸钠溶液 5mL, 观察是否出现蓝色。如呈现蓝色, 则水不合格。

(4) 硫酸根。取 2~3mL 待测水于试管中, 加入 2mol/L 盐酸溶液 2~3 滴酸化, 再加入 0.1%氯化钡溶液 1 滴, 放置 15h, 如有沉淀析出, 则水不合格。

(5) 钙镁离子。取 50mL 待测水样, 加入 pH=10 的氨水-氯化铵缓冲溶液 1mL 和少许铬黑 T(EBT)指示剂, 不显红色(应显纯蓝色)。

(6) 氯离子。取 10mL 待测水样, 用 2 滴 1mol/L HNO<sub>3</sub> 酸化, 然后加入 2 滴 10g/L AgNO<sub>3</sub> 溶液, 摇匀后不浑浊为合格。

(7) 铵离子。取 2~3mL 待测水, 加 1~2 滴纳氏试剂, 如呈黄色则有铵离子,

则水不合格。

(8) 游离二氧化碳。取 100mL 待测水注入锥形瓶中, 加 3~4 滴 0.1% 酚酞溶液, 如呈淡红色, 表示无游离二氧化碳; 如为无色, 可加 0.1000mol/L 氢氧化钠溶液至淡红色, 1min 内不消失, 即为终点。计算出游离二氧化碳的含量。注意, 氢氧化钠溶液用量不能超过 0.1mL。

化学分析法中, 除络合滴定必须用去离子水外, 其他方法均可采用蒸馏水。分析实验用的纯水必须注意保持纯净, 避免污染。通常采用以聚乙烯为材料制成的容器盛装实验用纯水。

### 1.3.3 特殊用水的制备方法

#### 1) 不含氯的水

加入亚硫酸钠等还原剂将自来水中的余氯还原为氯离子, 用附有缓冲球的全玻璃蒸馏器(以下各项中的蒸馏均同此)进行蒸馏制取。

取实验用水 10mL 于试管中, 加入 2~3 滴(1+1)硝酸、2~3 滴 0.1mol/L 硝酸银溶液, 混匀, 不得有白色沉淀出现。

#### 2) 无氨水

(1) 蒸馏法: 向水中加入硫酸至 pH 小于 2, 使水中各种形态的氨或者胺最终都转变成不挥发的盐类, 收集馏出液即得。(注意: 避免实验室内空气中含有氨而重新污染, 应在无氨气的实验室进行蒸馏)

(2) 离子交换法: 向蒸馏制得的纯水中加入数毫升再生好的阳离子交换树脂振荡数分钟, 即可除氨, 或者通过交换树脂柱也能除氨。

#### 3) 不含二氧化碳的水

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

(2) 曝气法: 将惰性气体(如高纯氮)通入蒸馏水或去离子水中至饱和即可。

制得的无二氧化碳水应储存在一个附有碱石灰管的橡皮塞盖严的瓶中。

#### 4) 无酚水

(1) 加碱蒸馏法: 加入氢氧化钠至水的 pH 大于 11(可同时加入少量高锰酸钾溶液使水呈紫红色), 使水中酚生成不挥发的酚钠后进行蒸馏制得。

(2) 活性炭吸附法: 将粒状活性炭加热至 150~170℃ 烘烤 2h 以上进行活化, 放入干燥器内冷却至室温后, 装入预先盛有少量水(避免碳粒间存留气泡)的层析柱中, 使蒸馏水或去离子水缓慢通过柱床, 按柱容量大小调节其流速, 一般以每分钟不超过 100mL 为宜。开始流出的水(略多于装柱时预先加入的水量)必须再次返回柱中, 然后正式收集, 此柱所能净化的水量, 一般约为所用碳粒表观容积的



1000 倍。

#### 5) 不含砷的水

通常使用的普通蒸馏水或去离子水基本不含砷,对所用蒸馏器、树脂管和储水容器要求不得用软质玻璃(钠钙玻璃)制品。进行痕量砷测定时,则应使用石英蒸馏器或聚乙烯树脂管及储水容器来制备和盛放不含砷的水。

#### 6) 不含铅(重金属)的水

用氢型强酸性阳离子交换树脂制备不含铅(重金属)的水,储水容器应做无铅处理方可使用(将储水容器用 6mol/L 硝酸浸洗后用无铅水充分洗净)。

#### 7) 不含有机物的水

将碱性高锰酸钾溶液加入水中再蒸馏,在再蒸馏过程中应始终保持水中高锰酸钾的紫红色不得消退,否则应及时补加高锰酸钾。

## 1.4 常用试剂的规格及试剂的使用和保存

水质分析实验中所用试剂的质量直接影响分析结果的准确性,因此,应根据所做实验的具体情况,如分析方法的灵敏度与选择性、分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等,合理选择相应级别的试剂,在既能保证实验正常进行的同时,又能避免不必要的浪费。另外试剂应合理保存,避免沾污和变质。

### 1.4.1 化学试剂的分类

化学试剂产品有数千种,而且随着科学技术和生产的发展,新的试剂种类还将不断产生。现在对化学试剂还没有统一的分类标准,本书按化学试剂的用途,简单介绍标准试剂、一般试剂、高纯试剂和专用试剂。

(1) 标准试剂。标准试剂是用于衡量其他(欲测)物质化学量的标准物质,习惯称为基准试剂,其特点是主要成分含量高,使用可靠。我国规定滴定分析第一基准和滴定分析工作基准的试剂,其主要成分含量分别为 $(100\pm 0.02)\%$ 和 $(100\pm 0.05)\%$ 。主要国产标准试剂的规格与用途见表 1-2。

(2) 一般试剂。一般试剂是实验室最普遍使用的试剂,其规格以其中所含杂质的多少来划分,包括通用的一至四级试剂和生化试剂等。一般试剂的分级、标志、标签颜色和使用范围见表 1-3。

此外,还有高纯试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂。

高纯试剂(E.P.):包括超纯、特纯、高纯、光谱纯,用于配制标准溶液。高纯试剂最大的特点是其杂质含量比优级或基准试剂都低,用于微量或痕量分析中试样的分解和试液的制备,可最大限度地减少空白值带来的干扰,提高测定结果的