
Concise Handbook of
Analytical Chemistry

分析化学简明手册

周春山 符斌 主编



化学工业出版社

065-62

8

065-62
8

Concise Handbook of Analytical Chemistry

分析化学简明手册

周春山 符斌 主编



化学工业出版社

北京·

北京·

· 00.00 份 5

本书对常用分析方法的基本原理、仪器设备、工作条件和应用领域进行了全面系统的介绍,包括化学基础知识、定性分析、重量分析、滴定分析、电化学分析方法、分子光谱分析、原子光谱分析、X射线光谱分析、色谱法、其他谱学分析方法和化学分离富集方法,同时收录了各种重要的分析化学数据资料。本书力求将理论与实践相结合,反映当代分析化学的最新面貌,为广大分析化学工作者提供一本使用方便,又简单明了的常备工具书。

本书可供广大分析检测工作者及分析化学研究人员阅读和参考,还可供高等院校、大、中专学校相关专业师生教学参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学简明手册/周春山,符斌主编. —北京:
化学工业出版社, 2010. 2
ISBN 978-7-122-07476-8

I. 分… II. ①周…②符… III. 分析化学-手册
IV. 065-62

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第242524号

责任编辑:梁虹 任惠敏
责任校对:宋夏

文字编辑:刘志茹
装帧设计:张辉

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印刷:北京永鑫印刷有限责任公司
装订:三河市万龙印装有限公司
720mm×1000mm 1/16 印张32 $\frac{1}{4}$ 字数649千字 2010年2月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:98.00元

版权所有 违者必究

前言

分析化学，作为化学的重要分支学科，已经广泛应用于国民经济的各个重要领域，以致今天几乎没有一个行业可以离得开分析化学。在某种意义上甚至可以说，分析技术的水平，已经日渐成为衡量一个国家综合科学技术水平的重要标志之一。因此，各个行业都很重视与本领域相关的分析技术的提高和发展。近年来，在例行分析中，不仅专业分析化学工作者，而且很多非分析化学专业的工程技术人员也积极参与分析实践。在实际工作中，他们常常希望手头能有一本内容全面、又简单明了的分析化学工具书，供其随时查阅。本手册正是为适应上述需要，由中南大学和北京矿冶研究总院的资深分析化学工作者，组织部分富有经验的同事共同编写而成。本书内容全面、系统，除收录大量常用最新分析化学数据外，对每种分析方法的基本原理及工作条件还进行了简要描述。因此，本书既适于已有一定工作基础的分析化学工作者作为查询工具，又适于分析化学初学者作为入门的向导。每种分析方法之后，还列举了应用示例，供读者在制订该类分析方法操作规程时参考。

本书的出版，是编写、编辑人员密切合作共同努力的成果。借本书的出版，向为本书的完成以各种方式提供帮助、支持的专家和朋友们致以最诚挚的谢意。感谢北京市科委、北京材料服务测试联盟对本书的编辑和出版所给予的支持。

限于编者水平，书中错漏之处在所难免，恳请读者予以指正。

编者

2009年1月于长沙

目录

1 分析化学基础知识	1
1.1 分析用纯水的制备及检定	1
1.1.1 分析用纯水的制备	1
1.1.2 水质的检定	5
1.2 器皿的洗涤与干燥	6
1.2.1 分析器皿的洗涤	6
1.2.2 常用洗涤液	7
1.2.3 玻璃仪器的干燥	8
1.3 化验室常用的玻璃仪器和器皿	8
1.3.1 玻璃仪器的特性及化学组成	8
1.3.2 常用玻璃仪器的名称、规格、主要用途及使用注意事项	9
1.3.3 石英玻璃	10
1.4 常用非玻璃器皿与器材	11
1.4.1 玛瑙器皿	11
1.4.2 瓷器皿与刚玉器皿	11
1.4.3 金属器皿	12
1.4.4 塑料器皿	15
1.4.5 滤纸、滤膜与试纸	15
1.5 化学试剂	18
1.5.1 化学试剂的分级和规格	18
1.5.2 化学试剂的包装及标志	19
1.5.3 化学试剂的选用与使用注意事项	19
1.5.4 常用酸、碱的一般性质	20
1.6 溶液及其配制方法	21
1.6.1 溶液配制时常用的计量单位	21
1.6.2 溶液浓度的表示方法	23
1.6.3 溶液浓度间的换算	24
1.6.4 某些特殊试剂溶液的配制	24
1.7 分析试样的准备	25
1.7.1 样品的采集、制备与保存	25
1.7.2 样品的分解	33
1.8 分析数据的统计处理	40
1.8.1 误差	40
1.8.2 有效数字	43

1.8.3 数据处理	45
参考文献	48
2 定性分析	50
2.1 概述	50
2.1.1 定性反应及反应进行的条件	50
2.1.2 鉴定方法的灵敏度与选择性	51
2.1.3 空白试验与对照试验	53
2.2 无机定性分析	53
2.2.1 无机定性分析的一般步骤	53
2.2.2 阳离子的分析	59
2.2.3 阴离子的分析	63
2.3 有机定性分析	69
2.3.1 有机定性分析的初步试验	69
2.3.2 有机化合物中元素的检出	73
2.3.3 有机官能团的检出(鉴定)	75
参考文献	82
3 重量分析和滴定分析	83
3.1 重量分析	83
3.1.1 重量分析法的分类和特点	83
3.1.2 沉淀分离法	83
3.1.3 重量分析法应用示例	86
3.1.4 溶解度和溶度积	86
3.2 滴定分析	88
3.2.1 滴定分析法概述	88
3.2.2 滴定分析法的特点和分类	88
3.3 酸碱滴定法	89
3.3.1 酸碱溶液中的电离平衡及 H^+ 浓度的计算	89
3.3.2 酸碱缓冲溶液	89
3.3.3 酸碱指示剂	91
3.3.4 酸碱滴定法应用示例——铝锰合金中铝量的测定	93
3.4 氧化还原滴定法	93
3.4.1 条件电位和标准电位	93
3.4.2 氧化还原滴定前的预处理及滴定终点的指示	94
3.4.3 氧化还原滴定法应用示例—— $K_2Cr_2O_7$ 法测定土壤中有机质的含量	95

3.5 络合滴定法	96
3.5.1 络合平衡及络合物的稳定常数	97
3.5.2 络合反应的副反应和副反应系数	97
3.5.3 络合物的条件稳定常数	98
3.5.4 络合滴定指示剂	99
3.5.5 提高络合滴定选择性的方法	100
3.5.6 络合滴定法应用示例	101
参考文献	102
4 电化学分析方法	103
4.1 电化学分析的基础	103
4.1.1 化学电池	103
4.1.2 电极	103
4.1.3 电极电位	104
4.2 电解分离和电解分析法	119
4.2.1 分解电压与超电位	119
4.2.2 电解方程式	120
4.2.3 元素的电重量分析	120
4.3 库仑分析法	121
4.3.1 库仑分析法基础	121
4.3.2 控制电位库仑分析法	122
4.3.3 控制电流库仑分析法	122
4.4 极谱法与伏安分析法	124
4.4.1 经典(直流)极谱法与扩散电流	124
4.4.2 单扫描极谱法	127
4.4.3 循环伏安法	128
4.4.4 脉冲极谱法	129
4.4.5 极谱催化波和络合物吸附波	129
4.4.6 溶出伏安法	130
4.5 电位分析法	132
4.5.1 电位法测定溶液的 pH 值	132
4.5.2 离子选择性电极与膜电位	134
4.6 电导分析法	137
4.6.1 基本概念	137
4.6.2 电导分析方法及其应用	138
参考文献	139

5 分子光谱分析	140
5.1 分子光谱基础	140
5.1.1 电磁辐射的基本性质	140
5.1.2 分子光谱	141
5.2 紫外-可见吸收光谱	142
5.2.1 光谱吸收曲线	142
5.2.2 有机化合物的紫外-可见吸收光谱	143
5.2.3 溶剂对电子光谱的影响	146
5.2.4 分光光度计	147
5.2.5 紫外-可见分光光度法的应用	152
5.3 红外吸收光谱	156
5.3.1 概述	156
5.3.2 基本原理	156
5.3.3 红外光谱的分区	160
5.3.4 影响基团频率位移的因素	161
5.3.5 影响谱带强度的因素	164
5.3.6 基团频率与特征吸收峰	165
5.3.7 红外光谱仪	170
5.3.8 样品的制备	172
5.3.9 红外光谱法的应用	173
5.4 分子荧光光谱法	175
5.4.1 分子发光原理	175
5.4.2 荧光量子产率与分子结构的关系	176
5.4.3 荧光分光光度计	178
5.4.4 应用	179
5.4.5 发光法与分光光度法的比较	185
5.4.6 荧光分析新技术简介	186
5.5 磷光法	186
参考文献	190
6 原子光谱分析	191
6.1 原子发射光谱法	191
6.1.1 基本原理	191
6.1.2 原子发射光谱仪的主要部件	193
6.1.3 原子发射光谱仪的主要类型	198
6.1.4 分析方法	200

6.1.5	ICP 光谱法	205
6.2	原子吸收光谱法	214
6.2.1	基本原理	215
6.2.2	仪器装置	218
6.2.3	原子吸收定量分析方法	225
6.2.4	原子吸收中的灵敏度与检出限	227
6.2.5	原子吸收光谱法中的干扰及消除方法	227
6.2.6	测定条件的选择	232
6.3	原子荧光光谱法	244
6.3.1	基本原理	245
6.3.2	原子荧光分析仪器	248
6.3.3	氢化物发生-原子荧光光谱法	249
	参考文献	250
7	X 射线光谱分析	251
7.1	X 射线的产生和 X 射线谱	251
7.1.1	X 射线的产生	251
7.1.2	连续 X 射线	251
7.1.3	特征 X 射线	252
7.1.4	X 射线的吸收、散射和衍射	263
7.2	X 射线光谱分析的主要仪器设备	270
7.2.1	X 射线光谱仪的基本组成	271
7.2.2	常用 X 射线光谱仪	276
7.3	X 射线荧光光谱法	278
7.3.1	波长色散 X 射线荧光光谱分析	278
7.3.2	能量色散型 X 射线荧光光谱分析	279
7.3.3	全反射 X 荧光分析	279
7.3.4	同步辐射 X 荧光分析	281
7.3.5	偏振 X 射线荧光分析	281
7.3.6	粒子激发 X 射线发射分析	281
7.4	X 射线衍射光谱法	282
7.4.1	基本原理	282
7.4.2	粉末衍射	282
7.4.3	聚合物表征	284
7.4.4	单晶结构测定	284
7.4.5	在材料分析中的应用	284

7.5	X 射线吸收分析法	285
7.5.1	多色 X 射线吸收分析法	285
7.5.2	单色 X 射线吸收分析法	285
7.5.3	吸收限分析法	286
7.5.4	X 射线吸收分析法的应用	286
7.6	X 射线散射法	287
7.7	X 射线光电子能谱	288
7.7.1	基本原理	288
7.7.2	化学位移	288
7.7.3	ESCA 仪器	288
7.7.4	应用	288
7.8	俄歇电子能谱	289
7.9	电子探针分析法	289
7.10	扫描 X 射线显微法	290
7.11	X 射线光谱定性及定量分析	291
7.11.1	定性分析与半定量分析	291
7.11.2	定量分析方法	292
7.11.3	样品的制备	296
	参考文献	298
8	色谱法	300
8.1	色谱法概论	300
8.1.1	色谱法的定义与分类	300
8.1.2	色谱法的理论和术语	300
8.2	气相色谱法	303
8.2.1	气相色谱法中常用术语	303
8.2.2	气相色谱系统	305
8.2.3	气相色谱技术	317
8.2.4	气相色谱法的应用	334
8.3	液相色谱法	335
8.3.1	液相色谱法概述	335
8.3.2	高效液相色谱系统	338
8.3.3	液相色谱分离模式	352
8.3.4	高效液相色谱分析法	354
8.3.5	液-固色谱法	360
8.3.6	液-液色谱法	363

8.3.7	化学键合相色谱法	366
8.3.8	离子色谱法	369
8.3.9	凝胶色谱法	371
8.3.10	高效液相色谱法的应用	375
8.4	平面色谱法	375
8.4.1	平面色谱法概述	375
8.4.2	平面色谱系统	377
8.4.3	平面色谱法技术	382
8.5	其他色谱方法	393
8.5.1	超临界流体色谱法	393
8.5.2	毛细管电泳和毛细管电色谱法	394
8.5.3	亲和色谱法	394
8.5.4	激光色谱法	395
	参考文献	395
9	其他谱学分析方法	397
9.1	质谱法	397
9.1.1	质谱法概述	397
9.1.2	质谱法研究的内容	397
9.1.3	质谱仪器	399
9.1.4	典型质谱	400
9.1.5	质谱解析及应用	410
9.2	核磁共振波谱法	412
9.2.1	核磁共振波谱法概述	412
9.2.2	核磁共振波谱仪	415
9.2.3	有机化合物结构与质子核磁共振波谱	416
9.2.4	^{13}C 核磁共振波谱法	422
9.2.5	核磁共振波谱解析及应用	427
9.3	联用技术	428
9.3.1	流动注射联用技术	429
9.3.2	气相色谱联用技术	433
9.3.3	液相色谱联用技术	438
9.3.4	其他联用技术	443
	参考文献	444
10	化学分离富集	446
10.1	沉淀分离	446

10.1.1	影响沉淀生成的因素	446
10.1.2	分级沉淀	447
10.1.3	共沉淀	447
10.1.4	均相沉淀	447
10.1.5	常量组分的沉淀分离	448
10.1.6	微量元素的共沉淀分离富集	450
10.2	蒸馏与挥发	451
10.2.1	蒸馏	452
10.2.2	挥发分离	452
10.3	溶剂萃取	454
10.3.1	溶剂萃取体系的类型	454
10.3.2	提高萃取率及选择性的方法	454
10.3.3	常用萃取体系	457
10.4	离子交换与吸附	471
10.4.1	离子交换剂	471
10.4.2	离子交换树脂的类型	472
10.4.3	离子交换分离方式	472
10.4.4	离子交换分离的应用	473
10.4.5	吸附分离及应用	475
10.5	浮选分离	479
10.5.1	离子浮选	480
10.5.2	沉淀浮选	480
10.5.3	溶剂浮选	481
	参考文献	482
	附录	483
附录 1	元素的相对原子质量	483
附录 2	化学中常用量和法定计量单位	484
附录 3	标准筛目	487
附录 4	玻璃量器的容量允差与校正	489
附录 5	物体高温的估测	492
附录 6	常用溶剂及熔剂的性质	492
附录 7	常用试剂的提纯	493
附录 8	标准储备溶液的配制	496
附录 9	一些特殊实验用品的制备	499

1

分析化学基础知识

1.1 分析用纯水的制备及检定

1.1.1 分析用纯水的制备

1.1.1.1 蒸馏法

实验室中制取蒸馏水多用内阻加热蒸馏设备或硬质玻璃蒸馏器。制取高纯水，则需用银质、金质、石英或聚四氟乙烯蒸馏器。近年来出现的一种新型石英亚沸蒸馏器特别适合于制备高纯水。其特点是在液面上方加热，使液面始终处于亚沸状态，可将水蒸气带出的杂质量减至最低。

制备蒸馏水时，将最初蒸馏出的约 200mL 水弃去，蒸至剩下 1/4 原体积的水时停止蒸馏，只收集中间的馏分。蒸馏一次的称为普通蒸馏水，用来洗涤一般的玻璃仪器和配制普通实验溶液。蒸馏两次或三次的称为二次或三次蒸馏水，用于要求较高的实验。但是，实践表明，太多次地重复蒸馏无助于水质的进一步提高。这是因为水质会受到低沸点杂质、空气中的 CO_2 、器皿的溶解性等诸多因素的影响。

几种特殊要求的纯水的制备方法如下。

(1) **pH \approx 7 的高纯水** 在第一次蒸馏时，加入 NaOH 和 KMnO_4 ，第二次蒸馏加入磷酸（除 NH_3 ），第三次用石英蒸馏器蒸馏（除去痕量碱金属杂质）。在整个蒸馏过程中，要避免水与大气直接接触。

(2) **不含金属离子的纯水** 在 1L 蒸馏水中，加 2mL 浓硫酸，然后在硬质玻璃蒸馏器中蒸馏。为消除“暴沸”现象，在蒸馏瓶中放几粒玻璃或几根毛细管。这样制得的纯水含有少量硫酸，可用于金属离子的测定。但对于痕量分析，这种水仍不能满足要求，可用亚沸蒸馏水。

(3) **不含二氧化碳的纯水** 将蒸馏水置于蒸馏瓶中直接加热 30min 即可。制得的水要贮存在装有碱石灰干燥管的瓶内。这种水适于配制 pH 试液、标准缓冲溶液或标准酸等。

(4) **不含有机物的纯水** 在普通蒸馏水中加入少量碱性高锰酸钾或奈氏试剂，在硬质玻璃蒸馏器中蒸馏。电导率为 $1.0 \times 10^{-4} \sim 0.8 \times 10^{-4} \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ 。

(5) 不含氯的纯水 将普通蒸馏水在硬质玻璃蒸馏器中先煮沸再蒸馏，收集中间馏分。

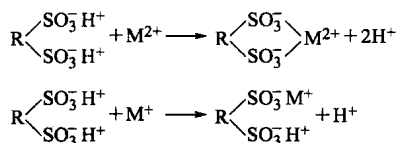
(6) 不含氧的纯水 将蒸馏水在平底烧瓶中煮沸 12h，随即通过玻璃磨口导管与盛有焦性没食子酸的碱性溶液吸收瓶连接起来，冷却后使用。

(7) 不含酚、亚硝酸和碘的水 在蒸馏水中加入氢氧化钠，使呈碱性，再用硬质玻璃蒸馏器蒸馏。也可用活性炭制备不含酚的水。在 1L 水中加 10~20mg 活性炭，充分振荡后，用三层定性滤纸过滤两次，除去活性炭。

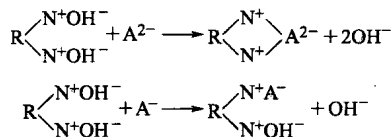
1.1.1.2 离子交换法

利用阴、阳离子交换树脂上的 OH^- 和 H^+ 可分别与溶液中其他阴、阳离子交换的方法制备高纯水，即去离子水。其交换反应如下。

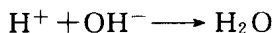
通过强酸性阳离子交换树脂时，



通过强碱性阴离子交换树脂时，



两次交换生成的等量的 H^+ 和 OH^- ，结合成水：



采用此法的优点在于制备的水量大、成本低、除去离子的能力强；缺点在于设备及操作较复杂，不能除去非电解质杂质，而且尚有微量树脂溶在水中。现将其方法简介如下。

(1) 树脂的选择及装柱 用离子交换法制取纯水，有两种离子交换树脂：一种是阳离子交换树脂，一般采用强酸性阳离子交换树脂，如上海树脂厂的 732 型；另一种是阴离子交换树脂，一般采用强碱性阴离子交换树脂，如上海树脂厂的 717 型、711 型。树脂的粒度在 16~50 目均可。

如果市售的阳离子交换树脂是氢型，阴离子交换树脂是氢氧型，那么树脂经反复漂洗，再除去其中水溶性杂质、灰尘、色素等后装入交换柱即可使用。如果分别为钠型和氯型，应加以处理转为氢型和氢氧型后才能使用，处理方法如下。

① 漂洗 将新树脂放入盆中，用自来水（或普通水）反复漂洗，除去其中的色素、水溶性杂质、灰尘等，直至洗出液不浑浊为止，并用蒸馏水浸泡 24h。

② 醇浸泡 当蒸馏水中无明显混悬物时，将水排尽，加入 95% 的乙醇浸没树脂层，搅拌摇匀浸泡 24h，以除去醇溶性杂质。将乙醇排尽，再用自来水洗至无

色、无醇味为止。

③ 酸碱反复处理 阳离子交换树脂，加入 7% 的盐酸，没过树脂，放置 2~3h，将盐酸排尽，用水洗至 pH 值为 3~4。再用 80g/L 的氢氧化钠溶液按上法操作，用水洗至 pH 值为 9~10。再用 7% 的盐酸浸泡 4h，不时搅拌，浸泡完之后，将盐酸排尽，用蒸馏水反复洗至 pH 值约为 4。阴离子交换树脂，加入 80g/L 的氢氧化钠溶液，操作方法同阳离子交换树脂，洗至 pH 值为 9~10。再用 7% 的盐酸，同上法操作，洗至 pH 值为 3~4。再用 80g/L 的氢氧化钠溶液浸泡 4h，不时搅拌，浸泡完之后，将氢氧化钠排尽，用蒸馏水洗至 pH 值约为 8。

经过处理的新树脂，就可以装入交换柱内。但交换柱在装入树脂之前，必须用铬酸洗涤液浸泡 4h，以除去杂质和油污，然后用自来水冲洗，再用去离子水冲洗干净，即可装入树脂。交换柱中先注水至半柱高，将树脂和水一起倒入柱中。装柱时应注意，柱中水不能漏干，否则树脂间形成空气泡，影响交换量和流速。

树脂用量按体积计算，一般阴离子交换树脂为阳离子交换树脂的 1.5~2 倍，树脂装柱高度相当于柱直径的 4~5 倍为宜。交换柱有几种连接方式。一般的连接方式是：强酸性阳离子交换树脂柱→强碱性阴离子交换树脂柱→混合树脂柱。装好后即可生产去离子水。

(2) 树脂的再生 树脂的再生与处理方法基本相同。再生方法有两种，即动态再生和静态再生。它们大体分为四个过程：逆洗→再生→洗涤→运行。

① 逆洗 即水从交换柱底部进入，从上面排出，其目的是将被压紧的树脂层抖松，排除树脂碎粒及其他杂质等，以利于再生。逆洗时间一般约 30min，以洗出水不浑浊、清澈透明为合格。逆洗混合柱的时间要长一些，使阴、阳离子交换树脂分开。如果分不开，可将混合树脂倒入 200g/L 的氯化钠溶液中，利用阴、阳离子交换树脂相对密度不同将它们分开。阴离子交换树脂浮在溶液上面，阳离子交换树脂沉在底部。分开以后再按处理阴、阳离子交换树脂柱同样的过程处理。

② 再生 对于逆洗后的阳离子交换树脂柱，用 5%~7% 的盐酸溶液从柱的顶部注入，缓缓流经阳离子交换树脂（流速 50~60mL/min），直到检查流出液中酸的浓度与加进去的酸的浓度差不多时为止（约 1h）。

对于逆洗后的阴离子交换树脂柱，用 6mL 0~80g/L 的氢氧化钠溶液，从柱的顶部注入，缓缓流经阴离子交换树脂（流速 50~60mL/min），直到检查流出液中碱的浓度与加进去的碱的浓度差不多时为止（约 1.5h）。

③ 洗涤 交换柱经再生之后，需将柱中多余的再生剂淋洗干净。阳离子交换柱的淋洗用去离子水。开始时的流速同再生流速，待柱中大部分酸被替换出后，流速可加快至 80~100mL/min。淋洗终点可用 pH 试纸检查，洗至 pH=3~4 为终点（或用水质纯度仪，测得比较恒定的比电阻为终点）。也可用其他方法控制终点。

阴离子交换柱用去离子水（或用通过阳离子交换树脂的水）淋洗，待柱中大部分碱液被替换出后，流速可加快至 80~100mL/min。淋洗终点可用 pH 试纸检查，

洗至 $\text{pH}=8\sim 9$ 为止, 或用酚酞指示液显微红色为止。也可用水质纯度仪, 当测得比较恒定的比电阻时即为终点。

④ 运行 淋洗好的交换柱按阴离子交换柱→阳离子交换柱→混合交换柱串联起来, 接通水源, 水从每个交换柱的顶部注入, 进行生产去离子水。

如果是用小型柱制备去离子水, 可参照上述步骤以静态再生, 然后装柱再按动态步骤淋洗到合格的去离子水为止。

(3) 注意事项

① 离子交换树脂一般可反复再生使用数年仍有效, 但在使用时树脂的温度不得超过 50°C , 也不宜长时间与高浓度的强氧化剂接触, 否则会加速树脂的破坏, 缩短离子交换树脂使用时间。

② 在处理离子交换树脂时, 每一个步骤都必须严格按照所规定的条件进行, 特别要注意控制其流速及各个步骤的 pH 值, 流速不能太快。

③ 树脂长期使用后出现部分受到污染或中毒等情况, 可用 200g/L 氯化钠溶液浸泡 12h , 并按新树脂处理方法, 用醇浸泡、酸碱反复处理 $1\sim 2$ 次, 然后转型即可消除污染等影响。如果树脂中含有铁、钙, 需用酸处理到用 0.1mol/L 硫氰酸铵检查至铁不显红色及无钙反应时为止。

1.1.1.3 电渗析法

电渗析设备由阴离子交换膜、阳离子交换膜和浓缩室、稀释室交替排列组成隔室。它是在外加直流电场的作用下, 利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中的溶质和溶剂分离, 从而达到净化水的目的。

电渗析法的脱盐率在 $95\%\sim 99\%$, 适用于要求不是很高的分析工作。在实验室中通常把电渗析作为离子交换水的前处理, 以延长离子交换树脂的使用周期。

1.1.1.4 反渗透法

在对溶剂有选择性透过功能的膜两侧, 放置浓度不同的溶液, 当两侧静压力相等时, 则由于溶液浓度不相等, 渗透压不相等, 溶剂会从稀溶液侧透过膜到浓溶液侧, 这种现象称为渗透现象。当膜两侧的静压差大于浓缩液的渗透压差时, 溶剂会从浓溶液的一侧透过膜流到稀溶液的一侧, 这种现象称为反渗透现象。

反渗透分离物质的粒径在 $0.001\sim 0.01\mu\text{m}$, 一般为相对分子质量小于 500 的低分子。操作压力为 $1\sim 10\text{MPa}$ ($10\sim 100\text{atm}$)。反渗透膜一般是表面与内部构造不同的非对称膜, 分为无机膜和有机膜。在纯水制备技术中, 广泛采用反渗透作为预脱盐的主要工序, 它的脱盐率在 90% 以上, 可减轻离子交换树脂的负荷, 反渗透能有效地去除细菌等微生物及铁、锰、硅等无机物, 因而可减轻这些杂质引起的离子交换树脂的污染。其缺点是装置的价格较贵, 需要高压泵及高压管路, 源水只有 $50\%\sim 75\%$ 被利用。

1.1.1.5 超滤和微孔过滤法

高纯水系统的后处理，多采用膜过滤或超滤来截留水中的颗粒。超滤是一种筛孔分离过程，截留的颗粒粒径范围为 $0.001\sim 5\mu\text{m}$ ，相当于相对分子质量为 500 的各种微粒、胶体、有机物、细菌等物质，但不能截留无机离子。超滤膜是一种不对称半透膜，常用的有醋酸纤维素膜和聚砜膜。操作压力一般为 $0.2\sim 0.4\text{MPa}$ ($2\sim 4\text{kgf/cm}^2$)。

微孔过滤又称为精密过滤。微孔滤膜具有较整齐、均匀的多孔结构，小于膜孔的粒子通过滤膜，大于膜孔的粒子被拦截在膜上。孔径 $3\sim 20\mu\text{m}$ 的微孔滤膜用于制水的前处理， $0.22\mu\text{m}$ 及 $0.45\mu\text{m}$ 的滤膜用于制高纯水的最后一级过滤。微孔滤膜最常用的有：亲水性好的醋酸纤维素膜，耐酸的聚酰胺膜，耐高温、耐强碱及各种溶剂的聚四氟乙烯膜。

1.1.2 水质的检定

1.1.2.1 物理方法

利用电导率仪或兆欧表测定水的电阻率是最简便而又实用的方法。水的电阻率越高，表示水中的离子越少，即水的纯度越高。通常离子交换水的电阻率 ρ 在 $0.5\sim 1\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上时，即可满足日常化学分析的要求。对于要求较高的分析工作，水的电阻率应更高。表 1-1 列出了各级水的电阻率。

表 1-1 各级水的电阻率

水的类型	电阻率 $\rho/\Omega\cdot\text{cm}(25^\circ\text{C})$	水的类型	电阻率 $\rho/\Omega\cdot\text{cm}(25^\circ\text{C})$
自来水	1900	复床离子交换水	2.5×10^5
一次蒸馏水(玻璃)	3.5×10^5	混床离子交换水	12.5×10^6
三次蒸馏水(石英)	1.5×10^6	炭吸附剂,混床离子交换树脂和膜滤器制水	$15\times 10^6\sim 18\times 10^6$
28次蒸馏水(石英)	16×10^6	绝对水(理论最大电阻率)	18.3×10^6

1.1.2.2 化学方法

(1) pH 值 取两只试管，各加入水样 10mL。甲试管加 2g/L 甲基红（变色范围为 $\text{pH}=4.2\sim 6.3$ ）溶液 2 滴，不得显红色，于乙试管中滴加 2g/L 溴百里酚蓝（变色范围 $\text{pH}=6.0\sim 7.6$ ）溶液 5 滴，不得显蓝色。

(2) 硅酸盐的检验 取 30mL 水样于一小烧杯中，加硝酸 (1+3) 5mL 和 50g/L 钼酸铵溶液 5mL，室温下放置 5min（或水浴上放置 30s），加入 100g/L 亚硫酸钠溶液 5mL，摇匀，目视是否有蓝色，如有蓝色，则不合格。

(3) 氯离子的检验 取水样 30mL 于试管中，加 5% 的硝酸 5 滴酸化，加 10g/L 硝酸银溶液 5~6 滴，目视有无白色乳状物，如有白色乳状物，则不合格。

(4) 钙离子的检验 取水样 30mL 于小烧杯中，加 50g/L 氢氧化钾溶液 5mL，