

国家级精品课程配套教材

仪器分析实验

(第二版)

张剑荣 余晓冬 屠一锋 方惠群/编

 科学出版社
www.sciencep.com

国家级精品课程配套教材

仪器分析实验

(第二版)

张剑荣 余晓冬 屠一锋 方惠群 编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书为国家级精品课程配套教材,按照 2005 年教育部化学教学指导委员会制定的《化学专业实验教学基本内容》和当前教学改革的要求而修订。本书注重培养学生的动手能力及发现问题、分析问题、解决问题的能力,努力贯彻以学生为本,实现知识、能力、素质协调发展的实验教育理念和教学观念。

本书共 19 章,包括实验室一般知识、原子发射光谱法、原子吸收光谱法与原子荧光光谱法、紫外-可见分光光度法、红外光谱法、分子荧光光谱法、核磁共振波谱法、质谱法、X 射线衍射分析法、库仑分析法、电位分析法、极谱法和伏安法、纳米修饰电极及其分析应用、扫描电化学显微镜、气相色谱法、高效液相色谱法、高效毛细管电泳分析法、分析化学中的质量控制与统计分析、设计实验,共编入基本实验 52 个、设计实验题目 14 个。每章均扼要介绍本章实验涉及的基本原理、相关的仪器及使用方法。

本书可作为综合性大学、师范院校、工、农、医等院校有关专业的实验教材,也可供从事分析、检验工作的科技工作人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验/张剑荣等编. —2 版. —北京:科学出版社,2009
(国家级精品课程配套教材)

ISBN 978-7-03-024194-8

I. 仪… II. 张… III. 仪器分析—实验—高等学校—教材
IV. O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 030734 号

责任编辑:杨向萍 陈雅娴 丁 里 / 责任校对:张怡君
责任印制:张克忠 / 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>

涿海印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

1999 年 6 月第 一 版 开本:B5(720×1000)

2009 年 3 月第 二 版 印张:18 3/4

2009 年 3 月第八次印刷 字数:372 000

印数:15 001—18 500

定价:30.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换(环伟))

第二版前言

本书第一版自 1999 年出版以来已使用了近 10 年。在这近 10 年中,我国高等教育得到了前所未有的发展,实验条件普遍改善,部分院校硬件设施已达国际水平,但与此相比,实验教学内容建设显得相对滞后。为了适应当前创新性人才培养的需要,按照 2005 年教育部化学教学指导委员会制定的《化学专业实验教学基本内容》和当前教学改革的需要,拟订本版修订思路和重点:

(1) 在每章的编排上,仍然先扼要地介绍本仪器分析方法的原理、仪器的结构和使用方法,使学生即使未上理论课也可以顺利地进行实验,掌握分析方法。但在实验内容选取上,则考虑增加贴近生活、贴近实际,激发学生兴趣的实验项目建设;同时吸收当今热点研究课题内容,加大科研成果转化为教学实验的力度,以启迪学生的探索精神;加强设计性和研究性实验项目的建设,以训练学生的科学思维和科学方法。

(2) 增加三章涉及新分析技术的内容:①高效毛细管电泳分析法;②扫描电化学显微镜;③纳米修饰电极及其分析应用。删去“电导分析法”和“文献实验”两章的内容。

(3) 加强设计实验一章的内容。

(4) 为了吸取兄弟院校的教改成果和扩大本教材使用面,特邀请苏州大学屠一锋教授编写部分内容。

本书努力贯彻以学生为本,实现知识、能力、素质协调发展的实验教育理念和教学观念。

参加本版修订编写工作的有张剑荣、方惠群、余晓冬、屠一锋、夏兴华、徐静娟。全书由张剑荣教授、方惠群教授修改定稿。南京大学化学化工学院分析化学学科的许多教师曾先后参加本实验课程的教学,对本书的建设作出了贡献。在此对曾参加本书建设的史坚、戚苓、翁筠蓉及参加部分实验工作的梁同明、朱玉华、丁涛、卞宁生等同志谨致衷心的感谢。

限于编者水平,书中缺点、错误在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

2008 年 10 月

第一版前言

分析化学是表征和测量的科学,包括化学分析和仪器分析。仪器分析方法与化学分析相比,发展更快。目前,在科学研究、工农业生产、医学、药物和环境等部门中,所遇到的大部分表征与测量任务已由仪器分析承担。鉴于仪器分析的方法和内容迅速增加,重要性日益突出,“仪器分析”和“仪器分析实验”已列为各高等院校化学类及其相关专业的公共基础课。虽然仪器分析实验的内容在教学实践中得到了不断的修改和充实,但仍不能满足培养人才和科技发展的需要。按照原高等学校理科化学专业分析化学教材编审小组于1986年修订的综合性大学化学专业《仪器分析教学大纲》和当前教学改革的需要,我们在多年教学实践和总结的基础上,编写这本《仪器分析实验》。在编写过程中,首先,力求使实验课教学逐渐摆脱过去完全对理论课的依附,在每一章中,先扼要地介绍本仪器分析方法的原理、仪器和使用方法,使学生即使未上理论课也可以顺利地进行实验,掌握分析方法。其次,注重培养学生分析问题和解决问题的能力,因此在教材中安排了三个层次的实验,即基本实验、设计实验和外文文献实验。基本实验中有理论验证性实验和反映化学理论应用的实际样品分析实验。设计实验是学生在完成教学要求的基本实验的基础上,自选题目,在教师指导下,通过查阅文献资料,独立地拟定实际样品的分析方法和实验步骤,完成实验并写出报告。外文文献实验是训练学生阅读和应用外文文献进行实验的能力。

全书共十八章,包括实验室一般知识、原子发射光谱法、原子吸收与荧光光谱法、紫外-可见分光光度法、红外光谱法、分子荧光光谱法、核磁共振波谱法、质谱法、X衍射分析法、电导分析法、库仑分析法、电位分析法、极谱和伏安分析法、气相色谱法和高效液相色谱法,以及分析化学中的质量控制和统计分析、外文文献实验和设计实验。全书共有基本实验五十个,外文文献实验九个,设计实验十一个,这些实验可供教师与学生根据实际需要选择使用。

参加本书编写的有张剑荣、戚苓、方惠群。南京大学化学系分析化学教研室的许多教师曾先后参加本实验课程的教学,对本教材的建设作出了许多贡献。在此对曾参加《化学分析和仪器分析实验》一书中仪器分析实验内容编写的史坚教授、翁筠蓉副教授以及参加部分实验工作的叶蕾、梁同明、卞宁生、丁涛等同志,谨致衷心的感谢。

限于编者水平,书中缺点、错误在所难免,恳请读者批评指正。

编者

1998年9月

目 录

第二版前言

第一版前言

第 1 章 实验室一般知识	1
1.1 分析实验室规则	1
1.2 实验室安全规则	2
1.3 分析实验室用水的规格和制备	3
1.3.1 分析实验室用水的规格	3
1.3.2 水纯度的检查	4
1.3.3 水纯度分析结果的表示	4
1.3.4 各种纯度水的制备	5
1.4 常用玻璃器皿的洗涤	6
1.4.1 洗涤方法	6
1.4.2 常用洗液的配制	7
1.5 化学试剂	7
1.5.1 化学试剂的级别	7
1.5.2 试剂的保管和使用	8
1.5.3 常用试剂的提纯	9
1.6 分析试样的准备和分解	11
1.6.1 分析试样的准备	11
1.6.2 试样的保存	13
1.6.3 试样的分解	13
1.7 特殊材料的使用	16
1.7.1 铂、金和银	16
1.7.2 碳	17
1.7.3 汞	17
1.7.4 石英和玛瑙	17
1.7.5 聚四氟乙烯	17
1.7.6 坩埚材料	18
1.8 气体钢瓶的使用及注意事项	18
1.8.1 常用气体钢瓶的国家标准规定	18

1.8.2 使用钢瓶注意事项	20
第2章 原子发射光谱法	21
2.1 基本原理	21
2.2 发射光谱分析仪器	21
2.2.1 光源	22
2.2.2 光谱仪	23
2.2.3 光谱观测设备	29
2.3 光谱底板的选择和暗室处理	31
2.3.1 光谱底板的选择	31
2.3.2 暗室处理	32
实验一 发射光谱定性分析	32
实验二 发射光谱半定量分析	35
实验三 电感耦合等离子发射光谱法测定人发中微量铜、铅、锌	37
第3章 原子吸收光谱法与原子荧光光谱法	40
3.1 原子吸收光谱法	40
3.1.1 基本原理	40
3.1.2 原子吸收分光光度计	41
3.2 原子荧光光谱法	45
3.2.1 基本原理	45
3.2.2 原子荧光光度计	46
实验四 原子吸收光谱法测定最佳实验条件的选择	48
实验五 原子吸收光谱法测定的干扰及其消除	51
实验六 原子吸收光谱法测定自来水中钙和镁	53
实验七 原子吸收光谱法测定豆乳粉中铁、铜、钙	54
实验八 石墨炉原子吸收光谱法测定血清中的铬	56
实验九 冷原子荧光法测定废水中痕量汞	58
第4章 紫外-可见分光光度法	60
4.1 基本原理	60
4.1.1 吸收光谱的产生	60
4.1.2 紫外吸收光谱与分子结构的关系	61
4.1.3 光的吸收定律	62
4.2 紫外-可见分光光度计及分析技术	62
4.2.1 仪器结构原理	62
4.2.2 仪器类型和使用方法	64
4.2.3 常用分析技术	66

实验十 分光光度法测定水中总铁	67
实验十一 光化学还原-分光光度法连续测定 $\text{Fe}(\text{II})$ 和 $\text{Fe}(\text{III})$	70
实验十二 分光光度法测定铬和钴的混合物	73
实验十三 分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	75
实验十四 分光光度法测定酸碱指示剂的 pK_a	76
实验十五 分光光度法测定磺基水杨酸合铁的组成和稳定常数	79
实验十六 有机化合物的吸收光谱及溶剂的影响	81
第 5 章 红外光谱法	84
5.1 基本原理	84
5.1.1 分子振动的类型	84
5.1.2 基团频率	85
5.2 红外光谱仪	88
5.3 红外光谱分析试样制备	89
5.3.1 气体样品	90
5.3.2 液体样品	90
5.3.3 固体样品	90
5.3.4 红外光谱分析技术	91
实验十七 红外光谱法测定有机化合物结构	92
实验十八 醛和酮的红外光谱	94
实验十九 红外光谱的校正——薄膜法聚苯乙烯红外光谱的测定	95
实验二十 红外光谱法定量测定苯酚类羟基	96
第 6 章 分子荧光光谱法	99
6.1 基本原理	99
6.1.1 荧光的产生	99
6.1.2 激发光谱和荧光光谱	99
6.1.3 荧光的影响因素	99
6.1.4 荧光强度与浓度的关系	100
6.2 荧光分析仪器	101
6.2.1 光源	101
6.2.2 滤光片和分光器	102
6.2.3 检测器	102
6.2.4 荧光分光光度计	102
6.3 荧光分析技术	103
6.3.1 激光荧光分析	103

6.3.2 时间分辨荧光分析	103
6.3.3 同步荧光分析	103
实验二十一 奎宁的荧光特性和含量测定	103
实验二十二 荧光法测定乙酰水杨酸和水杨酸	105
第7章 核磁共振波谱法	108
7.1 基本原理	108
7.2 核磁共振波谱仪	111
7.2.1 连续波核磁共振波谱仪	111
7.2.2 傅里叶变换核磁共振波谱仪	113
7.2.3 NMR 仪器使用方法	114
实验二十三 核磁共振波谱法测定化合物的结构	115
第8章 质谱法	117
8.1 基本原理	117
8.1.1 质谱仪的工作原理	117
8.1.2 质谱仪的基本结构	118
8.1.3 质谱仪的主要性能指标	120
8.2 质谱法的应用	120
实验二十四 液-质联用法测定蜂蜜中氯霉素残留量	128
第9章 X射线衍射分析法	133
9.1 基本原理	133
9.2 X射线衍射仪器	134
9.2.1 X射线发生装置	134
9.2.2 测角仪	135
9.2.3 计数管与记录装置	136
9.2.4 X射线衍射仪操作方法	136
实验二十五 X射线粉末衍射法	137
第10章 库仑分析法	139
10.1 基本原理	139
10.2 库仑滴定指示终点的方法和应用	140
实验二十六 库仑滴定测定硫代硫酸钠的浓度	142
实验二十七 库仑滴定测定 8-羟基喹啉的浓度	143
第11章 电位分析法	146
11.1 基本原理	146
11.1.1 参比电极	146

11.1.2 指示电极	147
11.1.3 电位分析方法	148
11.2 离子计和自动电位滴定仪	152
11.2.1 离子计	152
11.2.2 自动电位滴定仪	153
实验二十八 氟离子选择电极测定氟	154
实验二十九 电位滴定法测定弱酸离解常数	158
第 12 章 极谱法和伏安法	160
12.1 基本原理	160
12.1.1 直流极谱法	160
12.1.2 单扫描极谱法	163
12.1.3 循环伏安法	164
12.1.4 脉冲极谱法	165
12.1.5 溶出伏安法	165
12.2 伏安(极谱)分析仪	165
12.2.1 电化学工作站	165
12.2.2 示波极谱仪	166
12.2.3 自动伏安(极谱)分析系统	167
12.2.4 伏安(极谱)分析仪的使用	167
12.3 伏安(极谱)分析的发展	168
12.3.1 提高伏安(极谱)分析灵敏度的方法	168
12.3.2 有机化合物及药物的伏安(极谱)分析	168
12.3.3 伏安(极谱)分析在生命科学研究中的应用	169
实验三十 极谱法测定扩散系数和半波电位	169
实验三十一 单扫描极谱法测定铜	171
实验三十二 循环伏安法判断电极过程	173
实验三十三 阳极溶出伏安法测定镉	175
第 13 章 纳米修饰电极及其分析应用	177
13.1 纳米材料及其制备	177
13.1.1 纳米材料的性质	177
13.1.2 纳米材料的制备方法	178
13.2 纳米修饰电极	179
13.2.1 纳米修饰电极的制备	179
13.2.2 纳米修饰电极的表征	181

实验三十四 普鲁士蓝薄膜修饰电极的制备及单扫描伏安法测定钾·····	182
实验三十五 金纳米修饰电极对生物小分子电化学性质的影响·····	184
实验三十六 纳米修饰电极在免疫分析中的应用·····	186
第 14 章 扫描电化学显微镜 ·····	190
14.1 SECM 基本原理·····	190
14.1.1 反馈模式·····	190
14.1.2 产生/收集模式·····	193
14.2 扫描电化学显微镜·····	193
14.2.1 电化学部分·····	194
14.2.2 三维定位装置·····	195
14.2.3 计算机·····	195
14.3 SECM CHI 910B 主要性能指标及使用方法·····	196
14.3.1 SECM CHI 910B 主要性能指标·····	196
14.3.2 SECM CHI 910B 使用方法·····	196
14.4 SECM 的一些应用·····	197
14.4.1 SECM 成像·····	197
14.4.2 膜与多孔材料中的物质转移·····	198
14.4.3 电化学微加工·····	199
14.4.4 SECM 在生物领域的应用·····	199
14.4.5 电场耦合成像·····	201
实验三十七 微电极的制作与电化学表征·····	202
实验三十八 探针逼近曲线及探针-基底距离的计算·····	204
实验三十九 扫描电化学显微镜成像技术·····	205
第 15 章 气相色谱法 ·····	208
15.1 基本原理·····	208
15.2 气相色谱仪·····	208
15.2.1 载气及进样系统·····	209
15.2.2 色谱柱·····	210
15.2.3 检测器·····	211
15.2.4 记录器·····	211
15.3 气相色谱仪的使用·····	212
15.3.1 1890 II 型气相色谱仪·····	212
15.3.2 Varian CP3800 气相色谱仪·····	217
15.4 色谱数据处理机·····	219

15.4.1 C-R6A 色谱数据处理机操作面板简介	219
15.4.2 C-R6A 色谱数据处理机的基本操作方法	223
实验四十 气-液色谱柱的制备	227
实验四十一 流动相速度对柱效的影响	228
实验四十二 氢火焰离子化检测器性能的测试	230
实验四十三 内标法分析低度大曲酒中的杂质	232
实验四十四 毛细管色谱仪的几个实验参数考察	234
实验四十五 程序升温毛细管色谱法分析白酒中若干微量成分的含量 ..	236
第 16 章 高效液相色谱法	239
16.1 基本原理	239
16.2 高效液相色谱仪	240
16.2.1 流动相	240
16.2.2 输液系统	240
16.2.3 进样器	241
16.2.4 色谱柱	241
16.2.5 检测器	241
16.2.6 馏分收集器和记录器	242
16.3 LC-10A 液相色谱仪的使用方法	242
实验四十六 流动相速度对柱效的影响	245
实验四十七 萘、联苯、菲的高效液相色谱分析	246
实验四十八 可乐、咖啡、茶叶中咖啡因的高效液相色谱分析	248
实验四十九 高效液相色谱法测定人血浆中扑热息痛含量	250
实验五十 离子色谱法测定水中阴离子	251
第 17 章 高效毛细管电泳分析法	254
17.1 基本原理	254
17.2 高效毛细管电泳仪	256
实验五十一 用高效毛细管电泳分析法测定自来水中阴离子的含量	257
第 18 章 分析化学中的质量控制与统计分析	260
18.1 质量控制分析原理	260
18.1.1 质控图的构成	260
18.1.2 质控图的分析	263
18.2 方差分析	264
18.3 质量控制和统计分析应用举例	265
实验五十二 绿色植物叶子中叶绿素含量测定的质量控制和统计分析 ..	269

第 19 章 设计实验	274
19.1 设计实验教学安排.....	274
19.2 常用书刊、手册和电子资源	275
19.2.1 教材	275
19.2.2 辞典、全书、手册和图集	275
19.2.3 期刊	276
19.2.4 电子资源	278
参考文献	283

第 1 章 实验室一般知识

1.1 分析实验室规则

(1) 实验前应准备一本预习报告本,认真进行预习,并撰写预习报告,内容包括:实验目的要求、基本原理、简单的实验步骤、实验中注意事项。做好实验安排,对将要进行的实验做到心中有数。

(2) 爱护仪器设备,对不熟悉的仪器设备应先仔细阅读仪器的操作规程,听从教师指导。未经允许不可随意动手,以防损坏仪器。

(3) 实验过程中保持安静,正确操作,细致观察,认真记录,周密思考。遵守实验室安全规则,保持室内整洁,随时保持实验台面干净、整齐。火柴梗、废纸等杂物丢入废物缸内。实验中有毒的废液、固体废物等要分类回收,按照有关要求自行或请相关专业公司进行无害化处理。注意节约使用水、电、煤气等,不要浪费。

(4) 实验记录应如实反映实验的情况,通常应按一定格式书写。所有的原始数据都应一边实验一边准确地记录在报告本上,不要等到实验结束后才补记,更不要将原始数据记录在草稿本、小纸片或其他地方。记录本应预先编好页码,不应撕毁其中的任何一页。必须养成实事求是的科学态度,不凭主观意愿删去不好的数据,更不得随意涂改。若数据记录有误,可将错误的数字轻轻画一道杠,将正确的数据记在旁边,切不可乱涂乱改或用橡皮擦拭。任何随意拼凑、杜撰原始数据的做法都是不允许的。另外,注意所记录原始数据的有效数字应与使用的仪器精度一致。

(5) 实验报告一般应包括以下内容:①姓名;②实验项目、日期;③实验目的要求,简要原理及主要实验步骤;④实验数据原始记录;⑤结果处理,包括图、表、计算公式及实验结果;⑥实验总结。

(6) 实验结束后,应立即将玻璃器皿洗刷干净,仪器复原,填写使用登记卡,整理实验台面,将实验报告及时交给教师。

(7) 值日生应登记国家管制化学药品的使用情况,协助实验室管理人员对国家管制化学药品及其实验中产生的有害物进行妥善处置,并认真打扫实验室,关闭水、电、煤气、窗、门,方可离开实验室。

1.2 实验室安全规则

(1) 不得在实验室内吸烟、进食或喝饮料。

(2) 浓酸和浓碱具有腐蚀性,配制溶液时,应将浓酸注入水中,而不得将水注入浓酸中。

(3) 从瓶中取用试剂后,应立即盖好试剂瓶盖。绝不可将取出的试剂或试液倒回原试剂或试液储存瓶内。

(4) 妥善处理实验中产生的有害固体或液体废弃物。应按照废弃物形态或污染性质分类回收,然后根据《危险废物储存污染控制标准》(GB 18597—2001)、《危险废物焚烧污染控制标准》(GB 18484—2001)、《危险废物填埋污染控制标准》(GB 18598—2001)等国家标准自行或委托相关专业公司进行储存、焚烧、填埋等处理。实验室中通过下水道排放的废液需要经过科学处理,并且符合《地面水环境质量标准》(GB 3838—2002) V类水质标准。

(5) 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品使用时应特别小心。氰化物不能接触酸,否则产生 HCN,剧毒!氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化铁盐,然后倒入回收器皿中。 H_2O_2 能腐蚀皮肤。接触过化学药品应立即洗手。

(6) 将玻璃管、温度计或漏斗插入塞子前,用水或适当的润滑剂润湿,用毛巾包好再插,两手不要分得太开,以免玻璃管等折断划伤手。

(7) 闻气味时应用手小心地将气体或烟雾扇向鼻子。取浓 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 、 HClO_4 等易挥发的试剂时,应在通风橱内操作。开启瓶盖时,绝不可将瓶口对着自己或他人的面部。夏季开启瓶盖时,最好先用冷水冷却。如不小心溅到皮肤和眼内,应立即用水冲洗,然后用 5% 碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或 5% 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗,最后用水冲洗。

(8) 使用有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)时,一定要远离火焰和热源。用后应将瓶塞盖紧,放在阴凉处保存。

(9) 下列实验应在通风橱内进行:①制备或反应产生具有刺激性的、恶臭的或有毒的气体(如 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 、 HF 等);②加热或蒸发 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 或 H_3PO_4 等溶液;③溶解或消化试样。

(10) 如化学灼伤应立即用大量水冲洗皮肤(必要时启用紧急喷淋装置),同时脱去污染的衣服;眼睛受化学灼伤或异物入眼,应立即将眼睁开,用大量水冲洗(启用洗眼器),至少持续冲洗 15 min;如烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

(11) 进行加热操作或激烈反应时,实验人员不得离开。

(12) 使用电器设备时应特别小心,不能用湿的手接触电闸和电器插头。凡是漏电的仪器不要使用,以免触电。

(13) 使用精密仪器时,应严格遵守操作规程,仪器使用完毕后,将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置,关闭电源。

(14) 发生事故时保持冷静,采取应急措施,防止事故扩大,如切断电源、气源等,并报告教师。

1.3 分析实验室用水的规格和制备

分析实验室用于溶解、稀释和配制溶液的水都必须先经过纯化。分析要求不同,对水质纯度的要求也不同,故应根据不同要求采用不同纯化方法制备纯水。

一般实验室用的纯水有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。

1.3.1 分析实验室用水的规格

根据中华人民共和国国家标准 GB/T 6682—1992《分析实验室用水规格和试验方法》的规定,分析实验室用水分为三个级别:一级水、二级水和三级水。分析实验室用水应符合表 1-1 所列规格。

表 1-1 分析实验室用水规格

项 目	一级	二级	三级
pH 范围, 25 °C	—*	—*	5.0~7.5
电导率, κ (mS/m), 25 °C ≤	0.01	0.10	0.50
可氧化物质以(O)计, ρ (O)(mg/L) ≤	—	0.08	0.4
吸光度, 254 nm, 1 cm 光程, A ≤	0.001	0.01	
蒸发残渣(105±2)°C, ρ_B (mg/L) ≤	—	1.0	2.0
可溶性硅以 SiO ₂ 计, ρ (SiO ₂)(mg/L) ≤	0.01	0.02	

* 难以测定,不作规定。

一级水用于有严格要求的分析实验,包括对颗粒有要求的实验,如高效液相色谱用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 0.2 μm 微孔滤膜过滤来制取。

二级水用于无机痕量分析等实验,如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

三级水用于一般化学分析实验。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

为保持实验室使用蒸馏水的纯净,蒸馏水瓶要随时加塞,专用虹吸管内外均应

保持干净。蒸馏水瓶附近不要存放浓 HCl 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 等易挥发试剂,以防污染。通常用洗瓶取蒸馏水。用洗瓶取水时,不要取出塞子和玻璃管,也不要将蒸馏水瓶上的虹吸管插入洗瓶内。

通常普通蒸馏水保存在玻璃容器中,去离子水保存在聚乙烯塑料容器中,用于痕量分析的高纯水(如二次亚沸石英蒸馏水)需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

1.3.2 水纯度的检查

按照国家标准 GB/T 6682—1992 规定的实验方法检查水的纯度是法定的水质检查方法。根据各实验室分析任务的要求和特点,对实验用水也经常采用如下方法进行一些项目的检查:

(1) 酸度。要求纯水的 pH 为 6~7。检查方法是在两支试管中各加 10 mL 待测水,一支试管中加 2 滴 0.1% 甲基红指示剂,不显红色;另一支试管加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂,不显蓝色,即为合格。

(2) 硫酸根。取 2~3 mL 待测水放入试管中,加 2~3 滴 2 mol/L 盐酸酸化,再加 1 滴 0.1% 氯化钡溶液,放置 15 h 无沉淀析出,即为合格。

(3) 氯离子。取 2~3 mL 待测水,加 1 滴 6 mol/L 硝酸酸化,再加 1 滴 0.1% 硝酸银溶液,不产生混浊,即为合格。

(4) 钙离子。取 2~3 mL 待测水,加数滴 6 mol/L 氨水使之呈碱性,再加 2 滴饱和乙二胺溶液,放置 12 h 无沉淀析出,即为合格。

(5) 镁离子。取 2~3 mL 待测水,加 1 滴 0.1% 鞣酐黄及数滴 6 mol/L 氢氧化钠溶液,如有淡红色出现,即有镁离子,如呈橙色则合格。

(6) 铵离子。取 2~3 mL 待测水,加 1~2 滴奈氏试剂,如呈黄色则有铵离子。

(7) 游离二氧化碳。取 100 mL 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 0.1000 mol/L 氢氧化钠溶液至淡红色,1 min 内不消失,即为终点。计算游离二氧化碳的含量。注意,氢氧化钠溶液用量不能超过 0.1 mL。

1.3.3 水纯度分析结果的表示

水纯度的分析结果通常用以下几种方法表示:

(1) 毫克/升(mg/L)。表示每升水中含有某物质的毫克数。

(2) 微克/升($\mu\text{g/L}$)。表示每升水中含有某物质的微克数。

(3) 硬度。我国采用 1 L 水中含有 10 mg 氧化钙作为硬度的 1 度,这与德国标准一致,所以有时也称为 1 德国度。