

水分析化学精讲精练

吴俊森 主编

许文 孙友敏 副主编



化学工业出版社

水分析化学精讲精练

吴俊森 主编

许文 孙友敏 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书作者均是教学第一线的教师，具有多年丰富的教学经验和考研辅导经验。全书共11章，主要内容包括：概论、误差和数据处理、滴定分析概述、酸碱滴定法、配位滴定法、重量分析法和沉淀滴定法、氧化还原滴定法、电位分析法、分光光度法、原子吸收光谱法、气相色谱分析法。书中每章对知识要点都进行了总结，还选编了相应的练习题，并附有参考答案与提示。

本书可作为高等院校给水排水工程、环境、化学、材料、生物、制药等专业的学生学习水分析化学和备考研究生入学考试的参考书，也可供高等学校分析化学教师、分析测试工作者和自学者参考，同时还可作为注册公用设备工程师给水排水工程专业基础考试的复习资料。

图书在版编目 (CIP) 数据

水分析化学精讲精练/吴俊森主编. —北京：化学工业出版社，2009.9
ISBN 978-7-122-06546-9

I. 水… II. 吴… III. 水质分析-分析化学 IV. O661.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 147968 号

责任编辑：左晨燕
责任校对：宋 夏

文字编辑：刘志茹
装帧设计：杨 北

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 装：化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张15¼ 字数388千字 2010年1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：38.00 元

版权所有 违者必究

前 言

本书密切联系现行国家规划的教材,编写内容融理论性、实用性和训练性为一体。对分析过程中的数据处理、误差、四大滴定方法及主要的仪器分析等章节中的基本概念、基本原理、基本知识和基本计算等相关内容和基本知识点进行了归纳整理,对重点、难点内容进行了归纳和深入分析,对相关新技术、新进展进行了补充,同时也归纳了每章主要的计算公式。本书可作为高等院校给水排水工程、环境、化学、材料、生物、制药等专业的学生学习水分析化学和备考研究生入学考试的参考书,也可供高等学校分析化学教师、分析测试工作者和自学者参考,同时还可作为注册公用设备工程师给水排水工程专业基础考试的复习资料。

在水分析化学课程的教与学过程中,习题演算及解答是提高独立分析问题、解决问题的能力 and 掌握教材内容的必要手段。本书编者广泛参阅国内主要知名院校的教材习题和历年考研题并精心选编加工成各章练习题,练习题题型包括名词解释、简答题、选择题(单选和多选)、填空题、计算题等,并给出参考答案与提示。希望读者在本书练习的基础上,能进一步理解并巩固所学的理论知识,掌握解题技巧,提高化学思维和素质。

本书由吴俊森主编,许文、孙友敏副主编,全书由吴俊森统稿。参加编写工作的还有贾祥凤、李培刚、马永山、杨立峰、万修志、王贤等。

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏与不妥之处,恳请读者见谅,并敬请提出宝贵意见和建议。

编 者
2009年6月

目 录

第 1 章 概论	1
1.1 水分析化学的性质和任务	1
1.2 水分析化学的分类	1
1.3 水质指标和水质标准	2
1.4 水样的保存和预处理	5
练习题.....	6
练习题参考答案与提示.....	8
第 2 章 误差和数据处理	10
2.1 定量分析中的误差.....	10
2.2 分析结果的数据处理.....	13
2.3 有效数字及其运算规则.....	14
2.4 标准曲线的回归分析.....	15
练习题	16
练习题参考答案与提示	21
第 3 章 滴定分析概述	27
3.1 滴定分析概述.....	27
3.2 溶液浓度表示法.....	28
3.3 滴定分析中的计算.....	29
练习题	30
练习题参考答案与提示	34
第 4 章 酸碱滴定法	38
4.1 水溶液中的酸碱平衡.....	38
4.2 不同 pH 溶液中弱酸(碱)各种型体的分布.....	39
4.3 酸碱溶液中 pH 值的计算.....	41
4.4 酸碱指示剂.....	44
4.5 一元酸碱的滴定.....	46
4.6 多元酸、混合酸和多元碱的滴定.....	48
4.7 酸碱滴定的终点误差.....	49
4.8 酸碱标准溶液的配制和标定.....	50
4.9 水中碱度和酸度.....	51
练习题	54
练习题参考答案与提示	60

第 5 章 配位滴定法	69
5.1 概述	69
5.2 配合物及其稳定性	69
5.3 外界条件对配位滴定的影响	71
5.4 配位滴定基本原理	74
5.5 金属指示剂	75
5.6 混合离子的分别滴定	76
5.7 配位滴定的方式和应用	78
5.8 水的硬度	79
练习题	80
练习题参考答案与提示	86
第 6 章 重量分析法和沉淀滴定法	98
6.1 重量分析法概述	98
6.2 沉淀的溶解度及其影响因素	99
6.3 影响沉淀纯度的因素	100
6.4 沉淀的形成与沉淀条件的选择	101
6.5 沉淀的过滤、洗涤、烘干或灼烧	102
6.6 沉淀滴定法	103
练习题	106
练习题参考答案与提示	112
第 7 章 氧化还原滴定法	122
7.1 氧化还原平衡	122
7.2 氧化还原反应进行的程度	123
7.3 氧化还原反应的速率与影响反应速率的因素	124
7.4 氧化还原滴定原理	125
7.5 氧化还原滴定的预处理	127
7.6 氧化还原滴定法的应用	127
练习题	132
练习题参考答案与提示	138
第 8 章 电位分析法	149
8.1 电位分析法的基本原理	149
8.2 参比电极和指示电极	149
8.3 直接电位法	153
8.4 电位滴定法	156
练习题	157
练习题参考答案与提示	160
第 9 章 分光光度法	171
9.1 分光光度法基本原理	171

9.2 分光光度计及其基本部件	173
9.3 显色反应及其影响因素	173
9.4 吸光度测量条件的选择	176
9.5 定量分析方法	177
9.6 分光光度分析法的应用	177
练习题	180
练习题参考答案与提示	185
第 10 章 原子吸收光谱法	193
10.1 概述	193
10.2 原子吸收光谱法基本原理	193
10.3 原子吸收光谱仪	197
10.4 定量分析方法	199
10.5 原子吸收光谱法中的干扰及其抑制	201
10.6 灵敏度、检出限及测定条件的选择	202
练习题	203
练习题参考答案与提示	207
第 11 章 气相色谱分析法	211
11.1 概述	211
11.2 气相色谱分析流程及分离过程	212
11.3 气相色谱理论分析基础	214
11.4 气相色谱分离操作条件的选择	219
11.5 固定相	221
11.6 气相色谱检测器	226
11.7 气相色谱定性分析	228
练习题	230
练习题参考答案与提示	235
参考文献	243

第 1 章 概 论

为保护水源，防治水污染，必须加强水环境污染的分析工作，弄清污染物的种类、来源、分布迁移、转化及消长规律，为保护水环境提供监测手段和科学依据。因此，就有了水分析化学的产生。

1.1 水分析化学的性质和任务

1.1.1 水分析化学的性质

水分析化学是研究水及其杂质、污染物的组成、性质、含量和它们的分析方法的一门学科，是研究水中杂质及其变化的重要方法，在国民经济各个领域肩负着重要使命。

1.1.2 水分析化学的任务

通过学习，掌握水分析化学的四大滴定方法（酸碱滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法和氧化还原滴定法）和主要仪器分析法（分光光度法、原子吸收光谱法和气相色谱分析法等）的基本原理、基本理论和基本技能，掌握水质分析的基本操作，养成独立分析和解决实际问题的能力。

1.2 水分析化学的分类

根据分析任务、分析对象、测定原理、操作方法和具体要求的不同，分析方法可分为许多种类。

1.2.1 化学分析法和仪器分析法

按测定方法的原理划分，可分为化学分析法和仪器分析法。

化学分析法：以物质的化学反应为基础的分析方法（也称为经典化学分析法）。

仪器分析法：以物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法（也称为物理和物理化学分析法）。

1.2.1.1 化学分析法

这一方法主要有重量分析方法和滴定分析方法。

(1) 重量分析方法 将水中被分析组分与其中的其他组分分离后，转化为一定的称量形式，然后用称重方法计算该组分在水样中的含量。按分离方法的不同可分为气化法、沉淀法、电解法和萃取法等。

(2) 滴定分析法 将一种已知准确浓度的试剂溶液（标准溶液），滴加到被测物质的溶液中（或者是将被测物质的溶液滴加到标准溶液中），直到所加的试剂与被测物质按化学计量关系定量反应为止，然后根据试剂溶液的浓度和用量，计算被测物质的含量的方法。按反应的不同，可分为酸碱滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法和氧化还原滴定法。

可用于水样中碱度、酸度、硬度、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cl^- 、硫化物、DO、BOD、COD等的测定。其优点是简便快速，相对误差在 0.2% 左右，缺点是对水样中微量组分的

测定受限。

1.2.1.2 仪器分析法

最主要的仪器分析法有：光学分析法、电化学分析法、色谱分析法、质谱分析法和放射化学分析法等。

(1) 光学分析法 根据物质的光学性质来测量其组分含量的分析方法。

① 分子光谱法：紫外可见 (UV-Vis)、红外 (IR)、分子荧光及磷光分析法。

② 原子光谱法：如原子发射光谱、原子吸收光谱法。

③ 其他：如激光拉曼光谱法、光声光谱法、化学发光分析等。

(2) 电化学分析法 根据物质的电学或电化学性质测定其组分含量的分析方法。主要包括：电重量分析法、电位分析法、电导分析法、库仑分析法、伏安法和极谱分析法。

(3) 色谱分析法 以吸附或分配为基础的分析方法，主要包括气相色谱法、液相色谱法以及离子色谱法等。

近年来发展起来的质谱 (MS) 法、核磁共振 (NMR) 波谱法、X 射线 (X-ray) 法、电子显微镜分析以及毛细管电泳等大型仪器分析的分离分析方法使得分析手段更为强大。

1.2.2 常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析

根据分析过程中试样的用量多少，可分类如下：

分析方法	试样质量/mg	试液体积/mL	分析方法	试样质量/mg	试液体积/mL
常量分析	>100	>10	微量分析	0.1~10	0.01~1
半微量分析	10~100	1~10	超微量分析	<0.1	<0.01

1.2.3 常量组分分析、微量组分分析和痕量组分分析

根据待测组分在试样中的相对含量分类如下：

分析方法	待测成分含量/%
常量组分分析	>1
微量组分分析	0.01~1
痕量组分分析	<0.01

1.3 水质指标和水质标准

水质是指水及其中杂质共同表现的综合特征。水质指标表示水中杂质的种类和数量，是判断水污染程度的具体衡量尺度。针对水中存在的具体杂质或污染物，提出相应的最低数量或浓度的限制和要求，即水质标准。

1.3.1 水质指标

水质指标包括物理指标、化学指标和微生物指标等。

1.3.1.1 物理指标

物理指标不涉及化学反应，参数测定后水样不发生变化。

(1) 水温。

(2) 臭味 (文字描述法) 和臭阈值

① 文字描述法：采用六等级描述——无、微弱、弱、明显、强、很强。

② 臭阈值法：水样用无臭水稀释到闻出最低可辨别的臭气浓度的稀释倍数。

$$\text{臭阈值} = \frac{A+B}{A}$$

式中 A——水样体积；

B——无臭水体积。

(3) 颜色和色度 有颜色的水可用表色和真色来描述。

① 表色：悬浮物质、胶体或溶解性物质共同构成的水色，可定性描述。

② 真色：除去悬浮杂质后由胶体和溶解性物质所造成的水色，定量测量并用色度表示。色度的测定方法为标准比色法。

铂钴标准比色法：以 K_2PtCl_6 和 $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ 配成标准比色系列，然后将水样与此标准色列进行目视比色。铂钴标准比色法色度稳定。规定铂的浓度为 $1mg/L$ 和钴的浓度为 $0.5mg/L$ 时产生的颜色为 1 度。

(4) 浊度 表示水中含有悬浮物及胶体状态的杂质，引起水的浑浊程度，并以浊度作单位。浊度是天然水和饮用水的一项重要水质指标，也是混凝工艺重要的控制指标。

标准浊度单位：规定 $1.25mg/L$ 硫酸肼和 $12.5mg/L$ 六亚甲基四胺水中形成的福尔马肼悬液所产生的浊度为 1NTU，称为散射浊度单位或福尔马肼浊度单位 (FTU)。

浊度的测定方法包括目视比浊法、分光光度法和散射法等。

(5) 残渣 先介绍一种最常用的分类方法，即残渣分为总残渣（又称总固体）、总可滤残渣（又称溶解性固体）和总不可滤残渣（又称悬浮物，SS）三种，总残渣 = 总可滤残渣 + 总不可滤残渣。残渣采用重量法测定。

① 总残渣：将混合均匀的水样，于已称至恒重的蒸发皿中于水浴或蒸汽浴上蒸干，然后在 $103\sim 105^\circ C$ 烘箱中烘至恒重后，增加的质量为总残渣。

$$\text{总残渣}(mg/L) = \frac{(A-B) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中 A——水样总残渣加蒸发皿的质量，g；

B——蒸发皿的质量，g；

V——水样体积，mL。

② 总可滤残渣：将混合均匀的水样，通过标准玻璃纤维滤膜后，滤液于蒸发皿中蒸发，并在 $103\sim 105^\circ C$ 或在 $180^\circ C$ 烘干后称至恒重后的物质。

$$\text{总可滤残渣}(mg/L) = \frac{(A-B) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中 A——烘干残渣加蒸发皿的质量，g；

B——蒸发皿的质量，g；

V——水样体积，mL。

③ 总不可滤残渣：将混合均匀的水样过滤后，截留在标准玻璃纤维滤膜上的物质，在 $103\sim 105^\circ C$ 烘干后称至恒重后的物质。

$$\text{总不可滤残渣}(mg/L) = \frac{(A-B) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中 A——烘干残渣加滤膜的质量，g；

B——滤膜的质量，g；

V——水样体积，mL。

再介绍另一种分类方法，即按照挥发性能分为挥发性残渣和固定性残渣。

① 挥发性残渣：又称总残渣灼烧减重。可粗略代表水中有有机物含量和铵盐及碳酸盐等部分含量。测定方法：水样测定总残渣后，于 $600^\circ C$ 下灼烧 30min，冷却后用 2mL 蒸馏水润残渣，在 $103\sim 105^\circ C$ 烘干至恒重，所减少的质量即为挥发性残渣。

$$\text{挥发性残渣}(mg/L) = \frac{(W_1 - W_2) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中 W_1 ——总残渣的质量, g;
 W_2 ——总残渣灼烧后的质量, g;
 V ——水样体积, mL。

② 固定性残渣, 可粗略代表水中无机盐类的含量。可由总残渣与挥发性残渣之差求得。

(6) 电导率 电导率表示水溶液传导电流的能力, 可间接表示水中可滤残渣 (即溶解性固体) 的相对含量。电导率的标准单位是西门子/米 (S/m)。电导率用电导率仪测定。

(7) 紫外吸光度值 (UVA) UVA 在评价水中有机物含量方面具有普遍意义。

(8) 氧化还原电位 (ORP) ORP 是水体中多种氧化性物质和还原性物质进行氧化还原反应的综合性指标之一, 其单位用毫伏 (mV) 表示, 是水处理尤其废水生物处理过程的重要控制参数。

1.3.1.2 化学指标

(1) pH 值 $\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$, 用比色法或电位法测定。

(2) 酸度和碱度

水的酸度: 水中给出质子物质的总量;

水的碱度: 水中接受质子物质的总量。

水的酸度和碱度由酸碱滴定法或电位滴定法测定。

(3) 硬度 水中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的总量。包括总硬度、碳酸盐硬度 (又称暂时硬度) 和非碳酸盐硬度 (又称永久硬度)。

永久硬度: 由 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的硫酸盐、氯化物、硝酸盐等形成的硬度, 称为永久硬度。

暂时硬度: 由 $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ 、 $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ 和 MgCO_3 形成的硬度称为暂时硬度。这类盐煮沸后会分解形成沉淀。

硬度的单位为: $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$; mg/L (以 CaCO_3 计); 德国度 (简称度)

1 度 = 10mg/L (以 CaO 计), 1 度 = 17.8mg/L (以 CaCO_3 计)

(4) 总含盐量 (或称矿化度) 水中全部阴、阳离子的总量。

(5) 有机污染物综合指标 宏观地描述水中有机污染物, 是总量指标, 不针对哪类有机物。主要有如下指标。

① 高锰酸盐指数 (COD_{Mn}): 用 KMnO_4 作氧化剂氧化水中有机物所消耗的量, 单位 mgO_2/L , 适用于轻污染的给水。

② 化学需氧量 (COD_{Cr}): $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 作氧化剂, 适用于重污染的排水。

③ 生物化学需氧量 (BOD): 在一定时间、温度下, 微生物分解水中有机物发生生物化学反应中所消耗的溶解氧量, 单位 mgO_2/L 。

④ 总有机碳 (TOC): 总有机碳分析仪高温燃烧水样测定, 单位 mgC/L

⑤ 总需氧量 (TOD): 水中有机物和还原性无机物在高温下燃烧生成稳定的氧化物时的需氧量, 单位 mgO_2/L 。

(6) 放射性指标

1.3.1.3 微生物学指标

微生物学指标是保障供水安全的重要指标, 主要包括细菌总数、大肠菌群、大肠埃希菌、耐热大肠菌群、贾第鞭毛虫、隐孢子虫、游离性余氯 ($\text{Cl}_2/\text{HOCl}/\text{OCl}^-$) 等。

1.3.2 水质标准

水质标准是表示各种用途的水中污染物质的最高容许浓度或根据不同用水目的制定的污染物的限量阈值。除余氯为下界, 其他指标均为上界限值, 不可超越。

1.4 水样的保存和预处理

水质分析的基本程序为：水样采集、保存、预处理、分析、结果计算和报告。

1.4.1 水样的采集

根据试验目的选取取样点、取样量、采样器和取样方法。

(1) 取样点 指断面布设和点布设。

① 采样断面布设 对江河水系，沿上、中、下游布设三个采样断面。

对照断面：上游断面为对照、清洁断面，反映本地区河流水质的初始情况。

检测断面：下游断面为检测断面，反映本地区排放的废水对河段水质的影响。

结果断面：下游断面为结果断面，反映河流对污染物的稀释净化情况。

处理设施于进、出水口布设。

② 采样点布设 根据河流的宽度和深度而定。

a. 选择中泓垂线：水面宽 $<50\text{m}$ ，设一条；水面宽 $50\sim 100\text{m}$ ，设左、右两条；水面宽大于 100m ，设左、中、右三条。

b. 每条垂线上设点：表层水样，水面下 $0.5\sim 1\text{m}$ 处；深层水样，距底质以上 $0.5\sim 1\text{m}$ 处；中层水样，表层和深层之间的中心位置处。

(2) 取样量 保证分析用量3倍以上，至少做2次平行样。一般分析用，需 2L ，全分析用， $5\sim 10\text{L}$ 或更多。

(3) 采样器 玻璃或塑料瓶或水桶，清洁（化学指标）或无菌（微生物学指标）。

玻璃采样瓶：测定含油类或其他有机物（生物）水样。

塑料采样瓶：测定水中的微量金属离子、硼、硅、氟等无机项目。

(4) 取样方法 一般用水样冲洗采样瓶 $2\sim 3$ 次后再采样。

① 自来水或有抽水设备的井水：先放水数分钟再采样。

② 井水：直接采样；或先用水桶采样，再移至采样瓶。

③ 江河湖泊或海水（表面水样）：距岸边 $1\sim 2\text{m}$ 且将采水瓶浸入水面下 $20\sim 50\text{cm}$ 直接采样。

④ 污水、废水：重点考虑各排放口。

(5) 取样形式

① 瞬时废水样：浓度和流量都比较恒定，可随机采样。

② 平均混合废水样：浓度变化但流量恒定，可在 24h 内每隔相同时间，采集等量废水样，最后混合成平均水样。

③ 平均按比例混合废水样：当排放量变化时， 24h 内每隔相同时间，流量大时多取，流量少时少取，然后混合而成。

1.4.2 水样的保存

水样采集后，最好现场立即测定，以免发生物理、化学和生物变化。如不能立即分析，应采用一些措施终止或减缓各种反应速率。水样的保存方法主要如下。

(1) 冷藏 $<5^{\circ}\text{C}$ ，抑制微生物活动，减慢物理挥发和化学反应速率。

(2) 控制 pH 值 加酸调 $\text{pH}<2$ ，防止水解、沉淀以及被器壁吸附等，个别指标加 NaOH （如氰化物）等。

(3) 加保存试剂

① 加生物抑制剂, 如测定酚的水样, 加 CuSO_4 抑制苯酚菌的分解活动。

② 氧化剂或还原剂, 如测定汞, 加入 HNO_3 和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (0.05%); 又如测定硫化物, 加入抗坏血酸, 防止氧化。

1.4.3 水样的预处理——水样的分离技术

(1) 过滤 (或澄清、离心) 除去残渣及细菌或藻类。

阻留残渣的能力大小顺序为: 滤膜 (0.45mm) > 离心 > 滤纸 > 砂芯漏斗。

(2) 浓缩 (富集) 蒸发、液-液萃取 (分离水中的有机物)、离子交换等。

(3) 蒸馏 如测定酚类、氟化物、氰化物等。

(4) 消解 测金属、无机物。

① 酸性消解: 水样中同时存在无机态和有机态金属, 可加 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3$ 或 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 等, 破坏有机物, 释放金属离子, 再进行测定。

② 干式消解: 高温灼烧去除有机物后, 灼烧后残渣 (灰分) 用 2% HNO_3 溶解, 再进行测定。但高温易挥发损失的 As、Hg、Cd、Se、Sn 等元素, 不宜用此法。

③ 改变价态消解: 如测定汞, 加入 HNO_3 和强氧化剂, 使汞全部以 Hg^{2+} 存在。

练 习 题

一、选择题

1. 试样用量为 0.1~10mg 的分析称为 ()。
A. 常量分析 B. 半微量分析 C. 微量分析 D. 痕量分析
2. 试液体积在 1~10mL 的分析称为 ()。
A. 常量分析 B. 半微量分析 C. 微量分析 D. 痕量分析
3. 测有机物的水样多选用 ()。
A. 塑料瓶 B. 玻璃瓶 C. 矿泉水瓶 D. 药瓶
4. 指出下列哪一种不是河流布点的方法 ()。
A. 随意布点法 B. 单点布点法 C. 断面布点法 D. 三点布点法
5. 液体吸收管采样后应保存在什么温度下为宜 ()。
A. -80°C B. -40°C C. 25°C D. 4°C
6. 我国饮用水水质卫生标准 GB 5749—2006 规定饮用水中浑浊度一般不得超过 ()。
A. 4 度 B. 2 度 C. 1 度 D. 5 度
7. 我国饮用水水质卫生标准 GB 5749—2006 规定饮用水中溶解性总固体的浓度应在 ()。
A. 600mg/L 以下 B. 800mg/L 以下 C. 1000mg/L 以下 D. 1200mg/L 以下
8. $\text{Hg}(\text{II})$ 在溶液中很不稳定, 用冷原子吸收法测定时, 在汞的储备液、标准使用液及试样中应加入适当的保护剂, 下列 () 保护剂较好, 汞的损失较小。
A. 3% $\text{NaCl} + 0.36\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ B. 0.05% $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + 0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$
C. 5% $\text{HNO}_3 + 0.05\% \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ D. $0.36\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$
9. 属于化学指标的是 ()。
A. 浊度 B. 游离性余氯 C. 硬度 D. 色度
10. TOC 代表 ()。

A. 总需氧量

B. 化学需氧量

C. 总有机碳

D. 生化需氧量

二、填空题

1. 化学分析法主要用于_____组分的测定, 组分质量分数在_____以上; 仪器分析法通常适于_____组分的测定, 组分质量分数在_____以下。

2. 化学分析方法是_____为基础的分析方法, 可分为_____分析与_____分析两大类; 仪器分析是以_____为基础的分析方法。总的来说, 化学分析方法_____度高, 仪器分析方法_____度高。

3. 在进行实际试样分析时, 为消除干扰组分的影响, 常用的分离方法有_____、_____、_____、_____。

4. 水中碱度包括_____、_____和_____。

5. 水质物理指标包括_____、_____、_____、_____、_____、_____和_____等。

6. 水质化学指标包括_____、_____、_____、_____、_____和_____等。

7. 水质微生物学指标包括_____、_____、_____、_____、_____和_____等。

8. 取水样 50mL 稀释到 200mL 时, 刚好闻出臭气, 其臭阈值为_____。

9. 水样保存希望做到_____, 水样保存的方法是_____。

10. 有机污染物综合指标主要有_____。

11. 水质是指_____。

12. 水样采集的关键是_____和_____。

13. 水的颜色分为_____和_____。

14. 浑浊度是指_____。

15. 测自来水的色度通常采用_____标准比色法, 用_____与_____混合液作为比色标准。

16. 平均混合废水样是指_____。

17. 平均按比例混合废水样是指_____。

18. 水质指标表示_____。它包括_____、_____和_____等。

19. 残渣常分为_____、_____和_____三种。

20. 真色是指_____。

三、计算题和简答题

1. 某污水处理厂测定水中固体物质含量, 其分析情况如下: 取 100mL 水样置于质量为 64.3251g 的蒸发皿中, 蒸干后称量为 64.3895g; 然后经过 600℃ 高温灼烧后称量为 64.3465g。另取同一水样 100mL 过滤, 将其滤液置于质量为 63.8267g 的蒸发皿中, 蒸干后称量为 63.8411g。求水中总固体、溶解固体、悬浮固体、挥发性固体、固定性固体的含量各为多少 (mg/L)?

2. 水样为何要保存? 其保存技术的要点是什么?

练习题参考答案与提示

一、选择题

1. C 2. B 3. B 4. A 5. D 6. C 7. C 8. C 9. C 10. C

二、填空题

1. 常量, 1%, 微量, 1%
2. 物质间的化学反应, 滴定, 重量; 物质的物理性质和物理化学性质。准确, 灵敏
3. 沉淀过滤分离、萃取浓缩分离、离子交换分离、色谱分离、蒸馏及挥发法等
4. 重碳酸盐碱度、碳酸盐碱度、氢氧化物碱度
5. 水温、臭味和臭阈值、颜色和色度、浊度、残渣、电导率、紫外吸光度值、氧化还原电位
6. pH 值、酸度和碱度、硬度、总盐量、有机污染物综合指标、放射性指标
7. 细菌总数、大肠菌群、大肠埃希菌、耐热大肠菌群、贾第鞭毛虫、隐孢子虫、游离性余氯 ($\text{Cl}_2/\text{HOCl}/\text{OCl}^-$)
8. 4
9. 抑制微生物活动; 减慢物理挥发和化学反应速度; 防止水解和沉淀以及被器壁吸附等, 加入保存试剂; 控制 pH 值; 冷藏冷冻等
10. 高锰酸盐指数、化学需氧量、生物化学需氧量、总有机碳、总需氧量和溶解氧等
11. 水及其中杂质共同表现的综合特征
12. 充分代表该水的全面性, 不受任何意外的污染
13. 真色, 表色
14. 水中含有悬浮及胶体状态的杂质引起的浑浊程度
15. 铂钴, 氯铂酸钾 (K_2PtCl_6), 氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
16. 浓度变化但流量恒定, 可在 24h 内每隔相同时间, 采集等量废水样, 最后混合成平均水样
17. 当排放量变化时, 可在 24h 内每隔相同时间, 流量大时多取, 流量少时少取, 然后混合而成
18. 水中杂质的种类和数量, 是判断水污染程度的具体衡量尺度, 物理指标, 化学指标, 微生物学指标
19. 总残渣 (又称总固体), 总可滤残渣 (又称溶解性固体), 总不可滤残渣 (又称悬浮物)
20. 除去悬浮杂质后, 由胶体和溶解性物质所造成的水色

三、计算题和简答题

1. 某污水处理厂测定水中固体物质含量, 其分析情况如下: 取 100mL 水样置于质量为 64.3251g 的蒸发皿中, 蒸干后称量为 64.3895g; 然后经过 600℃ 高温灼烧后称量为 64.3485g。另取同一水样 100mL 过滤, 将其滤液置于质量为 63.8267g 的蒸发皿中, 蒸干后称量为 63.8411g。求水中总固体、溶解固体、悬浮固体、挥发性固体、固定性固体的含量各为多少 (mg/L)?

解:
$$\text{总固体 (mg/L)} = \frac{(64.3895 - 64.3251) \times 1000 \times 1000}{100} = 644 \text{ (mg/L)}$$

$$\text{溶解固体}(\text{mg/L}) = \frac{(63.8411 - 63.8267) \times 1000 \times 1000}{100} = 144(\text{mg/L})$$

$$\text{悬浮固体} = \text{总固体} - \text{溶解固体} = 644 - 144 = 500(\text{mg/L})$$

$$\text{挥发性固体}(\text{mg/L}) = \frac{(64.3895 - 64.3485) \times 1000 \times 1000}{100} = 410(\text{mg/L})$$

$$\text{固定性固体} = \text{总固体} - \text{挥发性固体} = 234(\text{mg/L})$$

2. 水样为何要保存? 其保存技术的要点是什么?

答: 水样采集后, 最好现场立即测定, 否则水样自取出到实验室测定的这段时间, 不可避免地会发生物理、化学和生物变化。如溶解或挥发、吸附于容器表面、沉淀或分解等。因此如不能立即分析, 应采用一些措施终止或减缓各种反应速率。一般要点:

(1) 冷藏 $< 5^{\circ}\text{C}$, 抑制微生物活动, 减慢物理挥发和化学反应速率。

(2) 控 pH 值 加酸调 $\text{pH} < 2$, 防止水解、沉淀以及被器壁吸附等, 个别指标加 NaOH(如氰化物)等。

(3) 加保存试剂

① 加生物抑制剂, 如测定酚的水样, 加 CuSO_4 抑制苯酚菌的分解活动。

② 氧化剂或还原剂, 如测定汞时, 加入 HNO_3 和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (0.05%) ; 又如测定硫化物, 加入抗坏血酸, 防止氧化。

第 2 章 误差和数据处理

2.1 定量分析中的误差

定量分析的任务是准确测定试样中有关组分的含量，在分析过程中误差是客观存在的，因此应对分析结果进行评价，判断其准确性，并了解误差产生的原因，以便采取相应措施减小误差。

2.1.1 基本概念

(1) 真值 μ (或 x_T) 某一物理量本身具有的客观存在的真实数值。一般真值是未知的，但有些情况下真值可认为是已知的。

① 理论真值，如：NaCl, H₂O 以及由此而列出的反应式。

② 计量学约定真值：如移液管的体积、砝码的质量等。

③ 相对真值：精度高一个数量级的测定值作为低一级的测量值的真值，如某标准钢样含硫量为 0.051%，视为真值。

(2) 算术平均值 \bar{x}

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

在无系统误差时，一组测量数据的算术平均值为最佳值，常视为真值。

2.1.2 误差和准确度

(1) 准确度 测定值与真实值的接近程度。准确度的高低用误差来衡量。

(2) 绝对误差 (E) 测量值与真值之间的差值。

$$E = x_i - \mu$$

(3) 相对误差 (E_r) 绝对误差占真值的百分率。

$$E_r = \frac{x_i - \mu}{\mu} \times 100\% = \frac{E}{\mu} \times 100\%$$

绝对误差和相对误差都有正值和负值。“+”表示分析结果偏高；“-”表示分析结果偏低。

在实际分析应用中，常以回收率表示方法的准确度。

$$\text{回收率} = \frac{\text{加标水样测定值} - \text{水样测定值}}{\text{加标量}} \times 100\%$$

$$\text{平均加标回收率} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \text{加标回收率}$$

平均加标回收率处于 97%~103%，可认为分析方法可靠。

2.1.3 偏差与精密度

(1) 精密度 精密度表示各次分析结果相互接近的程度。精密度的高低用偏差来衡量。