

环境实验化学

HUANJIJINGSHIYANHUAXUE

高等学校“十二五”规划教材



市政与环境工程系列丛书

主 编 尤 宏 沈吉敏 孙丽欣
主 审 黄君礼



哈尔滨工业大学出版社

高等学校“十二五”规划教材
市政与环境工程系列丛书

环境实验化学

主 编 尤 宏 沈吉敏 孙丽欣
主 审 黄君礼

哈尔滨工业大学出版社

内 容 简 介

环境实验化学具有很强的专业综合分析的特点,其分析方法对各相关专业的专业实验和科学研究具有普遍的意义。本书以环境化学实验、环境分析化学实验、水分析化学实验、化学仪器分析实验和环境监测实验的相应理论与分析方法为主线,进行高度综合,建立环境化学实验课程的新体系,形成系统、完整、独立的新课程。本书分为环境实验化学基础知识与操作技能、物质的定量分析、分子光谱仪器分析、电化学仪器分析、色谱仪器分析、原子光谱仪器分析、流动注射分析、环境物质的物理化学性质、综合实验与环境监测,共9章五十二个实验。

本书可作为高等学校的环境科学、环境工程专业的配套教材使用,也可供从事化学及化工专业实验工作或从事科研院所工作人员作参考手册。

图书在版编目(CIP)数据

环境实验化学/尤宏,沈吉敏,孙丽欣主编. —哈尔滨:
哈尔滨工业大学出版社,2013.12

ISBN 978-7-5603-4404-1

I. ①环… II. ①尤…②沈…③孙… III. ①环境化学—化学实验—
高等学校—教材 IV. ①X13-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 274097 号

策划编辑 贾学斌

责任编辑 张 瑞 李广鑫

封面设计 卞秉利

出版发行 哈尔滨工业大学出版社

社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006

传 真 0451-86414749

网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>

印 刷 黑龙江省委党校印刷厂

开 本 787mm×1092mm 1/16 印张 21.25 字数 520 千字

版 次 2013 年 12 月第 1 版 2013 年 12 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-5603-4404-1

定 价 45.00 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

前 言

化学学习是环境科学、环境工程、市政工程以及相关学科重要的基础。为适应 21 世纪着重培养学生创新精神和进行整体化知识教育的现代教育思想,我们将原来附属于有关课程的环境化学实验、环境分析化学实验、水分析化学实验和环境监测实验,从相应理论课中分离出来,进行高度综合,建立环境化学实验课程的新体系,形成系统、完整、独立的新课程——环境实验化学。

本书是以有关化学实验理论为基础、以化学实验在相关专业的应用为重点,既注重基本操作技能训练,又突出综合应用能力和素质培养。

本书首先是一本教材,在内容与结构安排上,既有本门课程自身的系统性、科学性和独立性,又兼顾与现有其他课程的衔接,相互配合、相互补充。因此既可以作为一门课程单独开课,也可以作为有关理论课程的配套教材使用。

本书是一本实用的参考手册,很多实验内容取自于相关的国家标准,同时对相关的基本操作规范与仪器使用方法作了详细说明,适合于从事环境科学、环境工程、市政工程以及相关领域工作和科研的人员使用。

全书共分 9 章,主要内容包括绪论、环境实验化学基础知识与操作技能、物质的定量分析、分子光谱仪器分析、电化学仪器分析、色谱仪器分析、原子光谱仪器分析、流动注射分析、环境物质的物理化学性质、综合实验与环境监测。

本书由哈尔滨工业大学市政环境工程学院的尤宏、孙丽欣、沈吉敏、余敏、齐虹、欧阳红、张金娜编写,各章分工如下:绪论、第 1 章、第 2 章由尤宏、孙丽欣、欧阳红、张金娜编写;第 3 章、第 4 章由孙丽欣、欧阳红、余敏、张金娜编写;第 5 章、第 6 章、第 7 章由齐虹、余敏、沈吉敏编写;第 8 章、第 9 章、附录由孙丽欣、欧阳红编写,全书由尤宏、沈吉敏、孙丽欣任主编并统稿,由黄君礼主审。

因编写人员水平有限,书中的疏漏、不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者
2013 年 10 月

市政与环境工程系列丛书(本科)

建筑水暖与市政工程 AutoCAD 设计	孙 勇	38.00
建筑给水排水	孙 勇	38.00
污水处理技术	柏景方	39.00
环境工程土建概论(第3版)	闫 波	20.00
环境化学(第2版)	汪群慧	26.00
水泵与水泵站(第3版)	张景成	28.00
特种废水处理技术(第2版)	赵庆良	28.00
污染控制微生物学(第4版)	任南琪	39.00
污染控制微生物学实验	马 放	22.00
城市生态与环境保护(第2版)	张宝杰	29.00
环境管理(修订版)	于秀娟	18.00
水处理工程应用试验(第3版)	孙丽欣	22.00
城市污水处理构筑物设计计算与运行管理	韩洪军	38.00
环境噪声控制	刘惠玲	19.80
市政工程专业英语	陈志强	18.00
环境专业英语教程	宋志伟	20.00
环境污染微生物学实验指导	吕春梅	16.00
给水排水与采暖工程预算	边喜龙	18.00
水质分析方法与技术	马春香	26.00
污水处理系统数学模型	陈光波	38.00
环境生物技术原理与应用	姜 颖	42.00
固体废弃物处理处置与资源化技术	任芝军	38.00
基础水污染控制工程	林永波	45.00
环境分子生物学实验教程	焦安英	28.00
环境工程微生物学研究技术与方法	刘晓烨	58.00
基础生物化学简明教程	李永峰	48.00
小城镇污水处理新技术及应用研究	王 伟	25.00
环境规划与管理	樊庆铤	38.00
环境工程微生物学	韩 伟	38.00
环境工程概论——专业英语教程	官 涤	33.00
环境伦理学	李永峰	30.00
分子生态学概论	刘雪梅	40.00
能源微生物学	郑国香	58.00
基础环境毒理学	李永峰	58.00
可持续发展概论	李永峰	48.00
城市水环境规划治理理论与技术	赫俊国	45.00
环境分子生物学研究技术与方法	徐功娣	32.00
环境实验化学	尤 宏	45.00

市政与环境工程系列研究生教材

城市水环境评价与技术	赫俊国	38.00
环境应用数学	王治楨	58.00
灰色系统及模糊数学在环境保护中的应用	王治楨	28.00
污水好氧处理新工艺	吕炳南	32.00
污染控制微生物生态学	李建政	26.00
污水生物处理新技术(第3版)	吕炳南	25.00
定量构效关系及研究方法	王 鹏	38.00
模糊-神经网络控制原理与工程应用	张吉礼	20.00
环境毒理学研究技术与方法	李永峰	45.00
环境毒理学原理与应用	郜 爽	98.00
恢复生态学原理与应用	魏志刚	36.00
绿色能源	刘关君	32.00
微生物燃料电池原理与应用	徐功娣	35.00
高等流体力学	伍悦滨	32.00
废水厌氧生物处理工程	万 松	38.00
环境工程微生物学	韩 伟	38.00
环境氧化还原处理技术原理与应用	施 悦	58.00
基础环境工程学	林海龙	78.00
活性污泥生物相显微观察	施 悦	35.00
生态与环境基因组学	孙彩玉	32.00
产甲烷菌细菌学原理与应用	程国玲	28.00

目 录

绪论	1
0.1 环境实验化学的目的和任务	1
0.2 环境实验化学的学习方法	1
0.3 学生实验守则	2
0.4 实验室安全守则	3
0.5 实验室意外事故处理	4
第1章 环境实验化学基础知识与操作技能	5
1.1 实验室用水的规格、制备及检验方法	5
1.2 化学试剂	11
1.3 玻璃器皿及其洗涤方法	14
1.4 环境样品的采集及预处理	21
第2章 物质的定量分析	38
2.1 称量与有效数字	38
2.2 滴定分析的基本操作与度量仪器的使用	42
2.3 天平	47
2.4 实验一 物质的称量与溶液的配制	51
2.5 实验二 酸碱标准溶液的标定	54
2.6 实验三 工业碳酸钠总碱度的测定(酸碱滴定)	56
2.7 实验四 EDTA 标准溶液配制与标定	58
2.8 实验五 自来水总硬度的测定(络合滴定)	60
2.9 实验六 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	64
2.10 实验七 高锰酸盐指数的测定(氧化还原滴定)	66
2.11 实验八 饮用水中余氯的测定(碘量法滴定)	69
2.12 实验九 水中 Cl^- 的测定(沉淀滴定)	71
第3章 分子光谱仪器分析	74
3.1 分子吸收光谱的基本原理	74
3.2 紫外-可见分光光度计	76
3.3 红外光谱仪	82
3.4 实验十 邻二氮菲分光光度法测定铁	86
3.5 实验十一 分光光度法测定水中的氨态氮和亚硝酸态氮	88
3.6 实验十二 紫外吸收光谱法测定总酚	90

第4章 电化学仪器分析	93
4.1 电化学基础	93
4.2 电位分析法	96
4.3 电导分析法	98
4.4 库伦分析法	100
4.5 伏安法和极谱法	101
4.6 实验十三 水中电导率及 pH 值的测定	102
4.7 实验十四 离子选择性电极法测定饮用水中氟离子	104
4.8 实验十五 电位滴定法同时测定溶液中的氯离子和碘离子	106
第5章 色谱仪器分析	109
5.1 气相色谱仪	110
5.2 高效液相色谱仪	120
5.3 气相色谱-质谱联用	130
5.4 实验十六 顶空进样气相色谱法测定水体中三卤甲烷	139
5.5 实验十七 溶剂萃取气相色谱法测定水中苯系物	141
5.6 实验十八 固相萃取色谱-质谱联用测定水中有机氯农药	142
5.7 实验十九 高效液相色谱法分离芳烃	144
5.8 实验二十 高效液相色谱测定咖啡和茶叶中的咖啡因	146
5.9 常见问题	147
第6章 原子光谱仪器分析	152
6.1 原子吸收光谱仪	152
6.2 原子发射光谱仪	160
6.3 实验二十一 火焰原子吸收法测定钙	165
6.4 实验二十二 火焰原子吸收光谱法测定人头发中的锌	166
6.5 实验二十三 石墨炉原子吸收光谱法测定水中铅	167
6.6 实验二十四 冷原子吸收法测定电池中的汞	169
6.7 实验二十五 矿泉水中微量元素的测定	171
第7章 流动注射分析	174
7.1 流动注射分析的基本原理	174
7.2 流动注射分析仪的重要组成部分	176
7.3 流动注射分析实验装置	177
7.4 实验二十六 流动注射分析分散度的测定	178
7.5 实验二十七 锅炉水中 PO_4^{3-} 含量的测定	179
第8章 环境物质的物理化学性质	181
8.1 浊度仪	181
8.2 颗粒计数器	182
8.3 实验二十八 水的浊度和悬浮固体的测定	185

8.4 实验二十九 水中污染颗粒大小及数量的测定	187
8.5 实验三十 有机物质挥发速率的测定	189
8.6 实验三十一 环境中化合物的辛醇-水的分配系数的测定	193
8.7 实验三十二 酚的光降解速率常数的测定	195
8.8 实验三十三 腐殖酸对汞(Ⅱ)的配合作用	198
8.9 实验三十四 底泥中磷的形态分析	200
8.10 实验三十五 土壤对铜的吸附	203
第9章 综合实验与环境监测	206
9.1 大气采样器	206
9.2 总有机碳分析仪	211
9.3 冷原子吸收测汞分析仪	214
9.4 噪声测量仪	215
9.5 实验三十六 大气中二氧化硫的测定	217
9.6 实验三十七 大气中氮氧化物的样品采集与测定	221
9.7 实验三十八 大气中总悬浮颗粒的测定	224
9.8 实验三十九 水中总有机碳(TOC)的测定	226
9.9 实验四十 电极法工业废水中溶解氧的测定	229
9.10 实验四十一 碘量法测定水中溶解氧(DO)	230
9.11 实验四十二 化学需氧量的测定	231
9.12 实验四十三 生化需氧量的测定	234
9.13 实验四十四 离子色谱法分析降水中的阴离子	237
9.14 实验四十五 工业废水中不同价态铬的测定	240
9.15 实验四十六 水中挥发酚的测定	243
9.16 实验四十七 水中氨态氮的分析(含蒸馏预处理)	246
9.17 实验四十八 溶剂萃取气相色谱法测定饮用水中的氯仿	249
9.18 实验四十九 土壤中微量铜的测定	250
9.19 实验五十 环境噪声的监测	252
9.20 实验五十一 头发中含汞量的测定	254
9.21 实验五十二 大气中长寿命 α 放射性的测定	256
附 录	258
附录1 国际相对原子质量表	258
附录2 常用的化学常数	259
附录3 常用化合物的性质	294
附录4 常用酸碱溶液	295
附录5 常用指示剂	298
附录6 标准缓冲溶液	303
附录7 基准试剂与标准溶液	305
附录8 常见水质标准	309

附录 9 常见大气质量标准	313
附录 10 常见噪声标准	315
附录 11 污水分析和采样方法	316
附录 12 常用水样保存技术	318
附录 13 原子吸收分析中元素主要吸收线及相对灵敏度	321
附录 14 常用气液色谱担体	324
附录 15 常用气液色谱固定液	325
附录 16 部分气体钢瓶的标记	326
附录 17 常用计量单位及其进位关系	327
参考文献	328

绪 论

环境是指围绕着人类所构成的空间中可以影响人类生存与发展的各种自然因素与社会因素的总体,一般包括自然环境与社会环境两方面。本书所讨论的环境,主要指的是自然环境。为了寻求自然环境质量变化的原因,人们着手调查研究污染物质的性质、来源、含量、分布状态及其迁移转化规律,并以基本化学物质为单位进行定性、定量分析与表征,这就是环境实验化学所涉及的内容。

0.1 环境实验化学的目的和任务

环境实验化学涵盖环境分析、环境监测以及环境化学的相关内容,以有关化学实验理论为基础、以化学实验在相关专业的应用为重点,其目的是培养学生各种实际能力(包括有关知识、操作技能和使用现代化仪器设备的能力、观察能力、科学研究与创新能力、独立处理突发事件的能力等)。它不是理论教学的简单验证过程,是与理论教学相辅相成、互为补充的自成体系的课程。

环境实验化学的主要任务是对单个污染物的分析研究。在环境污染物分析领域,除经典的化学物质定量分析方法之外,各种仪器分析方法不断涌现,如分子光谱仪器分析、电化学仪器分析、色谱仪器分析、原子光谱仪器分析,还有流动注射分析、色谱-质谱联用等一些新的分析测试手段和技术,另外还有环境物质的物理化学性质分析、综合实验与环境监测等。

0.2 环境实验化学的学习方法

环境实验化学是一门实验科学。学习环境实验化学,首先要准确、牢固地掌握环境化学与环境分析的基本概念、基本知识和基本技能,学会带着问题学习。透过实验现象,认识所学知识的本质。培养良好的思维方法和正确的实验习惯。

环境实验化学的学习方法,主要侧重于下列3个环节:预习、实验、实验报告。

0.2.1 预习

预习是实验前必须完成的准备工作,是做好实验的前提。但是,学生往往对预习环节不够重视,甚至不预习就进实验室。对实验的目的、要求和内容全然不知,严重地影响了实验效果。为了确保实验质量,实验前任课教师要检查每个学生的预习情况。对没有预习或预习不合格者,任课教师有权不让其参加本次实验,学生应严格服从教师的安排指导。

实验预习一般应达到下列要求:

- (1) 阅读实验教材,明确实验的目的和实验内容。
- (2) 掌握本次实验主要内容,阅读实验中有关的实验操作技术及注意事项。

(3)按教材规定设计实验方案,并回答“思考题”。

(4)写出实验预习报告,预习报告是进行实验的依据,因此预习报告应包括简要的实验步骤与操作、实验所需药品及仪器、实验现象、测量数据以及定量实验的计算公式等。

0.2.2 实验

实验是培养学生独立工作和思维能力的重要环节,必须认真、独立地完成实验。

(1)按照实验内容,认真操作,细心观察,一丝不苟,如实地将实验现象和数据记录在实验报告中。

(2)对于设计性实验,审题要确切,方案要合理,现象要清晰。实验中发现设计方案存在问题时,应找出原因,及时修改方案,直至达到满意的结果。

(3)在实验中遇到疑难问题或者“反常现象”时,应认真分析操作过程,思考其原因。为正确说明问题,可在教师指导下,重做或补充进行某些实验。自觉养成动脑筋分析问题的习惯。

(4)遵守实验工作规则。实验过程中应始终保持台面布局合理、环境整洁卫生。

0.2.3 实验报告

实验报告是每次实验的总结,反映学生的实验水平和总结归纳能力,必须严肃认真完成。一份合格的实验报告应包括以下5部分内容:

(1)实验目的。定量测定实验还应简介实验有关基本原理和主要反应方程式。

(2)实验内容。尽量采用表格、框图、符号等形式,清晰、明了地表示实验内容。切忌照抄书本。

(3)实验现象和数据记录。实验现象要正确,数据记录要完整,绝不允许主观臆造,抄袭别人的实验结果。

(4)解释、结论或数据计算。对现象加以简明的解释,写出主要反应方程式,分标题小结或者最后得出结论。数据计算要准确。

(5)完成实验教材中规定的作业。针对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解或收获。定量实验应分析实验误差出现的原因。对实验教学、实验方法和实验内容等提出意见和建议。

0.3 学生实验守则

(1)实验前要认真预习,写出预习报告。明确实验目的要求,了解实验的基本原理、方法和步骤。

(2)到实验室后首先熟悉实验室环境、布置和各种设施的位置,清点实验中所需要的玻璃器皿、试剂及仪器。

(3)实验时应遵守操作规则,保持安静,集中注意力,仔细观察,如实记录,积极思考,独立完成各项实验任务,保证实验安全。

(4)使用玻璃仪器要小心谨慎,若有损坏要报告教师,并根据情况给予适当赔偿。

(5)使用精密仪器时,必须严格按照操作规程,遵守注意事项。若发现异常情况或出了

故障,应立即停止使用,报告教师,找出原因,排除故障。

(6)使用试剂时应注意以下几点:

①试剂应按书中规定的规格、浓度和用量取用,以免浪费,如果书中未规定用量或自行设计的实验,应尽量少用试剂,注意节省。

②取用固体试剂时,勿使其散落在实验容器外。

③公用试剂用后应立即放回原处。

④试剂瓶的滴管和瓶塞是配套使用的,用后立即放回原处,避免张冠李戴。

⑤使用试剂时要遵守正确的操作方法,避免污染试剂。

(7)指定回收的药品,要倒入回收瓶内,未指定回收的废液或残渣要倒入废液缸内,不要倒入水槽,废纸要扔入纸篓内,以免腐蚀或堵塞下水道。

(8)注意安全操作,遵守安全守则。化学实验室存在中毒、易燃、易爆、易饱和、易腐蚀等多种隐患,是事故发生的地点,必须注意安全操作,遵从教师的指导。

(9)完成实验后将仪器洗刷干净,放回原来位置,整理桌面,保持地面和桌面的清洁。值日生要负责监督和检查每个同学的实验完成情况。同学们应该听从值日生的意见。

0.4 实验室安全守则

化学实验室中许多试剂易燃、易爆,具有腐蚀性和毒性,存在着不安全因素,所以进行化学实验时,必须重视安全问题,绝不可麻痹大意。初次进行化学实验的学生,应接受必要的安全教育,且每次实验前都要仔细阅读本实验的安全注意事项。在实验过程中要严格遵守下列安全守则:

(1)实验室内严禁吸烟、饮食、大声喧哗、打闹。

(2)水、电、气用后立即关闭。

(3)洗液、浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,使用时应特别注意。

(4)有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内进行。嗅闻气体时,应用手轻拂气体,把少量气体煽向自己再闻,不能将鼻孔直接对着瓶口。

(5)含有易挥发和易燃物质的实验,必须在远离火源的地方进行,最好在通风橱内进行。

(6)加热试管时,不要将试管口对着自己或他人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出受到伤害。

(7)有毒试剂如氰化物、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸钾等要严防进入口内或接触伤口,也不能随便倒入水槽,应回收处理。

(8)稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅动。切勿将水倒入浓硫酸中发生迸溅,造成灼伤。

(9)禁止随意混合各种试剂药品,以免发生意外事故。

(10)实验完毕,应将实验桌整理干净,洗净双手,关闭水、电、煤气等阀门后才能离开实验室。

0.5 实验室意外事故处理

(1) 若因酒精、苯或乙醚等引起着火,应立即用湿布或砂土(实验室应备有灭火砂箱)等扑灭;若遇电器设备着火,必须先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。

(2) 遇有轻度烫伤事故,可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗灼伤处,再擦上凡士林或烫伤油膏;重度烫伤应立即送医院治疗。

(3) 若在眼睛或皮肤上溅着强酸或强碱,应立即用大量清水冲洗。若是浓硫酸则应先用干布擦去,然后用大量水冲洗,再用3% 碳酸氢钠溶液(或稀氨水)洗。若碱灼伤,需先用质量分数为2%的醋酸(或硼酸)洗,最后涂些凡士林在皮肤上。

(4) 氢氟酸烧伤皮肤时,先用质量分数为10%的碳酸氢钠溶液(或质量分数为2%的氯化钙溶液)洗涤,再用二份甘油与一份氧化镁制成的糊状物涂在纱布上掩盖患处,同时在烧伤的皮肤下注射质量分数为10%的葡萄糖溶液。

(5) 四氯化碳有轻度麻醉作用,对肝和肾有严重损害,如遇中毒症状(恶心、呕吐)应立即离开现场,按一般急救处理,眼和皮肤受损害时,可用质量分数为2%碳酸氢钠溶液或质量分数为1%的硼酸溶液冲洗。

(6) 金属汞易挥发,它通过人的呼吸进入人体内,逐渐积累会引起慢性中毒,所以不能把汞洒落在桌上或地上,一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使汞转变成不挥发的硫化汞。

(7) 毒物进入口内,把5~10 mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院。

(8) 若吸入氯、氯化氢气体,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸汽以解毒,若吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(9) 被玻璃割伤时,伤口若有玻璃碎片,须先挑出,然后抹上红药水并包扎。

(10) 遇有触电事故,应切断电源,必要时进行人工呼吸,对伤势较重者,应立即送医院。

第1章 环境实验化学基础知识与操作技能

1.1 实验室用水的规格、制备及检验方法

纯水是实验室用量最大的溶剂,实验室所用纯水的纯度关系整个分析操作过程的成败,因此,要重视实验室用水质量,要明确不同实验所需纯水质量不同,要合理使用实验室纯水,要对实验室所用不同纯水进行定期质量监控。

我国已经建立了实验室用水规格的国家标准(GB/T 6682—1992),该标准规定了实验室用水的技术指标、制备方法及检验方法。

1.1.1 纯水的规格及技术指标

纯水是分析工作必不可少的物质条件之一。因此,在开展分析监测之前,首先要制备出合乎分析要求的纯水。纯水的制备是将原水中可溶性和非可溶性杂质除去的水处理方法。一般情况下,合格的试剂级纯水的纯度标准见表1.1。

表 1.1 试剂级纯水的纯度标准

指 标	标 准 值
比电阻(25 ℃)	$>5 \times 10^5 \Omega/\text{cm}$
硅酸盐(SiO_2)	$<10 \text{ ng/mL}$
重金属(以铅表示)	$<10 \text{ ng/mL}$
还原高锰酸盐的物质	合格 ^①

注:①500 mL水中加1 mL浓硫酸和0.03 mL 0.02 mol/L的高锰酸盐溶液,在室温放置1 h后,高锰酸盐的粉红色不完全褪色为合格

根据用途不同,可将实验室用水分为一级水、二级水、三级水和四级水等不同等级。其中一级水主要可用于配置痕量金属溶液,二级水适用于去除有机物比痕量金属离子更为重要的场合,三级水主要用于实验室中玻璃器皿的初步洗涤和冲洗,四级水用于对纯水纯度要求不很高的场合。各种级别纯水的规格和技术指标见表1.2。

表 1.2 实验室纯水纯度级别及相应技术指标

性 质	级 别			
	一	二	三	四
全物质最高含量/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	0.1	0.1	1.0	2.0
最高电导(25 ℃)/ $(\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1})$	0.06	1.0	1.0	5.0
最高比电阻(25 ℃)/ $(\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1})$	16.66	1.0	1.0	0.20
pH值(25 ℃)	6.8~7.2	6.6~7.2	6.5~7.5	5.0~8.0
KMnO_4 保持颜色的最低时间/min	60	60	10	10

1.1.2 纯水的制备方法

制备纯水的方法很多,通常多用蒸馏法、离子交换法、反渗透法等。依据对纯水的不同要求,采用不同的制备方法。

1. 蒸馏法

用蒸馏法制备无离子纯水的优点是操作简单,可以除去非离子杂质和离子杂质。缺点是设备要求严密,产量很低而成本又高。

用蒸馏法纯化水的机理是利用杂质不和水蒸气一同蒸发而达到水与杂质分离的目的。大多数的无机盐、碱和某些有机化合物属于不挥发性杂质,通过蒸馏可以除去。在这种情况下,要避免发生被水蒸气带走液沫的现象。冷凝器和接受器也应由不会被水侵蚀的材料制成。

对于一些溶解在水中的气体、多种酸、挥发性有机物及完全或部分转入馏出液中的某些盐的分解产物等挥发性杂质,简单蒸馏效果不好。通常情况下,有机物可用氧化法除去,使有机物氧化成二氧化碳和硫化氢等在蒸馏之前被除去。如有氨和胺存在,可加入铬酸酐或磷酸酐与之化合。

制备纯水的蒸馏器的形式是多种多样的,但用于制造蒸馏器的材料有3种:金属、化学玻璃和石英玻璃。

使用铜或其他金属制成的蒸馏器,制得的蒸馏水中所含的金属杂质,例如铜、锡等常多于原水。对于痕量元素分析来说,金属蒸馏器所蒸得的蒸馏水是不适合的。

使用硬质化学玻璃制成的蒸馏器,全部磨口连接,所蒸馏的蒸馏水比较纯净,适用于一般用途。由于硬质化学玻璃中含有一定数量的硼,故所得的蒸馏水不适用于硼的测定。

石英蒸馏器所蒸馏的蒸馏水更为纯净,适用于所有痕量元素的测定工作。但是石英蒸馏器价格昂贵,蒸馏瓶体积一般比较小,出水率较低,不应当无条件使用。

一次蒸馏的效果较差,可以通过多次蒸馏,提高纯度。例如,第一次蒸馏时加入几滴硫酸,除去重金属;第二次蒸馏时加少许碱溶液,中和可能存在的酸;第三次蒸馏时不加入酸或碱。

各种蒸馏法制得的纯水中,所含几种痕量元素的量,见表1.3。

表 1.3 各种纯化法所制得纯水所含微量元素的比较

纯化方法	痕量元素含量/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)			
	Cu	Zn	Mn	Mo
1. 铜制蒸馏器(内壁为锡)	0.01	0.002	0.001	0.002
2. 上述的蒸馏水用硬质玻璃(pyrex)蒸馏器蒸馏一次	0.001	0.000 12	0.000 2	0.000 002
3. 同上,蒸馏二次	0.000 5	0.000 04	0.000 1	0.000 001
4. 同上,蒸馏三次	0.000 4	0.000 04	0.000 1	0.000 001
5. 硬质玻璃(pyrex)蒸馏器蒸馏一次	0.001 6	0		
6. 耶纳(Jena)玻璃蒸馏器蒸馏一次	0.000 1	0.003		
7. Amberlite IR-100 树脂处理一次	0.003 5	0		

2. 离子交换法

用离子交换树脂处理原水,所获得的水称为去离子水、离子交换水或脱盐水。用此法制备纯水的优点是操作简便、设备简单、出水量大,因而成本低,在一般情况下可以代替蒸馏法制备纯水,尤其是大量用水的场合。离子交换处理能除去原水中绝大部分盐类、碱和游离酸,但不能完全除去有机物和非电解质。因此,要获得既无电解质又无微生物及热原质等杂质的纯水,就需要将离子交换水再进行一次蒸馏。或者,为了杜绝非电解质杂质和减少离子交换树脂的再生处理,以便提高离子交换树脂的利用率,可以采用普通(市售)蒸馏水或反渗透水代替原水进行离子交换处理。

(1) 树脂的选择与装柱方式。

市场已有成套的离子交换纯水器出售,实验室亦可用简易的离子交换柱制备纯水,柱子常以玻璃、有机玻璃或聚乙烯管材料制成,出水管、进水管和阀门最好也用聚乙烯制成。树脂的装柱高度以相当于柱直径的4~5倍为宜。对于离子交换树脂,一般在实验室中常选用含水率50%左右的。粒度20~40目,球状,交换能力很强,强度较好的强酸性阳离子交换树脂和强碱性阴离子交换树脂来制备去离子水,一般阴离子交换树脂的用量(按体积算)为阳离子交换树脂的1.5~2倍。常见的交换柱联结方式为: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。

(2) 新树脂的处理。

市售的离子交换树脂常常混有一些有机杂质(磺酸、胺类等)和无机杂质(铁、铅、铜、铝、钙、镁等)。其离子类型也不符合制水要求,如强酸1[#]离子交换树脂的出厂离子类型是Na⁺(钠)型,强碱201[#]离子交换树脂出厂离子类型是Cl⁻(氯)型,所以新树脂应经过处理后才能使用。

首先,将潮湿的新树脂放入盆中,用自来水反复漂洗,除去其中的色素、水溶性杂质、灰尘等,并用蒸馏水浸泡24h。当蒸馏水中无明显悬浊物时,将水排尽,用95%乙醇浸没树脂层,搅拌均匀浸泡24h,以除去醇溶性杂质。用水漂洗至无色、无乙醇气味后,再漂洗1~2次,然后分别进行以下处理:

①强酸性阳离子交换树脂,先用质量分数为5%~10%的盐酸浸泡一天,并不时搅拌,用倾倒法以蒸馏水洗涤树脂至洗液不呈色,然后将树脂带水一起装入柱中(装柱时应注意不要使树脂层中含有气泡),再继续用质量分数为5%~10%盐酸淋洗,使流出液中检不出Fe³⁺,再以蒸馏水或去离子水洗到流出液的pH值为6.6~7.0。

②强碱性阴离子交换树脂,先用水浸泡一天,将树脂带水一起装入柱中(装柱时应注意不要使树脂层中含有气泡),用质量分数为5%~10%盐酸溶液淋洗,直至使流出液检不出Fe³⁺,然后用水洗到中性,再用质量分数为6%~8%氢氧化钠溶液淋洗,至流出液中检不出Cl⁻,最后用蒸馏水洗至pH值约为7。

(3) 运行生产去离子水。

淋洗好的交换柱按阳离子交换树脂柱→阴离子交换树脂柱→混合树脂柱串联起来,接通水源,水从每个交换柱的顶部注入,生产去离子水。

(4) 离子交换树脂的再生。

在制备离子交换水的过程中,当阳(或阴)离子交换树脂上的H⁺(或OH⁻)离子已被交换完了以后,流出的离子交换水质达不到标准,需要对树脂再生。