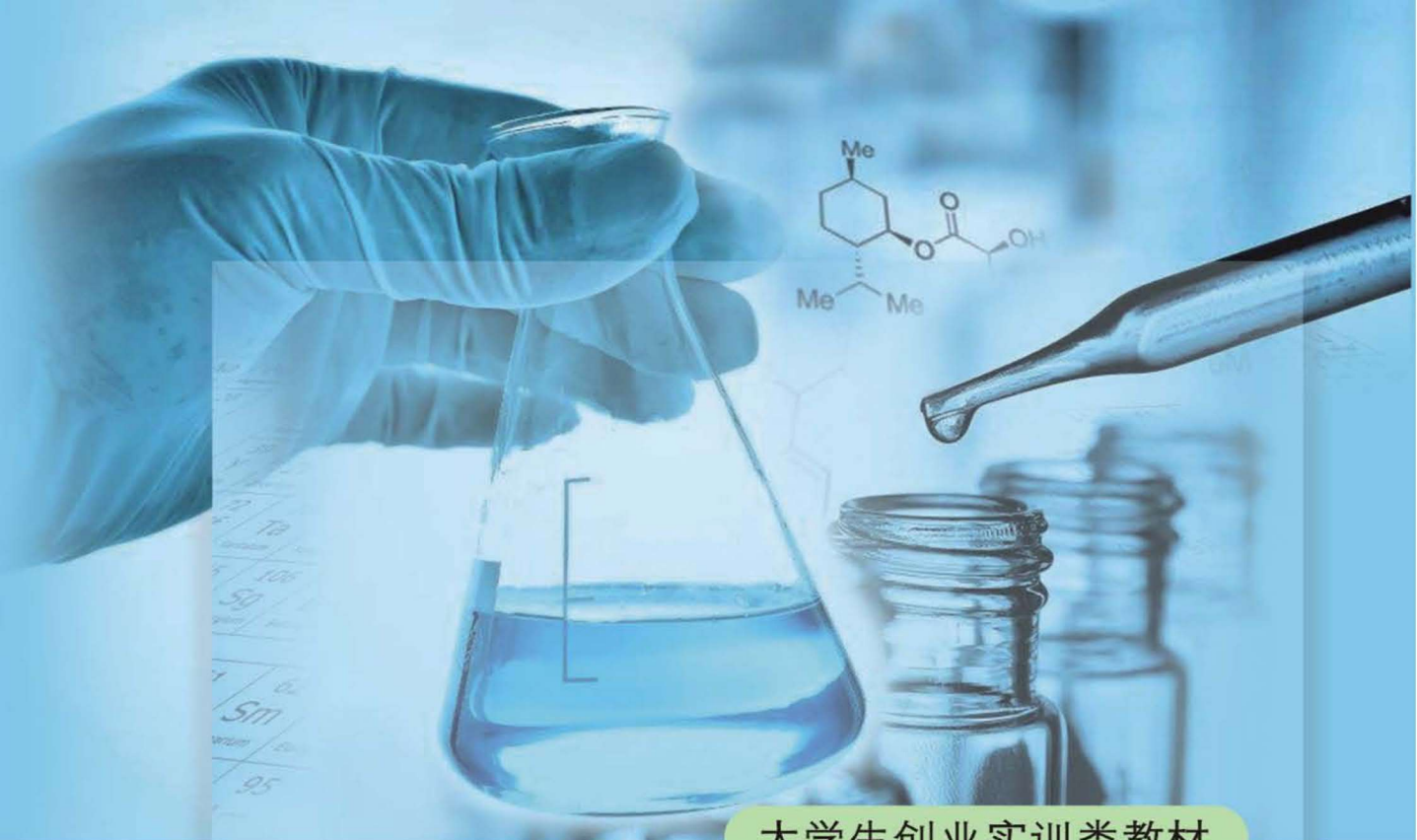




大学生创业实训类教材

实用综合化学实验

SHIYONG ZONGHE HUAXUE SHIYAN

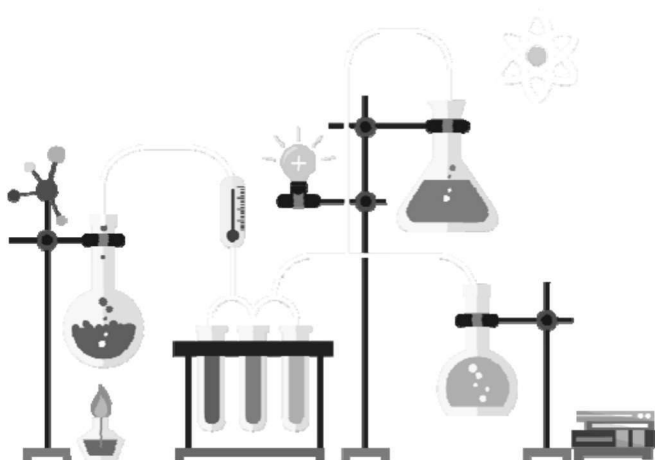
主编 ○ 邹 勇 胡秀虹



西安交通大学出版社

实用综合化学实验

主 编 ◎ 邹 勇 胡秀虹
副主编 ◎ 张文华 邹 波 刘文峰 胡腾顺
编 委 ◎ 王绍云 曹 晖 欧阳开霞 张 杨
周 志 王子曦 张廷辉 吴明强
顾怀章 贺仲兵 阮运飞



西南交通大学出版社

· 成都 ·

图书在版编目（C I P）数据
实用综合化学实验 / 邹勇，胡秀虹主编. —成都：
西南交通大学出版社，2017.9
ISBN 978-7-5643-5806-8

I. ①实... II. ①邹... ②胡... III. ①化学实验 - 高
等学校 - 教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2017）第 240164 号

实用综合化学实验

主 编 邹 勇 胡秀虹

责任编辑	牛 君
助理编辑	黄冠宇
封面设计	何东琳设计工作室
出版发行	西南交通大学出版社 (四川省成都市二环路北一段 111 号 西南交通大学创新大厦 21 楼)
邮政编码	610031
发行部电话	028-87600564 028-87600533
官网	http://www.xnjdcbs.com
印刷	四川森林印务有限责任公司

成品尺寸	185 mm× 260 mm
印张	17
字数	412 千
版次	2017 年 9 月第 1 版
印次	2017 年 9 月第 1 次
定价	42.00 元
书号	ISBN 978-7-5643-5806-8

课件咨询电话：028-87600533
图书如有印装质量问题 本社负责退换
版权所有 盗版必究 举报电话：028-87600562



/ 前言

时代的发展要求当今高等教育必须重视实践教学，改变过去只注重理论教学的传统模式。教学中既要注重学生知识、能力和素质的协调发展，又要注重对学生科学思维和实践创新能力的培养。搞好实践教学，其首要任务就是实践教材的建设。然而，传统的化学实践教材建设还存在着许多不足：如教材体系缺乏自身的系统性、科学性和完整性；教学内容偏重于理论验证性实验，综合设计性实验偏少，实习实训和创新实践的教材缺乏，学科间交叉不够，与实际生活联系不足等。而且多数化学实验仅仅局限于强化课堂所学知识，无法充分调动学生的科学思维，提高学生的能动性，不利于学生综合素质和创新能力的培养。因此，我们立足于创新创业教育的理念，从高校人才培养的目标出发，结合化学专业特色，在考虑到化学实践教材建设现有不足的情况下，组织编写了《实用综合化学实验》这本教材。

“实用综合化学实验”是为那些已完成基础化学实验学习的高年级学生开设的一门实践教学类实验课程。本课程教材由凯里学院、黔东南州环境监测中心站、黔东南州农产品质量安全检测中心、黔东南州食品药品检验检测中心和黔东南州土壤肥料站等单位合作编写，是“凯里学院实践教学创业实训系列教材”之一。在高等院校设置实用型的综合化学实验是化学实验教学体系的一项重要改革，是化学实践教学理念的教育创新。通过实用综合化学实验的学习、训练，能培养学生综合分析和解决实际问题的能力，培养学生的科学思维和创新意识，促进学生的个性化发展及综合素质的提高，为学生今后创新创业及就业打下坚实的基础。

本书将原各专业实验教材中各自独立的无机化学、有机化学、分析化学、物理化学、高分子化学、材料化学和生物化学实验等分散的实验内容与环保、农业、药监、质监等部门实际紧密结合，经过“去伪存真”“去粗取精”“去旧取新”，根据它们内在的规律和联系，进行重组、交叉和融合，形成一个实用型综合化学实验体系。实验项目设置“接地气”，实验内容由浅入深，基础与进阶并重，经典内容与前沿问题有机结合，各学科领域相互交叉。通过几个系列的综合化学实验，建立以学生为中心的实验教学模式，使学生充分认识到科学研究思路的通用性，充分感受到检测工作的科学性和严谨性，激发学生学习先进科学知识的积极性。

全书分为五部分，第一部分为环境监测综合实验，包括 18 个实验；第二部分为食品药品检测综合实验，包括 15 个实验；第三部分为土壤、植株检测综合实验，包括 17 个实验；第四部分为农产品检测综合实验，包括 16 个实验；第五部分为附录，介绍相关现代大型仪器的使用及操作。在实验项目的设置上，力求突出专业特色，着力体现学科交叉、融合的特点，充分应用最实用有效的实验方法和先进的手段进行实验研究，做到化学实验教学内容与科研、社会应用实践的密切联系。

本书可供全国高等院校及职业技术学院化学、生物、药学、制药、农学及其相关学科专业的师生选用。使用时可根据院校具体情况，选择实验项目。

本书在编写过程中得到了各参编单位的大力支持，在此一并表示衷心感谢。

在编写过程中，我们竭尽所能，但由于参编单位多，编写作者多，涉及的交叉学科多，时间仓促，加之化学实践教学目前还存在一些问题有待探讨与不断总结，因此，书中错误与疏漏之处恐难避免，恳请专家和读者提出宝贵意见，以利进一步提高、修改和完善。

《实用综合化学实验》编委会

2017 年 8 月



/ 目录

第一部分 环境监测综合实验	1
实验一 水体硬度的测定 (EDTA 法)	1
实验二 水体中氨氮的测定	5
实验三 水体中化学需氧量 (COD _{Cr}) 的测定	9
实验四 五日生化需氧量 (BOD ₅) 的测定	13
实验五 水体中挥发酚的测定	20
实验六 水体中总磷化物的测定	24
实验七 水体中铜、锌、铅、镉的测定	27
实验八 水体中汞、砷、硒、铋和锑的测定	31
实验九 水体中无机阴离子的测定	37
实验十 水体中氟化物的测定	41
实验十一 饮用水中滴滴涕含量的测定	45
实验十二 高效液相法测定水体中苯并 (a) 芘	48
实验十三 电子耦合等离子体发射光谱法测定水体中钴含量	52
实验十四 红外分光光度法测定水体中石油及动植物油	56
实验十五 水体中粪大肠菌群的测定	60
实验十六 分光光度法测定空气氮氧化物	67
实验十七 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法测定二氧化硫	71
实验十八 重量法测定空气中的 PM _{2.5} 和 PM ₁₀	76
第二部分 食品药品检测综合实验	79
实验十九 凯氏定氮法测定大豆中蛋白质含量	79
实验二十 索氏抽提法测定花生中脂肪含量	83
实验二十一 膨化食品中铅含量的测定	86
实验二十二 食醋中苯甲酸钠、山梨酸钾的含量测定	89

实验二十三	食用油脂酸价和过氧化值测定	93
实验二十四	大米中总灰分含量的测定	97
实验二十五	酱油中氨基酸态氮的含量测定	100
实验二十六	果酒中总糖和还原糖含量的测定	103
实验二十七	黄柏、钩藤、天麻、红花和金银花的显微鉴定	107
实验二十八	牛黄解毒片、六味地黄丸的显微鉴定	110
实验二十九	黄连、黄柏的水分、灰分、浸出物的测定	112
实验三十	太子参的薄层色谱鉴别	116
实验三十一	紫外光谱法鉴定天麻真伪	119
实验三十二	牛黄解毒片中黄芩苷的含量测定	121
实验三十三	维 C 银翘片中维 C 含量的测定	124
第三部分	土壤、植株检测综合实验	127
实验三十四	土壤样品的采集及处理	127
实验三十五	土壤中有机质含量的测定	131
实验三十六	土壤 pH 值的测定 (电位法)	135
实验三十七	土壤全氮的测定 (凯氏蒸馏法)	139
实验三十八	土壤水解性氮的测定 (碱解扩散法)	143
实验三十九	土壤全磷的测定	146
实验四十	土壤有效磷的测定	149
实验四十一	土壤速效钾的测定	152
实验四十二	土壤缓效钾的测定	154
实验四十三	交换性钙和镁的测定	156
实验四十四	土壤中有效硼的测定	159
实验四十五	土壤有效钼的测定	162
实验四十六	土壤有效硫的测定	165
实验四十七	土壤有效硅的测定	168
实验四十八	土壤全量铜、锌、铁、锰的测定	171
实验四十九	土壤有效态铜、锌、铁、锰的测定	174
实验五十	作物样品的采集、处理及常量元素测定	179
第四部分	农产品检测综合实验	187
实验五十一	高效液相法测定鸡可食性组织中尼卡巴嗪残留量	187

实验五十二	高效液相法测定动物食品中磺胺类药物残留	191
实验五十三	高效液相法测定鸡蛋中氟喹诺酮类药物残留	196
实验五十四	高效液相法测定动物食品中氟喹诺酮类药物残留	200
实验五十五	高效液相法测定水产品中孔雀石绿和结晶紫的药物残留	204
实验五十六	双流向酶联免疫法 (ELISA) 测定乳制品中黄曲霉毒素 M ₁	208
实验五十七	酶联免疫吸附法检测动物组织中氯霉素残留量	211
实验五十八	酶联免疫吸附法检测猪肉食品中四环素类残留量	214
实验五十九	液相色谱-串联质谱法检测动物肌肉和水产品中氯霉素残留量	217
实验六十	分光光度法快速检测蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量	222
实验六十一	气相色谱法测定蔬菜和水果中有机磷类农药多残留	225
实验六十二	气相色谱法测定蔬菜和水果中有机氯类、 拟除虫菊酯类农药多残留	230
实验六十三	原子荧光光谱分析法测定农产品中的总汞	235
实验六十四	氢化物发生原子荧光光谱法测定农产品中的总砷	238
实验六十五	石墨炉原子吸收光谱法测定农产品中的铅	241
实验六十六	石墨炉原子吸收光谱法测定农产品中的镉	244
第五部分	附录 相关现代大型仪器的使用及操作	247
参考文献		264



第一部分 环境监测综合实验

实验一 水体硬度的测定 (EDTA 法)

一、实验目的

- (1) 学习 EDTA 法测定水体中钙、镁离子的原理。
- (2) 掌握 EDTA 滴定法的操作和钙、镁离子含量的计算。
- (3) 了解水样的采集及处理。

二、实验原理

总硬度是指钙、镁离子的总量。在 $\text{pH} = 10$ 时, EDTA 能与钙和镁离子形成稳定的配合物。用铬黑 T 作指示剂, 与钙离子和镁离子络合生成紫红色或紫色溶液。由于 EDTA 与钙和镁离子形成的络合物其稳定性比铬黑 T 与镁和镁离子形成的配合物的稳定性强, 所以滴定过程中, 游离的钙和镁离子首先与 EDTA 溶液反应, 而跟指示剂络合的钙和镁离子随后与 EDTA 溶液反应, 到达终点时溶液的颜色由紫色变为天蓝色。本实验适用于地下水和地面水的测定, 不适用于含盐量高的水, 如海水的测定。

三、实验仪器与试剂

1. 仪 器

- (1) 50 mL 滴定管 (分刻度至 0.10 mL)。
- (2) 恒温干燥箱。
- (3) 电炉。

2. 试 剂

(1) 缓冲溶液 ($\text{pH} = 10$): 精密称取 16.9 g 氯化铵 (NH_4Cl) 和 1.25 g EDTA 二钠镁 ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2\text{Mg}$), 溶解于 143 mL 浓氨水中, 再用去离子水定容至 250 mL。

(2) EDTA 二钠标准溶液 (10 mmol/L): 取一份 EDTA 二钠二水合物 ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 于烘箱内 80°C 干燥 2 h, 取出, 置干燥器中冷却至室温。精密称取 1.862 g 溶解于少量去离子水中, 移入容量瓶中用去离子水定容至 500 mL, 摇匀并盛放于聚乙烯瓶内, 定期校对其浓度。

(3) 钙标准溶液 (10 mmol/L): 精密称取 1.001 g 事先在 150°C 干燥 2 h 并在干燥器内冷却至室温的碳酸钙 (CaCO_3), 放入 500 mL 锥形瓶中, 用少量的去离子水湿润, 然后逐滴加入 4 mol/L 盐酸至碳酸钙完全溶解 (切勿滴入过量的酸)。加入 200 mL 水, 煮沸数分钟以赶除二氧化碳, 待冷至室温后, 加入数滴 0.1% 甲基红乙醇溶液, 并逐滴加入 3 mol/L 氨水至溶液变成橙色, 将溶液转移至容量瓶中定容至 1 000 mL。此溶液 1.00 mL 含 0.400 8 mg (0.01 mmol) 钙。

(4) 铬黑 T 指示剂: 称取 0.5 g 铬黑 T, 溶于 100 mL 三乙醇胺 $[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$ 并盛放在棕色瓶内 (为了减少溶液的黏性, 常以不超过 25 mL 的乙醇代替三乙醇胺)。

(5) 铬黑 T 指示剂干粉: 称取 0.5 g 铬黑 T 与 100 g 氯化钠充分混合, 研磨并过 40 ~ 50 目筛, 然后盛放在棕色瓶中, 紧塞, 待用。

(6) 0.1% 甲基红乙醇溶液: 精密称取 0.1 g 甲基红, 溶于少量的 60% 乙醇, 并定容至 100 mL。

(7) 浓氨水 (28%)。

(8) 3 mol/L 氨水: 准确量取 20.3 mL 浓氨水, 用水稀释至 100 mL。

(9) 氢氧化钠溶液 (2 mol/L): 称取 8 g 氢氧化钠, 溶于 100 mL 新鲜蒸馏水中, 盛放于聚乙烯瓶内, 以避免空气中二氧化碳的污染。

(10) 氰化钠 (NaCN)。

(11) 三乙醇胺 $[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$ 。

3. 材 料

自来水或井水或江、河、湖等地面水 (采集自来水或有抽水设备的井水时, 应先放水数分钟再取样; 采集无抽水设备的井水或江、河、湖等地面水时, 应采集水面下 20 ~ 30 cm 处的水样。水样采集于聚乙烯瓶内, 并于 24 h 内完成测定, 否则, 每升水样中应加 2 mL 浓硝酸作保存剂使 pH 值降至 1.5 左右)。

四、实验步骤

1. EDTA 溶液的标定

量取 20.0 mL 钙标准溶液, 加水稀释至 50 mL, 按实验步骤 3 来标定配制好的 EDTA 二钠溶液, 并按下式: $c_1 = c_{\text{Ca}} V_{\text{Ca}} / V_1$ 计算 EDTA 二钠溶液的浓度 c_1 (mmol/L) (c_{Ca} 为钙标准溶液的浓度, V_{Ca} 为钙标准溶液的体积, V_1 为标定中消耗的 EDTA 二钠溶液体积)。

2. 水样的处理

一般样品不需预处理, 若样品中存在大量微小颗粒物, 则需用 0.45 μm 水系滤膜过滤; 若试样中钙和镁离子的总量超出 3.6 mmol/L 时, 应稀释至低于此浓度, 记录稀释因子 F; 若试样经过酸化保存, 则要用 2 mol/L 氢氧化钠溶液中和, 计算结果时, 应考虑由于加酸或碱而产生的稀释因子。

3. 水样硬度的测定

吸取水样 50.0 mL，移入 250 mL 锥形瓶中，加入 4 mL 缓冲溶液，2~4 滴铬黑 T 指示剂（或 50~100 mg 指示剂干粉），此时溶液应呈紫红或紫色，pH 值为 10.0 ± 0.1 。立即用 10 mmol/L EDTA 二钠标准溶液滴定至溶液由紫红或紫色转变为天蓝色即为终点，整个滴定过程控制在 5 min 内完成，记录消耗 EDTA 二钠溶液的体积。

五、结果与讨论

1. 结果与计算

（1）EDTA 二钠溶液的浓度 c_1 （mmol/L）用下式计算。

$$c_1 = c_2 \times \frac{V_2}{V_1}$$

式中： c_2 ——钙标准溶液的浓度，mmol/L；

V_2 ——钙标准溶液的体积，mL；

V_1 ——标定中消耗的 EDTA 二钠溶液体积，mL。

（2）钙和镁总量 c_0 （mmol/L）用下式计算。

$$c_0 = c_1 \times \frac{V_1}{V_0}$$

式中： c_1 ——EDTA 二钠溶液浓度，mmol/L；

V_1 ——滴定中消耗 EDTA 二钠溶液的体积，mL；

V_0 ——试样体积，mL。

如试样经过稀释，采用稀释因子 F 修正计算。

（3）硬度的计算。

1 mmol/L 的钙镁总量相当于 100.1 mg/L 以 CaCO_3 表示的硬度。

2. 注意事项

（1）为防止产生沉淀，当水样中加入缓冲溶液和铬黑 T 指示剂，溶液呈紫红色时，应立即进行滴定，且刚开始滴定速度宜稍快，接近终点时应稍慢，并充分振摇，最好每滴间隔 2~3 s。

（2）若水样中含铁 铝等干扰测定时，可加 250 mg 氰化钠或（1+1）三乙醇胺 1~3 mL 加以掩蔽。

（3）若水样中含有少量的锌离子，取样后可加 0.5 mL β -氨基乙硫醇加以掩蔽，若锌含量高，则另测锌含量，最后从总硬度中减去。

（4）水样含正磷酸盐超出 1 mg/L，在滴定的 pH 值条件下会使钙生产沉淀。如滴定速度太慢或钙含量超出 100 mg/L 会析出正磷酸钙沉淀，影响测定。

（5）氰化钠是剧毒品，取用和处置时须谨慎小心，含氰化钠的溶液不可酸化。

3. 思考题

- (1) 简述水质总硬度的定义。
- (2) 在测定水质总硬度时，哪些离子可能会对结果造成较大的干扰？
- (2) 用 EDTA 二钠标准溶液滴定水样时，从开始至滴定终点出现哪些颜色变化？

实验二 水体中氨氮的测定

一、实验目的

- (1) 学习可见分光光度计的使用方法。
- (2) 掌握分光光度法测定水中氨氮的原理及方法。
- (3) 了解水样的处理及氨氮含量的计算方法。

二、实验原理

以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与碘化汞和碘化钾的碱性溶液反应生成淡红棕色胶态化合物，该络合物在较宽的波长内具有强烈吸收，其吸光度与氨氮含量成正比，在波长 420 nm 处测量吸光度。适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中氨氮的测定。

三、实验仪器与试剂

1. 仪 器

- (1) 可见分光光度计。
- (2) 氨氮蒸馏装置：由 500 mL 凯式烧瓶（蒸馏烧瓶）、氮球、直形冷凝管和导管组成，冷凝管末端可连接一段适当长度的滴管，使出口尖端浸入吸收液液面下。
- (3) 具塞比色管（50 mL）。
- (4) 纯水器。
- (5) pH 计。

2. 试 剂

- (1) 无氨水（用市售纯水器直接制备）。
- (2) 轻质氧化镁（MgO）：不含碳酸盐，于 500 °C 下加热氧化镁，以除去碳酸盐。
- (3) 盐酸（ $\rho = 1.18 \text{ g/mL}$ ）。
- (4) 纳氏试剂[碘化汞-碘化钾-氢氧化钠（ HgI_2 -KI-NaOH）溶液]：称取 16.0 g 氢氧化钠（NaOH），溶于 50 mL 水中，冷至室温。称取 7.0 g 碘化钾（KI）和 10.0 g 碘化汞（ HgI_2 ），溶于水中，在搅拌下，将溶液缓慢加入到上述 50 mL 氢氧化钠溶液中，再用水稀释至 100 mL 即得。溶液保存于聚乙烯瓶内盖紧，暗处存放。
- (5) 酒石酸钾钠溶液（ $\rho = 500 \text{ g/L}$ ）：称取 50.0 g 酒石酸钾钠（ $\text{KNaC}_4\text{H}_6\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ），溶

解于 100 mL 水中，加热煮沸以排除氨，待冷却后再补加水至 100 mL。

(6) 硫代硫酸钠溶液 ($\rho = 3.5 \text{ g/L}$): 称取 3.5 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), 加水溶解并定容至 1 L。

(7) 硫酸锌溶液 ($\rho = 100 \text{ g/L}$): 称取 10.0 g 硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 加水溶解并定容至 100 mL。

(8) 氢氧化钠溶液 ($\rho = 250 \text{ g/L}$): 称取 25 g 氢氧化钠, 加水溶解并稀释至 100 mL。

(9) 氢氧化钠溶液 ($c = 1 \text{ mol/L}$): 称取 4 g 氢氧化钠, 加水溶解并稀释至 100 mL。

(10) 盐酸溶液 ($c = 1 \text{ mol/L}$): 量取 8.5 mL 盐酸 ($\rho = 1.18 \text{ g/mL}$), 加水定容至 100 mL。

(11) 硼酸 (H_3BO_3) 溶液 ($\rho = 20 \text{ g/L}$): 称取 20 g 硼酸溶于水, 并稀释至 1 L。

(12) 溴百里酚蓝指示剂 ($\rho = 0.5 \text{ g/L}$): 称取 0.05 g 溴百里酚蓝, 溶于 50 mL 水中, 加入 10 mL 无水乙醇, 再用水定容至 100 mL。

(13) 淀粉-碘化钾试纸: 称取 1.5 g 可溶性淀粉于烧杯中, 用少量水调成糊状, 加入 200 mL 沸水, 搅拌混匀放冷。加 0.50 g 碘化钾 (KI) 和 0.50 g 碳酸钠 (Na_2CO_3), 用水稀释至 250 mL。将滤纸条浸渍后, 取出晾干, 于棕色瓶中密封保存。

(14) 氨氮标准溶液。

① 氨氮标准贮备溶液 ($\rho_{\text{N}} = 1000 \text{ }\mu\text{g/mL}$): 称取 3.8190 g 氯化铵, 加水溶解, 并定容至 1 L, $2^\circ\text{C} \sim 5^\circ\text{C}$ 保存。

② 氨氮标准工作溶液 ($\rho_{\text{N}} = 10 \text{ }\mu\text{g/mL}$): 吸取 5.00 mL 氨氮标准贮备溶液 ($\rho_{\text{N}} = 1000 \text{ }\mu\text{g/mL}$), 加水定容至 500 mL, 临用时现配。

(15) NH_4Cl (优级纯, 于 $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$ 干燥 2 h)。

3. 材 料

水样 (装于聚乙烯瓶或玻璃瓶内, 24 h 内完成分析, 或加硫酸使水样酸化至 $\text{pH} < 2$, $2 \sim 5^\circ\text{C}$ 下可保存 7 天)。

四、实验步骤

1. 水样的预处理

(1) 除余氯: 加入硫代硫酸钠溶液去除水样中的余氯 (每加 0.5 mL 可去除 0.25 mg 余氯), 再用淀粉-碘化钾试纸检验余氯是否除尽;

(2) 絮凝沉淀: 取 100 mL 水样, 加入 1 mL 硫酸锌溶液和 0.1 mL $\sim$ 0.2 mL 氢氧化钠溶液 ($\rho = 250 \text{ g/L}$), 调节 pH 值约为 10.0, 混匀, 放置使之沉淀, 倾取上清液分析。

(3) 预蒸馏: 将 50 mL 硼酸溶液移入接收瓶内, 确保冷凝管出口在硼酸溶液液面之下。分取 250 mL 水样, 移入烧瓶中, 加几滴溴百里酚蓝指示剂, 必要时, 用氢氧化钠溶液 ($c = 1 \text{ mol/L}$) 或盐酸溶液 ($c = 1 \text{ mol/L}$) 调整 pH 值至 6.0 (指示剂呈黄色) $\sim$ 7.4 (指示剂呈蓝色) 之间, 加入 0.25 g 轻质氧化镁及数粒玻璃珠, 立即连接氮球和冷凝管。加热蒸馏, 使馏出液速率约为 10 mL/min , 待馏出液达 200 mL 时, 停止蒸馏, 加水定容至 250 mL。

2. 校准曲线的绘制

取 8 个洁净的 50 mL 比色管,分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 氨氮标准工作溶液,使其所对应的氨氮含量分别为 0.0 μg、5.0 μg、10.0 μg、20.0 μg、40.0 μg、60.0 μg、80.0 μg 和 100 μg,加水至标线。加入 1.0 mL 酒石酸钾钠溶液,摇匀,再加入 1.5 mL 纳氏试剂摇匀。放置 10 min 后,在波长 420 nm 下,以水作参比,测量吸光度。以空白校正后的吸光度为纵坐标,以其对应的氨氮含量(μg)为横坐标,绘制校准曲线。

3. 样品测定

(1) 清洁水样:直接取 50 mL,按与校准曲线相同的步骤测量吸光度;

(2) 有悬浮物或色度干扰的水样:取经预处理的水样 50 mL(若水样中氨氮度超过 2 mg/L,可适当少取水样体积),按与校准曲线相同的步骤测量吸光度。

4. 空白试验

用水代替水样,按与样品相同的步骤进行前处理和测定。

五、实验结果与讨论

1. 结果的计算

由水样测得的吸光度减去空白试验的吸光度后,从校准曲线上查得氨氮含量(mg):

$$\rho_N = \frac{(A_s - A_b - a)}{b \times V}$$

式中: ρ_N ——水样中氨氮的质量浓度(以 N 计), mg/L;

A_s ——水样的吸光度;

A_b ——空白试验的吸光度;

a ——校准曲线的截距;

b ——校准曲线的斜率;

V ——水样体积(mL)。

2. 注意事项

(1) 根据待测样品的质量浓度合适的比色皿;

(2) 经蒸馏或在酸性条件下煮沸方法预处理的水样,须加一定量氢氧化钠溶液($c = 1\text{mol/L}$),调节水样至中性,用水稀释至 50 mL,再按与校准曲线相同的步骤测量吸光度。

3. 思考题

(1) 如何配制纳氏试剂,需注意哪些问题?

(2) 本实验对纯水的要求比较高,实验中纯水的制备有哪些方法?

(3) 对于比较脏的地表水、饮用水和废水的水样,可进行哪些预处理?

实验三 水体中化学需氧量 (COD_{cr}) 的测定

一、实验目的

- (1) 学习 COD_{cr} 水样的采样及保存。
- (2) 掌握化学需氧量测定的方法和原理。
- (3) 了解滴定管的正确使用方法。

二、实验原理

在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液，用一定量的重铬酸钾氧化水样中还原性物质，并在强酸介质下以银盐作催化剂，经沸腾回流后，以试亚铁灵为指示剂，用硫酸亚铁铵滴定水样中未被还原的重铬酸钾，根据重铬酸钾的量换算成水样中还原性物质消耗氧的质量浓度。

在酸性重铬酸钾条件下，芳烃及吡啶难以被氧化，其氧化率较低。在硫酸银催化作用下，直链脂肪族化合物可有效地被氧化。无极还原性物质如亚硝酸盐、硫化物和二价铁盐等将使测定结果增大，其需氧量也是 COD_{cr} 的一部分。

三、实验仪器与试剂

1. 仪 器

- (1) 回流装置：带有 250 mL 磨口锥形瓶的全玻璃回流装置，也可选用水冷或风冷全玻璃回流装置，其他等效冷凝回流装置亦可。
- (2) 加热装置：电炉或其他等效消解装置。
- (3) 酸式滴定管：25 mL 或 50 mL。
- (4) 分析天平：感量为 0.0001 g。

2. 试 剂

- (1) 硫酸 (H₂SO₄)： $\rho = 1.84$ g/mL，优级纯。
- (2) 重铬酸钾 (K₂Cr₂O₇)：基准试剂，取适量重铬酸钾在 105 °C 烘箱中干燥 2 h 至恒重。
- (3) 硫酸银 (Ag₂SO₄)，化学纯。
- (4) 硫酸汞 (HgSO₄)，化学纯。
- (5) 硫酸亚铁铵[(NH₄)₂Fe(SO₄)₂· 6H₂O]，化学纯。
- (6) 硫酸溶液 (1+9)。