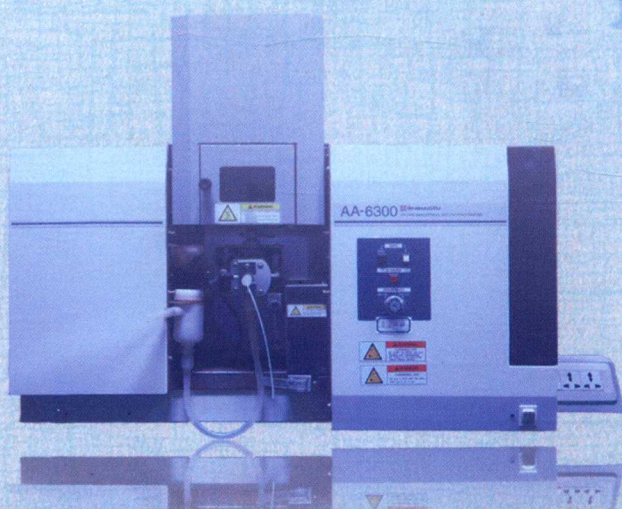




环境学实验

H U A N J I N G X U E S H I Y A N

主 编◎赵广超

副主编◎杨如意 董宗木 咎逢宇

陶海升 杨 耿

 安徽师范大学出版社

2010年安徽省高校省级质量工程项目（环境科学实验示范教育中心，20100214）

2014年安徽师范大学教材出版项目

2015年安徽省高校省级教学研究项目（2015jyxm065）

环境学实验

H U A N J I N G X U E S H I Y A N

主 编◎赵广超

副主编◎杨如意 董宗木 管逢宇

陶海升 杨 耿

 安徽师范大学出版社

· 芜湖 ·

内容提要:

本书是环境学综合实验教材。全书包括80个实验,其内容涵盖空气、水、土壤、生物样品中无机或有机污染物的存在行为、存在形态,以及迁移和转化的规律。既注重对学生在环境学领域基本实验技能的培养和锻炼,同时也反映了本学科当前国际最新研究动态和研究方法,具有内容丰富、选材新颖、涉及面广和适应性强等特点。

本书可作为高等院校环境科学与环境工程类专业本科生或研究生的专业教材,也可以作为环境科学工作者从事科学研究工作的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

环境学实验 / 赵广超主编. — 芜湖:安徽师范大学出版社,2016.12

ISBN 978-7-5676-2631-7

I. ①环… II. ①赵… III. ①环境科学-实验-高等学校-教材 IV. ①X-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第219011号

责任编辑:盛 夏 舒贵波

装帧设计:董丹阳

环境学实验

赵广超 主编

出版发行:安徽师范大学出版社

芜湖市九华南路189号安徽师范大学花津校区 邮政编码:241002

网 址:<http://www.ahnupress.com/>

发 行 部:0553-3883578 5910327 5910310(传真) E-mail:asdcbsfxb@126.com

印 刷:虎彩印艺股份有限公司

版 次:2016年12月第1版

印 次:2016年12月第1次印刷

规 格:880 mm × 1230 mm 1/16

印 张:20.375

字 数:600千

书 号:ISBN 978-7-5676-2631-7

定 价:52.00元

凡安徽师范大学出版社版图书有缺漏页、残破等质量问题,本社负责调换。

《环境学实验》编委会

主 编:赵广超

副主编:杨如意 董宗木 咎逢宇 杨 耿 陶海升

编 委(按姓氏笔画排序):

方彩霞 左胜鹏 叶良涛 刘 畅 刘荣琼 李文文

李蜀萍 吴 婷 张凤美 武晓果 范支束 周宏标

周楠楠 孟 菁 赵 敏 咎树婷 贾其娜 夏传俊

徐苗青 陶秀成 曹玉红 戴万宏

前 言

环境学的学习要求理论与实践并重。实验教学有其重要的地位,贯穿整个环境学专业学习的各个阶段,它的任务是引导学生从实验现象中获取处理环境问题的实践能力,巩固并加深对所学理论知识理解,训练学生正确掌握环境学实验的基本方法和技能,培养学生严谨的科学态度以及独立解决问题的综合能力。

本书主要面向环境科学与环境工程两个专业的学生。内容包括安徽师范大学环境科学与工程学院自2002年以来所编写的所有实验讲义,如基础化学、基础生物学、环境污染物分析与处理、环境监测、环境工程和流体力学等相关实验,并在原来的实验讲义的基础上新增了一些实验,部分实验的内容也作了调整,不仅拓宽了实验范围,实验课程体系也得到了优化。与此同时,实验涉及的基本仪器的使用方法和实验过程中应注意的操作事项都被编写在本书第二部分环境学实验基本仪器简介中,方便学生查阅。全书共编入80个实验,分为五个部分:环境学基础实验I、环境学基础实验II、环境学综合实验、环境学专业实验I和环境学专业实验II,其编排顺序是由基础到专业,基本按照大学一年级到三年级实验课程设置的先后顺序编排,方便学生和老师使用;也可以根据专业培养需要,选取部分实验作为实验课程体系的一个阶段的实验内容。

本书通过内容整合,完善了环境学实验教学体系,重视学生的能力锻炼和创新性培养,同时也便于实验教学的实施。编写过程中参考了许多现有教材,在此一并感谢。由于编者水平有限,本书在所难免存在一些缺点和错误,恳请读者批评指正。

编 者
2016年7月

目 录

第一部分 绪 论	1
一、环境学及环境学实验	1
二、环境学实验的目的	1
三、环境学实验的程序	1
四、实验室安全守则	2
五、危险品管理及安全规范	2
六、意外事故的急救处理	3
第二部分 环境学实验基本仪器简介	4
一、电子天平	4
二、滴定管	5
三、分光光度计	7
四、酸度计	9
五、显微镜	12
六、电导率测定仪	16
七、瓦勃氏呼吸仪	16
八、活动砂芯过滤装置	18
九、M22-HR-LT-9100B 红外分光测油仪	18
十、RF-5301PC 荧光分光光度计	21
十一、AA-6800 原子吸收分光光度计	22
十二、电感耦合等离子体发射光谱仪	32
十三、F732-VJ 冷原子吸收测汞仪	37
十四、AFS-9700 原子荧光光度计	37
十五、HS5660C 精密噪声频谱分析仪	40
十六、TES-593 电场测试仪	41
第三部分 环境学基础实验I	42
实验一 仪器的认领与洗涤	42

实验二	分析天平称量(固定称量法、差减称量法)	45
实验三	酸碱标准溶液的配制与标定	46
实验四	粗食盐的提纯	48
实验五	工业用水总硬度测定	50
实验六	邻二氮菲分光光度法测定铁	52
实验七	弱酸解离度及解离常数的测定	54
实验八	有机物萃取	56
实验九	碘量法测定葡萄糖的含量	59
实验十	d区与ds区元素及其化合物的性质与检验	61
实验十一	柱层析——染料组分的分离	65
实验十二	含铬废液的处理	68

第四部分 环境学基础实验II70

实验十三	生物显微镜的使用和细胞形态结构的观察	70
实验十四	培养基的制备和灭菌	73
实验十五	平板混匀法测定水中细菌总数	77
实验十六	比浊法绘制细菌生长曲线	80
实验十七	植物体内过氧化氢酶对环境中重金属污染的响应	82
实验十八	重金属污染对植物叶绿素含量的影响	84
实验十九	农药污染对植物微核产生的诱变效应	86
实验二十	发光细菌毒性试验	89
实验二十一	水生生物观察、鉴定及水生生物与水环境因子之间的关系	91
实验二十二	活性污泥生物相观察和微型动物计数	95
实验二十三	活性污泥代谢活性测定	98
实验二十四	细菌基因组DNA的提取和检测	101

第五部分 环境学综合实验103

实验二十五	水样的色度、浊度测定	103
实验二十六	水中悬浮物的测定	106
实验二十七	水样酸度和碱度的测定	108
实验二十八	碘量法测定水中溶解氧	111
实验二十九	生物化学需氧量(BOD)的测定	113
实验三十	高锰酸盐指数的测定	117
实验三十一	重铬酸钾法测定化学需氧量(COD)	120
实验三十二	水中挥发酚的测定	123
实验三十三	水中氰化物的测定	126
实验三十四	纳氏试剂比色法测定水中氨氮	130

实验三十五	水中亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和总氮的测定	133
实验三十六	水中磷的分析与测定	137
实验三十七	工业废水中铬的价态分析	140
实验三十八	亚甲蓝分光光度法测定水中阴离子表面活性剂	143
实验三十九	红外分光光度法测定水中石油类和动植物油类	147
实验四十	氟离子选择性电极法测定水中氟化物	151
实验四十一	阳极溶出伏安法测定废水中痕量锌、镉、铅、铜	154
实验四十二	离子色谱法测定水样中常见阴离子含量	157
实验四十三	液相色谱法分离测定芳烃类化合物	160
实验四十四	荧光法测定水中硒	162
实验四十五	火焰原子吸收分光光度法测定废水中的铜	165
实验四十六	石墨炉原子吸收分光光度法测定水中痕量镉	169
实验四十七	电感耦合等离子体发射光谱法测定自来水中钙、镁含量	172
实验四十八	冷原子吸收法测定废水中总汞	174
实验四十九	原子荧光法测定水中砷	177
实验五十	大气中苯系化合物的气相色谱测定	180
实验五十一	甲醛缓冲溶液吸收-盐酸副玫瑰苯胺分光光度法测定大气中二氧化硫的含量	182
实验五十二	盐酸萘乙二胺分光光度法测定大气中氮氧化物的含量	186
实验五十三	乙酰丙酮分光光度法测定空气中甲醛的含量	189
实验五十四	重量法测定大气中总悬浮颗粒物	192
实验五十五	环境噪声监测	194
第六部分 环境学专业实验I		198
实验五十六	土壤有机质含量和颗粒组成测定	198
实验五十七	土壤中重金属元素含量的测定	205
实验五十八	混凝实验	209
实验五十九	加压溶气气浮实验	214
实验六十	污泥过滤脱水——污泥比阻的测定实验	217
实验六十一	固体废物毒性特征沥滤方法及浸出液中氟的测定	221
实验六十二	萘在水溶液中的光化学氧化	225
实验六十三	沉淀实验	228
实验六十四	过滤实验	238
第七部分 环境学专业实验II		245
实验六十五	环境电磁辐射检测	245
实验六十六	空气污染物快速监测	250
实验六十七	活性炭吸附实验	255

实验六十八 大气颗粒物中多环芳烃分析260

实验六十九 对硝基苯甲腈水解速率常数的测定263

实验七十 水的膜处理技术266

实验七十一 紫外分光光度法测定对二甲苯、萘的正辛醇-水分配系数274

实验七十二 GC-MS定性分析沉积物中有机氯农药.....277

实验七十三 折点加氯消毒实验280

实验七十四 流体动力学实验285

实验七十五 电袋复合式除尘器实验研究290

实验七十六 SBR法处理废水实验293

实验七十七 碱液吸收气体中的二氧化硫298

实验七十八 预浓缩系统与GC-MS联用检测大气中挥发性有机物303

实验七十九 污水可生化性测定实验305

实验八十 酸性污水升流式过滤中和及吹脱实验311

参考文献314

第一部分 绪 论

一、环境学及环境学实验

环境学是一门多学科交叉的综合性学科,其知识结构涉及化学、生物、物理和地理等多个领域。环境学本身又自成体系,以人类活动与自然环境之间的关系、环境演化与调控为主要研究对象。它既注重环境科学的基础研究,也注重环境工程等应用领域,具有很强的理论性和应用性。

在环境类专业学习中,环境学实验是该类专业教学的重要组成部分。传统的环境学实验开设在学科各类课程之下,一般称之为课程实验。为了有利于学生系统地掌握专业知识,我们结合“环境科学专业综合改革试点”以及“环境科学实验教学中心”项目,将环境学实验开设为实验课程,使其既是独立的课程,又与理论课互相结合。在内容上,从基础到专业分为五个模块、三个层次。五个模块分别为环境学基础实验 I (基础化学实验)、环境学基础实验 II (基础生物学实验)、环境学综合实验、环境学专业实验 I 和环境学专业实验 II。三个层次分别是:基础化学和基础生物学实验知识和技能的培养,时间安排在大学一年级学习阶段;环境学所涉及的环境要素分析方法和技能的培养,涵盖了仪器分析等环境检测方法,时间安排在大学二年级学习阶段;环境科学与环境工程专业实验,内容涵盖水、大气、固体废物以及物理性污染的分析处理,时间安排在大学三年级学习阶段。此外,我们大幅度提高了单个实验时间,增加了学生动手的实验内容,将原来的每个实验 4 学时增加到每个实验 8 学时,使每一个实验在设计和操作上更加系统、更加完整。

二、环境学实验的目的

基础化学实验和基础生物学实验能够从最基础的实验知识入手,使学生熟悉化学和生物学实验的基本操作流程,练习运用基础实验仪器,得到最基础的环境学实验技能培训。环境学综合实验旨在让学生掌握环境样品的采集、分析和数据处理方法,学习各类环境标准分析检测方法,以及如何运用实验数据综合评价环境指标,同时也能够掌握各类大型分析仪器的操作方法。环境学专业实验分为环境科学专业实验和环境工程专业实验,目的在于通过模拟环境各要素在环境中的变化,掌握环境变迁的规律,以及针对环境污染采用最佳方法进行环境治理。

总之,环境学实验的主要目的是使学生正确掌握基础化学实验、基础生物学实验、环境监测、污染分析与治理的基本方法和技能,以及从事环境学研究的基本思想和方法;培养学生实事求是的科学态度和严谨的作风;巩固和加深对所学的理论知识的理解,并运用所学的理论知识来解决环境问题。

三、环境学实验的程序

(1)实验预习。实验预习是做好实验的前提和保证。在做实验之前,要认真阅读教材,明确实验目的和要求,对实验原理、内容、步骤以及数据处理有一个较为清晰的认识。要认真完成预习报告,主要包括实验目的、实验原理、实验步骤,以及环境样品采集注意事项等。

(2)规范的实验操作。在严格遵守实验室安全守则的前提下,正确、规范地进行采样和实验室操作。注意野外采样安全,避免事故的发生;注意实验室内环境的整洁;注意节约水、电、气和试剂,爱护实验仪器和设备。

(3)实验现象的观察与记录。采样过程中要带好标签纸和记录本,不能混淆样品;实验过程中要认真观察实验现象并如实记录在实验报告本上,不可随意记录在小纸片或其他地方,要有实事求是的态度,不可臆造数据;科学地进行空白实验或对照实验,严谨地记录实验数据并进行有效分析,得出科学的实验结论。

(4)完成实验报告。在每次实验完成之后要及时完成实验报告。实验报告是在预习报告和实验数据记录的基础之上整理而成,要求文字简洁,表达清晰,语言简明扼要,结论准确。实验报告的内容主要包括实验目的、实验原理、实验装置示意图、相关流程示意图和反应方程式、实验内容和步骤、原始数据和现象记录、实验结果分析和解释、数据处理、实验中存在的问题讨论、改进意见和实验小结等。

四、实验室安全守则

在进行环境学实验的过程中,会用到各类仪器、化学或生物试剂、水、电和燃气,因此,重视安全操作和熟悉相关的安全知识是非常必要的。首先,我们必须从思想上重视实验安全,绝不能麻痹大意。其次,在实验前应当了解仪器的性能和各种试剂的性质,熟悉本次实验的安全注意事项。再次,在实验过程中应当集中注意力,认真进行实验操作,仔细观察实验现象,严格遵守操作规程。最后,环境学实验还包括很多室外采集样品和分析的过程,同样应该注重安全、规范。

(1)熟悉如何处理火灾事故,包括熟悉安全出口的位置,怎样启动报警器,怎样逃离火灾现场,在哪里安全等细节。切记,在任何时候,人身安全是第一位的。

(2)实验过程中必须穿着实验服(扣好纽扣),必要时要戴安全眼镜(对眼睛有害的场合)和口罩。

(3)严禁在实验室吸烟、饮食,以免吸入或误食有毒物质。

(4)使用移液管时,不要用嘴吸取液体,应使用洗耳球。

(5)小心使用玻璃仪器。

(6)了解危险化学药品的警告标志。

(7)使用危险化学药品时,要在通风橱中操作。保证通风橱正常工作,必要时不要打开通风橱,通风橱上一般标有最大开口限度。

(8)危险药品的用量应尽量少。

(9)实验操作要有条理,考虑周密,尽可能避免事故发生。

(10)每次实验完毕要清理实验台和地面,注意用电、用水安全,离开前要切断电源,以杜绝事故发生,养成良好的习惯。

(11)严格遵守各类大型仪器的操作规程。

五、危险品管理及安全规范

(1)绝对不允许将不同的化学品任意混合,以免发生意外事故。

(2)易燃气体与空气的混合气体遇到明火会爆炸,存放和使用易燃气体时必须远离明火。在点燃易燃气体前要检查纯度,气体燃烧时要保持室内通风并将燃烧的废气排出室外。

(3)浓酸与浓碱的使用一定要按规定程序进行。由于其具有腐蚀性,注意不要让其洒落到皮肤

或衣物上,更不能随意将浓酸与浓碱混合。

(4)强氧化剂(如氯酸钾等)与一些还原剂(如红磷、碳、硫等)混合后容易发生爆炸,使用这些药品时应注意安全。

(5)活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中,应将它们保存在煤油中,用时用镊子取出。

(6)白磷有剧毒,并且能灼伤皮肤,应避免与皮肤接触。白磷与空气接触能够自燃,应将它保存在水中。使用时,在水中切割后用镊子夹取。

(7)使用易燃有机试剂(如乙醇、乙醚、甲醇、丙酮、苯等)时,一定要远离明火。存放有机试剂的容器一定要密闭,并放置在通风阴凉处。

(8)可溶性的汞、铬、砷、锑、镉、钡等盐类都具有毒性,不能进入口中或伤口中,其废液一定要回收。

(9)汞易挥发,人体吸入后会造成慢性中毒,不要将汞洒落在实验台面或地上。如有洒落应尽可能收集干净,并将硫粉覆盖在洒落汞的地方,以便将汞转化成硫化汞。

(10)下列实验需要在通风橱中进行:①制备具有刺激性、臭味和有毒的气体(如氟化氢、硫化氢、一氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等)或进行能产生这些气体的反应;②加热或蒸发盐酸、硫酸、硝酸等溶液的反应。

(11)进行生物学实验必须戴上手套和护目镜。

(12)含有微生物的固、液体废弃物不能随意丢弃,应该进行高温灭菌处理。

六、意外事故的急救处理

(1)实验室火情处理。一般起火原因有4种:①可燃的固体或液体药品因接触火焰或在高温条件下而燃烧;②能够自燃的物质由于暴露于空气或长时间氧化而燃烧;③化学反应引起的燃烧或爆炸(如金属钠与水反应);④电气火花引起的燃烧。

针对实验室不同火情,要根据起火原因和火情周围的情况采取不同的灭火措施。面对火情不要慌乱,要沉着应对。为了防止火势蔓延,应立即关闭燃气阀,断开实验室电闸,把实验室中易燃、易爆物品移至远处,然后迅速扑灭火焰。一般的小火可将湿抹布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上,火势大的时候要立即使用专用灭火器灭火。

(2)割伤。用清水将伤口处洗净,小的伤口可用医用创可贴包扎,大的伤口则需要去医院进行处理。如被玻璃片扎伤,则需要将伤口中玻璃碎片及脏物清除干净后再进行伤口包扎处理。

(3)烫伤。先用冷水冲洗伤口,再在伤口上涂抹烫伤药膏。

(4)酸腐蚀受伤。先用洁净毛巾或面巾纸将酸轻轻拭去,然后用大量水冲洗,之后用5%的碳酸氢钠溶液或稀氨水清洗伤口,然后再用水清洗。注意:所使用的碱溶液的浓度不能太大,清洗时间也不能过长。

(5)碱腐蚀受伤。先用大量水冲洗,然后用1%~2%的醋酸稀溶液冲洗,再用大量水清洗。

(6)白磷灼伤。立即用大量水冲洗,然后用2%的硝酸银稀溶液或2%的硫酸铜稀溶液冲洗伤口,再用大量水清洗。

(7)试剂进入眼睛受伤。立即翻开眼睑,用实验室专用冲眼器清洗。如果眼睛仍有不适,应立即送医院治疗。

(8)吸入有毒、有害或刺激性气体。立即移至户外呼吸新鲜空气。

(9)毒物进入口中。立即用手指伸入咽喉,促使呕吐,也可以使用2%~4%的盐水、肥皂水或约50 mL 5%硫酸铜溶液内服催吐,然后立即送医院治疗。

第二部分 环境学实验基本仪器简介

一、电子天平

分析天平是实验中进行准确称量时最重要的仪器,它可以分为机械类和电子类。机械类分析天平可细分为普通分析天平、空气阻尼天平、半自动光电天平、全自动光电天平和单托盘天平等。这些天平都是利用杠杆原理,但是在结构上和使用方法上有所不同。机械天平能够满足一般定量分析的准确度要求,灵敏度为0.1 mg。此类天平的最大优点是结构直观,但是天平零件复杂,操作要求高且费时。

电子天平具有全量程不需砝码、自动校准、积分时间可调、灵敏度可适当选择、精度高、操作简便和快速等优点。其称量范围与常用的分析天平相同,最高读数精度可达0.01 mg。由于电子天平具有机械天平无法比拟的优点,尽管其价格较贵,但也会越来越广泛地应用于各个领域并逐步取代机械天平。现以FA1604型电子天平为例,介绍电子天平的结构、原理和使用方法。

1. 结构和测量原理

电子天平按结构可分为上皿式和下皿式两种。称盘在支架上面的为上皿式,称盘吊挂在支架下面的为下皿式。目前,人们广泛使用的是上皿式电子天平。不同电子天平的控制方式和电路结构虽不相同,但其称量的依据都是电磁力平衡原理。如图2.1所示,称盘通过支架连杆与线圈相连,线圈处于磁场中,当线圈通电时,产生向上的作用力,与称盘中称量物的向下重力相平衡,此线圈通入的电流与物体的质量成正比,利用该电流的大小可计量称量物的质量。线圈上电流大小的自动控制通过该天平的位移传感器、调节器和放大器实现。当称盘上物重发生变化时,与称盘相连的支架连杆带动线圈同步下移,位移传感器将此变化检出并传递,通过调节器和放大器调节线圈电流大小,使其产生向上的力推动称盘及称量物恢复至原位置,重新使线圈电磁力与物体重力平衡,此时的电流转换成数字信号,由计算机进行数据处理,并将此数值显示在电子屏幕上。

2. 使用方法

(1) 仪器准备。

取下天平罩,置于天平后。检查天平称盘是否干净。检查硅胶是否变色失效,若变色,应及时更换。观察水平仪,如水平仪水泡偏移,需调整水平调节脚,使水泡位于水平仪中心。接通电源,预热1 h后,轻按“ON”键开启显示器。

(2) 仪器校准。

因存放时间较长、位置移动、环境变化等,天平在使用前一般都应进行校准操作。本天平采用外校准(有的电子天平具有内校准功能),轻按“CAL”键,当显示器出现“CAL-”时即松手,显示器出现“CAL-100”,其中“100”为闪烁码,表示校准砝码需用100 g的标准砝码。此时将准备好的

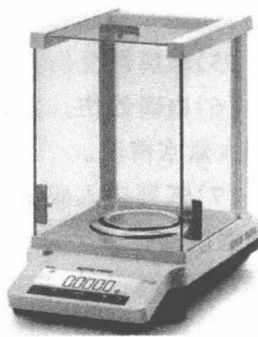


图2.1 电子天平

100 g 校准砝码放上称盘,显示器即出现“— — —”等待状态,经较长时间后显示器出现“100.000 g”,取出校准砝码,显示器应出现“0.000 g”。若不是“0.000 g”,则再清零,重复以上校准操作(为了得到准确的校准结果最好重复以上校准操作两次)。

(3) 功能设置。

根据实际称量的需要,设置键盘的操作功能,待选定相应的模式,即可进行称量。

(4) 称量。

①按“TAR”键,天平显示“0.000 g”,置称量物于称盘上,待数字稳定即显示器左下角的“0”标志消失后,即可读出称量物的质量值,读数时须关闭天平门。

②去皮称量。按“TAR”键清零,置容器于称盘上,天平显示容器质量,再按“TAR”键,显示为零,即去除皮重。再置称量物于容器中,或将称量物(粉末状物或液体)逐步加入容器中直至达到所需质量,待显示器左下角“0”标志消失,这时显示的是称量物的净质量。将称盘上的所有物品拿开后,天平显示负值,按“TAR”键,天平显示“0.000 g”。若称量过程中称盘上的总质量超过天平的最大载荷时,天平仅显示上部线段,此时应立即减小载荷。

③累计称重。用去皮称量法,将被称物逐个置于称盘上,并相应逐一去皮清零,最后移去所有被称物,则显示数的绝对值为被称物的总质量。

(5)称量结束后,若较短时间内还使用天平,一般不用按“OFF”键关闭显示器,待实验全部结束后,关闭显示器,盖上防尘罩。若较长时间不再使用天平,应拔去电源插头。

3. 注意事项

(1)不能用天平称量热的试样。

(2)试样须放在容器中或称量纸上称量,不能直接放在称盘上称量。

(3)天平应保持清洁,谨防灰尘进入仪器内。称盘与外壳要常用软布和牙膏轻轻擦拭,切不可用强酸或强碱溶剂擦洗。

(4)经常使用天平,应使天平连续通电,以减少使用前的通电时间,使天平处于相对稳定状态。

二、滴定管

滴定管是滴定操作时准确测量标准溶液体积的一种量器。滴定管的管壁上有刻度线和数值,最小刻度为0.1 mL,“0”刻度在上,自上而下数值由小到大。滴定管分酸式滴定管和碱式滴定管两种。酸式滴定管下端有玻璃旋塞,用以控制溶液的流出。酸式滴定管只能用来盛装酸性溶液或氧化性溶液,不能盛装碱性溶液,因碱与玻璃作用会使磨口旋塞粘连而不能转动。碱式滴定管下端连有一段橡皮管,管内有玻璃珠,用以控制液体的流出,橡皮管下端连一尖嘴玻璃管。凡能与橡皮起化学反应的如 AgNO_3 、 KMnO_4 、 I_2 等溶液,均不能使用碱式滴定管。

1. 洗涤

滴定管使用前必须先洗涤,洗涤时以不损伤内壁为原则。通常滴定管可用自来水冲洗或试管刷蘸洗涤剂(不能用去污粉)洗刷,而后用自来水冲洗干净,再用去离子水润洗3次。如有油污,酸式滴定管可直接加入洗液(如铬酸洗液)洗涤,碱式滴定管可以将管尖与玻璃珠取下,放入洗液浸洗。管体倒立入洗液中,用洗耳球将洗液吸入洗涤。滴定管洗干净的标准是玻璃管内壁均匀地润上一层水,不应该挂有水珠,否则需重洗。

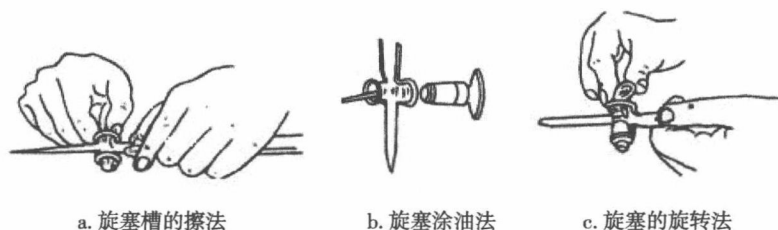


图2.2 旋塞涂凡士林

2. 装配

将酸式滴定管中的水倒掉,平放在台上,把旋塞取出,用滤纸将旋塞和塞槽内的水吸干。用手指蘸少许凡士林,在旋塞芯两头薄薄地涂上一层(导管处不涂凡士林),然后把旋塞插入塞槽内,旋转几次,使油膜在旋塞内均匀透明,且旋塞转动灵活(如图2.2)。碱式滴定管要检查玻璃珠的大小和橡皮管粗细是否匹配,即是否漏水,能否灵活地控制液滴。

3. 检漏

将旋塞关闭,滴定管里注满水,把它固定在滴定管架上,放置10 min,观察滴定管口及旋塞两端是否有水渗出。将旋塞旋转 180° 后,再观察,旋塞不渗水才可使用。如有漏水现象,酸式滴定管应重新涂凡士林,碱式滴定管应更换玻璃珠或橡皮管。

4. 装液

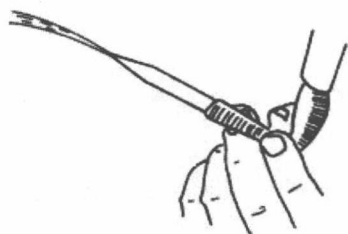


图2.3 碱式滴定管赶气泡

装液前应先用标准液(5~6 mL)润洗滴定管3次,洗去管内壁的水膜,以确保标准溶液浓度不变。润洗时,两手平端滴定管同时慢慢转动,使标准溶液接触整个内壁,然后使溶液从滴定管下端流出。装液时要将标准溶液摇匀,然后不借助任何器皿直接注入滴定管内。装入标准溶液后要检查尖嘴内是否有气泡。如有气泡,将影响溶液体积的准确测量。酸式滴定管排除气泡的方法:用右手拿住滴定管无刻度部分使其倾斜约 30° 角,左手迅速打开旋塞,使溶液快速冲出,将气泡带走。碱式滴定管排除气泡的方法:将橡皮管向上弯曲并在稍高于玻璃珠处用两手指挤压玻璃珠,使溶液从尖嘴处喷出,即可排出气泡(如图2.3)。

5. 滴定

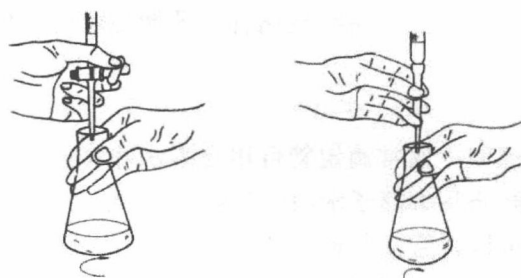


图2.4 滴定操作

酸式滴定管操作方法:滴定时,应将滴定管垂直夹在滴定管架上,滴定台应为白色。滴定管离锥形瓶口约1 cm,用左手控制旋塞,拇指在前,食指中指在后,无名指和小指弯曲在滴定管和旋塞下方之间的直角中。转动旋塞时,手指弯曲,手掌要空。右手三指拿住瓶颈,瓶底离台约2~3 cm,滴定管下端深入瓶口约1 cm,微动右手腕关节摇动锥形瓶,边滴边摇使滴下的溶液混合均匀。摇动锥形瓶的规范操作:右手执锥形瓶颈部,手腕用力使瓶底沿顺时针方向画圆,要求使溶液在锥形瓶内均匀旋转,形成漩涡,溶液不能有跳动,管口与锥形瓶应无接触(如图2.4 a)。

碱式滴定管操作方法:滴定时,以左手握住滴定管,拇指在前,食指在后,用其他手指辅助固定管尖。用拇指和食指捏住玻璃珠所在部位,向前挤压橡皮管,使玻璃珠偏向手心,溶液就可以从空隙中流出(图 2.4 b)。

液体流速由快到慢,起初可以“连滴成线”,之后逐滴滴下,快到终点时则要半滴半滴地加入。半滴的加入方法:小心放下半滴滴定液悬于管口,沿锥形瓶内壁流下,然后用洗瓶冲下。

当锥形瓶内指示剂指示终点时,立刻关闭活塞停止滴定,并用洗瓶淋洗锥形瓶内壁。

6. 读数

读数时,可将滴定管夹在滴定管架上,也可以右手指夹持滴定管上部无刻度处。不管用哪一种方法读数,均应使滴定管保持垂直状态,视线应与凹液面下沿最低点在同一水平面上,要在装液或放液后 1~2 min 进行。对于常量滴定管,读到小数点后第二位,即估读到 0.01 mL。

(1)视线应与液面水平。视线高于液面,读数偏低;反之,读数偏高。对于无色或浅色溶液,应该读取凹液面的最低点。溶液颜色太深而不能观察到凹液面时,可读两侧最高点(图 2.5)。初读数与终读数应取同一标准。

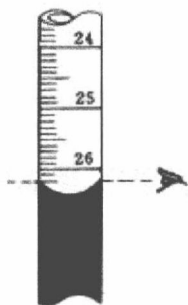


图 2.5 深色溶液的读数



图 2.6 蓝线滴定管

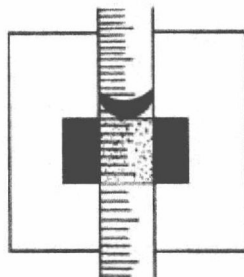


图 2.7 读数卡

(2)乳白板蓝线衬背的滴定管,应当以蓝线的最尖部分的位置读数(图 2.6)。

(3)为使凹液面更清晰,可在滴定管后衬一黑白两色的读数卡。将卡片紧贴滴定管,黑色部分在凹液面下约 1 mm 处,即可看到凹液面反应层呈黑色,读取黑色凹液面的最低点(图 2.7)。

滴定管用毕后,应倒去管内剩余溶液,用水洗净,装入纯水至刻度以下,用大试管套在管口上,或洗净后倒过来(尖端向上)置于滴定管架上。

酸式滴定管长期不用时,活塞部位要垫上纸。碱性滴定管长期不用时,胶管应拔下保存。

三、分光光度计

分光光度计,又称光谱仪,是将成分复杂的光分解为光谱线的科学仪器。测量范围一般包括波长范围为 380~780 nm 的可见光区和波长范围为 200~380 nm 的紫外光区。分光光度计用一个可以产生多个波长的光源,通过系列分光装置,从而产生特定波长的光源,光源透过测试的样品后,部分光源被吸收,可以计算样品的吸光值,从而转化成样品的浓度。样品的吸光值与样品的浓度成正比。

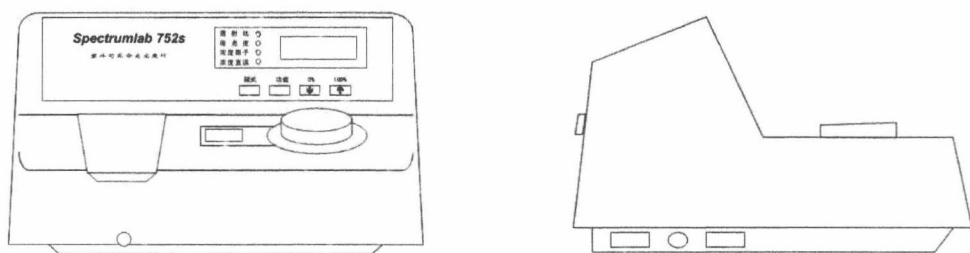


图2.8 分光光度计

1. 仪器的操作键

(1) ↑键: 在“透射比”灯亮时, 用作自动调整吸光度 100%T (一次未到位可加按一次, 出现“——”表示在调节中); 在“吸光度”灯亮时, 用作自动调整吸光度 0%T (一次未到位可加按一次, 出现“——”表示在调节中); 在“浓度因子”灯亮时, 用作增加浓度因子设定, 持续按 1 s 后, 设定值快速增加, 再按模式键后自动确认设定值; 在“浓度直读”灯亮时, 用作增加浓度直读设定, 持续按 1 s 后, 设定值快速增加, 再按模式键后自动确认设定值。

(2) ↓键: 在“透射比”灯亮时, 用作自动调整吸光度 0%T (调整范围 < 10%T); *键在“吸光度”灯亮时不用, 若按下则出现超载; 在“浓度因子”灯亮时, 用作减少浓度因子设定, 操作方式同 ↑键; 在“浓度直读”灯亮时, 用作减少浓度直读设定, 操作方式同 ↑键。

(3) 功能键: 预定功能扩展键。按下时将当前显示值从 RS232C 口发送, 可由上级计算机或打印机接收。

(4) 模式键: 用作选择显示标尺按“透射比”灯亮、“吸光度”灯亮、“浓度因子”灯亮、“浓度直读”灯亮次序, 每按一次渐进一步, 顺序循环。

(5) 试样槽架拉杆: 用于改变样品槽位置 (包括四个位置)。

(6) 显示窗 4 位 LED 数字: 用于显示读出数据和出错信息。

(7) “透射比”指示灯: 指示显示窗显示透射比数据。

(8) “吸光度”指示灯: 指示显示窗显示吸光度数据。

(9) “浓度因子”指示灯: 指示显示窗显示浓度因子数据。

(10) “浓度直读”指示灯: 指示显示窗显示浓度直读数据。

(11) 电源插座: 用于接插电源电缆。

(12) 熔丝座: 用于安装熔丝。

(13) 总开关: ON/OFF 电源。

(14) RS232C 串行接口插座: 用于连接 RS232C 串行电缆。

(15) 样品室: 用于测试样品。

(16) 波长指示窗: 显示波长。

(17) 波长调节钮: 调节波长用。

2. 仪器的基本操作

(1) 预热: 仪器开机后, 灯及电子部分需达到热平衡, 故开机预热 30 min 后才能进行测定工作; 如紧急应用时, 需注意随时调 0%T 及 100%T。