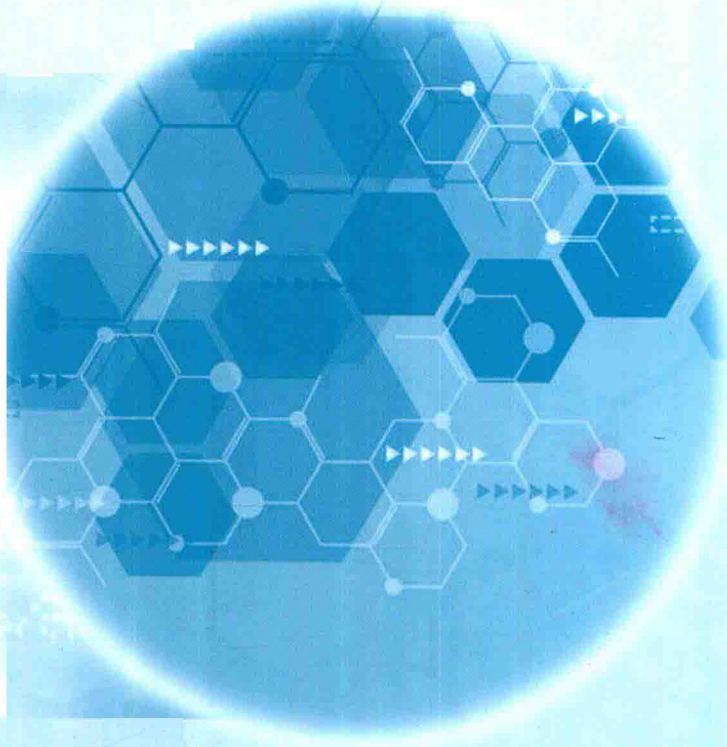




普通高等教育“十三五”环境工程类专业基础课规划教材
“互联网+”创新教育教材

环境分析化学实验

主编 吴蔓莉



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

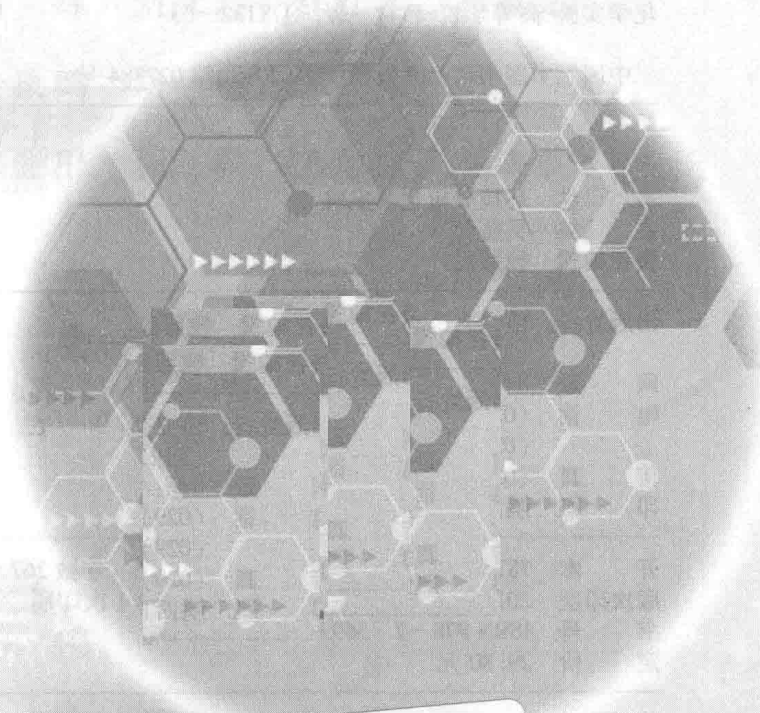
全国百佳图书出版单位



普通高等教育“十三五”环境工程专业基础课规划教材
“互联网+”创新教育教材

环境分析化学实验

主 编 吴蔓莉
副主编 蒋 欣
徐会宁



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

全国百佳图书出版单位

内 容 提 要

本书结合环境专业的学科特点,突出了环境样品分析的实验方法和技术。全书共9章,包括实验基础知识、滴定分析法和实验、重量分析法简介和实验、紫外-可见分光光度法简介和实验,以及原子吸收光谱法、电位分析法、色谱法、红外光谱法、荧光光谱法、电感耦合等离子体光谱法、气相色谱-质谱联用等仪器分析方法的简介和实验。此外,本书中还包括了多个综合设计性实验选题,以培养学生系统地完成一些具有一定深度和广度的探究性实验研究的能力。

本书可作为高等院校本科生、研究生的教材或参考书,也可供相关科技人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

环境分析化学实验/吴蔓莉主编. —西安:西安
交通大学出版社,2018.2
普通高等教育“十三五”环境工程类专业基础课
规划教材“互联网+”创新教育教材
ISBN 978-7-5693-0420-6

I. ①环… II. ①吴… III. ①环境分析化学—
化学实验—高等学校—教材 IV. ①X132-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 027784 号

书 名 环境分析化学实验
主 编 吴蔓莉
责任编辑 魏照民

出版发行 西安交通大学出版社
(西安市兴庆南路10号 邮政编码 710049)
网 址 <http://www.xjupress.com>
电 话 (029)82668357 82667874(发行中心)
(029)82668315(总编办)
传 真 (029)82668280
印 刷 陕西日报社

开 本 787mm×1092mm 1/16 印张 11.5 字数 267千字
版次印次 2018年3月第1版 2018年3月第1次印刷
书 号 ISBN 978-7-5693-0420-6
定 价 29.80元

读者购书、书店添货,如发现印装质量问题,请与本社发行中心联系、调换。

订购热线:(029)82665248 (029)82665249

投稿热线:(029)82668133

读者信箱:xj_rwjg@126.com

版权所有 侵权必究

编写委员会

学术指导:彭党聪 李安桂 任勇翔

编委会主任:刘立忠

编委会副主任:张建锋 韩 芸 金鹏康 刘 雄 崔海航

编委会秘书:朱陆莉

编 委(按姓氏笔画排序):

王俊萍 石 辉 刘立忠 杜红霞 郭瑞光

吴蔓莉 金康鹏 胡 坤 祝 颖 高 湘

聂麦茜 王登甲 杨 毅 王旭东 崔海航

总序

随着我国经济的高速持续发展,人们的生活水平和生活质量不断提高,对环境的期望和要求也不断提高,为我国高等环境教育事业的发展带来了前所未有的机遇和挑战。根据教育部“环境科学与工程类教学指导委员会”的统计,截至2017年,全国高校已设立了600多个环境科学与工程类专业点,为我国环境事业的发展培养了一大批建设和管理人才。

大学本科专业教学分为基础知识教学与专业知识教学。基础知识教学不仅为专业教学提供基础,而且能拓展学生的知识范围,为跨专业学习和未来职业教育奠定良好的基础。环境科学与工程类专业的基础知识覆盖数学、物理学、化学(无机化学、分析化学、有机化学、物理化学)、生态学、环境学、环境化学、环境微生物学(或生物学)、工程力学、流体力学、电工电子学等多门学科,为环境科学与工程的核心概念、基本原理、基本技术和方法奠定基础,是专业学习的重要内容。教育部最新颁布的《普通高等学校环境科学与工程类专业教学质量国家标准》也特别强调了专业基础知识教学在提高专业教学质量中的核心和重要地位。而基础课教材作为基础知识教学内容的载体,在本科专业教学活动中起着十分重要的作用。

“互联网+”是利用信息通信技术以及互联网平台,使互联网与传统产业(或知识)进行融合,从而创造新的发展业态(或生态)。将“互联网+”应用于教材和教学活动是高等学校本科教学的发展趋势。

针对我国经济发展面临的环境问题和环境科学与工程类专业发展的特点,进一步夯实学生的专业基础,根据学科发展和现代互联网教学发展的需要,由西安建筑科技大学环境与市政工程学院牵头,组织环境科学、环境工程、水质科学与技术等环境科学与工程类专业的教师编写了《普通高等教育“十三五”环境类专业基础课规划教材“互联网+”创新教育教材》系列教材。该系列教材将互联网与传统纸质教材进行深度融合,将“互联网+”纸媒教材的模

式应用于环境科学与工程类专业基础知识教学领域,打造开放性、立体化教材,创造新的基础知识教学发展生态,使学生的学习不受时间、空间限制,从而大幅提高学习效率。为互联网背景下,我国环境科学与工程类专业基础知识教学提供新的探索和尝试。

编委会

2018年2月5日

前 言

分析化学是环境类专业重要的专业基础课。它的主要任务是确定物质的组成、含量和结构。分析化学广泛应用于污染物测定、环境质量监测、水质分析、水污染治理、大气污染治理、土壤污染修复的处理效果评价和控制等方面。可以说,分析化学是环境类专业的“侦察兵”。

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,它与理论课教学的关系十分密切。通过分析化学实验教学,使学生熟练掌握分析化学的基本操作技能和实验方法,同时加深学生对分析化学基础理论知识的理解。近年来,随着课程改革进程的加深,许多高校对分析化学实验进行了单独设课。为了有效地实施实验课程教学,构建层次结构合理的实验教学内容体系,出版相应的分析化学实验教材的任务迫在眉睫。

本书结合环境类专业的学科特点,突出了分析化学在环境样品分析中的应用。本书内容包括实验基础知识、验证性实验、综合设计性实验三部分。实验基础知识部分主要对分析化学实验基本要求、实验室规章制度、常用玻璃仪器、化学试剂、实验用水、实验数据的处理和实验报告撰写进行了较为详细的介绍。验证性实验部分包括 36 个基础实验,主要目的是为了训练学生的基本操作技能和数据处理能力。综合设计性实验是为鼓励学生参与探索研究性实验、强化学生独立分析和解决问题的能力而进行设置的,该部分共 28 个选题,内容涉及滴定分析、重量分析、紫外-可见分光光度分析、红外吸收光谱法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、分子荧光光度法、电位分析法、气相色谱法、高效液相色谱法、电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-MS)、气相色谱-质谱联用方法(GC-MS)等。

本书有以下几个特点:①内容编写上,将与实验对应的基础理论知识、实验基础知识和实验内容相结合,有助于学生在实验过程中查阅相关理论,以加深对实验内容的理解。②实验测定指标的选择上,突出分析化学在环境类专业中的实际应用,所选的测定指标多与环境样品的分析测定有关。③实验类型包括了验证性实验、设计性实验和综合性实验。既可以通过验证性实验训练学生规范化操作仪器的实验技能,又可通过综合性和设计性实验,开拓学生视野,强化学生分析问题、解

决问题的能力,使学生得到全方面的培养和训练。

本书由吴蔓莉主编,蒋欣和徐会宁担任副主编。杨磊副教授参加了第8章主要内容的编写工作。全书由吴蔓莉、徐会宁审校定稿。

由于编者水平有限,书中不足之处在所难免,敬请读者批评指正。

编者
2018.1

目 录

第 1 章 实验基础知识

- 1.1 实验教学目的和实验室规章制度 (1)
- 1.2 分析化学实验基本要求 (2)
- 1.3 定量分析中常用的玻璃仪器及洗涤方法 (3)
- 1.4 试验用纯水规格、制备及检验方法 (9)
- 1.5 化学试剂的分类、分级和用途 (11)
- 1.6 化学试剂的使用和存放 (12)
- 1.7 药品的称量和标准溶液的配制 (13)
- 1.8 实验数据的记录、处理及实验报告的撰写 (15)
- 1.9 实验考核与成绩评定 (17)

第 2 章 滴定分析法

- 2.1 滴定分析法简介 (18)
- 2.2 滴定分析装置 (18)
- 2.3 滴定分析的基本操作 (19)
- 2.4 滴定分析实验 (21)
 - 实验一 酸碱滴定法——水样酸度的测定 (21)
 - 实验二 酸碱滴定法——水样碱度的测定 (25)
 - 实验三 配位滴定法——水样硬度的测定 (28)
 - 实验四 配位滴定法——铅、铋混合液中铋、铅的连续测定 (31)
 - 实验五 氧化还原滴定法——高锰酸盐指数的测定 (33)
 - 实验六 氧化还原滴定法——化学需氧量的测定 (36)
 - 实验七 氧化还原滴定法——溶解氧的测定 (39)
 - 实验八 氧化还原滴定法——五日生化需氧量(BOD_5)的测定 (43)
 - 实验九 沉淀滴定法——水中 Cl^- 的测定 (48)

第 3 章 重量分析法

- 3.1 重量分析法简介 (53)
- 3.2 沉淀重量分析的基本操作及注意事项 (53)
- 3.3 重量法实验 (58)
 - 实验一 硫酸盐的测定 (58)
 - 实验二 水中总不可滤残渣(悬浮物)的测定 (61)

实验三 土壤含水量的测定	(63)
实验四 空气中总悬浮颗粒物(TSP)的测定	(64)
第4章 紫外-可见分光光度法	
4.1 分光光度法简介	(67)
4.2 分光光度法实验装置	(67)
4.3 分光光度法实验	(71)
实验一 可见分光光度法测定水中微量铁	(71)
实验二 可见分光光度法测定水中 F^-	(74)
实验三 水中六价铬的测定——二苯碳酰二肼分光光度法	(77)
实验四 可见分光光度法测定水中氨氮	(79)
实验五 紫外分光光度法测定水中总氮	(82)
实验六 钼酸铵分光光度法测定水中总磷	(85)
第5章 原子吸收光谱法	
5.1 原子吸收光谱法简介	(88)
5.2 原子吸收光谱仪及其操作步骤	(88)
5.3 原子吸收光谱法实验	(92)
实验一 火焰原子吸收光谱法测定水中 Cu^{2+}	(92)
实验二 石墨炉原子吸收光谱法测定生活饮用水中痕量镉	(94)
实验三 石墨炉原子吸收法光谱法测定土壤中的铅	(97)
实验四 氰化物发生原子吸收光谱法测定水中的砷	(100)
第6章 电位分析法	
6.1 电位分析法简介	(104)
6.2 酸度计	(104)
6.3 ZD-2型自动电位滴定仪	(106)
6.4 电位分析法实验	(107)
实验一 电位法测定水溶液的pH值	(107)
实验二 土壤pH值的测定	(108)
实验三 电位滴定法测定水中氯离子	(110)
第7章 色谱法	
7.1 色谱法简介	(114)
7.2 气相色谱仪结构及操作步骤	(114)
7.3 液相色谱仪结构及操作步骤	(119)
7.4 色谱法实验	(122)
实验一 气相色谱法测定苯系物	(122)
实验二 气相色谱法测定空气中总挥发性有机物	(127)

实验三	气相色谱法测定土壤或底泥中有机氯农药	(131)
实验四	高效液相色谱法测定牛奶中三聚氰胺	(134)
实验五	高效液相色谱法测定苯系物和稠环芳烃	(136)
实验六	离子色谱法测定降水中 F^- 、 Cl^- 、 HPO_4^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 NO_2^-	(139)
第 8 章 其他仪器分析法		
8.1	红外光谱法及实验	(144)
8.2	荧光法及实验	(149)
8.3	电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)及实验	(155)
8.4	气相色谱-质谱联用(GC-MS)及实验	(159)
第 9 章 综合设计性实验		
9.1	设计性实验	(164)
9.2	综合性实验	(168)
综合实验一	酸碱指示剂法和电位滴定法测定酸度	(168)
综合实验二	水中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 离子的分别滴定	(169)
综合实验三	莫尔法、佛尔哈德法、法扬司法测定水中氯离子	(169)
综合实验四	重铬酸钾——硫酸加热回流消解/快速密闭微波消解测定 工业废水的 COD	(169)
综合实验五	水中总磷、溶解性正磷酸盐和溶解性总磷的测定	(169)
综合实验六	水中铬的价态分析	(170)
综合实验七	吸光度的加和性实验及水中微量 Cr^{6+} 和 Mn^{7+} 的同时测定	(170)
综合实验八	火焰原子吸收光谱法测定镁的灵敏度和自来水中镁的测定	(170)
综合实验九	湖水中溶解氧、高锰酸盐指数和某些金属离子含量的综合测定	(170)
综合实验十	硅酸盐水泥熟料中 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 含量的测定	(171)
综合实验十一	土壤铜、锌、铁、锰的测定	(171)
综合实验十二	土壤不同形态氮的测定	(171)

第1章 实验基础知识

1.1 实验教学目的和实验室规章制度

分析化学实验教学内容主要包括指导学生¹学习规范化操作、掌握样品测定的方法原理和步骤、对实验数据进行处理和测定结果的评价等；目的是通过进行实验，使学生掌握正确的仪器操作和样品测定方法；同时通过实验加深对课堂所学理论知识²的理解。学生进入实验室后，需要进行洗涤器皿、称量、测定、记录数据等各种操作的规范化训练。

1.1.1 分析化学实验规章制度

(1) 凡进入实验室进行教学、科研活动的学生都必须严格遵守实验室的各项规章制度。

(2) 学生实验前必须接受安全教育，必须认真预习实验教材中的相关内容，明确实验目的和步骤，了解实验所用的仪器设备及器材的性能、操作规章、使用方法和注意事项，按时上实验课，不得迟到、早退。

(3) 学生进入实验室应衣着整齐，保持实验室安静，不得在实验室内大声喧哗、嬉闹，保持实验室内整洁卫生，不准在实验室内进食、吸烟和乱吐乱丢杂物。

(4) 学生在实验中应严格遵守操作规程，服从实验指导教师或实验技术人员的指导。必须以实事求是的科学态度进行实验，认真测定数据，如实、认真地做好原始记录，认真分析实验结果。

(5) 学生应爱护实验室仪器设备，严格遵守实验操作规程。凡因违反操作规程或不听从指导而造成的人身伤害事故，责任自负；造成仪器设备损坏者，按学校有关规定进行处理赔偿。

(6) 在实验过程中，注意安全，严防事故，注意节约用水、用电，以及实验材料、试剂和药品，遇到事故要立即切断电源、火源，报告指导老师进行处理；遇到大型事故应保护好现场，等待有关单位处理。

(7) 每次实验结束后，学生要对本组使用的仪器设备进行擦拭，做好整理工作，经实验指导教师检查后，方可离开实验室。

(8) 实验报告要用统一的实验报告纸撰写，内容一般包括实验目的、实验仪器设备及其原理、实验步骤、实验原始数据、实验结果与分析讨论。实验报告书写要

工整,统一采用国家标准所规定的单位与符号;作图要规范,曲线要画在坐标纸上,要用曲线板绘制或用计算机处理数据和作图。

1.1.2 本科实验教学管理办法

(1)严格按照本科实验教学大纲组织实施本科实验教学,由任课教师会同实验指导教师,共同确定实验项目及内容,由实验指导教师安排实验时间及场地等,完成实验教学任务书。

(2)由专人负责实验教学任务书的上传下达,并完成实验教学工作的统计、汇总、督查、信息反馈等工作;实验教学任务书由分管院长签字(或盖章)、中心主任签字、任课教师签字、实验指导教师签字后,方可实施。

(3)由实验指导教师负责实验教学的准备、实验指导及实验考核等工作,并完成学生实验报告、实验记录等教学资料的归档工作;实验教学所需化学试剂、仪器设备、场地等报相应管理人员后,由中心主任负责统一协调,统一购买。

(4)实验指导教师在组织与实施实验教学时,必须具备实验教学大纲、实验教材(或实验指导书)、仪器设备使用说明或操作规程、实验(或操作)注意事项、实验挂图等教学文件。

(5)实验指导教师在实验前,必须清点学生人数。对迟到15分钟以上或无故不上实验课者,以旷课论处;因故未做实验的学生必须补做方可取得实验课的成绩;学生首次上实验课时,实验教师必须宣讲“学生实验守则”和“实验室规则”等有关实验室规章制度。

(6)实验指导教师可根据课程自身的特点,采用日常考核、操作技能考核、卷面考核和提交实验结果等多种考核方式;独立设课实验的考核,除日常考核之外,须安排实验操作考核或卷面考核,并单独记载成绩。

1.2 分析化学实验基本要求

1.2.1 实验前的准备工作

实验前预习:首先必须理解和掌握与实验内容相关的理论知识,通过阅读实验教材中与本次实验相关的章节内容,明确实验目的和实验原理,了解实验中所要用到的器皿、药品。熟悉实验方法和步骤,特别关注实验注意事项。

进入实验室前,穿好实验服、准备好实验教材、实验数据记录本、实验报告册、实验用笔等与实验有关的物品。

1.2.2 实验操作环节训练

进入实验室后,严格遵守实验室的各项规章制度,认真听取老师讲述实验内容

和方法、实验注意事项等。指导老师对实验操作过程进行讲解和演示后,学生按要求分组进行实验。

实验过程中不喧闹,不讨论与实验无关的内容。保持实验室整洁安静,注意药品和器皿的整齐摆放,并遵循“原物放回原处”的规则。

1.2.3 记录实验现象及实验数据

实验过程中要仔细观察实验现象,及时、准确地将实验数据及实验现象记录在专用实验记录本上。不允许将数据随意记录在小纸片或单页纸上。尽量采用表格形式记录数据。

记录的实验数据要符合规范要求,注意有效数字的保留。例如,用移液管移取 50 mL 溶液时,记录为“50.00 mL”;用量筒移取 50 mL 液体记录为“50 mL”;用万分之一电子天平称量时,应记录至 0.0001 g;滴定管的读数应记录至 0.01 mL 等。总之,要根据所用仪器的精度记录到最小刻度的下一位。

实验过程中如果发现记录的数据有误,应将其用线删除,然后在旁边写上正确的数字,并签名确认。不能随意涂改。实验中严禁随意拼凑或伪造数据。

对同一个样品一般需经过 3 次平行测定。

实验测定结束后,指导老师检查所有同学的实验数据,老师签字后,同学收拾实验台面,将药品和器皿放回原处摆放整齐,台面收拾干净后,方可离开。

1.2.4 撰写实验报告

实验结束后,对实验数据进行计算和处理,得出实验结果后,根据实验过程和实验结果,认真撰写实验报告。实验报告一般包括:实验名称、目的、原理、所用仪器和试剂、实验步骤(实验流程)、原始数据及实验数据的计算和处理、实验结果、分析和讨论等内容。实验报告的撰写方法见本章第 7 节。

1.3 定量分析中常用的玻璃仪器及洗涤方法

定量分析中需要用到各种玻璃仪器,这些仪器根据用途可分为容器类和量器类。容器类包括烧杯、锥形瓶、碘量瓶、试剂瓶、称量瓶、干燥器等。量器类包括量筒、滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等。此外还有一些特殊用途的玻璃器皿如胶头滴管、干燥器、漏斗、比色管、比色皿等。

1.3.1 常用的玻璃仪器

1) 容器类

分析中常用的容器类玻璃仪器如图 1-1 所示。



图 1-1 分析中常用的容器类玻璃仪器

容器类玻璃仪器用途如下:

(1)洗瓶(wash bottle; washing bottle)。洗瓶是分析化学实验室中用于装清洗溶液的一种容器。在分析化学实验中一般用洗瓶盛装纯水。常见的挤压型洗瓶由塑料细口瓶和瓶口装置出水管组成。使用时,将瓶盖拧开,向里面注入纯水后再盖住并拧紧瓶塞。使用时挤压塑料瓶体,利用出水润洗玻璃仪器。切忌不允许把瓶盖打开后,将吸量管或者移液管插入瓶内进行纯水的移取。

(2)烧杯(beaker)。烧杯是一种常见的实验室玻璃器皿,呈圆柱形。通常由玻璃、塑料,或者耐热玻璃制成。实验室中玻璃烧杯最为常见。烧杯一般可用来加热,为使内部液体均匀受热,一般需垫上石棉网。烧杯经常用来配制溶液和作为较大量试剂的反应容器。在操作时,经常会用玻璃棒或者磁力搅拌器来进行搅拌。不可用烧杯来长期盛放化学药品,也不能用烧杯作为量器量取液体。

(3)试剂瓶(reagent bottle)。试剂瓶可分为广口、细口、磨口、无磨口等多种。广口瓶用于盛固体试剂,细口瓶盛液体试剂,棕色瓶用于避光的试剂,磨口塞瓶能防止试剂吸潮和浓度变化。

(4)称量瓶(weighing bottle)。称量瓶是磨口塞的筒形玻璃瓶,用于差减法称量试样。因有磨口塞,可以防止瓶中的试样吸收空气中的水分和 CO_2 等,适用于称量易吸潮的试样。称量瓶平时要洗净,烘干,存放在干燥器内以备随时使用。称量瓶瓶盖不能互换,称量时不可用手直接拿取,应带指套或垫以洁净纸条,不能用火直接加热。

(5)干燥器(dryer, drier, desiccator)。干燥器是具有磨口盖子的密闭厚壁玻璃器皿,常用以保存坩埚、称量瓶、试样、药品等物。它的磨口边缘涂一薄层凡士林,使之能与盖子密合。干燥器底部盛放干燥剂,最常用的干燥剂是变色硅胶和无水氯化钙,其上搁置洁净的带孔瓷板。坩埚、试样、药品等放在瓷板孔内。干燥器中的空气并不是绝对干燥的,只是湿度较低而已。

使用干燥器时应注意下列事项:搬移干燥器时,要用双手拿着,用大拇指紧紧按住盖子;开干燥器时,不能往上掀盖,应用左手按住干燥器,右手小心地把盖子放在桌子上;不可将太热的物体放入干燥器中;底部的变色硅胶为蓝色。当底部的变色硅胶全部变为粉红色时,表示已受潮失去吸湿作用。需要在 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 烘干 $2\sim 3\text{ h}$ 后,待硅胶变蓝色再继续使用。

(6)漏斗(funnel)。漏斗是过滤实验中不可缺少的仪器。过滤时,漏斗中要装入滤纸。

(7)长颈漏斗(long neck funnel)。长颈漏斗主要用于反应时添加液体药品。

(8)分液漏斗(separating funnel)。分液漏斗分为球型、梨型和筒型分液漏斗等多种样式。分析化学中常用梨型分液漏斗做萃取操作。

(9)锥形瓶(conical flask; Erlenmeyer flask)。锥形瓶也称三角瓶,一般用于滴

定实验中盛放待测液体。不能用锥形瓶作为量器量取液体。

(10) 碘量瓶(iodine flask)。碘量瓶一般为碘量法滴定中专用的锥形瓶。

(11) 比色皿(cuvette)。比色皿也叫吸收池。光度法中用来盛放待测液。有玻璃比色皿和石英比色皿。可见光度法中常用玻璃比色皿,紫外光度法中需要用石英比色皿。比色皿一般为长方体,规格有 0.5 cm、1 cm、2 cm、3 cm 几种类型。

2) 量器类

分析中常用的量器类玻璃仪器如图 1-2 所示。

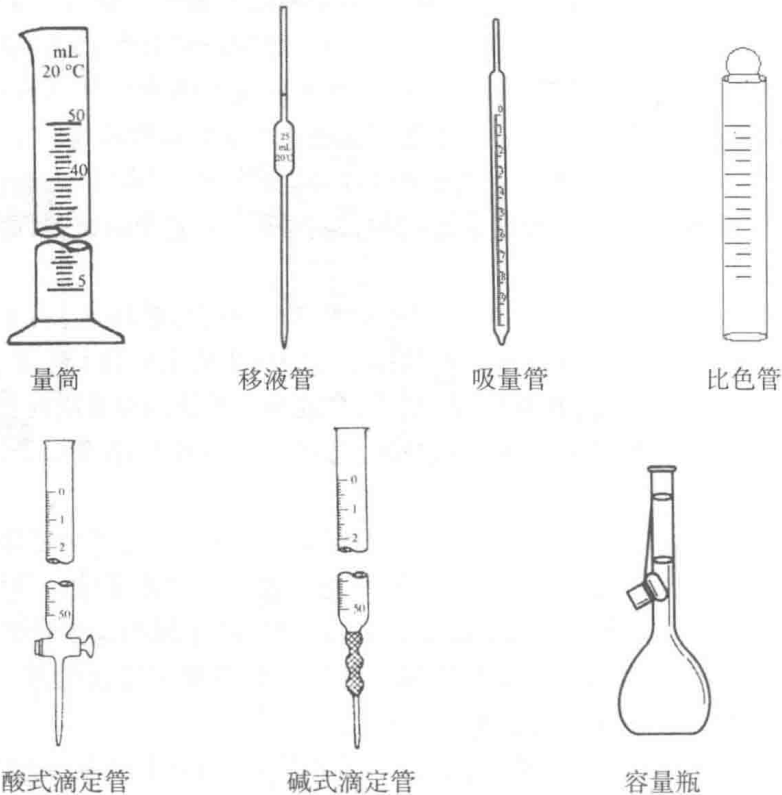


图 1-2 分析中常用的量器类玻璃仪器

量器类玻璃仪器用途如下:

(1) 量筒(graduated cylinder)。量筒是用来按体积定量量取液体的一种玻璃仪器。一般有 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等规格,精度较低。除量筒外,用来量取液体体积的玻璃仪器还有移液管、吸量管等。移液管和吸量管的精度都比量筒高。

(2) 移液管(pipette)。移液管是用来准确移取一定体积溶液的量器。它是一根中间有一膨大部分的细长玻璃管。下端为尖嘴状,上端管颈处刻有一条标线,是所移取的一定量准确体积的标志。所移取的体积通常可准确到 0.01 mL。在滴定