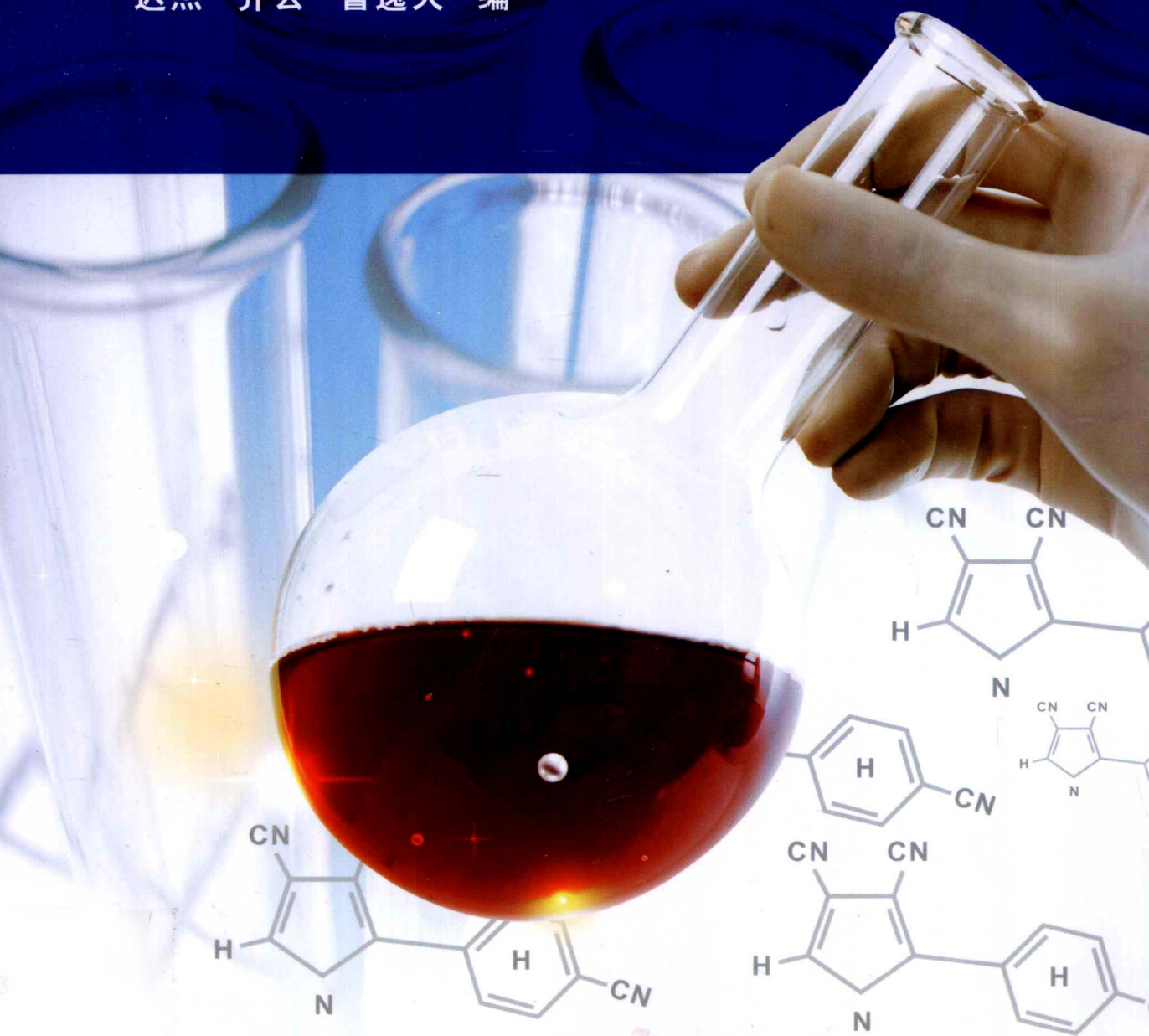


环境化学实验

迟杰 齐云 鲁逸人 编



环境化学实验

第2版



环境化学实验

环境化学实验

迟杰 齐云 鲁逸人 编



内 容 简 介

本书的实验内容包括污染物在大气、水、土壤以及生物介质中存在的浓度水平和形态,在介质中和介质间的迁移转化行为,对生物和生态系统产生的效应和风险,并以环境介质为主线,涉及样品采集、处理、现代仪器分析和分子生物学技术,引进最新研究内容和研究方法,力求实验内容的基础性、实用性和先进性。

本书适合作为各高校环境类相关专业的教材。

图书在版编目(CIP)数据

环境化学实验/迟杰,齐云,鲁逸人编. —天津:天津大学出版社,2010.4

ISBN 978-7-5618-3318-6

I. ①环… II. ①迟…②齐…③鲁… III. ①环境化学—化学实验 IV. ①X13-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 047128 号

出版发行 天津大学出版社
出 版 人 杨欢
地 址 天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电 话 发行部:022-27403647 邮购部:022-27402742
网 址 www.tjup.com
印 刷 天津泰宇印务有限公司
经 销 全国各地新华书店
开 本 185mm × 260mm
印 张 15
字 数 380 千
版 次 2010 年 4 月第 1 版
印 次 2010 年 4 月第 1 次
印 数 1-3 000
定 价 26.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前 言

环境化学实验是环境化学课程的重要组成部分,是理解和认识环境化学的相关理论、进行环境化学研究工作的有效手段。目前,在全国许多高校相继开设了环境类专业,且绝大多数都开设“环境化学实验”课程,但长期以来一直缺乏一本适合环境类专业使用的正式教材。为了满足环境类专业对环境化学实验技术的要求,并考虑到环境化学实验方法和实验技术的不断发展,编者结合环境化学课程教学内容,编写了环境化学实验教材。

本书的实验内容包括污染物在大气、水、土壤以及生物介质中存在的浓度水平和形态,在介质中和介质间的迁移转化行为,对生物和生态系统产生的效应和风险,并以环境介质为主线,涉及样品采集、处理、现代仪器分析和分子生物学技术,引进最新研究内容和研究方法,力求实验内容的基础性、实用性和先进性。本书的第1章特意介绍了环境化学实验室基本知识、环境样品采集和预处理技术、环境化学研究方法,以供读者参考。

全书内容包括环境化学研究基础知识、大气环境化学、水环境化学、土壤环境化学、化学物质的生物效应和生态效应以及附录,共47个实验。其中,第1章第3节、第3章、第4章实验1~实验7和第5章实验7~实验8由迟杰编写,第1章第2节、第4章实验8~实验14、第5章实验1~实验6及实验9~实验15由齐云编写,第1章第1节、第2章和附录由鲁逸人编写,最后由迟杰审校定稿。

由于本书的涉及面较广,编者的水平有限,书中的错误和疏漏在所难免,敬请各位专家和读者指正。

编者

2010年2月

目 录

第 1 章 环境化学研究基础知识	(1)
1.1 环境化学实验室基础知识	(1)
1.2 环境样品采集和预处理技术	(18)
1.3 环境化学研究方法	(56)
第 2 章 大气环境化学	(90)
实验 2-1 室内空气中苯的污染分析	(90)
实验 2-2 空气中氯苯的污染评价	(93)
实验 2-3 城市大气气溶胶中多环芳烃的污染分析	(95)
实验 2-4 氯甲基苯在不同粒径颗粒物上的分布	(98)
实验 2-5 空气中氮氧化物的日变化曲线	(101)
实验 2-6 环境空气中烷烃的光催化氧化	(104)
实验 2-7 空气中 $\text{PM}_{2.5}$ 对动物的毒性	(106)
第 3 章 水环境化学	(111)
实验 3-1 水体富营养化程度评价	(111)
实验 3-2 水中有机氯农药的污染分析	(114)
实验 3-3 有机物辛醇-水分配系数的测定	(116)
实验 3-4 表面微层水中重金属的富集	(119)
实验 3-5 水中苯系物的挥发速率	(121)
实验 3-6 天然水中 $\text{Cr}(\text{III})$ 的沉积曲线	(125)
实验 3-7 海河水体中有机氯农药沉降通量的测定	(127)
实验 3-8 饮用水消毒过程中卤代烃的形成	(130)
实验 3-9 表面微层水中氯代酚的光降解	(133)
实验 3-10 偶氮染料的光催化氧化	(135)
实验 3-11 普通小球藻引发苯胺的光降解反应	(137)
第 4 章 土壤环境化学	(140)
实验 4-1 底泥中腐殖物质的提取和分离	(140)
实验 4-2 土壤脲酶活性测定	(143)
实验 4-3 沉积物中磷的形态分析	(144)
实验 4-4 沉积物/水界面营养盐的交换通量	(148)
实验 4-5 沉积物中重金属的分级提取	(151)
实验 4-6 土壤对重金属的吸附	(154)
实验 4-7 沉积物中 DDT 的污染分析	(156)
实验 4-8 土壤中砷的污染分析	(158)
实验 4-9 土壤中某些重金属元素的淋溶释放研究	(161)

实验 4-10	底泥对苯酚的吸附作用	(164)
实验 4-11	卫津河底泥中汞的形态分析	(167)
实验 4-12	腐殖酸对汞(Ⅱ)的配合作用	(170)
实验 4-13	表面活性剂 SDS 对土壤酸性磷酸酶的影响	(173)
实验 4-14	索氏提取法测定土壤中的 n -十五烷	(175)
第 5 章	化学物质的生物效应和生态效应	(178)
实验 5-1	植物的克藻效应	(178)
实验 5-2	藻类摄取磷的动力学过程	(180)
实验 5-3	水生植物对营养盐的吸收动力学	(182)
实验 5-4	藻对重金属的富集	(184)
实验 5-5	鱼体内有机氯农药的污染分析	(187)
实验 5-6	底泥中邻苯二甲酸酯的好氧和厌氧降解	(189)
实验 5-7	植物对污染土壤中有机污染物的提取作用	(191)
实验 5-8	水生生态微宇宙实验	(193)
实验 5-9	铜、锌对小球藻的毒性作用	(196)
实验 5-10	活性污泥毒性检测——细菌脱氢酶活性测定	(198)
实验 5-11	固定化酶与固定化细胞对污染物的去除	(200)
实验 5-12	DGGE 技术对环境中微生物种群的分析	(202)
实验 5-13	环境内分泌干扰物的筛选	(205)
实验 5-14	三氯苯胁迫下植物某些根系分泌物的变化	(209)
附录		(212)
附录 1	环境空气质量标准(GB 3095—1996)	(212)
附录 2	大气污染综合排放标准(GB 16297—1996)	(213)
附录 3	地表水环境质量标准(GHZZ 1—1999)	(219)
附录 4	污水综合排放标准(GB 8978—1996)	(221)
附录 5	土壤环境质量标准(GB 15618—1995)	(224)
附录 6	氧在蒸馏水中的溶解度(饱和度)	(224)
附录 7	重要的国际相对原子量(1983)	(225)
附录 8	配制摩尔浓度时一些试剂的常用基本单元	(225)
附录 9	常用酸碱百分浓度、密度和摩尔浓度的关系	(226)
附录 10	常用固态化合物的摩尔浓度(或克分子浓度)配制参考表	(228)
参考文献		(229)



第1章 环境化学研究基础知识

1.1 环境化学实验室基础知识

1.1.1 实验室管理规则

①上课第一天请先熟悉实验室环境,观看灭火器、消防栓、报警器、急救箱及安全出口等设施的位置。牢记任何时候人身安全是第一位的。

②在实验室内,有条件请穿着实验衣(最好长及膝盖以下),避免穿凉鞋、拖鞋(脚趾不要裸露),个别实验还要求操作人员配戴眼镜或安全护目镜。留有长发者,戴帽套将头发卷入套内,或以橡皮圈束于背后,以防止引起着火或污染实验。

③在实验室内禁止吸烟、饮水、进食、化妆、嚼口香糖、嬉戏奔跑,食物饮料勿存放于实验室的冰箱中,实验桌上勿堆放书包、书籍、衣服外套及杂物等。严禁用嘴吸移液管和虹吸管。易燃液体不得接近明火和电炉,凡产生烟雾、有害气体和不良气味的实验,均应在通风条件下进行。

④使用任何药品,请先看清楚标示、注意事项,翻阅物质安全数据表(MSDS),或者 Merck 和 Sigma 目录,查明是否对人体造成伤害,用后请放回原位。了解危险化学品药品的警告标志,危险化学品药品要在通风橱中操作。

⑤所有实验仪器、耗材、药品等均属实验室所有,不得携出实验室外。每组分配的仪器、耗材请进行清点与保管,课程结束后如数清点缴回。公用仪器请加倍爱惜使用,实验前后,请把工作区域进行清理,随时保持环境清洁。

⑥实验台面、称量台、药品架、水池以及各种实验仪器内外都必须保持清洁整齐,药品称完后立即盖好瓶盖放回药品架,严禁瓶盖及药勺混杂,切勿使药品(尤其是强烈腐蚀性药品)洒落在天平和实验台面上,毛刷用后必须立即挂好,各种器皿不得丢弃在水池内。实验过程中打翻任何药品试剂及器皿时,请随即清理。

⑦实验前必须认真预习实验内容,明确本次实验的目的和要求,了解实验细节的原理及操作,注意上课所告知的注意事项,写好实验预习报告,否则不能进行实验。实验进行中有任何状况或疑问,随时发问,不要私自变更实验程序。若想改进和设计新的实验方法,必须取得教师的同意。实验时认真进行实验记录,实验完毕及时整理数据,按时上交实验报告。

⑧使用贵重精密仪器应严格遵守操作规程。使用分光光度计时不得将溶液洒在仪器内外和地面上。仪器发生故障应立即报告教师,未经许可不得自己随意检修。

⑨睡眠不足、精神不济或注意力无法集中,请立即停止实验。实验时间若延长,请注意时间的管制及自身的安全,不可自行逗留实验室过夜。

⑩实验完毕,关闭电源、水、酒精灯等,并清理实验室、倒垃圾、关闭灯光及空调,离开实验室前记得洗手。

⑪发生任何意外事件应立即报告指导教师,并应熟知相关的应变措施。

1.1.2 实验室安全知识

1. 化学试剂和药品相关安全知识

健康与安全相关法规要求研究机构为工作人员提供安全无害的工作环境,并对工作人员进行安全操作的宣传与培训。在美国,职业安全与健康委员会(OSHA)制定的《联邦危险品管理标准》要求所有使用化学品的场所,包括大学实验室在内,都要做以下工作。

①开发书面的有害物质管理方案。

②对这类场所的全部化学品都要存有材料安全数据列表(MSDS,相关知识参见 <http://www.ilpi.com/msds/>)。

③所有的化学品都要在其标签上标明危险性和操作步骤。

④培训职员正确使用这些化学品。尽管 MSDS 列表的格式多种多样,但都包含一些重要的化学品风险信息。例如,图 1-1-1 左图是常用化学品冰乙酸 MSDS 列表的部分内容。可以从指导教师或实验室管理员那里获得相关化学品的 MSDS 列表,也可以到 <http://www.msds-online.com/> 等网站进行免费查询(如图 1-1-1 所示)。

CAROLINA BIOLOGICAL SUPPLY CO -- 74-6530, ACETO-CARMINE (SEE SUPPL)

MSDS Safety Information

MSDS Date: 01/23/1998
MSDS Num: CLHSV
Product ID: 74-6530, ACETO-CARMINE (SEE SUPPL)
MFN: 02
Kit Part: Y
Responsible Party
Cage: 59896
Name: CAROLINA BIOLOGICAL SUPPLY CO
Address: 2700 YORK RD
City: BURLINGTON NC 27215-3387
Info Phone Number: 800-227-1150
Emergency Phone Number: 800-227-1150

Ingredients

Cas: 64-19-7
RTECS #: AF1225000
Name: ACETIC ACID
Percent by Wt: 45.
Other REC Limits: NONE RECOMMENDED
OSHA PEL: 10 PPM
OSHA STEL: 15 PPM
ACGIH TLV: 10 PPM
EPA Rpt Qty: 5000 LBS
DOT Rpt Qty: 5000 LBS

Cas: 1390-65-4
RTECS #: FH8891000
Name: CARMINE
Percent by Wt: .75

Health Hazards Data

MyIE2 - MSDS online - Material Safety Data Sheets Compliance

文件(F) 编辑(E) 查看(V) 收藏(C) 快捷菜单 选项(O) 工具(T) 窗口(W) 帮助(H)

地址: <http://www.msds-online.com/advantage/FullTextSearch/Default.asp?search=ac>

地址: <http://ms> 后退 前进 刷新 打印 打印范围 打印范围 打印范围

SELECT	VIEW	PRODUCT NAME	MSDS DATE	EXP. DATE	MANUFACTURER	SUPPLIER/DIST. / NOTED
☐		ACETIC ACID-D, 99.9 ATOM % D (100% 100% 100%)	10/3/2003	1186-52-3	ACROS ORGANICS N.V.	FISHER SCIENTIFIC INTERNATIONAL
☐		ACETIC ACID-D, PACKAGED IN 50 LB. DRUMS, 99.9 ATOM % D	10/3/2003	1186-52-3	ACROS ORGANICS N.V.	FISHER SCIENTIFIC INTERNATIONAL
☐		ACETIC ACID-D	4/11/2004	1186-52-3	SIGMA CHEMICAL COMPANY	SIGMA-ALDRICH CORPORATION
☐		ACETIC ACID SODIUM 99 PLUS ATOM % D	1/1/2003	99230-37-0	SIGMA CHEMICAL COMPANY	SIGMA-ALDRICH CORPORATION
☐		ACETIC ACID-D	1/1/2003	1186-52-3	SIGMA CHEMICAL COMPANY	SIGMA-ALDRICH CORPORATION
☐		ACETIC ACID SODIUM 99 PLUS ATOM % D	1/1/2002	99230-37-0	SIGMA CHEMICAL COMPANY	SIGMA-ALDRICH CORPORATION
☐		ACETIC ACID-D	7/1/2002	1186-52-3	SIGMA CHEMICAL COMPANY	SIGMA-ALDRICH CORPORATION
☐		ACETIC ACID SODIUM 99 PLUS ATOM % D	4/2/2000		ACROS ORGANICS N.V.	FISHER SCIENTIFIC INTERNATIONAL

图 1-1-1 MSDS 列表

注:左图为 Carolina 公司的冰醋酸 MSDS 列表的部分信息

右图为利用网络查询 MSDS 信息

除了化学品的 MSDS 列表,查看化学试剂标签也是获得安全信息的重要途径。Sigma 等大公司的药品都有标准的标示,如图 1-1-2 所示。使用某种药品前,请仔细阅读该试剂包装上的标签。通常一种试剂都附有说明书,请保留下来以便日后追踪,没有说明书者可以在用完后把标签撕下来,贴在笔记上。

在化学药品标签上会使用各种警告标志。一些世界公认的警告标志如图 1-1-3 所示。请熟记上面的警告符号,并且小心处理有这些符号的物品。装这些药品的外盒空瓶,绝对不能随意弃置,要交给专门的危险品处理部门处置。

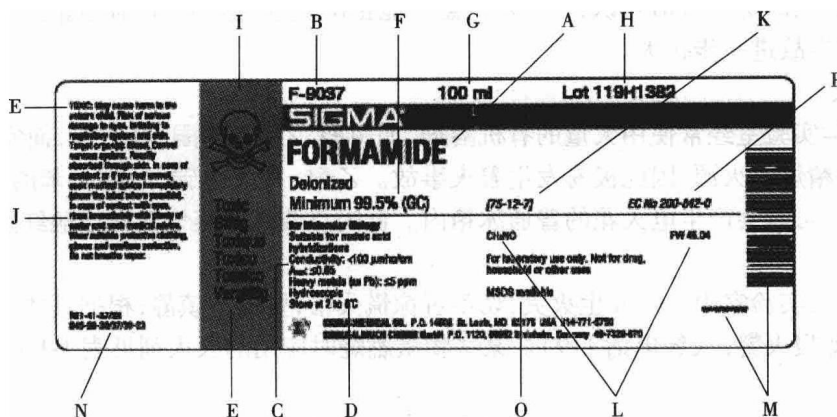


图 1-1-2 Sigma 公司的试剂标签

- A—品名和描述;B—产品目录编号;C—进一步的说明;
D—推荐的处理和贮藏方法;E—危险警告;F—分析数据,如活性、纯度、含水量等;
G—包装;H—批号;I—警告标志;J—进一步的危险及防护信息;
K—CAS 编号;L—分子式和分子量;M—条形码;N—安检编号;
O—安检资料;P—EC 编号



图 1-1-3 有害化学药品的警告标志

2. 化学试剂的保存

保存化学试剂,要注意安全,应根据试剂的毒性、易燃性、腐蚀性、挥发性和潮解性而定。需要避光保存的试剂要外加一层黑纸贮存于无光照的柜内。

1) 易爆品 受热、强烈摩擦、撞击或与氧化剂接触时,容易引起爆炸,搬运时要特别小心。

2) 强氧化剂 受热、撞击或混入还原性物质时,可能引起爆炸,存放这类物质时,应避免和易燃易爆、还原性物质存放在一起,存放处要阴凉通风。

3) 易燃品 有些试剂燃点低,遇到高温、猛烈撞击或火源时容易着火,应注意阴凉通风,远离火源。

4) 剧毒品 采购管理要严格,配备保险柜专人负责。

5) 腐蚀性药品 此类药品要注意保存,避免外溢或撞击。

3. 实验室意外事故

环境化学实验室中,着火、爆炸、中毒、触电和割伤的危险时刻存在,因此每一位在环境化学实验室工作的学生和工作人员除了要了解所用化学药品的危险性外,还要掌握相关的防范

措施和丰富实用的防护救治知识,一旦发生意外能正确地进行处理,及时阻止或控制有害物品的扩散,以防事故进一步扩大。

(1) 着火

环境化学实验室经常使用大量的有机溶剂,如甲醇、乙醇、丙酮、氯仿等,而实验室又经常使用电炉、酒精灯等火源,因此极易发生着火事故。乙醚、二硫化碳、丙酮和苯的闪点都很低,因此不得存于可能会产生电火花的普通冰箱内。低闪点液体的蒸气只需接触红热物体的表面便会着火。

灭火方法:实验室中一旦发生火灾,切不可惊慌失措,要保持镇静,根据具体情况正确地进行灭火或立即报火警(火警电话 119)。某些物质燃烧时应用的灭火剂见表 1-1-1。

表 1-1-1 某些物质燃烧时应用的灭火剂

燃烧物质	应用灭火剂	燃烧物质	应用灭火剂
苯胺	泡沫,二氧化碳	松节油	喷射水,泡沫
乙炔	水蒸气,二氧化碳	火漆	水
丙酮	泡沫,二氧化碳,四氯化碳	磷	沙,二氧化碳,泡沫,水
硝基化合物	泡沫	赛璐珞	水
氯乙烷	泡沫,二氧化碳	纤维素	水
钾,钠,钙,镁	砂土	橡胶	水
松香	水,泡沫	煤油	泡沫,二氧化碳,四氯化碳
苯	泡沫,二氧化碳,四氯化碳	漆	泡沫
重油	喷射水,泡沫	蜡	泡沫
润滑油		石蜡	喷射水,二氧化碳
植物油		二硫化碳	泡沫,二氧化碳
石油	水	醚类	泡沫,二氧化碳
醚类		(低沸点,175℃以下)	
(高沸点,175℃以上)			

容器中的易燃物着火时,用灭火毯盖灭。因已确证石棉有致癌性,故改用玻璃纤维布作灭火毯。

乙醇、丙酮等可溶于水的有机溶剂着火时可以用水灭火。汽油、乙醚、甲苯等有机溶剂着火时不能用水,只能用灭火毯和砂土盖灭。

导线、电器和仪器着火时不能用水和二氧化碳灭火器灭火,应先切断电源,然后用 1211 灭火器(内装二氟一氯一溴甲烷)灭火。

个人衣服着火时,切勿慌张奔跑,以免风助火势,应迅速脱衣,用水龙头浇水灭火,火势过大时可就地卧倒打滚压灭火焰。

(2) 爆炸

环境化学实验室防止爆炸事故是极为重要的,因为一旦爆炸其毁坏力极大,后果将十分严重。加热时会发生爆炸的混合物有:有机化合物 + 氧化铜、浓硫酸 + 高锰酸钾、三氯甲烷 + 丙酮等。

(3) 中毒

环境化学实验室常见的化学致癌物有:石棉、砷化物、铬酸盐、溴乙锭等。剧毒物有氰化物、砷化物、乙腈、甲醇、氯化氢、汞及其化合物等。

(4) 外伤

1) 眼睛灼伤或掉进异物 眼内若溅入任何化学药品,应立即用大量水冲洗 15 分钟,不可用稀酸或稀碱冲洗。若有玻璃碎片进入眼内则十分危险,必须十分小心谨慎,不可自取,不可转动眼球,可任其流泪,若碎片不出来,则用纱布轻轻包住眼睛急送医院处理。若有木屑、尘粒等异物进入,可由他人翻开眼睑,用消毒棉签轻轻取出或任其流泪,待异物排出后再滴几滴鱼肝油。

2) 皮肤灼伤 ①酸灼伤:先用大量水洗,再用稀 NaHCO_3 或稀氨水浸洗,最后再用水洗。②碱灼伤:先用大量水冲洗,再用 1% 硼酸或 2% 醋酸浸洗,最后再用水洗。③溴灼伤:很危险,伤口不易愈合,一旦灼伤,立即用 20% 硫代硫酸钠冲洗,再用大量水冲洗,包上消毒纱布后就医。④烫伤:使用火焰、蒸汽、红热的玻璃和金属时易发生烫伤,烫伤后应立即用大量水冲洗和浸泡,若起水泡不可挑破,包上纱布后就医,轻度烫伤可涂抹鱼肝油和烫伤膏等。⑤割伤:这是环境化学实验室常见的伤害,要特别注意预防,尤其是在向橡皮塞中插入温度计、玻璃管时一定要用水或甘油润滑,用布包住玻璃管轻轻旋入,切不可用力过猛,若发生严重割伤时要立即包扎止血,就医时务必检查伤部神经是否被切断。实验室应准备一个完备的小药箱,专供急救时使用。药箱内应备有:医用酒精、红药水、紫药水、止血粉、创口贴、烫伤油膏(或万花油)、鱼肝油、1% 硼酸溶液或 2% 醋酸溶液、1% 碳酸氢钠溶液、20% 硫代硫酸钠溶液,医用镊子和剪刀、纱布、药棉、棉签、绷带等。

(5) 触电

环境化学实验室要使用大量的仪器、烘箱和电炉等,因此每位实验人员都必须能熟练地安全用电,避免发生一切用电事故,当 50 Hz 的电流通过人体 25 mA 电流时呼吸会发生困难,通过 100 mA 以上电流时则会致死。

1.1.3 实验室玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器是化学实验中的常用仪器,仪器是否洗涤干净直接关系到实验的成功与否,而仪器的洗涤要根据仪器上的污物性质选择不同的方法。实验中所用的玻璃仪器清洁与否,直接影响实验的结果,往往由于仪器的不清洁或被污染而造成较大的实验误差,有时甚至会导致实验失败。做环境化学实验对玻璃仪器清洁程度的要求往往比一般化学实验的要求高。环境化学实验分析的物质往往浓度低,并且对许多常见的污染杂质十分敏感,因此玻璃仪器包括塑料器皿是否彻底清洗干净非常重要。

1. 一般洗涤方法

1) 水冲洗法 玻璃仪器内壁上残存的极性物质(如酸、碱、盐等)可用重蒸水直接冲洗、振荡,一般重复冲洗 2~3 遍即可洗涤干净。

2) 洗衣粉浸泡法 这是一种比较简单的方法,对于学生实验用过的大量玻璃仪器,可集中在一起,用洗衣粉溶液浸泡一段时间,再用自来水冲洗。

3) 去污粉或合成洗涤剂法 去污粉是由碳酸钠、白土和细沙混合而成。细沙有损玻璃,使用时要谨慎,特别是对于精密量具尽量不用。市售的餐具洗涤灵是以非离子表面活性剂为主要成分的中性洗液,可配成 1%~2% 的水溶液(也可用 5% 的洗衣粉水溶液)刷洗仪器,温热的洗涤液去污能力更强,必要时可短时间浸泡。

4) 浓碱液浸泡法 对于下列玻璃仪器上的污物,可采用浓碱液浸泡法进行洗涤,如硫单质污物、油脂、苯酚等有机物污物、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 等其他可溶入浓碱液的污物。具体操作方法是将这些玻璃仪器集中在一起,用浓碱液浸泡一段时间,再用自来水冲洗;必要时可先用浓碱液煮沸(如玻璃仪器上的硫),再用自来水冲洗。

5) 酸液浸泡法 玻璃仪器器壁上附着的 AgNO_3 等物质可用硝酸浸泡,必要时微热,然后用试管刷刷洗,自来水冲净即可,玻璃仪器器壁上附着的 MnO_2 (如长时间盛装 KMnO_4 溶液的试剂瓶)可用浓盐酸浸泡、微热,然后用试管刷和自来水刷洗即可,也可用草酸溶液浸泡除去玻璃仪器器壁上的 MnO_2 污物,这种方法较浓盐酸浸泡法操作简单,且避免浓盐酸挥发的污染。玻璃仪器器壁上附着的碳酸盐、磷酸盐等物质可用稀盐酸浸泡,然后用试管刷刷洗,自来水冲净。

6) 乙醇浸泡法 对于下列实验后的玻璃仪器,可采用乙醇浸泡法除去其器壁上的污物:苯酚性质实验(污物主要为苯酚);酚醛树脂制取实验(污物主要为酚醛脂);乙酸乙酯制取及分解实验(污物主要为乙酸乙酯)。具体洗涤方法是:先用乙醇浸泡,然后在玻璃仪器中盛装自来水,用试管刷刷洗。

7) 碱性高锰酸钾洗液 取 4 g 高锰酸钾溶于少量水,加入 10 g 氢氧化钠,再加水至 100 mL,主要洗涤油污、有机物,然后浸泡。浸泡后器壁上会留下二氧化锰棕色污迹,可用盐酸洗去。

8) 洗液浸泡法 又称铬酸洗涤液浸泡法,这种洗涤液对有机物和油污的去除能力非常强,具有很强的氧化能力。配制时,称取 10 g 研细的重铬酸钾固体,加热溶于 20 mL 水中,待冷后,边搅拌边缓慢加入 180 mL 浓硫酸(特别注意:不能将溶液倒入浓硫酸中,否则引起暴沸),冷却后,转移到磨口瓶中保存。可以反复使用,直到洗液变成绿色。洗涤时,被洗涤器皿尽量保持干燥,倒少许洗液于器皿中,转动器皿使其内壁被洗液浸润(必要时可用洗液浸泡),然后将洗液倒回洗液瓶以备再用(颜色变绿即失效,有时可加入固体高锰酸钾使其再生。这样,实际消耗的是高锰酸钾,可减少六价铬对环境的污染),再用水冲洗器皿内残留的洗液,直至洗净为止。常见污物处理方法见表 1-1-2。

表 1-1-2 常见污物处理方法

污 物	处 理 方 法
可溶于水的污物、灰尘等	自来水清洗
不溶于水的污物	肥皂,合成洗涤剂
氧化性污物(如 MnO_2 、铁锈等)	浓盐酸,草酸洗液
油污、有机物	碱性洗液(Na_2CO_3 、 NaOH 等),有机溶剂,铬酸洗液,碱性高锰酸钾洗涤液
残留的 Na_2SO_4 、 NaHSO_4 固体	用沸水使其溶解后趁热倒掉
高锰酸钾污垢	酸性草酸溶液
黏附的硫磺	用煮沸的石灰水处理
瓷研钵内的污迹	用少量食盐在研钵内研磨后倒掉,再用水洗
被有机物染色的比色皿	用体积比为 1:2 的盐酸-酒精液处理
银迹、铜迹	硝酸
碘迹	用 KI 溶液浸泡,用温热的稀 NaOH 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液处理

1.1.4 溶液的量取

在各种环境化学分析技术中,首先要熟练掌握的是准确的移液技术。为此要用到各种形式的移液器具(图 1-1-4),其中有一些是学生在化学实验中未用过而在环境化学实验中常用的。移液器具的选择应依量取液的体积、准确度和量取的次数而定,常见溶液量取器具的选择标准可以参考表 1-1-3。

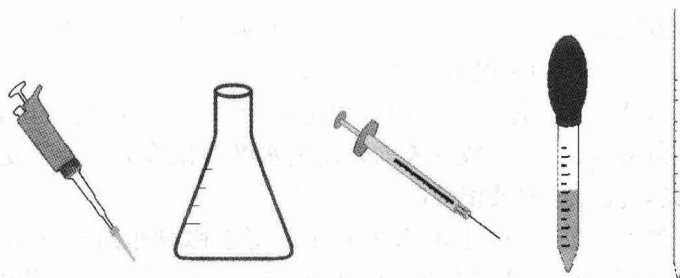


图 1-1-4 实验室中各种形式的移液工具

注:从左至右分别为可调式移液器、锥形瓶、微量注射器、滴管和移液管。

表 1-1-3 溶液量取器具的选择标准

计量仪器	最佳量程	准确度	重复测量效率
滴管	30 μL ~ 2 mL	低	极方便
量筒	5 ~ 2 000 mL	中等	方便
容量瓶	5 ~ 2 000 mL	高	方便
滴定管	1 ~ 100 mL	高	极方便
移液管/移液器	5 ~ 25 μL	高	极方便
微量注射器	0.5 ~ 50 μL	高	方便
称量器	任何量度	较高	不方便
锥形瓶/烧杯	25 ~ 5 000 mL	极低	方便

1. 某些溶液量取时会发生的问题

高黏度的液体难以分液,转移较费时,操作勿快,避免量取和排液不充分。

有机溶剂挥发快,造成测量不准确,操作要迅速,密封容器要迅速。

易产生泡沫的溶液(如蛋白质和去污剂溶液)较难量取和分液,操作勿快,避免产生气泡。

悬浮液(如细胞培养物)容易形成沉淀,移取前要充分混匀。

2. 滴管

滴管可用于半定量移液,其移液量为 1 ~ 5 mL,常用 2 mL,可换不同大小的滴头。滴管有长、短两种,新出的一种带刻度和缓冲泡的滴管,可以比普通滴管更准确地移液,并防止液体吸入滴头。

滴管的正确使用方式为保持滴管垂直,以中指和无名指夹住管柱,拇指和食指轻轻挤压胶头,使液体逐滴滴下。使用滴管吸取有毒溶液时要小心,松开胶头前一定要将管尖移离溶液,吸入的空气可防止液体溢散。为了避免交叉污染,不要将溶液吸入胶头或将滴管横放。一次性塑料滴管使用安全,可避免污染。

3. 移液管

移液管也称吸管。移液管使用前应洗至内壁不挂水珠,1 mL 以上的移液管,用移液管专

用刷刷洗,0.1 mL、0.2 mL 和 0.5 mL 的移液管可用洗涤剂浸泡,必要时可以用超声清洗器清洗。由于铬酸洗液致癌,应尽量避免使用。若有大量成批的移液管需冲洗,可使用冲洗桶,将移液管尖端向上置于桶内,用自来水多次冲洗后再用蒸馏水或无离子水冲洗。

移液管分为两种,一种是无分度的,称为胖肚移液管,精确度较高,其相对误差 A 级为 0.7%~0.8%,B 级为 1.5%~1.6%,液体自标线流至口端(留有残液),A 级等待 15 s,B 级等待 3 s。

另一种移液管为分度移液管,管身为一粗细均匀的玻璃管,上面均匀刻有表示容积的分度线,其准确度低于胖肚移液管,相对误差 A 级为 0.2%~0.8%,B 级为 0.4%~1.6%,A 级、B 级在移液管管身上有 A、B 字样,有“快”字则为快流式,有“吹”字则为吹出式,无“吹”字的移液管不可将管尖的残留液吹出。吸、放溶液前要用吸水纸擦拭管尖。为了安全,严禁用嘴吹移液管,可使用其他工具如洗耳球将残留液吹出。

吸量管是具有分刻度的玻璃管(也称刻度吸管),用于移取非固定量的溶液,一般只用于量取小体积的溶液。常用的吸量管有 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 等规格。移液管和吸量管都是用于准确移取一定体积溶液的量入式玻璃量器(量器上标有“Ex”字样),另一种是量出仪器,表示溶液至刻度线后,将溶液从自量器中倾出,体积正好与量器上所标明的体积相等。

移液管和吸量管的操作方法如下。

洗涤:移液管和吸量管一般采用橡皮洗耳球吸取洗液(如铬酸洗液)洗涤,也可放在高型玻璃筒内浸泡,取出沥尽洗液后用自来水冲洗,再用蒸馏水润洗干净。

润洗:第一次用洗净的移液管吸取溶液时,应先用滤纸将尖端内外的水吸净,否则会因水滴引入而改变溶液的浓度。然后用所要移取的溶液将移液管洗涤 2~3 次,以保证移取的溶液浓度不变。方法是:吸入溶液至刚入管膨大部分,立即用右手食指按住管口(不要使溶液回流,以免稀释),将移液管横过来,用两手的拇指及食指分别拿住移液管的两端,转动移液管并使溶液布满全管内壁,当溶液流至距上管口 2~3 cm 时,将管直立,使溶液由尖嘴放出,弃去。

量取:用移液管移取溶液时,一般用右手的大拇指和中指拿住颈标线上方,将移液管插入溶液中,移液管不要插入溶液太深或太浅,太深会使管外黏附溶液过多,太浅会在液面下降时吸空。左手拿洗耳球,排除空气后紧按在移液管口上,慢慢松开手指使溶液吸入管内,移液管应随容量瓶中液面的下降而下降。

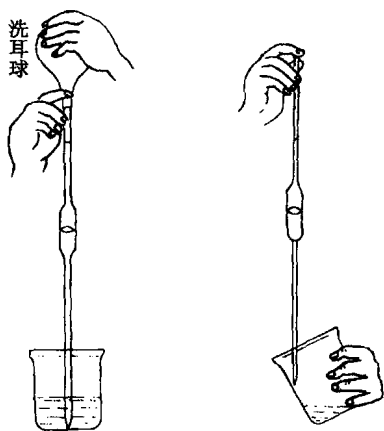


图 1-1-5 移液管的使用

当管口液面上升到刻线以上时,立即用右手食指堵住管口,将移液管脱离液面,然后使管尖端靠着容量瓶的内壁,左手拿容量瓶,并使其倾斜 30°。略微放松食指并用拇指和中指轻轻转动管身,使液面平稳下降,直到溶液的弯月面与标线相切时,按紧食指。取出移液管,用干净滤纸擦拭管外溶液,把准备承接溶液的容器稍倾斜,将移液管移入容器中,使管垂直,管尖靠着容器内壁,松开食指,使溶液自由地沿器壁流下,待下降的液面静止后,再等待 15 s,取出移液管。管上未刻有“吹”字的,切勿把残留在管尖内的溶液吹出,因为在校正移液管时,已经考虑了末端所保留溶液的体积,移液管的使用方法参考图 1-1-5。

吸量管的操作方法与移液管相同。但有一种吸量管,管口上刻有“吹”字,使用时必须将管内的溶液全部流出,末端的溶液吹出,不允许保留。

移液管和吸量管使用后,应洗净放在移液管架上。

4. 移液器

移液器是环境化学与分子生物学实验常用的小型精密设备。应用最广泛的一种移液器是如图 1-1-6 所示 pipetman 可调式移液器。

可调式移液器的使用步骤如下。

选择一支量程合适的移液器,所量取液体的体积不能高于或低于移液器的量程范围,否则不能准确量取。

设置移液量:大部分移液器使用调节轮来设置移液量,所设置的体积在刻度盘上显示出来。注意调整调节轮时,动作要缓慢,不能快速旋动以免损坏移液器的调节系统。

选择合适的吸液枪头:枪头和吸液杆要相配,并且要安装正确。用力推动,并轻轻旋转吸液枪头使其套紧。吸液枪头一般装在盒子里,灭菌后使用。

吸取液体:垂直握住移液器,然后将推动按钮按至第一止点(图 1-1-7 A),将吸头浸入液体中,液面恰好没过吸头,然后缓慢松开推动按钮吸取液体(图 1-1-7 B),等待 1~2 s 后再离开液面。吸取时动作要缓慢,防止空气随液体吸入吸液枪头内造成量取不准确。

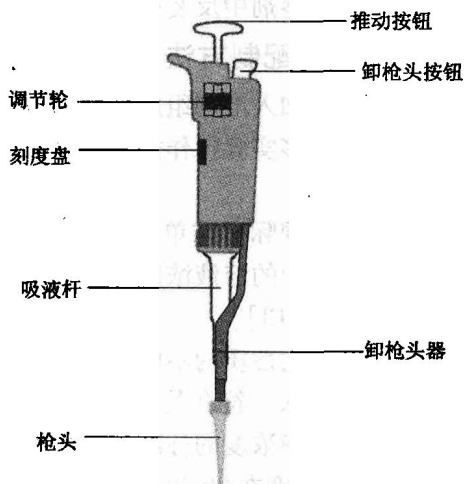


图 1-1-6 可调式移液器的结构图

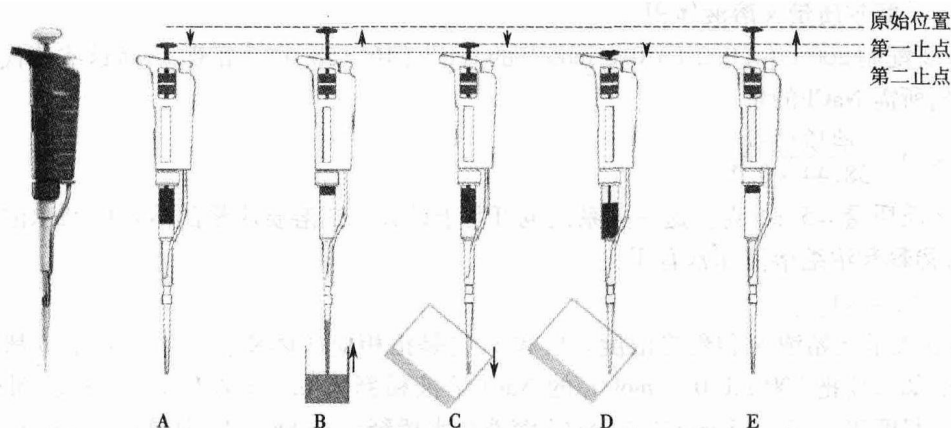


图 1-1-7 可调式移液器的使用步骤示意图

A—推动按钮按至第一止点;B—松开推动按钮吸取液体;

C—按推动按钮至第一止点释放液体;D—按至第二止点排出所有液体;E—松开推动按钮

释放液体:吸液枪头的头部靠在容器壁上,约成 $10^{\circ} \sim 20^{\circ}$ 倾角,慢慢按推动按钮至第一止点(图 1-1-7C),停留 1~2 s 后,按至第二止点(图 1-1-7D)排出所有液体。

退下吸液枪头:按下卸枪头按钮,退下吸液枪头。移液器必须卸掉枪头后才可以放在实验台上,因为任何残留液体都会在平放时倒流回吸液杆。

5. 注射器

使用注射器时应把针头插入溶液,缓慢拉动活塞至所需刻度处。检查注射器有无吸入气泡。排出液体时要缓慢,最后将针尖靠在器壁上,移去末端黏附的液体。微量注射器在使用前和使用后应在纯溶剂中反复推拉活塞,进行清洗。

1.1.5 溶液的配制方法

溶液是溶质加入溶剂组成的均相液体。溶液的特性是由溶质的类型及溶质相对于溶剂的比例决定的。许多实验操作需要计算浓度,例如配制一定浓度的溶液或用溶质浓度来表示数据。

溶液浓度的国际标准单位是 mol/m^3 ,但在大多数场合常用非国际标准单位 mol/L 来表示。用 mol/L 表示的溶液浓度称为摩尔浓度,即每升溶液中溶质的摩尔数。溶液浓度通常加方括号表示,如 $[\text{KCl}]$ 。

根据试剂理化性质的不同,相应溶液的配制方法通常有两种。

1) 直接配制法 符合基准物质条件的试剂均可以用来配制标准溶液。基准物质是指能用于直接配制准确浓度的标准溶液的物质或用来确定标准溶液准确浓度的物质。基准物质应符合的条件为:纯度在 99.9% 以上,性质稳定,组成与化学式相符。

2) 间接配制法 凡不能满足基准物质条件的试剂一律采用间接配制法。即先粗略地配制近似浓度,再用基准物质标定,或用已知准确浓度的标准溶液标定。常用称量法或稀释法来配制指定摩尔浓度的溶液。称量配制法的过程:精确称取所需溶质的质量,用部分溶剂溶解或混匀后转入容量瓶,室温下定容至刻度线,然后充分摇匀转入试剂瓶中。要配制摩尔浓度为 c 的溶液,可使用以下公式:

$$c = \frac{\text{溶质质量}}{\text{摩尔质量} \times \text{溶液体积}}$$

例如要配制 200 mL (0.2 L) 0.5 mol/L 的 NaCl ($M_r = 58.44$) 溶液,可将这些值代入上述公式,得出所需 NaCl 的量:

$$0.5 = \frac{\text{溶质质量}}{58.44 \times 0.2}$$

整理得:溶质质量 = 5.84 克。这一关系式也可用于计算已知溶质质量的溶液的摩尔浓度。以下公式对稀释和浓缩溶液非常有用:

$$c_1 V_1 = c_2 V_2$$

c_1 和 c_2 分别表示起始浓度和最终浓度。 V_1 和 V_2 则是指相应的体积。式中每对单位都必须相同。因此,如果要把 200 mL 0.5 mol/L 的 NaCl 溶液稀释为 0.1 mol/L,代入公式,则得 $V_2 = 1\,000\text{ mL}$,即把 200 mL 0.5 mol/L 的 NaCl 溶液加水稀释至 1 000 mL,即得 0.1 mol/L 的 NaCl 溶液。

试剂配制和使用时的注意事项如下:

- ① 配制试剂所需的玻璃器皿都要清洗干净,存放试剂的试剂瓶要干燥;
- ② 配制溶液时,应根据实验要求选择不同规格的试剂;
- ③ 称量要准确;
- ④ 一般的试剂要用重蒸水或去离子水配制;
- ⑤ 试剂配制完毕后要贴标签,明确标示试剂名称、浓度、配制日期等相关事项(图 1-1-8);