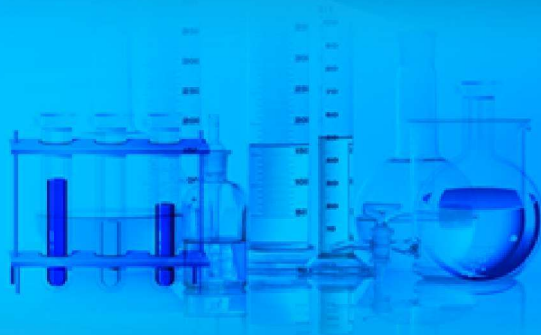


环境综合化学 实验教程

主编 吴翠琴 孙慧 邓红梅



 **北京理工大学出版社**
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

环境综合化学实验教程

主编 吴翠琴 孙 慧 邓红梅



北京理工大学出版社

BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

内 容 简 介

本书共 14 章,包括化学分析实验、仪器分析实验和环境化学实验三篇。其中,第一篇化学分析实验包括了 3 章内容,分别是分析化学实验基本知识、化学分析实验的基本操作技术及定量分析实验;第二篇仪器分析实验包括了 7 章内容,分别是绪论、原子吸收光谱法与原子荧光光谱法、紫外-可见吸收光谱法、电化学分析法、气相色谱法、高效液相色谱法及综合性实验;第三篇环境化学实验包括了 4 章内容,分别是绪论、大气环境化学实验、水环境化学实验及土壤环境化学实验。全书共编写了 44 个实验,涵盖了基本操作实验和综合性设计实验,注重培养学生的动手能力以及分析问题、解决问题的能力。

本书可作为高等院校环境科学、生命科学及地学等非化学专业的化学类实验教材,也可供从事相关专业工作的人员参考使用。

版权专有 侵权必究

图书在版编目(CIP)数据

环境综合化学实验教程 / 吴翠琴, 孙慧, 邓红梅主编. —北京: 北京理工大学出版社, 2019.1

ISBN 978-7-5682-6604-8

I. ①环… II. ①吴… ②孙… ③邓… 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(2019)第 004037 号

出版发行 / 北京理工大学出版社有限责任公司

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010) 68914775 (总编室)

(010) 82562903 (教材售后服务热线)

(010) 68948351 (其他图书服务热线)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 /

开 本 / 710 毫米×1000 毫米 1/16

印 张 / 15.75

字 数 / 230 千字

版 次 / 2019 年 1 月第 1 版 2019 年 1 月第 1 次印刷

定 价 / 48.00 元

责任编辑 / 多海鹏

文案编辑 / 郭贵娟

责任校对 / 周瑞红

责任印制 / 王美丽

图书出现印装质量问题,请拨打售后服务热线,本社负责调换

编 委 会

主 编 吴翠琴 孙 慧 邓红梅

副主编 王筱虹 夏建荣


编 委 (以拼音字母先后为序)

常向阳 陈迪云 邓红梅 费颖恒

龚 剑 潘文澜 宋 刚 孙 慧

王 津 王娜娜 王伟彤 王筱虹

吴翠琴 夏建荣 肖唐付



前 言

环境问题是当今世界关注的重大问题之一，而大多数环境问题都直接或间接与化学物质有关。“解铃还须系铃人”，要想解决环境问题，必须对环境中的化学物质的性质、来源、含量及形态进行分析监测，系统研究化学物质在不同介质环境中的迁移、转化，并探究污染物的去除方法和机制。因此，环境科学相关专业的学生不但要学习专业知识，还要学习与化学相关的理论知识及实验技能。考虑到相关实验技术的延续性，为了提升实验内容的系统性、避免内容重复而造成资源浪费等问题，力争在有限的课时内让学生接触并系统掌握多种实验技能，笔者根据十多年来开设相关化学类实验课的实践经验，编写了《环境综合化学实验》一书。

创新型人才的培养与素质教育是目前高校教学改革的重点，教材也应体现这一发展的需要。本教材以培养学生基本实验技能为主要目的，旨在通过综合性实验及设计性实验提高学生解决实际问题的能力；本教材通过与生产、生活紧密相关的实验激发学生的学习热情，努力培养学生科学思维、自主设计、独立操作的创新能力。

本书共分为三篇，内容包括化学分析实验、仪器分析实验和环境化学实验。第一篇化学分析实验包括分析化学实验基本知识、化学分析实验的基本操作技术及定量分析实验；第二篇仪器分析实验没有像以往的仪器分析实验教材那样囊括的那么全面，只选择了非化学专业中常用的原子吸收光谱法与原子荧光光谱法、紫外-可见吸收光谱法、电化学分析法、气相色谱法和高效液相色谱法等内容，这些实验内容对环境科学相关专业的学生是非常重要的，也是目前绝大部分本科院校在仪器设备方面容易满足的。在每章的前面，先简要地概述相

2 环境综合化学实验教程

关仪器分析方法, 让学生在实验之前, 熟悉相应仪器分析的理论知识。第三篇环境化学实验包括 2 个大气环境化学实验, 4 个水环境化学实验和 5 个土壤环境化学实验。

化学分析实验、仪器分析实验、环境化学实验分别由孙慧、吴翠琴及邓红梅编写, 全书最后由吴翠琴审核统稿。

本书在编写的过程中, 参考了国内外出版的一些优秀教材和著作, 引用了其中某些数据和图表, 在此向有关作者表示衷心的感谢。

由于编者的学识水平有限, 书中的疏漏和不当之处在所难免, 恳请各位专家和读者批评指正。

编者



目 录

第一篇 化学分析实验

第一章	分析化学实验基本知识	3
1.1	分析化学实验的要求	3
1.2	分析化学实验的一般知识	5
第二章	化学分析实验的基本操作技术	19
2.1	半微量定性分析的试剂、仪器和基本操作	19
2.2	分析天平	25
2.3	滴定分析的仪器和基本操作	35
2.4	质量分析的基本操作	44
第三章	定量分析实验	54
实验 3-1	电子分析天平基本操作练习	54
实验 3-2	滴定分析基本操作练习	58
实验 3-3	NaOH 标准溶液和 HCl 标准溶液浓度的标定	62
实验 3-4	EDTA 标准溶液的配制和标定	67
实验 3-5	水的总硬度测定	72
实验 3-6	铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	77
实验 3-7	铝合金中铝含量的测定	81
实验 3-8	KMnO_4 标准溶液的配制和标定	85
实验 3-9	KMnO_4 法测定双氧水中 H_2O_2 含量	88
实验 3-10	I_2 标准溶液和 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制及标定	90

实验 3-11	间接碘量法测定铜盐中的铜	94
实验 3-12	纸层析法分离和鉴定氨基酸	97
实验 3-13	食用白醋中醋酸浓度的测定	101
实验 3-14	醋酸水溶液的萃取	105
参考书		108

第二篇 仪器分析实验

第四章	绪论	111
4.1	仪器分析实验的任务与基本要求	111
4.2	气体钢瓶的使用及注意事项	112
4.3	分析方法的基本评价指标	114
第五章	原子吸收光谱法与原子荧光光谱法	118
5.1	概述	118
5.2	实验部分	120
实验 5-1	原子吸收测定最佳实验条件的选择	120
实验 5-2	火焰原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁含量	122
实验 5-3	石墨炉原子吸收光谱法测定水中痕量镉	125
实验 5-4	用原子荧光光谱法测定水样中的痕量 As	128
第六章	紫外-可见吸收光谱法	131
6.1	概述	131
6.2	实验部分	132
实验 6-1	邻二氮菲分光光度法测铁	132
实验 6-2	紫外-可见分光光度法测定苯酚含量	136
实验 6-3	紫外-可见吸收光谱法同时测定维生素 C 和 维生素 E	139
第七章	电化学分析法	142
7.1	概述	142

7.2 实验部分	144
实验 7-1 离子选择电极测定水中氟含量	144
实验 7-2 乙酸的电位滴定分析及其解离常数的测定	147
第八章 气相色谱法	151
8.1 概述	151
8.2 实验部分	152
实验 8-1 气相色谱法测定混合芳烃中甲苯的含量	152
实验 8-2 外标法测定白酒中的甲醇含量	155
实验 8-3 内标法定量分析正己烷中的环己烷	157
第九章 高效液相色谱法	160
9.1 概述	160
9.2 实验部分	161
实验 9-1 高效液相色谱法分析水样中酚类化合物	161
实验 9-2 反相高效液相色谱法分离测定混合芳烃	165
实验 9-3 高效液相色谱法测定饮料中咖啡因的含量	168
第十章 综合性实验	172
10.1 概述	172
10.2 实验部分	173
实验 10-1 水中钙的化学分析及仪器分析方法的测定	173
实验 10-2 火焰原子吸收光谱法测定地质样品中的 Cu、Pb、Zn	177
实验 10-3 紫外-可见分光光度法测定蛋白质浓度	181
实验 10-4 奶制品及饮料中防腐剂的高效液相色谱和气相色谱 对比分析	184
参考书	192

第三篇 环境化学实验

第十一章 绪论	195
11.1 实验报告的撰写	196

4 环境综合化学实验教程

11.2 实验注意事项	197
第十二章 大气环境化学实验	199
实验 12-1 环境空气中的 SO ₂ 液相氧化模拟	199
实验 12-2 环境空气中挥发性有机化合物的污染评价	202
第十三章 水环境化学实验	206
实验 13-1 水中有机污染物的挥发速率	206
实验 13-2 水体中富营养化的评价	208
实验 13-3 有机物的正辛醇-水分配系数测定	214
实验 13-4 天然水中铜的存在形态	217
第十四章 土壤环境化学实验	223
实验 14-1 土壤阳离子交换量的测定	223
实验 14-2 土壤有机质的测定	226
实验 14-3 土壤对铜的吸附	230
实验 14-4 底泥对苯酚的吸附作用	234
实验 14-5 沉积物中铁、锰的形态分析	239
参考书	241

第一篇

化学分析实验



第一章 分析化学实验基本知识

1.1 分析化学实验的要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验与分析化学理论教学紧密结合，是化工、环境、生物、医药等专业的基础课程之一。

通过学习本课程，学生可以加深对分析化学基本概念和基本理论的理解；正确和较熟练地掌握分析化学实验的基本操作和典型的化学分析方法；树立“量”的概念，运用误差理论和分析化学理论知识，找出实验中影响分析结果的关键环节，在实验中做到心中有数、统筹安排，学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器，正确处理实验数据，以保证实验结果准确可靠；培养良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和坚韧不拔的科学品质；提高观察、分析和解决问题的能力，为学习后续课程和将来参加工作打下良好的基础。

为了达到上述目的，对分析化学实验课提出以下基本要求：

1. 认真预习

每次实验前都要明确实验目的和要求，了解实验步骤和注意事项，写好预习报告，做到心中有数。实验前可以先写好实验报告的部分内容，如列好表格、查好有关数据，以便实验时能够及时、准确地记录数据和进行数据处理。

2. 仔细实验，如实记录，积极思考

在实验过程中，要认真地学习有关化学分析方法的基本操作，在教师的指

导下正确使用仪器，要严格按照规范进行操作；细心观察实验现象，及时将实验条件和现象以及分析测试的原始数据记录在实验记录本上，不得随意涂改；同时要勤于思考，善于分析问题，培养良好的实验习惯和科学作风；要保持实验台和整个实验室的整洁。

3. 认真写好实验报告

根据实验记录，认真整理、分析、归纳、计算并及时写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验原理、主要试剂和仪器及其工作条件、实验步骤、实验数据的原始记录及其分析处理、实验结果和讨论。实验报告应简明扼要、图表清晰。上述各项内容的繁简取舍，应根据各个实验的具体情况确定，以清楚、简练、整齐为原则。实验报告中的部分内容，如实验原理、表格、计算公式等，要求在预习实验时就准备好，其他内容则可在实验过程中以及实验完成后补充完整。

4. 严格遵守实验室规则，注意安全，保持实验室安静、整洁

实验台面应保持整洁，仪器和试剂按照规定摆放整齐。爱护实验仪器设备。实验中如发现仪器工作不正常，则应及时报告教师处理。此外，实验时要注意节约，应安全使用电、水和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后，应将所用的试剂及仪器复原，清洗好用过的器皿，整理好实验室。

5. 实验指导教师在学生实验过程中起着主导作用

实验指导教师应做到：上好实验课，如在实验之前，强调实验的重要性、整个实验安排、注意事项和评分标准等。另外，可在方案设计、综合实验之前集中讲授设计方案的原则和示例等，认真做好指导实验的准备工作，如指出学生前次实验和实验报告中存在的问题以及做好本次实验的关键、检查学生的预习效果、通知下次实验的内容等；在指导实验时，应坚守工作岗位，在演示完实验操作后，“眼观六路”，及时发现和指出学生的操作错误和不良学风；集中精力指导实验，不批改作业和做其他杂事；应仔细批改学生的实验报告，及时归纳学生在实验过程中和编写实验报告时存在的问题，以便下次实验前总结。

学生实验成绩的评定应包括以下几项内容：

(1) 是否进行了预习。

(2) 实验态度及其操作技能如何。

(3) 实验报告的撰写是否认真，是否符合要求；实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达等是否规范。

1.2 分析化学实验的一般知识

一、滴定分析中的常用玻璃仪器

在分析化学的基本滴定操作中，最常使用的玻璃仪器有：烧杯、锥形瓶、滴定管、移液管、吸量管和容量瓶；另外，在天平称量中还会用到量筒或量杯、称量瓶。下面分别加以介绍。

1. 普通玻璃仪器——烧杯、量筒或量杯、称量瓶、锥形瓶

烧杯主要用于配制溶液、溶解试样，也可作为较大量试剂的反应器。烧杯可置于石棉网上加热，但不允许干烧。有些烧杯带有刻度，常用烧杯有 10 mL、15 mL、25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1 000 mL、2 000 mL 等规格。

量筒或量杯常用于粗略量取液体体积，不能加热，也不能量取过热的液体。需要注意的是，不能在量筒或量杯中配制溶液或进行化学反应。常用量筒或量杯有 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1 000 mL 等规格。

称量瓶是带磨口塞的圆柱形玻璃瓶（见图 1-1），有扁形和筒形两种。前者常用于测定水分、干燥失重及烘干基准物质；后者常用于称量基准物质、试样等，还可用于易潮和易吸收 CO_2 的试样的称量。

锥形瓶是纵剖面为三角形的滴定反应器，口小、底大，有利于在滴定过程中进行充分振摇，使反应充分且液体不易溅出。锥形瓶可在石棉网上加热，一般在常量分析中所用的规格为 250 mL，是滴定分析中必不可少的玻璃仪器。

在碘量法滴定分析中常用一种带磨口塞、水封槽的特殊锥形瓶，称碘量瓶（见图 1-2）。使用碘量瓶可减小因碘挥发而引起的测定误差。

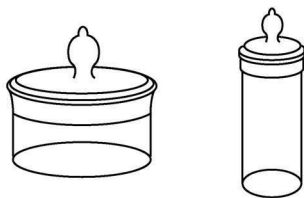


图 1-1 称量瓶

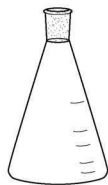


图 1-2 碘量瓶

2. 容量分析仪器

滴定管、移液管和吸量管、容量瓶是滴定分析中准确测量溶液体积的容量分析仪器。溶液体积测量准确与否将直接影响滴定结果的准确度。通常，体积测量的相对误差比天平称量要大，而滴定分析结果的准确度是由误差最大的因素决定的，因此，准确测量溶液体积显得尤为重要。

在滴定分析中，容量分析仪器分为量入式和量出式两种。容量瓶是常见的量入式容量分析仪器（标有“*In*”），用于测量容器中所容纳的液体体积；滴定管、移液管和吸量管是常见的量出式容量分析仪器（标有“*Ex*”），用于测量从容器中排（放）出的液体体积。

1) 滴定管

滴定管是管身细长、内径均匀、刻有均匀刻度线的玻璃管，管的下端有一玻璃尖嘴，通过玻璃旋塞或乳胶管连接，用以控制液体流出管的速度。常量分析所用的滴定管有 25 mL、50 mL 两种规格；半微量分析和微量分析中所用的滴定管有 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 等规格。

滴定管有酸式滴定管和碱式滴定管两种。酸式滴定管的下端有一个玻璃旋塞，用于装酸性溶液和氧化性溶液，不宜装碱性溶液。碱式滴定管的下端连接一段乳胶管，管内有一颗大小合适的玻璃珠来控制溶液的流出速度。乳胶管下端连接一尖嘴玻璃管。碱式滴定管如果长时间不使用就会出现乳胶管老化、弹性下降的现象，故需及时更换乳胶管。碱式滴定管只能装碱性溶液，不能装酸性或氧化性溶液，以免乳胶管被腐蚀。

2) 移液管和吸量管

移液管和吸量管是用于准确移取一定体积液体的量出式容量分析仪器，如图 1-3 所示。移液管中间部分膨大，管颈上部有一环形刻线，膨大部分标有容

积、温度、Ex、快或吹等字样，俗称“大肚移液管”，正规名称为“单标线吸量管”。常用的移液管有 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL 等规格，其精密度一般高于吸量管。

吸量管具有分刻度，正规名称为“分刻度吸量管”。管上同样标有容积、温度等字样。吸量管常用于移取所需的不同体积液体，有 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 等规格。

移液管和吸量管分快流式和吹式两种。前者管上标有“快”字样，在标明温度的情况下，调节溶液凹液面，使之与刻线相切，再让溶液自然流出，并让管尖嘴在接受溶液的容器的内壁靠 15 s 左右，此时溶液体积即为管上所标示的容积。这时我们会发现移液管和吸量管的尖嘴还留有少量溶液，不必将此残留溶液吹出，因为这部分溶液的体积已在仪器校正过程中得以校正。而后者正好相反，管上标有“吹”字样，使用时需要将最后残留在管尖嘴的少量溶液全部吹出。注意，用移液管或者吸量管移取溶液时，必须有“绕内壁转三圈”和“自转三圈”的操作，具体的操作方式将在使用操作中介绍。

此外，移液管和吸量管均属精密容量仪器，不得放在烘箱中加热烘烤。

3) 容量瓶

容量瓶是一种细颈梨形的平底玻璃瓶，常带有磨口塞或塑料塞。颈上有标线，瓶上标有容积、温度、In 等字样，用以表明容量瓶是量入式容量分析仪器。

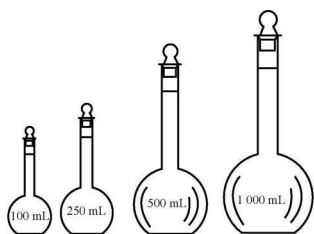


图 1-4 不同规格的容量瓶

在标明温度的情况下，当溶液凹液面下沿与标线相切时，溶液体积与标示体积相等。容量瓶一般用来配制标准溶液、试样溶液和定量稀释溶液。常用的容量瓶有 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1 000 mL 等规格，如图 1-4 所示。

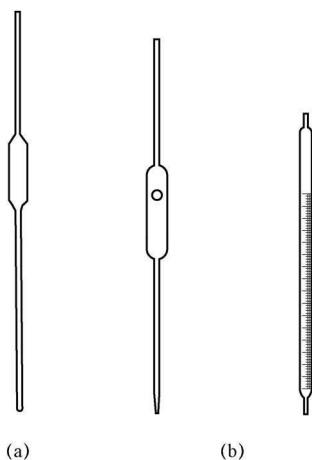


图 1-3 移液管和吸量管示意

(a) 移液管；(b) 吸量管