教案

所在院系：生命科学学院

课程名称：环境分析化学实验

**实验一 化学实验基本操作、常见玻璃仪器的使用**

一、实验目的

1. 学习化学实验规则和安全知识，熟悉实验程序和要求、通用化学试剂规格标志、实验结果表示与实验报告等基础知识；

2. 掌握常用玻璃仪器的洗涤和实验中一些常见问题的处理方法。

二、实验内容

（一）化学实验基本知识

1.学习化学实验室规章制度、安全知识、实验污染和保护。

A.进入实验室前要认真预习，明确实验目的，了解实验原理、方法、步骤以及基本操作和注意事项。

B.遵守纪律，不迟到早退，不大声喧哗，保持实验安静。

C.实验前：清点仪器，如发现破损，及时向老师汇报；如在实验过程中损坏，填写仪器破损报告单。

D．实验时：

a.先听从教师的指导，然后按照操作规程正确操作，仔细观察，随时将实验现象和数据如实记录在专用记录本上。

b.公用仪器和试剂瓶用完立即放回原处，不能随意乱放。

c.要保持桌面和实验室清洁，废液倒入废液缸，用后的试纸、滤纸和废物投入废物篓。

d.严格遵守水，电，煤气，易燃，易爆以及有毒药品的安全规则。

E．实验完毕：将实验桌面，仪器和药品架整理干净。

F．根据原始记录，联系理论知识，认真分析问题，处理数据，按要求写出实验报告。实验报告的要求稍后讲。

实验室安全知识：进行化学实验，经常要使用水，电，煤气，各种仪器和易燃，爆，腐蚀性以及有毒的药品。A．实验进行时，不得擅自离开自己的位置。水，电，煤气，酒精灯用完立即关闭。实验结束后，值日生应再一次检查是否关好。B．化学实验药品：

a.不允许任意混合各种化学药品，以免发生事故。

b.浓酸，浓碱等具有强腐蚀性药品，切勿溅在皮肤或衣服上，尤其不可以溅如眼睛中。

c.极易挥发和引燃的有机溶剂（如乙醚，乙醇，丙酮，苯等），使用时必须远离明火，用后立即塞紧瓶塞，放如阴凉处。

d.加热时，要严格按照实验操作规程。制备或实验有刺激性，恶臭和有毒的气体时，必须在通风橱进行。

e.任何化学实验药品不得进入口中或接触伤口。有毒废液不得倒入水槽，以免产生有毒气体。

C．进行危险性实验时，使用防护眼镜，面罩，手套等防护用具。

D．不能在实验室饮食。实验结束必须洗净双手才可以离开。

2. 化学试剂及有关知识

分类：标准试剂

一般试剂、高纯试剂、专用试剂、选用守则：就低而不就高

3. 化学实验程序和要求，实验记录与实验报告的书写格式。

一、实验目的

二、实验原理

三、实验步骤

四、实验结果（实验数据及结果处理）

五、讨论（分析误差产生原因，实验中应注意的问题及某些改进措施）

**实验二 酸碱滴定操作练习**

一、实验目的

1、初步掌握滴定分析操作技术。

2、熟悉甲基橙和酚酞指示剂的使用和终点判断。

二、实验原理

 滴定分析是将一种已知浓度的标准溶液滴加到被测试样中，直到化学反应完全为止，然后根据标准溶液的浓度和体积求得被测试样中组分含量的一种方法。

三、酸式滴定管的准备

1.检漏

2.涂油：⑴取下橡皮圈和活塞；

⑵用吸水纸擦干活塞和活塞套；

⑶将滴定管平放；

⑷蘸取少量凡士林，在活塞两端均匀涂一薄层；

⑸将活塞插入活塞套，向一个方向转动，至凡士林层完全透明为止。

3. 洗涤：⑴用洗涤剂或铬酸洗液洗涤； ⑵自来水洗涤； (3) 蒸馏水洗涤2～3次。

4. 润洗:用0. 1mol•L-1HCl溶液润洗酸式滴定管2～3次，每次用5～10mL溶液润洗。

5. 赶走气泡，装入操作液：将盐酸直接装入滴定管中，迅速打开活塞，让溶液冲出，将气泡赶走，再调节液面至0.00刻度。

四、碱式滴定管的准备

1.检漏

2.洗涤：

⑴用洗涤剂或铬酸洗液洗涤 (注意)；

⑵自来水洗涤；

(3) 蒸馏水洗涤2～3次。

3.胶管及玻璃珠的更换。

4.润洗：用0.1mol•L-1NaOH溶液润洗碱式滴定管 2～3次，每次用5～10mL溶液润洗。

5.赶走气泡，装入操作液将NaOH溶液装满滴定管，右手持滴定管上部，使其倾斜30°，左手拇指和食指捏住玻璃珠偏上部位，并将乳胶管向上弯曲，出口管斜向上，向一旁挤压玻璃珠，使溶液从管口流出，赶走气泡。再轻轻使乳胶管恢复伸直，松开拇指和食指。调液面至0.00刻度。

五、实验内容

酸滴定碱（用甲基橙指示剂）

1. 用移液管吸取20.00mL 0.1 mol·L-1NaOH溶液溶液于锥形瓶中 ，加2～3滴甲基橙指示剂，用HCl溶液滴定至溶液刚好由黄色变为橙色即为滴定终点，准确记录所消耗的HCl溶液体积。

2. 求酸碱溶液的体积比*V*HCl/*V*NaOH。

3. 平行滴定三份,要求所消耗的HCl溶液的体积最大差值在±0.04mL范围内

碱滴定酸（用酚酞指示剂）

1. 用移液管吸取20.00mL 0.1 mol·L-1 HCl溶液于锥形瓶中，加2～3滴酚酞指示剂，用0.1 mol·L-1 NaOH溶液滴定溶液由无色变为微红色，此红色30s不褪色即为终点。平行测定三次，要求所消耗的NaOH溶液的体积最大差值在±0.04mL范围内。

2. 求酸碱溶液的体积比*V*HCl / *V*NaOH

六、注意事项

1. 玻璃器皿小心轻放，以免损坏。

2. 标准溶液必须直接倒入滴定管中，不允许二次转移。

3. 滴定中注意：

(1)滴定开始前，滴定管尖嘴外悬挂液滴的处理：靠在锥形瓶外壁

(2)滴定速度的控制：调节活塞开孔度的大小或调节捏乳胶管的力度

(3)滴定停止后，滴定管尖嘴外悬挂液滴的处理：靠在锥形瓶内壁

(4)锥形瓶的摇动：右手持锥形瓶，并摇动使溶液向一个方向旋转。

(5)临近终点时，半滴溶液的放入：滴定管尖悬挂半滴溶液，靠在锥形瓶内壁，并以洗瓶在锥形瓶内部由上向下转动冲洗。

(6)每次滴定中所加指示剂量应一致，以减少系统误差。

(7)几次测定终点颜色应尽量一致，以减少系统误差。

(8)滴定管应估数至0.01ml。

(9)体积比保留四位有效数字.平均相对偏差保留一位有效数字。

4. 注意桌面整洁，实验完毕将仪器放好。

**实验三 养殖水体中溶解氧含量的测定**

 （间接碘量法）

一、实验目的

1.掌握碘量法测定溶解氧的原理及方法；

2.了解溶解氧测定的干扰因素。

二、实验原理

 往水样中加入MnSO4溶液和KI-NaOH溶液，水样中的溶解氧即被定量转化为高价锰化合物的褐色沉淀：

 Mn2+ + 2OH - =Mn（OH）2↓ （白色）

 2Mn（OH）2 +O2 + H2O= 2MnO(OH)2↓ (棕色)

然后加入酸把三价锰化合物定量地转化为I2。

 MnO(OH)2↓ +2I- + 4H+ =Mn2+ + I2 + 6H2O

以淀粉作为指示剂，用Na2S2O3标准溶液滴定上述反应生成的I2，

 I2 +2Na2S2O3 = Na2S4O6 +2NaI

并由此计算水样中溶解氧的含量。

三、实验步骤

1、Na2S2O3标准溶液标定：

 用20.00ml的大肚移液管移取K2Cr2O7(0.001667mol/L)标准溶液20.00ml，取10%的KI (用10.00ml的刻度移液管) 5.00ml和1︰1的H2SO4 (用5.00ml的刻度移液管) 4.00ml置于250ml碘量瓶中，再加蒸馏水50ml，盖上瓶塞摇匀后放置5min。以Na2S2O3 标准溶液滴至淡黄色，加入淀粉溶液1ml（吸一下），继续滴至溶液呈无色为止，读取滴定管读数V（双样滴定取平均值）, 计算Na2S2O3标准溶液的浓度。

2、水样分析：

①水样的采集：

 采集水样前应先确定水样瓶的容积（用250.0ml的量筒）。

 采集时使水样先充满橡皮管并将水管插到瓶底，放入少量水样冲洗水样瓶，然后让水样注入水样瓶，装满后并溢出部分水样（约50~100ml左右），抽出水管并盖上瓶盖（此时瓶中应无气泡存在）。

②水样的固定：

 打开瓶盖，依次加入MnSO4（用1.00ml的刻度移液管）和碱性KI（用2.00ml的刻度移液管）各1.00ml，立即盖上瓶盖（加盖后瓶中应无气泡存在）。按紧瓶盖反复翻转颠摇20次左右使之混合均匀，静置，让沉淀尽可能下沉到水样瓶中下部。

③酸化滴定:

 小心打开水样瓶瓶盖,将上层澄清液倒出少许于碘量瓶中(切勿倒出沉淀),于水样瓶中加入H2SO4（用5.00ml刻度移液管）4.00ml, 盖上瓶盖摇动水样瓶使沉淀完全溶解，并把瓶中溶液倒入碘量瓶中，以Na2S2O3标准溶液滴定至淡黄色，加入淀粉溶液1ml（吸一下） 再继续滴定至无色，倒出少量溶液回洗水样瓶，倒回碘量瓶后再继续滴定至无色为止，记下滴定水样消耗的Na2S2O3标准溶液的体积。

结果计算：

式中 8——表示氧的克当量为1/4的O2 ；32/4 = 8

 V–2 ——表示采集水样的实际体积ml；（水样容积扣除加入MnSO4 溶液 和碱性KI溶液的体积）。

**实验四 盐酸标准溶液的配制与标定**

一、实验目的

1、学习电子天平的使用。

2、标准溶液配制与标定。

二、实验步骤

1、粗略配制0.1mol·L-1的盐酸溶液。

2、标定盐酸的浓度。

（1）用万分之一电子天平准确称取1.4g左右的Na2CO3基准物质，在小烧杯中溶解，然后转移到250mL的容量瓶中，最后定容。得到Na2CO3标准溶液。

（2）用移液管准确移取20mL Na2CO3标准溶液放入锥形瓶中，以甲基橙作为指示剂，标定所配制的盐酸的浓度。

（3）通过Na2CO3和盐酸的定量关系，计算出盐酸的准确浓度

注意事项:

1、容量瓶和移液管的正确使用。

2、指示剂终点的判断。

3、滴定管的正确使用方法。

**实验五 EDTA的标定及总硬度的测定**

一、实验目的

1.掌握钙、镁的测定原理和操作技能；

2.复习络合滴定的终点指示原理。

二、实验原理

 天然水体的总硬度主要由Ca2+、Mg2+组成，其测定采用络合滴定法。在pH≈10的氨性缓冲溶液中，以络黑T（EBT）为指示剂，用EDTA标准溶液直接滴定求出Ca2+和Mg2+的总量。另取一份水样调节其pH大于12，此时水样中的Mg2+形成Mg（OH）2沉淀，采用钙红指示剂，以EDTA标准溶液滴定水样中的Ca2+ ，并求出钙含量，水样中的镁离子含量是总硬度与钙含量的差值。

三、实验步骤

1．EDTA标准溶液的标定：

 用移液管准确量取CaCO3标准溶液20.00ml放入250ml的三角瓶中，加蒸馏水30ml（用于增大体积，便于观察），放入一小块刚果红试纸，用1﹕1的氨水中和到微碱性（刚果红试纸由蓝变红），加入5ml氨性缓冲液和一小勺尖络黑T指示剂，用EDTA标准溶液滴定，直到溶液由紫红色变成纯蓝色为止，记下消耗EDTA标液的量并通过公式计算EDTA溶液的准确浓度。

 EDTA的浓度（M）=

2.总硬度的测定：

 用大肚移液管准确量取水样20.00ml放入250ml的三角瓶中，放入一小块刚果红试纸，用1﹕1的HCl酸化（刚果红试纸由红变蓝），放到酒精灯上加热煮沸2min，冷至50℃左右时加入5ml氨性缓冲液和一小勺尖络黑T指示剂，摇均匀后用EDTA标准溶液滴定，直到溶液由紫红色变成纯蓝色为止，记下消耗EDTA标液的量并通过公式计算总硬度。

3．钙含量的测定：

 用大肚移液管准确量取水样20.00ml放入250ml的三角瓶中，放入一小块刚果红试纸，用1﹕1的HCl酸化（刚果红试纸由红变蓝），放到酒精灯上加热煮沸2min，冷至50℃左右时，用约0.2ml的50%的氢氧化钠溶液调pH ＞ 12，此时水中的镁离子全部都转变成氢氧化镁并沉淀。摇匀后加入钙红指示剂一小勺尖，溶液呈紫红色，立即用EDTA标准溶液滴定，直到溶液由紫红色变成纯蓝色为止，记下消耗EDTA标液的量并通过公式计算钙硬度。

钙硬度（mmol/L）=

钙离子含量（mg/L）=

镁硬度（mmol/L）=

镁离子含量（mg/L）=

**实验六 KMnO4溶液的配制与标定**

一、实验目的

1、掌握高锰酸钾标准溶液的配制和标定方法。

二、实验原理

Na2C2O4和H2C2O4·2H2O是较易纯化的还原剂，也是标定KMnO4常用的基准物质，其反应如下：

5C2O42-+2MnO4-+16H+=10CO2+2Mn2++8H2O

其反应在酸性、较高温度和有Mn2+作催化剂的条件下进行，滴定初期，反应很慢，KMnO4溶液必须逐滴加入，如滴加过快，部分KMnO4在热溶液中将按下式分解而造成误差：

4KMnO4+2H2SO4=4MnO2+2K2SO4+2H2O+3O2

在滴定过程中逐渐生成的Mn2+有催化作用，结果使反应速率加快，由于KMnO4溶液本身具有特殊的紫红色，极易察觉，故用它作为滴定液时，不需要另加指示剂。

三、实验步骤

 1、精确称取8.0000g左右预先干燥过Na2C2O4两份，分别放入250mL烧杯里，加入少量水溶解，分别定容于1000mL容量瓶中，再分装到500mL试剂瓶中待用。

2、用20mL的刻度移液管量取15.00mL Na2C2O4溶液放入锥形瓶中，用10mL的刻度移液管移取8.00mL 3M H2SO4，用量杯量取20mL蒸馏水放入上述溶液中，慢慢加热直到有大量热气冒出（约80～85℃）趁热用待标定的KMnO4进行滴定，开始滴定时，速度宜慢，在第一滴KMnO4溶液滴入后，不要摇动溶液，当紫红色褪去后再滴入第二滴，接近终点时，紫红色褪去很慢，应减慢滴定速度，同时充分摇匀，以防超过终点，最后滴加半滴KMnO4溶液，再摇匀后半分钟内仍保持微红色不褪，表明已达到终点。记下终点读数，并计算KMnO4溶液的浓度？

3、重复实验2，求其平均值。

四、注意事项

1、开始滴定时，速度一定要慢，在第一滴KMnO4溶液滴入后，不摇动溶液，当紫红色褪去后再滴入第二滴。

2、接近终点时，紫红色褪去很慢，应减慢滴定速度，同时充分摇匀，以防超过终点。

**实验七 维生素C含量的测定（直接碘量法）**

一、实验目的

1、掌握直接碘量法测定水果中维生素C含量的测定原理和方法。

二、实验原理

 维生素C又叫抗坏血酸，分子式为C6H8O6。由于分子中的烯二醇基具有还原性，能被I2定量氧化成二酮基。



 由于维生素C的还原性很强，在空气中极易被氧化，尤其在碱性介质中更甚，测定时加入HAc使溶液呈弱酸性，减小维生素C的副反应。

三、实验步骤

1、样品制备

 在分析天平上准确称取研细的维生素C(药片)0.4g左右，置于烧杯中，加入新煮沸冷却的蒸馏水50mL和25mLHAc溶液进行溶解，然后定量转入250mL容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀，备用。

 用移液管吸取上述试液25.00mL，加入0.5％淀粉指示剂2mL，立即用I2标准溶液滴定至呈现稳定的蓝色，即达到滴定终点。平行测定2～3次，计算维生素C的百分含量。相对偏差≤±0.5％。



四、注意事项

1、加入的蒸馏水一定是新煮沸过的冷却的蒸馏水，以除去水中氧。

2、在测定维生素C的溶液中加入1：1的HAc溶液。

**实验八 铁的比色测定**

一、实验目的

1、掌握光度法测定铁的原理及方法。

2、学会分光光度计的正确使用。

3、学习如何选择吸光光度分析的实验条件。

二、实验原理

 邻二氮菲(邻菲啰啉)(o-ph)是测定微量铁的较好试剂。在pH＝2～9的溶液中，试剂与Fe2+生成稳定的红色配合物,摩尔吸光系数ε =1.1×104，其反应式如下： Fe2++3(o-ph)→Fe(o-ph)3

红色配合物的最大吸收峰在510nm波长处。当铁为+3价时，可用盐酸羟胺还原，本方法的选择性很高 。

三、分析步骤

10μg·mL-1铁标准溶液配制：

1、在6个50mL 比色管中，用吸量管分别加入0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 10μg·mL-1铁标准溶液，分别加入1.00mL盐酸羟胺，2.00mL o-ph ，5.00mL NaAc溶液，每加一种试剂后摇匀。然后，用水稀释至刻度，摇匀后放置10min。用1cm比色皿，以试剂为空白（即0.00mL 铁标准溶液），在所选择的波长下，测量各溶液的吸光度。以含铁量为横坐标，吸光度A为纵坐标，绘制标准曲线。

2、总铁的测定

 称取产品1.00g,溶解定容至250mL,取该溶液2.50mL，定容至250mL(40mg/L),各取7.00mL加入7~10#比色管。7,8#为总铁。

 Fe2+的测定: 操作步骤与总铁相同，但不加盐酸羟胺溶液（9，10#），测出吸光度并从标准曲线上查得相应于Fe2+的含量（单位为mg·L-1）,有了总铁含量和量，便可求出Fe3+含量

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 管号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 铁标液（mL） | 0.00 | 2.00 | 4.00 | 6.00 | 8.00 | 10.00 | 7.00样品 | 7.00样品 | 7.00样品 | 7.00 |
| 盐酸羟胺（mL） | 1.00 | 1.00 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 0 | 0 |
| 醋酸钠（mL） | 5.00 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 邻菲啰啉（mL） | 2.00 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 最后体积（mL） | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| 浓度cmg/L | 0 | 0.4 | 0.8 | 1.2 | 1.6 | 2.0 |  |  |  |  |
| 吸光度A |  |  |  |  |  |  | ? | **?** | **?** | **?** |

**实验九 化学耗氧量的测定**

一、实验目的

1. 掌握酸性高锰酸钾法测定水中化学需氧量的原理、方法及计算方法；

2. 熟悉实验操作步骤和滴定操作；

3. 了解酸性高锰酸钾法测定水中化学需氧量的主要事项。

二、实验原理

高猛酸价在酸性溶液中将还原物质氧化，过量的高锰酸钾用草酸标准溶液回滴还原，根据高锰酸钾消耗量计算化学耗氧量。

三、实验步骤

1. 锥形瓶的预处理：向250mL 锥形瓶中加入50 mL蒸馏水，再加入0.5mL硫酸溶液（1+3）及1mL高锰酸钾标准溶液（0.01000mol/L）。加热煮沸2~3分钟，溶液应保持高锰酸钾特有的紫红色。倒掉溶液，用少量蒸馏水冲洗锥形瓶1~2次。

2. 样品的氧化：吸取100.0 mL充分混合的水样，置于上述处理过的锥形瓶中，加入5 mL硫酸溶液（1+3）。自滴定管加入10.00 mL高锰酸钾标准溶液。将锥形瓶放入沸腾的水浴中准确加入30分钟，如加热过程中红色明显减退，须将水样稀释重做。

3. 终止氧化反应：取下锥形瓶，趁热加入10.00mL草酸钠标准使用液，充分摇匀，使红色退尽。

4. 滴定剩余的草酸：于白色背景上，自滴定管滴入高锰酸钾标准溶液，至溶液微红色即为终点，记录用量V1mL。

5. 校正高锰酸钾标准溶液的浓度：向滴定至终点的水样中，趁热加入10.00mL的草酸钠标准溶液。立即用高锰酸钾标准溶液滴定至微红色，记录用量V2mL。

四、注意事项

1. 本法适用于氯化物质量浓度低于300mg/L的生活饮用水及其水源水中耗氧量的测定。

2. 测定COD的水样，最好用玻璃瓶采集。采集的水样应尽快测定。不能有效测定的要有有效保存措施，否则耗氧量会迅速降低。

3.水样应适当稀释，以保证在沸水浴中加热30分钟后消耗的高锰酸钾溶液为加入量的二分子一左右。

**实验十 基本操作技能测试**

一、实验目的

 了解学生对学期所学仪器的掌握情况。

二、实验内容

 对本学期所学的玻璃仪器如酸碱滴定管、容量瓶和移液管等仪器掌握情况；了解学生对仪器分析仪器如电子天平和光学仪器的掌握情况。

三、考试程序

 学生按学号顺序抓阄，抽住那个实验就现场考察那个实验，老师现场打分。

使用教材

南京大学《无机及分析化学实验》实验指导书，高等教育出版社，1998年，第三版。

参考资料

1、武汉大学 著：《分析化学实验》（第4版），高等教育出版社，2001年5月。

2、宋林青 著：《无机及化学分析实验》（第1版），化学工业出版社，2004年9月。

3、崔学桂 著：《无机及化学化学实验》（第1版），化学工业出版社，1998年4月。

4、辛述元 著：《无机及化学化学实验》（第1版），化学工业出版社，2003年7月。