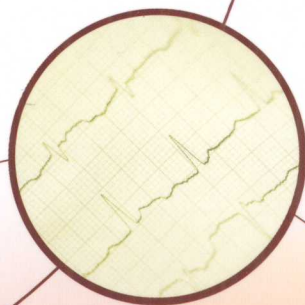


YIQI
FENXI
SHIYAN

高等学校基础化学实验系列教材 >>>

仪器分析实验

王亦军 吕海涛 主编



化学工业出版社

高等学校基础化学实验系列教材

仪器分析实验

王亦军 吕海涛 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本教材的编写目的是为普通高等院校的化学、化工类专业以及近化学专业类学生提供一本适用性强的实验教材。主要内容包括：仪器分析实验基本知识、常用分析仪器的操作规程与日常维护以及实验部分，包括电化学分析、光谱分析、色谱分析等 34 个实验内容；书后有附录部分，包括仪器分析实验的常用数据、理化参数表。本书实验类型以基本实验为主，同时也注意应用性和设计性实验内容，以培养学生的学习兴趣和科研素质。

本书适合作为综合性大学化学、化工类专业以及相关专业的本科生仪器分析实验教材，同时也适用于高职、高专学校的学生以及实验室工作人员和科研人员。

仪器分析实验

王亦军 吕海涛 主编

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验/王亦军, 吕海涛主编. —北京: 化学工业出版社, 2009.2

(高等学校基础化学实验系列教材)

ISBN 978-7-122-04272-9

I. 仪… II. ①王…②吕… III. 仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 192117 号

责任编辑: 宋林青 任海蓬

文字编辑: 刘志茹

责任校对: 郑捷

装帧设计: 史利平

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张 7 $\frac{3}{4}$ 字数 184 千字 2009 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 15.00 元

版权所有 违者必究

高等学校基础化学实验系列教材编写指导委员会

主 任：黄家寅
副 主 任：李 悦 于先进 王亦军 董云会 曲建华
委 员：唐建国 于德爽 王培政 李 群 孙典亭
黄志刚 李月云 张 慧 赵剑英 汪学军

仪器分析实验编写委员会

主 编：王亦军 吕海涛
编 委：（按姓氏笔画排序）
于专妮 王 蕊 王士霞 王凤云 孔祥平
孙锡泉 杨登峰 李志国 宋吉英 张 玮
张 静 张 慧 张浴晖 赵艳芳 胡艳芳
黄 震 崔晓丽 解 蕾

前 言

本教材是高等学校基础化学实验系列教材的一部。该系列教材的编写目的是为普通高等院校的化学、化工以及近化学类专业学生提供一套实用性强的实验教材。仪器分析实验的目的是使学生了解各类现代分析仪器的基本结构原理,熟悉多种仪器的操作方法及使用维护,掌握化学物质的现代分析手段,深刻理解物质组成、结构和性能的内在关系。

该书内容分为三部分,第一部分为概述,介绍仪器分析实验基础知识、实验安全常识等。第二部分为常用分析仪器的操作使用及日常维护。第三部分为实验,编入了34个实验,基本涵盖了目前国内高校在仪器分析实验教学中广泛使用的电化学分析、光谱分析以及色谱分析等主要方法,也有一部分内容反映了当前分析仪器新技术和新领域的应用。实验内容的选择以基本实验为主,同时也注重应用性和设计性实验内容,适合实验教学使用与要求。书后有附录,包括仪器分析实验的常用数据、理化参数表等。本教材适合作为综合性大学化学、化工类专业以及相关专业的本科生仪器分析实验教材,同时也适合高职、高专学校的学生以及实验室工作人员和科研人员参考。

在编写该教材时,编者结合所在学校的仪器条件和几十年的教学实践经验,借鉴了多个兄弟院校的相关教材,汲取众家之长,在原来使用多年的自编讲义《仪器分析实验》的基础上又更新和增加了部分内容,使其既有教材的实用性,又有前沿性,以适应当前仪器分析应用日益广泛的总趋势。

本教材由青岛农业大学的吕海涛负责编写第三部分中的实验四、七、八、十、十三、二十、二十七、二十八、三十一、三十二、三十三、三十四等12个内容以及部分型号仪器的操作规程。青岛大学王亦军负责编写书中第一部分、第二部分、附录以及第三部分的其余22个实验内容。全书由王亦军和吕海涛主编,由王亦军负责全书的统稿。

参加本教材编写工作的还有:青岛大学的张浴晖、王风云、孙锡泉、张慧、王蕊、李志国、胡艳芳、黄震、张玮、解蕾、王士霞、崔晓丽、张静;青岛农业大学的宋吉英、孔祥平、于专妮、赵艳芳和杨登峰等都参与了资料收集、实验方法探索等工作。解蕾在文字录入和资料整理方面做了大量工作。

本教材在编写过程中,得到了青岛大学和青岛农业大学有关领导和同行的大力支持,在此表示衷心感谢。

限于编者水平,书中难免还有疏漏和不当之处,敬请读者批评指正。

编者

2008年11月

目 录

第一部分 概述	1
一、仪器分析实验课的任务与要求	1
二、实验基础知识	2
三、实验数据记录和分析结果表达	4
四、实验报告格式与要求	7
第二部分 常用分析仪器的操作规程与日常维护	8
一、电子天平	8
二、酸度计 PHS-2C 型数显酸度计	10
三、紫外-可见分光光度计	12
(一) 721 型分光光度计	12
(二) 722 型分光光度计	13
(三) UV-1601 紫外-可见分光光度计	14
(四) TU-1901 双光束紫外-可见分光光度计	15
(五) T6 新世纪紫外-可见分光光度计	16
(六) 754 紫外-可见分光光度计	17
四、红外光谱仪	17
(一) FT-IR 200 傅里叶变换红外光谱仪	18
(二) WQF-510 型傅里叶变换红外光谱仪	18
(三) 红外制样方法及注意事项	19
(四) 红外光谱仪的日常维护与保养	21
五、荧光分光光度计	22
(一) F93 型荧光分光光度计	22
(二) F96 型荧光分光光度计	23
(三) F-2500 型荧光分光光度计	26
六、原子吸收光谱仪	28
(一) TAS-986 型火焰原子吸收光谱仪	28
(二) 乙炔钢瓶安全使用注意事项	29
(三) 原子吸收分光光度计日常维护及保养	30
七、色谱仪	31
(一) GC-112A 型气相色谱仪 (氢火焰离子化检测器)	31
(二) GC-14C 气相色谱仪	31
(三) Agilent 1100 高效液相色谱仪	32
(四) 岛津 LC-10ATvp 型高效液相色谱仪	34
(五) AKTA prime 逆流色谱仪	36
八、自动电位滴定仪	36
(一) ZD-2 型自动电位滴定仪	36

(二) ZDJ-4A 型自动电位滴定仪	39
九、极谱仪 (JP303 极谱分析仪)	39
十、气体钢瓶	40
十一、微量注射器	40
第三部分 实验部分	42
一、电位分析法	42
实验一 电位分析法测定水溶液的 pH 值	42
实验二 离子选择性电极法测定水中的微量氟	44
实验三 用氯离子选择性电极测定微量 Cl^- ——标准加入法和 Gran 作图法	46
实验四 硫酸铜电解液中氯的电位滴定	49
实验五 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 电位滴定硫酸亚铁铵溶液	50
实验六 自动电位滴定法测定 NaOH 的浓度	52
二、极谱分析法	54
实验七 镉离子的单扫描极谱法测定	54
实验八 食用色素的极谱法测定	56
三、紫外-可见分光光度法	57
实验九 邻菲罗啉分光光度法测定铁	57
实验十 紫外吸收光谱法测定 APC 片剂中乙酰水杨酸的含量	60
实验十一 紫外分光光度法测定苯甲酸离解常数 $\text{p}K_a$	62
实验十二 四溴双酚 A 存在时苯酚含量的紫外分光光度法测定	65
实验十三 紫外差值光谱法测定废水中的微量酚	67
实验十四 有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂的影响	68
四、荧光光度法	71
实验十五 荧光法测定维生素 B_2 的含量	71
实验十六 硫酸奎宁的激发光谱和发射光谱的测定	73
实验十七 二氯荧光素荧光光谱扫描与最大发射波长的测定	74
五、红外吸收光谱法	75
实验十八 聚苯乙烯的红外光谱测定与谱图分析	75
实验十九 苯甲酸和甲苯的红外光谱测定与谱图解析	76
实验二十 液体石蜡、乙苯、苯甲酸钠红外吸收光谱的测定	78
六、原子吸收光谱法	80
实验二十一 原子吸收光谱法测钙最佳试验条件的选择	80
实验二十二 火焰原子吸收分光光度法测定自来水中的镁	83
实验二十三 火焰原子吸收分光光度法测定自来水中的钙	84
实验二十四 石墨炉原子吸收光谱法测定水中痕量镉 (Cd)	86
七、气相色谱法	87
实验二十五 气相色谱法对苯系物的分离分析	87
(一) GC-112A 气相色谱仪氢火焰离子化检测器的实验操作方法	87
(二) GC-102 气相色谱仪热导池检测器实验操作方法	91
实验二十六 气相色谱法对正己烷、正庚烷、丙酮混合物的分离分析	92
实验二十七 填充柱气相色谱标准曲线法测定水果中农药残留量	94

实验二十八 填充柱气相色谱内标法分析正构醇混合物	95
实验二十九 程序升温气相色谱法对醇系物的分离分析	97
八、液相色谱法及其他色谱法	99
实验三十 氨基酸的分离和鉴定	99
实验三十一 峰面积归一化法测定芳香烃混合物各组分的含量	101
实验三十二 反相色谱法测定饮料中咖啡因的含量	102
实验三十三 反相色谱法测定粮食样品中三氟羧草醚的含量	103
实验三十四 利用逆流色谱纯化甘草中的甘草甜素	105
附录	107
附录一 不同温度下甘汞电极、银/氯化银电极的电极电势	107
附录二 电磁波谱范围	107
附录三 物质颜色和吸收光颜色的对应关系	107
附录四 红外光谱常用符号	108
附录五 红外光谱的八个重要区段	108
附录六 主要基团的红外特征吸收峰	108
附录七 火焰原子吸收光谱法测定元素的相关参数	113
参考文献	115

第一部分 概述

一、仪器分析实验课的任务与要求

1. 课程性质与任务

仪器分析是化学专业的基础课程之一。通过本课程的学习,学生应对仪器分析领域有较全面的了解,基本掌握主要仪器的分析原理,其内容涵盖电化学分析、光谱分析、色谱分析等方面;对分析方法所使用仪器的结构、功能、特点及应用对象有较深入的了解和掌握,能根据不同的研究对象和要求选择合适的分析方法及解决相应的问题。同时通过学习,学生还应了解现代仪器分析的发展趋势,增强创新意识。

2. 教学基本要求

仪器分析实验是实验化学和仪器分析课的重要内容,它是学生在教师指导下,以分析仪器为工具,亲自动手获得所需要物质化学组成和结构等信息的教学实践活动。通过仪器分析实验,使学生加深对有关仪器分析方法基本原理的理解,掌握仪器分析实验的基本知识和技能,学会正确使用分析仪器,合理地选择实验条件,正确处理实验数据和表达实验结果,培养学生严谨求是的科学态度和独立工作的能力。为了达到以上教学目的,对仪器分析实验提出以下基本要求。

① 仪器分析所用的仪器一般较昂贵,同一实验室不可能购置多套同类仪器。仪器分析实验通常采用大循环方式组织教学,因此学生在实验前必须做好预习工作,仔细阅读仪器分析实验教材,了解分析方法和分析仪器的基本原理、仪器主要部件的功能、操作程序以及注意事项。

② 学会正确使用仪器。学生要在教师指导下,熟悉和使用仪器,勤学好问。详细了解仪器的性能,防止损坏仪器或发生安全事故,应始终保持实验室整洁和安静的教学秩序。必须注意:未经教师允许,学生不得随意开动或关闭仪器,不得随意旋转仪器旋钮,改变仪器工作参数。

③ 在实验过程中要认真学习有关分析方法的基本技术,要细心观察实验现象,仔细记录测量实验数据和分析测试的仪器条件。要学会选择最佳实验条件,积极思考,勤于动手,培养良好的实验习惯和科学作风。

④ 爱护实验室的仪器设备。实验中如发现仪器工作不正常,应及时报告教师处理。每次实验结束,应将所用仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好实验室的各类设施与环境卫生。

⑤ 认真写好实验报告。实验报告应简明扼要,图表清晰,条理清楚。实验报告的内容包括实验名称、完成日期、方法原理、仪器名称及型号、主要仪器的工作参数、主要实验步骤、实验数据或图谱、实验中出现的现象、实验数据分析和结果处理、问题讨论等部分。认真写好实验报告是提高实验教学质量的一个重要环节。

二、实验基础知识

1. 仪器分析实验室规则

(1) 仪器分析实验室的仪器一般都较精密贵重,要正确使用并定时做好各种仪器的养护工作,定时通电、除湿。

(2) 各种仪器使用都要征得实验室负责人同意后,方可使用。使用时要严格遵守《精密仪器操作规程》,违反操作规程造成仪器损坏的,按有关规定赔偿。

(3) 各光学仪器配置的比色皿不得与其他仪器上的比色皿互换使用,使用完毕应洗净、晾干以保护透光面。单色光器上的防潮硅胶要及时更换,保证具有吸湿性。

(4) 精密分析仪器应放置在固定的实验台上,未经实验室负责人同意,不得随意搬动或移动仪器到其他实验室,更不得擅自拆卸或者变更元件。

(5) 仪器分析实验室要求工作环境整洁,防尘防潮,不得放置强酸、强碱及其他腐蚀性气体等化学试剂,以防止仪器被腐蚀。不准在实验室内吸烟。

2. 实验室安全知识

实验室安全包括人身安全及实验室仪器、设备的安全。仪器分析实验室主要应预防燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品等可能产生的火灾、爆炸事故及跑水事故。

(1) 用电安全

① 不用潮湿的手接触电器。

② 电源裸露部分应有绝缘装置,例如电线接头处应裹上绝缘胶布。

③ 所有电器的金属外壳都应保护接地。

④ 实验时,应先连接好电路再接通电源。实验结束后,先切断电源再拆线路。

⑤ 修理或安装电器时,应先切断电源。

⑥ 不能用试电笔去试高压电。使用高压电源应有专门的防护措施。

⑦ 如果有人触电,应迅速切断电源,然后进行抢救。

⑧ 线路中各接点应牢固,电路元件两端接头不要互相接触,以防短路。

(2) 防火安全

① 使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。

② 电线的安全通电量应大于用电功率。

③ 要特别注意氢气、乙炔气、煤气等可燃性气体的正确使用,严防泄漏。在使用燃气加热过程中,气源要与其他物品保持适当距离,人不得长时间离开,防止熄火漏气。用后要关闭燃气管道上的小阀门,离开实验室前还要再查看一遍,以确保安全。

④ 实验过程中万一发生着火,不要惊慌,应尽快切断电源和气源,用石棉布或湿抹布盖住火焰。如果遇到电线起火,用沙或二氧化碳、四氯化碳灭火器灭火,禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应立即用灭火器灭火,并根据火情决定是否要报告消防部门。

(3) 电器仪表的安全使用

① 在使用前,先了解电器仪表要求使用的电源是交流电还是直流电,是三相电还是单相电,以及电压的大小(380V、220V、110V或6V)。须弄清电器功率是否符合要求及直流电器仪表的正、负极。

② 仪表量程应大于待测量。若待测量大小不明时,应从最大量程开始测量。

③ 实验之前要检查线路连接是否正确。经教师检查同意后方可接通电源。

④ 在仪器使用过程中,如果发现有不正常的声响,局部升温或嗅到绝缘漆过热产生的焦糊味,应立即切断电源,并报告教师进行检查。

(4) 防爆 可燃气体与空气混合,当两者比例达到爆炸极限时,如果受到热源(如电火花)的诱发,就会引起爆炸。

① 使用可燃性气体时,要防止气体逸出,室内通风要良好。

② 使用大量可燃性气体时,严禁同时使用明火,还要防止发生电火花及其他撞击火花。

③ 进行容易引起爆炸的实验时,应备防爆设施。

3. 实验用纯水

化学实验室中所用的水必须是经过纯化的水,纯水是仪器分析实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析的任务和要求不同,不同的实验对水质的要求也不相同。一般的化学实验用一次蒸馏水或去离子水;一般的分析工作采用蒸馏水或去离子水即可;超纯分析或精密物理化学实验中,需要水质更高的二次蒸馏水、三次蒸馏水或根据实验要求用无二氧化碳蒸馏水等。

(1) 规格 国家标准(GB 6682—92)中,明确规定了实验室用水的级别、主要技术指标及检验方法。我国将分析实验室用水分为一、二、三级。

(2) 纯水的制备方法 实验室制备纯水一般可用蒸馏法、离子交换法和电渗析法。

蒸馏法是将自来水在蒸馏器中加热汽化,水蒸气冷凝即得蒸馏水。离子交换法是用离子交换树脂分离水中杂质离子的方法,故制得的水称为去离子水。电渗析法是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中的离子选择性透过,使杂质离子从水中分离出来的方法。

蒸馏法的优点是设备成本低、操作简单,缺点是只能除掉水中非挥发性杂质,且能耗高。离子交换法制得的水去离子效果好,但不能除掉水中非离子型杂质,常含有微量的有机物。电渗析法也不能除掉非离子型杂质。在实验中,要依据需要,选择用水,不应盲目地追求水的纯度。

(3) 纯水的检验方法 纯水的检验有物理方法(测定水的电导率)和化学方法两类。制备出的纯水水质,一般以电导率为主要质量指标。一般的检验也可进行,如pH值、重金属离子、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 的浓度检验等。此外,根据实际工作的需要及生化、医药化学等方面的特殊要求,有时还要进行一些特殊项目的检验。

说明:

① 由于在一级水、二级水的纯度下,难以测定其真实的pH值,因此,对pH值范围不作规定。

② 由于在一级水的纯度下,难以测定其可氧化物质和蒸发残渣,因此,对其限量不作规定,可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

4. 化学试剂的规格与气体钢瓶的颜色

(1) 化学试剂的分类 化学试剂的种类很多,其分类标准也不尽一致。我国化学试剂的标准有国家标准(GB)、化工部标准(HG)以及企业标准(QB)。按用途可分一般试剂、标准试剂、特殊试剂、高纯试剂。按组成、性质、结构又可分为无机试剂、有机试剂。而且新的试剂还在不断产生,没有绝对的分类标准。

常用化学试剂根据纯度的不同分为不同的规格，目前常用的化学试剂一般分为四个级别，见表 1-1。

表 1-1 试剂的规格与适用范围

级 别	名 称	代 号	瓶 标 颜 色	适 用 范 围
一级	优级纯	G. R.	绿色	痕量分析和科学研究
二级	分析纯	A. R.	红色	一般定性定量分析实验
三级	化学纯	C. P.	蓝色	适用于一般的化学制备和教学实验
四级	实验试剂	L. R.	棕色或其他颜色	一般的化学实验辅助试剂

除上述一般试剂外，还有一些特殊要求的试剂，如指示剂、生化试剂和超纯试剂（如电子纯、光谱纯、色谱纯）等，这些都会在瓶标签上注明，使用时请注意。

表 1-1 列出的试剂的规格与适用范围，供选用试剂时参考。因不同规格的试剂，其价格相差很大，选用时应注意节约，防止超级别使用造成浪费。如果能达到应有的实验效果，应尽可能采用级别较低的试剂。

(2) 气体钢瓶的颜色 气体钢瓶又称高压气瓶，是一种在加压下贮存或运送气体的容器，通常有铸钢的、低合金钢的等。

氢气、氧气、氮气、空气等在钢瓶中呈压缩状态，二氧化碳、氨气、氯气、石油气等在钢瓶中呈液化状态。乙炔钢瓶内装有多孔性物质（如木屑、活性炭等）和丙酮，乙炔气体在压力下溶于其中。为了防止各种钢瓶混用，全国统一规定了瓶身、横条以及标字的颜色，以便区别。现将常用的几种钢瓶的标色摘录于表 1-2 中。

表 1-2 常用几种钢瓶的标色

气 体 类 别	瓶 身 颜 色	横 条 颜 色	标 字 颜 色
氮气	黑	棕	黄
空气	黑		白
二氧化碳	黑		黄
氧气	天蓝		黑
氢气	深绿	红	红
氯气	草绿	白	白
氨气	黄		黑
其他一切可燃气体	红		
其他一切不可燃气体	黑		

三、实验数据记录和分析结果表达

1. 列表法

列表法是以表格形式表示数据的方法，具有直观、简明的特点，记录实验数据多用此法。列表需标明表格名称，表格的纵列一般为实验编号或因变量，横列为自变量。首行或首列应写上名称和量纲。名称尽量用符号表示，单位的写法采用斜线制，如该列数据表示温度 T ，则该列首应写成“ T/K ”。记录数据应符合有效数字的规定。书写时应整齐统一，小数点要上下对齐，以利于数据的比较分析。表中的某个数据需要特殊说明时，可在数据上作标记，再在表格的下方加注说明。

2. 图解法

图解法将实验数据按自变量与因变量的对应关系绘成图形，能够把变量间的变化趋势更

加直观地显示出来,便于分析研究,从而在图上找出所需数据或发现某种规律等。在各种测量仪器中广泛使用记录仪或计算机工作软件直接获得测量图形,快速得到分析结果。

常用的图解法有:标准曲线法求未知物浓度,连续标准加入法作图外推求组分含量,用滴定曲线的折点求电位滴定的终点,用图解积分法求色谱峰面积等。正确绘制图形时,应注意以下几点。

(1) 坐标纸的选择 一般情况下选用直角毫米坐标纸,有时也用对数和半对数坐标纸。电位法中连续标准加入法则要用特殊的格氏(Gran)计算图纸作图求解。

(2) 坐标标度的选择 用 x 轴表示可严格控制的自变量(如溶液浓度), y 轴代表因变量(如仪器的响应值)。坐标轴应标明名称和单位,单位的写法采用斜线制。坐标轴的分度应与使用仪器的精度一致,以便于从图上读取任一点的数据。直角坐标的两个变量变化范围在两轴上表示的长度应该相近,以便于正确反映图形特征。直线图应处在坐标分角线附近,常不必拘泥于以坐标原点为分度的零点。若一张图上要绘制几条曲线时,各组数据点应选用不同符号,需要标明时尽量用简明的阿拉伯数字或西文字母标注。在图的下方标明图名和必要的图注。如果变量之间的关系为非线性,尽可能通过数据变换将其变为线性关系。

3. 数学方程表示法

在仪器分析中,绝大多数情况下都是相对测量,需用标准曲线进行定量分析。由于测量误差不可避免,所有的数据点都处在同一直线上是不多见的,特别是测量误差较大时,用简单的方法很难绘制出合理的曲线。这种情况下以数学方程表示法来描述自变量和因变量之间的关系较为妥当。

4. 计算机软件应用

用计算机进行实验数据的处理、画图已经是一门比较成熟的技术,其快速准确的特点无法用其他方法替代,如今已广泛地应用在科研、教学中。

以一元线性回归分析为例,说明计算机软件在数据处理中的应用。

各种分析方法及实验中,常常发现因变量和自变量之间存在线性关系或寻求测量值与被测组分浓度之间的某种线性关系,用线性方程表示即:

$$y = a + bx$$

因变量 y 和自变量 x 可由实验测得。线性方程的截距 a 、斜率 b 可通过对一组实验数据进行线性拟合而得到。设一组实验数据为

$$x_1, x_2, \dots, x_n$$

$$y_1, y_2, \dots, y_n$$

按最小二乘法原理可以导出:

$$a = \frac{\sum x_i^2 \sum y_i - \sum x_i \sum x_i y_i}{n \sum x^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$b = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x^2 - (\sum x_i)^2}$$

为了表示线性关系的好坏,可用相关系数 R 来衡量: $|R|$ 的值越接近于 1, 线性关系越好。

$$R = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{\sqrt{[n \sum x^2 - (\sum x_i)^2][n \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2]}}$$

利用计算机,可实现数据的一元回归分析。

下面介绍 Excel 软件和 Origin 软件在处理化学实验数据和画图中的应用。

(1) 使用 Excel 软件画图

Excel 是 Microsoft Office 的套件之一，用于表格处理、画图及数据分析。

在 Excel 中能方便地将表格中的数据转化为图。下面以表 1-3 中分光光度法测定铁的含量为例。

表 1-3 吸光度 A 与 Fe^{2+} 含量之间的关系

Fe^{2+} 含量/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	0.00	0.40	0.80	1.20	1.60	2.00
吸光度 A	0.00	0.081	0.162	0.236	0.314	0.392

具体操作如下：

- ① 启动 Excel，自动创建一个新的工作簿文件，取名为 Book1。
- ② 将实验数据输入， Fe^{2+} 的含量输入 A 列，吸光度 A 输入 B 列。选中数据区域，单击工具栏上的图表向导，出现“图表类型”对话框，选择“XY 散点图”，点击“下一步”。
- ③ 出现“图表源数据”对话框，在“数据区域”中填上“A:B”，点击“下一步”。
- ④ 出现“图表选项”对话框，在“图表标题”中填入“吸光度 A 与 Fe^{2+} 含量的关系”；在“数轴 (X) 轴”中填入“浓度”；在“数轴 (Y) 轴”中填入“吸光度 A ”。点击“完成”即得到图 1-1。

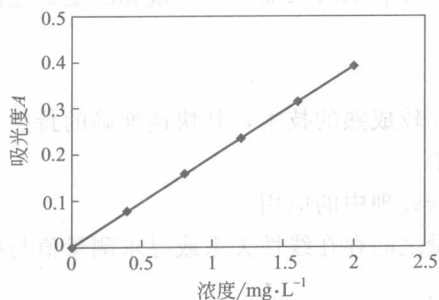


图 1-1 用 Excel 软件作吸光度 A 与 Fe^{2+} 含量的关系图

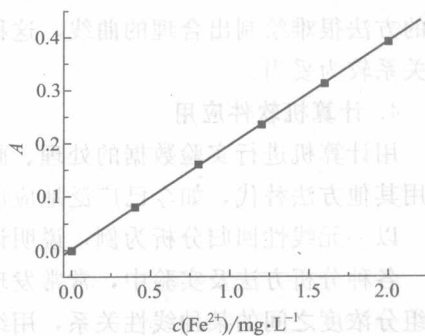


图 1-2 用 Origin 软件作吸光度 A 与 Fe^{2+} 含量的关系图

- ⑤ 将鼠标移至图中任意点上，单击右键，可以对“网格线”、“图案颜色”等进行修改。
- ⑥ 将鼠标移至图中任意数据点上，单击右键选中此列数据点，并在出现的对话框中选择“添加趋势线”，然后在“类型”页中选“线性 (L)”，在“选项”页中的“显示公式”和“显示 R 平方值”前打“√”，点击“确定”键，即可得到回归方程， $A = 0.1952c + 0.0023$ ， $R^2 = 0.9998$ 。

(2) 使用 Origin 软件画图

Origin 软件是在 Windows 平台下用于数据分析和工程绘图的软件，它最基本的功能是曲线拟合。现以表 1-3 中实验数据的处理为例，介绍 Origin 6.0 软件曲线拟合的过程。

- ① 启动 Origin 后，出现“Data1”。
- ② 将实验数据按“列”输入， Fe^{2+} 含量输入 A(X) 列，吸光度 A 输入 B(Y) 列。
- ③ 将鼠标移至 B(Y) 列，单击右键，选择“Plot”再选择“Scatter”，即得到图形文件 Graph1。
- ④ 按“Tools”菜单，选择“Linear Fit”，出现“Linear Fit”对话框，点击“Fit”，在

Graphl 中显示出得到的拟合直线,并在 Results Log 窗口列出拟合后的有关参数,所得到的回归系数 $A=0.00229$, $B=0.19521$, 相关系数 $R=0.99991$ 。

⑤ 双击图中“x Axis Title”处,出现“Text Control”,输入“ Fe^{2+} 的含量/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ”,点击“OK”;双击图中“y Axis Title”,输入“吸光度 A”,点击“OK”。

⑥ 双击 y 轴坐标,出现“y Axis-Layer1”对话框,可以对坐标刻度、数字大小等作修改,得到图 1-2。

四、实验报告格式与要求

实验完毕,应用专门的实验报告本或实验报告纸,根据实验中的现象及数据记录等,及时认真规范地写出实验报告。仪器分析实验报告一般包括的内容如下。

一、实验目的

二、实验原理

三、仪器与试剂

四、实验步骤与操作方法

五、数据记录及处理

六、问题讨论

实验原理部分要求学生简要地用文字或化学反应式对实验进行说明。例如,红外光谱实验需要说明方法原理、官能团解析依据等;对于滴定分析,通常应有标定和滴定的反应方程式、基准物质和指示剂的选择以及标定和滴定的计算公式等。对特殊仪器的实验装置,应画出实验装置图,以及复杂设备的简要结构示意图、复杂操作的简要流程图等。

实验所需的主要仪器与试剂要求学生列出仪器的型号、规格、生产厂家等,以及实验中用到的主要试剂(试剂名称、级别)。

实验步骤与操作方法要求学生简明扼要地写出实验步骤、方法流程及仪器测试条件等。

实验数据记录及处理部分要求学生应用文字、表格、图形等形式将测量数据及实验结果表示出来,尽可能地将记录数据表格化。根据实验结果要求,对测量结果要进行必要的数据处理,计算出分析结果,给出实验误差大小以及精密度评价等。

问题讨论部分需要学生结合相关理论知识对实验中观察到的现象、测量产生的误差以及实验结果等进行分析、讨论和评价,同时包括解答实验教材上的思考题。通过问题讨论,培养学生发现问题、分析问题、解决问题的能力,为以后撰写科学研究论文打下良好基础。

总之,上述各项内容的繁简取舍,应根据各个实验的具体情况而定,以思路清晰、表达准确、内容精炼、格式规范为原则完成实验报告的撰写。有些内容,如实验原理、表格、计算公式等,要求学生在实验预习时准备好,其他内容则可在实验过程中以及实验完成后填写、计算和撰写。

第二部分 常用分析仪器的操作 规程与日常维护

一、电子天平

电子天平利用电子装置完成电磁力补偿的调节,使物体在重力场中实现力的平衡,或通过电磁力矩的调节使物体在重力场中实现力矩的平衡。它不仅具有自动调零、自动校正、自动去皮、自动显示测量结果等特点,还具有称量快速简便的优点。电子天平的外观如图 2-1 所示。

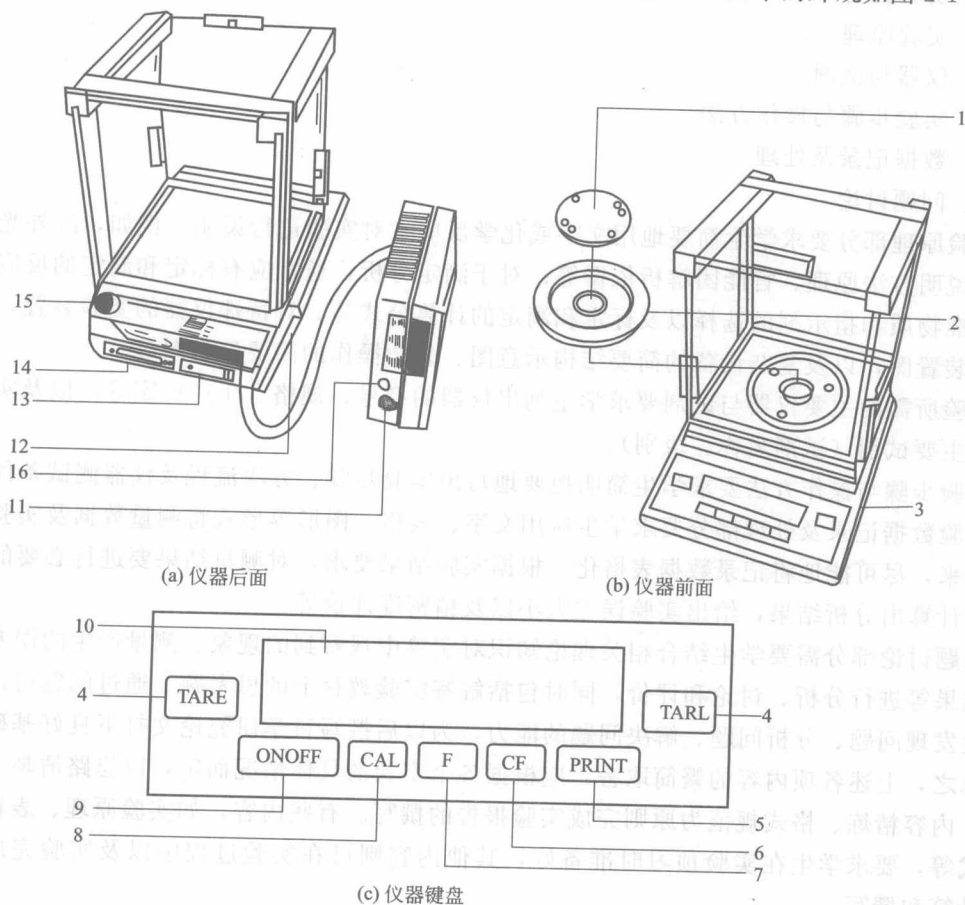


图 2-1 电子天平的外观

- 1—秤盘; 2—屏蔽板; 3—地脚螺栓; 4—去皮键; 5—打印键 (数据输出); 6—CF 清除键;
7—功能键; 8—调校键; 9—开关键; 10—显示器; 11—电源接口; 12—CMC 标签;
13—型号牌; 14—数据接口; 15—水平仪; 16—菜单-去联锁开关

1. 电子天平的使用方法

- (1) 调水平 调整地脚螺栓的高度,使水平仪内空气气泡位于圆环中央。

(2) 预热 天平在初次接通电源或长时间断电之后, 至少应预热 30min。为取得理想的测量结果, 天平应保持在待机状态。

(3) 开机 接通电源, 按开关键“ON/OFF”直至全屏自检, 当显示器显示零时, 自检过程即告结束, 此时天平工作准备就绪。

(4) 校正 首次使用天平必须进行校正, 校正时取下秤盘上的被称物, 轻按“TARE”清零, 按“CAL”键, 显示器出现“CAL-100”, 其中 100 为闪烁码, 表示校准砝码为 100g 的标准砝码, 此时把 100g 的标准砝码放在秤盘上, 显示器较长时间显示“100.0000g”。取回砝码, 显示器显示“0.0000g”。若显示不为零, 则再清零, 重复校正操作直至为零, 校正完成。

(5) 称量 放上称量的容器, 使用去皮键“TARE”, 去皮清零。放置样品进行称量。

称入法称量时, 用小烧杯或表面皿(也可用称量纸)放入天平托盘的正中央, 关好天平门, 待显示平衡后使用去皮键“TARE”, 去皮清零, 显示屏显示“0.0000g”。然后打开天平门, 用药匙往天平托盘上的容器中逐渐加入样品至与要称的质量相近(样品过多时可取出。注意: 取出的样品不能放回原试剂瓶), 关上天平门, 当显示器上出现为稳定标记的质量单位“g”时, 准确读数并记录。显示的读数为正值。

递减法称量时, 用小纸条夹住称量瓶, 将装有样品的称量瓶放在天平托盘的正中央, 关好天平门, 待显示平衡后, 读数。用小纸条夹住称量瓶从天平中取出, 倾出样品后, 再一次称量, 这时显示的读数为负值, 去掉负号即为倾出样品的质量, 读数并记录。

(6) 称量完毕, 取出称量瓶, 按开关“ON/OFF”键, 不使用时将开关键关至待机状态, 登记天平的使用情况, 经老师检查, 签字后方可离开。

(7) 实验结束, 最后一位称量的同学称量后必须关闭电源, 套上防尘罩, 才能离开。

需要特别注意的是: 要称量的样品质量不得超过天平的最大载荷量, 不许在天平上称热的或具有腐蚀性的物体。

2. 电子天平的称量方法

不同的实验要求不同, 所以应采用不同的称量方法。实验中最常用的称量方法如下。

(1) 直接称量法 天平的零点调定后, 将被称物直接放在称量盘上, 这种称量得到的读数即为被称物的质量。该方法适用于称量洁净干燥的器皿、合金或金属样品。注意不要用手直接取放被称物体, 应当采用戴清洁的细纱布手套, 或垫纸条, 或用镊子、钳子夹取等适宜的方法。

(2) 递减称量法 取适量的待称样品于一洁净干燥的称量瓶中(液体样品可用小滴瓶), 在天平上准确称量。将部分或全部样品倾入到另一实验容器中后, 再次准确称量, 两次称量读数之差, 即为称取样品的质量。如果倾出的仅是一小部分样品, 可如此重复操作, 得到若干份样品。这种称量方法适用于称取一般的颗粒状、粉状及液体样品。

由于称量瓶和滴瓶都有磨口瓶塞, 称量较易吸湿、挥发、氧化的样品时比较适宜。称量瓶是递减法称量最常用的容器。对称量瓶的要求是洗净烘干或自然晾干, 称量时不能用手抓, 而要用纸条套住瓶身的中部, 用手指捏紧纸条进行操作(见图 2-2)。先将称量瓶放在台秤上粗称, 然后将瓶盖打开, 放在同一秤盘上, 根据所需样品量(通常稍多一些), 移动台秤的游码或加砝码, 用药匙慢慢加入样品至天平平衡。盖上瓶盖, 再拿到分析天平上准确称量并记录读数。从天平上取出称量瓶, 在盛接样品的容器上方打开瓶盖, 用瓶盖的下边沿轻敲瓶口的上沿, 使样品缓缓落入容器(见图 2-3)。估计倾出的样品已够量时, 再敲瓶口