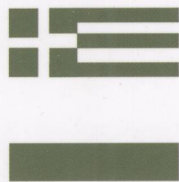
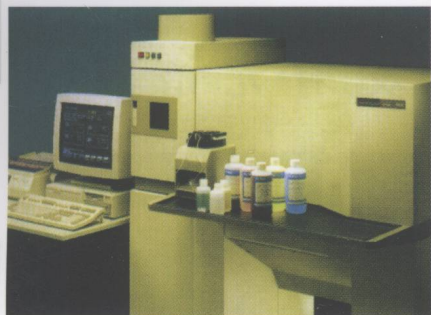


21世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

Experimental Analytical Chemistry

分析化学实验

周方钦 主编



湘潭大学出版社

21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

分析化学实验

主 编 周方钦

副 主 编 费俊杰 陈效兰

湘潭大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 周方钦主编. —湘潭: 湘潭大学出版社,
2009.12

ISBN 978-7-81128-162-0

I.分… II.周… III.分析化学—化学实验—高等学校—
教材 IV.O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 000716 号

分析化学实验

周方钦 主编

责任编辑: 朱美香

封面设计: 胡 瑶

出版发行: 湘潭大学出版社

社 址: 湖南省湘潭市 湘潭大学出版大楼

电话(传真): 0731-58298966 邮编: 411105

网 址: <http://xtup.xtu.edu.cn>

印 刷: 长沙瑞和印务有限公司

经 销: 湖南省新华书店

开 本: 787×1092 1/16

印 张: 20

字 数: 462 千字

版 次: 2010 年 2 月第 1 版 2010 年 2 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 978-7-81128-162-0

定 价: 39.80 元

(版权所有 严禁翻印)

21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

编委会

顾 问:罗和安

主 任:陈小明

副主任:夏智伦 高协平

编委会成员(按姓氏笔画为序):

朱卫国	刘任任	刘跃进	苏旭平	张 平
张海良	郑金华	钟建新	舒 适	谭援强

总 序

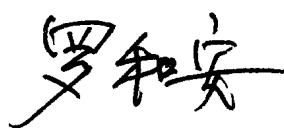
为了提高国家的持续发展能力、综合实力和国际竞争力,党中央、国务院提出构建创新型国家体系、增强自主创新能力的战略,鼓励创造,鼓励创新,特别是鼓励原始创新。创新的关键在人才,人才的成长靠教育。推动教育事业特别是高等教育事业的发展,培养和造就一大批基础扎实、具有创新精神和创新能力的高素质拔尖人才,是构建国家创新体系、建设创新型国家的基础。

正是在这样的背景下,湘潭大学出版社经过精心策划,组织实验教学一线的专家和教师编写了这套“21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材”。实验教学是培养学生创新能力的基本途径,是培养高素质创新人才教学体系的重要组成部分。目前,对作为连接理论与实践的纽带和激发学生发现问题、研究问题、独立解决问题能力的重要环节——实践教学的研究,还显得相对不足;对如何进一步深化实验教学改革,创新实验教学方法、途径,以更好地发挥实验教学对培养学生创新思维与创造技能的平台作用方面的研究与探讨,尚待深入;已出版的实验教材还比较零散,不成体系和规模,高质量、高水平的实验教材建设与实验教学之间还存在一定的差距。随着科技的发展,各种实验手段、实验仪器不断更新,传统实验教学中的许多范例、方法,既不能体现与学科发展相适应的前沿性,也不能体现与产业相衔接的应用性,使许多实验教材严重滞后于实验教学的现实需要和教学改革的进程。要实现创新人才培养的重要目标,必须重视实验教学;而要实现教学目标,达到好的教学效果,则必须以实验教材为基础,必须有好的实验教材作支撑。因此,湘潭大学出版社出版的这套实验教学改革与创新系列教材就非常有意义。

这套教材最大的特点是融入了许多新的实验教学理念和教学方法,引入了新的实验手段与实验方法,尤其是增加了计算机技术在实验中的应用,有利于激发学生的学习兴趣,增强学生对现代高新技术的了解,具有一定的新颖性和前瞻性。教材范围涵盖了物理、化学、计算机、机械等几大传统学科专业,并注意区分了理科和工科教学过程中各自的侧重,做到

了理工交融,也较好地实现了实践性与理论性、基础性与先进性、基本技能与学术视野、传统教学与开放教学的相互结合。好的实验教材既是实验教学成果的直接反映,也是先进的实验教学理念传播的重要载体。相信湘潭大学社出版的这套系列教材,能够为我们提供有益的借鉴,也相信广大教育理论研究和教师,在不断推进实验教学改革与创新过程中,一定能够探索出新的经验,推出新的成果,编写出更多的精品教材,进一步推广先进的实验教学理念和教学方法,提升实验教学质量与水平,为培养高素质的创新人才,建设创新型国家作出新的贡献。

是为序。

A stylized handwritten signature in black ink, reading '罗和安' (Luo He'an). The characters are fluid and connected, with a long horizontal stroke extending from the end of the last character.

2009 年 3 月

前 言

分析化学是化学的一个重要分支学科,是表征和测量的科学,包括化学分析和仪器分析。目前,在科学研究、工农业生产、医学、药学、检验检疫和环境保护等工作中,所遇到的大部分物质的表征与测量都是由分析化学来完成的。同时分析化学又是一门实践性很强的学科。学生通过分析化学实验课程的学习,可以加深对分析化学基础理论、基本知识的理解,正确和较熟练地掌握分析化学实验技能和基本操作,提高观察、分析和解决问题的能力,培养严谨的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念,为后继课程的学习和未来的科学研究及实际工作打下良好的基础。鉴于分析的方法和分析内容的迅猛增加,其重要性日益突出,“分析化学”、“分析化学实验”已列为各高等院校化学类相关专业的公共基础课。

在多年教学实践的基础上,我们总结编写这本《分析化学实验》教材。在编写过程中,首先,力求使实验课的教学逐渐摆脱对理论课的依赖,在每个实验中尽量详细地介绍涉及到的实验原理和基本知识,以及各种仪器的操作程序,使学生在没有上理论课的情况下也能顺利地进行实验。其次,注重培养学生分析问题和解决问题的实际能力。为此,在实验教材中安排了三个层次的实验,即基础实验、应用实验和综合设计实验。基础实验主要是理论验证性实验;应用实验是将分析化学理论应用到实际样品的分析实验,注重学生对分析方法的实际应用和动手能力的培养;综合设计实验则是学生在完成基础实验、应用实验和理论教学的基础上,自选(或教师指定)实验题目,在教师指导下学生独立地查阅文献资料、拟定实际样品的分析方法和实验步骤,完成实验。

全书分为五篇,共 75 个实验,包括绪论、化学分析实验、仪器分析实验、中级分析实验、常用分析仪器及使用方法简介。实验重点内容是滴定分析法、重量分析法、紫外可见分光光度法、原子发射光谱法、原子吸收光谱法、红外吸收光谱法、荧光分析法、电位分析法、极谱分析与溶出伏安法、气相色谱法、高效液相色谱法。此外,根据现代测试技术的发展适当增加了化学发光、质谱、核磁共振光谱、流动注射分析、毛细管电泳、原子力显微镜等实验内容。可供教师和学生根据实际需要选择使用。

参加本书编写的有周方钦,费俊杰,陈效兰,李松青,黄美华,谭红艳,蔡昌群,李春艳等同志。全书内容由周方钦教授统稿,最后由陈小明教授审阅定稿。在此对参加本教材的编写、审定和提出宝贵意见的所有同志表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中难免有不妥和错误之处,恳请读者批评指正。

编 者

2009.10

目 录

第一篇 绪 论

1.1 实验室规则	1
1.2 分析实验基本要求	2
1.3 实验室用水的规格与制备	5
1.4 常用试剂的规格及使用与保存	7
1.5 分析试样的采集与制备	8
1.6 玻璃器皿的洗涤及校正	10
1.7 滴定分析操作	11
1.8 实验室的安全与防护	22

第二篇 化学分析实验

实验 1 电子分析天平称量练习	26
实验 2 容量仪器的校准	29
实验 3 滴定分析基本操作练习	32
实验 4 酸碱标准溶液的配制与标定	35
实验 5 铵盐中氮含量的测定	38
实验 6 有机酸摩尔质量的测定	41
实验 7 混合碱的测定	43
实验 8 混合酸($\text{HCl} + \text{H}_3\text{PO}_4$)的测定	46
实验 9 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	48
实验 10 EDTA 标准溶液的配制与标定	51
实验 11 水的硬度测定	54
实验 12 混合液中铅、铋含量的连续测定	57
实验 13 胃药中铝、镁含量的测定	59
实验 14 铝合金中铝含量的测定	61
实验 15 石灰石中钙、镁含量的测定	63
实验 16 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	65
实验 17 重铬酸钾法测定铁的含量	68
实验 18 间接碘量法测定铜合金中的铜含量	72
实验 19 维生素 C 含量的测定	75
实验 20 水中化学需氧量(COD)的测定	77
实验 21 葡萄糖含量的测定	80

实验 22	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	82
实验 23	银合金中银含量的测定(佛尔哈德法)	84
实验 24	生理盐水中氯化钠含量的测定(法扬斯法)	86
实验 25	钡盐中钡含量的测定(硫酸钡重量法)	88
实验 26	合金钢中镍含量的测定(丁二酮肟镍沉淀重量法)	91
实验 27	硅酸盐中二氧化硅含量的测定(动物胶重量法)	93

第三篇 仪器分析实验

实验 28	分光光度法测定酸碱指示剂的 pK_a 值	96
实验 29	分光光度法测定磺基水杨酸合铁的组成和稳定常数	99
实验 30	邻二氮菲吸光光度法测定铁的含量	102
实验 31	示差分光光度法测定高含量铬	105
实验 32	高锰酸钾紫外吸收光谱定性扫描及数据处理	108
实验 33	紫外分光光度法测定 2,4-二硝基苯酚中苯酚的含量	110
实验 34	火焰原子吸收光谱法测定废水中镉的含量	113
实验 35	火焰原子吸收法测定自来水中镁的含量	116
实验 36	火焰原子吸收光谱法测定头发中锌的含量	118
实验 37	石墨炉原子吸收光谱法测定血清中铬的含量	120
实验 38	石墨炉原子吸收光谱法直接测定试样中的痕量铅	122
实验 39	矿石中微量金属元素的发射光谱定性分析	124
实验 40	ICP-AES 法测定水样中微量铜、铁和锌	127
实验 41	有机化合物红外光谱定性分析	129
实验 42	红外光谱法测定苯甲酸的结构	132
实验 43	红外光谱法测定正丁醇-环己烷溶液中正丁醇的含量	134
实验 44	二氯荧光素最大激发波长和最大发射波长的测定	136
实验 45	荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸的含量	139
实验 46	分子荧光标准曲线法定量测定荧光素钠的含量	142
实验 47	氯离子选择性电极性能的测试	144
实验 48	氟离子选择性电极测定水样中微量氟	147
实验 49	乙酸的电位滴定分析及其离解常数的测定	151
实验 50	电位滴定法测定亚铁盐的含量	153
实验 51	恒电流库仑滴定法测定砷的含量	155
实验 52	恒电流库仑滴定法测定维生素 C 的含量	158
实验 53	单扫描极谱法测定镉的含量	160
实验 54	二阶导数单扫描极谱法测定水样中铅的含量	163
实验 55	极谱催化波测定天然水中钼的含量	166
实验 56	铈膜电极阳极溶出伏安法同时测定铅和镉的含量	168
实验 57	循环伏安法测定铁氰化钾的电极反应过程	171
实验 58	气-液色谱填充柱的制备	175
实验 59	有机物的气相色谱定性和定量分析	178

实验 60	气相色谱法测定酒中甲醇的含量	181
实验 61	高效液相色谱法测定饮料中咖啡因的含量	183
实验 62	在反相 HPLC 上定量分析 α -V _E	185
实验 63	质谱法分析固体化合物	187
实验 64	用化学电离质谱法测定相对分子质量	190
实验 65	气相色谱-质谱法(GC-MS)测定有机化合物	192
实验 66	高效液相色谱-质谱联用法(LC-MS)测定水中痕量五氯酚	194
实验 67	混合标样和乙苯等试样的氢核磁共振谱测绘和谱峰归属	197
实验 68	核磁共振法研究乙酰丙酮在不同溶剂中的烯醇互变异构现象	200

第四篇 中级分析实验

实验 69	无机复杂样品主要成分分析(综合设计实验)	202
实验 70	硅酸盐水泥中 SiO ₂ , Fe ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ , CaO 和 MgO 含量的测定	205
实验 71	鲁米诺的合成及其在化学发光法中的应用	209
实验 72	程序升温毛细管柱色谱分析中药小茴挥发油中的反式茴香醚	213
实验 73	导电聚合物化学修饰电极的制备及电催化性能研究	215
实验 74	流动注射分析法测定水样中 PO ₄ ³⁻ 的含量	217
试验 75	运用原子力显微镜研究核糖体 RNA 的二级结构	220

第五篇 常用分析仪器介绍

5.1	VIS-723G 型分光光度计	222
5.2	UV-2450 紫外可见分光光度计	224
5.3	IFFM-E 流动注射化学发光仪	227
5.4	RF-5301PC 荧光分光光度计	229
5.5	AA-6000 原子吸收光谱仪	231
5.6	IRIS Advantage 型 ICP-AES 电感耦合等离子体光谱仪	238
5.7	FTIR-8400S 型傅里叶变换红外光谱仪	240
5.8	pHS-3C 型酸度计	244
5.9	JP-2 型示波极谱仪	246
5.10	KLT-1 型通用库仑仪	251
5.11	LK98C 电化学工作站	253
5.12	GC-7890 II 型气相色谱仪	255
5.13	P680 型高效液相色谱仪	259
5.14	AVANCE-400 型核磁共振仪	261
5.15	GCMS-QP2010 型气相色谱-质谱联用仪	263
5.16	6410 QQQ LC/MS 型液相色谱-质谱联用仪	266

附录

附录 1	相对原子质量表	268
附录 2	常用化合物的相对摩尔质量(M)	272
附录 3	常用浓酸、浓碱的相对密度和量的浓度	275

附录 4	常用基准物质及其干燥条件与应用	276
附录 5	弱酸及其共轭碱在水中的解离常数(25 °C, $I=0$)	277
附录 6	标准缓冲溶液的配制方法	279
附录 7	不同温度下标准缓冲液的 pH 值	280
附录 8	常用缓冲溶液的配制	281
附录 9	滴定分析中常用的指示剂	282
附录 10	羧基络合剂类络合物的稳定常数	285
附录 11	微溶化合物的溶度积(18~25 °C, $I=0$)	286
附录 12	标准电极电势(18~25 °C)	288
附录 13	常用溶剂截止波长	292
附录 14	原子吸收常用的分析线	293
附录 15	气相色谱相对质量校正因子	294
附录 16	气相色谱常用的固定液	296
参考文献		298

第一篇 绪 论

1.1 实验室规则

1.1.1 实验室一般规则

1. 实验室用房应无危、无漏的隐患，通风、照明等基本设施完好，水、电、气路布局合理、安全、规范。
2. 分析实验室有防火、防爆、防盗的基本设备和措施，易燃、助燃高压气瓶要隔离存放，并有固定高压气瓶的装置。灭火设施应使用方便，并设置醒目的标志。
3. 仪器设备应按仪器说明书的要求进行安装，附近应无强振动源，无强磁、电场。
4. 仪器设备应有良好的接地，以保证仪器的使用稳定、不受干扰。仪器设备用电负荷必须与实验室电路匹配。
5. 分析实验室应建立完善的管理、使用、维护等规章制度，仪器设备应有专人管理，落实岗位责任制，明确岗位职责。
6. 仪器设备要建立原始档案、使用（记录）档案、维护（维修）档案等；要设立仪器设备卡，标明仪器使用状况。
7. 对仪器设备做到定期检查、维护保养，并做好记录。出现故障应及时修复，确保仪器设备处于正常状态。
8. 仪器使用完毕，使用者需做好仪器室的清洁工作，并做相关登记后方可离开实验室。
9. 强化环境保护意识，对实验室的“三废”要进行妥善的存放及处理。
10. 实验室内要保持整洁、卫生，仪器设备摆放有序。

1.1.2 实验室安全规则

在分析化学实验中，经常使用易燃、易爆或有毒、有腐蚀性的化学试剂，以及玻璃仪器、精密分析仪器、电和水等。为确保实验的正常进行和人身、设备安全，必须严格遵守实验室的安全规则：

1. 实验室内严禁饮食、吸烟，一切化学药品禁止入口；实验完毕须洗手；水、电使用后应立即关闭；离开实验室时，应仔细检查水、电、门、窗是否已关好。
2. 了解实验室消防器材的正确使用方法及放置的确切位置，一旦发生意外，能有针对性地扑救。实验过程中，门、窗及换风设备要打开。
3. 使用电气设备时，应特别细心，切不可用潮湿的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不可使用，以免触电。

4. 浓酸浓碱具有腐蚀性, 尤其是用浓 H_2SO_4 配制溶液时, 应将浓酸缓缓注入水中, 而不得将水注入酸中, 以防止浓酸溅在皮肤和衣服上。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、氨水时, 均应在通风橱中操作。

5. 低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源上加热, 而应采用水浴加热。使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等易燃有机溶剂时, 一定要远离火源和热源。使用完毕后, 将试剂瓶塞好, 放在阴凉通风处保存。

6. 热、浓的高氯酸遇有机物易发生爆炸; 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒药品使用时应特别小心。

7. 将温度计或玻璃管插入胶皮管或橡皮塞前, 先用水或甘油润滑, 并用毛巾包好再插, 两手不要分得太开, 以免折断玻璃划伤手。

8. 加热或进行反应时, 人不得离开实验室。

9. 发生事故时, 要保持冷静, 针对不同的情况采取相应的应急措施, 防止事故扩大。

1.1.3 分析仪器使用守则

1. 分析仪器设备应有严格的日常管理制度及仪器使用操作规程。

2. 分析仪器设备一般应由专职实验技术人员负责日常管理、使用及维护。管理人员应具有一定的专业知识, 热爱本职工作、遵纪守法, 熟悉仪器的基本情况, 掌握该仪器的正确操作方法及一般故障处理, 并负责指导、监督他人正确使用该仪器。

3. 操作者使用仪器前, 应认真阅读、研究仪器使用说明书, 待充分熟悉仪器的使用方法和操作规程后方可使用。严禁不懂仪器使用方法的人随意使用仪器, 以免仪器性能受到损害。

4. 仪器使用者应爱护仪器设备, 必须严格按操作规程进行操作, 切忌野蛮使用。

5. 仪器出现问题应及时向指导教师或实验室管理人员汇报, 由管理人员负责处理解决, 不得擅自拆卸、移动仪器。

6. 分析仪器应建立完整的使用记录。仪器使用完毕, 要严格登记、记录相关情况。

7. 仪器使用完毕, 使用者应按规定对仪器加以清洁, 并将仪器恢复到初始状态。

8. 未经相关责任部门的许可, 不得将仪器设备随便外借。

1.2 分析实验基本要求

1.2.1 实验预习要求

实验前必须对实验内容进行认真、充分的预习, 并写好预习报告。预习主要从以下几个方面进行。

1. 阅读实验教材, 弄清实验的基本原理和方法。

2. 明确实验目的和要求。

3. 了解实验的内容、步骤及注意事项。

4. 了解所用仪器的结构、功能和使用方法。

5. 对实验过程统筹安排, 做到心中有数。

6. 对实验中的关键步骤要给予足够的重视。

7. 预习报告应简单明了, 切忌照书抄写。预先查阅或计算好实验所需的相关数据, 设计好记录实验数据的表格。

1.2.2 实验纪律要求

1. 通过实验, 努力培养严肃认真、实事求是的科学态度, 培养大胆、细心的动手能力。

2. 实验前应对实验内容认真预习, 写出实验预习报告, 了解实验中所用仪器的性能及使用方法, 并作好回答老师提问的准备。

3. 实验课不得迟到和早退。进入实验室, 要注意仪表端庄, 严禁穿背心、拖鞋、短裤、高跟鞋进入实验室。

4. 实验中应保持安静, 不得高声喧哗和打闹, 不准吸烟、饮食, 不准随地吐痰, 不准乱扔废纸、杂物, 废液要倒入废液缸, 严禁倒入水槽中, 以免污染环境, 腐蚀下水道。

5. 从试剂瓶中取出试剂后, 应立即盖好试剂瓶盖, 决不可将取出的试剂或试液倒回原试剂瓶或试液贮存瓶内。

6. 实验过程中, 要细心、谨慎, 不得忙乱和急躁, 严格按仪器操作规程进行操作, 服从指导教师和实验技术人员的指导。

7. 实验时, 仪器安装、预热等操作需经指导教师或实验技术人员检查确认后才能进行。实验过程中要合理安排时间, 集中注意力, 认真操作和观察, 如实记录各种实验数据, 记录的原始实验数据必须当场由指导教师核查并签名。学生实验时应认真思考、分析, 不得马虎从事, 不得拼凑数据或抄袭他人的实验数据。

8. 实验时必须注意安全, 遵守实验室有关规章制度, 实验过程中既要大胆又要细心, 仔细观察实验现象, 认真测定并如实记录实验数据, 有意识地培养自己高效、严谨、有序的工作作风。

9. 值日生应认真打扫实验室, 关好水、电、门、窗后方可离开实验室。

1.2.3 实验数据的记录要求

学生应有专门的实验记录本, 标上页码, 记录本不得撕去任何一页, 不得将实验数据记录在单页纸上或小纸片上, 或随意记录在其他任何地方。实验过程中要及时地将所发生的现象、结果、主要操作(含仪器、试剂)、测量数据、清楚、准确地记录下来, 切忌掺杂个人主观因素, 更不能拼凑和伪造数据。对测量数据进行读数和记录时, 还应注意以下几个问题。

1. 实验过程中的各种测量数据要及时、真实、准确而清楚地记录下来, 并应用一定的表格形式, 使数据记录有条理, 且不易遗漏。

2. 指针式显示仪表, 读数时应使视线通过指针与刻度标尺盘垂直, 读数指针应对准刻度值。有些仪表刻度盘上附有镜面, 读数时只要使指针与镜面内的指针像重合即可读数。记录式显示仪表, 如记录仪, 记录纸上的数值可以从记录纸上的印格读出, 或用米尺测量。

3. 记录测量数据时, 应注意其有效数字的位数。即要求记录至最小分度值的后一位

(末位数是最小分度值内的估计值)。用分析天平称量时,应记录至 0.000 1 g,滴定管和吸量管的读数应记录至 0.01 mL。实验记录中的每一数据,都是测量的结果。因此,重复观测时,即使数据完全相同,也应记录下来。

4. 在实验过程中如发现数据记录或计算有错误时,不得涂改,应将其用短线划去,在旁边重新写上正确的数字。实验完毕后将实验所得的数据交指导教师审阅后再进行数据处理。

1.2.4 实验数据的处理要求

分析实验数据的处理是指对原始实验数据的进一步分析计算,包括绘制图形或表格,数理统计,计算分析结果等,必要时应该用简要文字说明。在数据处理中,计算、作图与实验测定数据的误差必须一致,以免在数据处理中带来更大的结果误差。

关于数理统计,一般分析结果的计算等已在分析化学课程中介绍,这里从略。下面主要说明分析中常用的分析数据图形表示法。

1. 实验数据的图形处理

实验数据用图形表示可以使测量数据间的相互关系表达得更加简明直观,易显出最高点、最低点和转折点等,利用图形可直接或间接求得分析结果,便于应用。例如,分光光度法中吸光度与浓度关系的标准曲线可直接用来确定未知组分含量;电位滴定法则通过画出滴定曲线,从曲线上找到拐点或根据图解微分法(一次微分曲线)来确定终点;气相色谱法中利用图解积分法求峰面积;标准加入法中用外推作图法间接求得分析结果等。因此,正确的标绘图形是实验后数据处理的重要环节,必须十分重视作图的方法和技术。标绘图形时的要点介绍如下:

(1) 选择合适的坐标纸。在分析中最常用的是直角坐标纸。如果一个坐标是测量值的对数,则可用单对数坐标纸,如直接电位法中电位与浓度关系曲线的绘制。用直角坐标纸时,以横坐标轴代表实验中误差较小、便于测量、可控制的自变量,例如标准溶液的浓度、入射光的波长等;以纵坐标表示因变量,例如溶液的吸光度、电池的电动势等。

(2) 比例尺(坐标标度)的选择。坐标轴比例尺的选择极为重要,由于比例尺的改变,曲线形状也将随之改变。若选择不当,会使曲线的某些关键部分,如极大值、极小值或转折点看不清楚。比例尺选择的一般原则如下:

① 能表示全部有效数字,以便从图形上读出的量的准确度与测量的准确度相适应。

② 绘出的直线或近乎直线的曲线,应使它的倾斜角度在 45° 以内。

③ 坐标的起始点(原点)不一定是零。在一组数据中自变量和因变量都有最高值和最低值,可用低于最低测量值的某一整数作起点,高于最高测量值的某一整数作终点,以充分利用坐标纸,使图较为紧凑。

(3) 图的标绘,应按以下步骤进行。

① 在纵轴的左面和横轴的下面,注明该轴所代表的变量名称和单位,并每隔一定距离标明变量的数值,即分度值,以便作图及读数,但不要将实验测量数值写在轴旁。注意分度值的有效数字一般应与测量数据的有效数字相同。

② 测得数据的描点,在坐标纸上可用小圆圈或小圆点标出后连成一条平滑的曲线。绘好图后应标上图名和测量的主要条件。

1.2.5 实验报告要求

一份简明、严谨、整洁的实验报告是某一实验的记录和总结的综合反映。做完实验仅是完成了实验的一部分，更重要的是进行数据整理和结果分析，把感性认识提高到理性认识。实验报告要认真、独立完成。对实验数据要进行处理（包括计算、绘图），得出分析测定结果。对实验中出现的问题进行讨论，提出自己的见解。分析化学实验报告一般包括如下 9 项内容：

- (1) 实验名称；
- (2) 实验者姓名及合作者姓名、完成日期；
- (3) 实验目的；
- (4) 实验原理；
- (5) 仪器（型号、生产厂家）与试剂（浓度、配制方法）；
- (6) 实验步骤；
- (7) 实验数据的原始记录及数据处理；
- (8) 实验结果或结论；
- (9) 问题与讨论。

1.3 实验室用水的规格与制备

分析实验室用于溶解、稀释和配制溶液的水都必须先经过纯化。分析要求不同对水纯度的要求也不同，故应根据不同要求采取不同的纯化方法来制取纯水。在一般分析工作中用（一次）蒸馏水或去离子水。在超纯分析或痕量分析实验中，需要水质更高的二次蒸馏水、二次去离子水、无 CO_2 蒸馏水、无氨蒸馏水等。

随着制备纯水的方法不同，带来的杂质情况也不同。采用铜蒸馏器制备的水，显然会有少量或微量的铜离子；玻璃蒸馏器制备的水，则常含有钠离子、硅酸根离子等；离子交换法或电渗析法制备的水，常含有少量的微生物和某些有机物质等。

1.3.1 纯水的制备方法

1. 蒸馏水

将自来水在蒸馏装置中加热汽化，然后将蒸汽冷凝即可得到蒸馏水。由于杂质离子一般不挥发，所以蒸馏水中所含杂质比自来水少得多，比较纯净。但还是含有下列少量杂质：

(1) 二氧化碳溶于水生成碳酸，使蒸馏水显弱酸性。

(2) 冷凝管和接受器本身的材料可能或多或少地进入蒸馏水，这些装置所用的材料一般是不锈钢、纯铝或玻璃等，所以可能带入金属离子（见表 1.1）。

为了获得比较纯净的蒸馏水，可以进行重蒸馏，并在准备重蒸的蒸馏水中加入适当的试剂以抑制某些杂质的挥发。如加入甘露醇能抑制硼的挥发。加入碱性高锰酸钾可破坏有机物并防止二氧化碳蒸出。上海亚荣生化仪器厂生产的 SZ-93 自动双重纯水蒸馏器可用于实验室制备二次蒸馏水。

表 1.1 蒸馏水中杂质含量

蒸馏器材质	杂质含量 $\rho / (\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$				
	Mn^{2+}	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Fe^{3+}	Mo^{4+}
铜	1	10	2	2	2
石英	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

2. 去离子水

用离子交换法制备的纯水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备，此方法的优点是：制备的水量大、成本低、除去离子的能力强；缺点是设备及操作较复杂，不能除去非电解质（如有机物）杂质，而且尚有微量树脂溶在水中。去离子水中杂质含量如表 1.2 所示。因此，根据需要可将去离子水进行重蒸馏以得到高纯水。市售 70 型离子交换水器可用于实验室制备去离子水。

表 1.2 去离子水中杂质含量

 $\rho / (\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$

杂质	Mn^{2+}	Cu^{2+}	Fe^{3+}	Zn^{2+}	Mo^{4+}	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Sr^{2+}
含量	<0.02	<0.002	0.02	0.05	<0.02	2	0.2	<0.06
杂质	Ba^{2+}	Pb^{2+}	Cr^{3+}	Co^{2+}	Ni^{2+}	B Sn Si Ag		
含量	0.006	0.02	0.02	0.002	0.002	可检出		

3. 电渗水

电渗析法制得的纯水叫电渗水，它是在离子交换技术的基础上发展起来的一种纯水方法。在外电场的作用下，利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中的溶质和溶剂分离，从而达到净化水的目的。此方法除去杂质的效率较低，适用要求不很高的分析工作。

4. 电导水

在第一套硬质玻璃（最好是石英）蒸馏器中装入蒸馏水，加入少量 KMnO_4 晶体，经蒸馏除去水中有机物质，即得重蒸馏水。再将重蒸水注入第二套硬质玻璃（最好也是石英）蒸馏器中，加入少许 BaSO_4 和 KHSO_4 固体进行蒸馏，弃去馏头、馏尾各 10 mL，取中间馏分。用这种方法制得的纯水叫电导水，这是一种高纯水，只有在要求很高的测定中使用，电导水应保存在带有碱石灰吸收管的硬质玻璃瓶内或塑料瓶中，时间不能太长，一般在两周以内。

1.3.2 实验用水纯度的要求与检查

1. 酸度

纯水的 pH 要求在 6~7 之间。低于此范围，表明水中溶解的 CO_2 含量较高；大于此范围，一般系 HCO_3^- 离子含量较高所致。检验方法：取 10 mL 水样，加 2 滴 0.1% 甲基红溶液，不应显红色；另取 10 mL 水样，加 0.1% 溴百里酚蓝 5 滴，不应显蓝色。

2. 硫酸根

取 10 mL 水样，加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl ，再加 1 滴 0.1% BaCl_2 溶液，放置 15 h，不应有沉淀产生。