



高职高专“十一五”规划教材

仪器分析实训

张威 赵斌 主编

YIQI FENXI
SHIXUN



化学工业出版社

高职高专“十一五”规划教材

仪器分析实训

张 威 赵 斌 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本教材是《仪器分析》的配套教材。全书共分为三篇：第一篇介绍了仪器分析实训基本知识，包括仪器分析实训的基本要求、数据记录和处理、实训过程中产生的废弃物处理等内容；第二篇是仪器分析基础实训，按照理论教材的顺序编写了包括电化学分析法、光谱分析法和色谱分离分析法等一些基础仪器实训内容，目的是对学生实践能力的基础训练；第三篇是仪器分析综合实训，通过“实训任务”将综合实训分解成需要学生完成的一系列任务，通过“实训操作”指导学生具体完成相关任务，再通过“项目拓展”将学到的实训操作运用到其他的实训中去，提高学生综合能力。

本教材综合了药学、医学检验、食品工程、化妆品、预防医学等相关专业的实训内容，供各高职院校根据自己的教学特点和要求选用。

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实训/张威, 赵斌主编. —北京: 化学工业出版社, 2010. 7

高职高专“十一五”规划教材

ISBN 978-7-122-08790-4

I. 仪… II. ①张…②赵… III. 仪器分析-高等学校: 技术学院-教材 IV. ①0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 106537 号

责任编辑: 旷英姿

文字编辑: 咎景岩

责任校对: 王素芹

装帧设计: 王晓宇

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 字数 154 千字 2010 年 7 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: 13.00 元

版权所有 违者必究

编写人员名单

主 编 张 威 赵 斌

副 主 编 李明梅 陈宗治 商传宝

编写人员 (按姓氏汉语拼音排序)

蔡自由	广东食品药品职业学院
陈 凯	四川中医药高等专科学校
陈宗治	安庆医药高等专科学校
黄勇红	广东食品药品职业学院
李明梅	盐城卫生职业技术学院
李永冲	广东食品药品职业学院
刘建华	江苏建康职业学院
鲁正熹	江苏建康职业学院
仇 凡	盐城卫生职业技术学院
商传宝	淄博职业学院
石 云	盐城卫生职业技术学院
孙荣梅	中国药科大学
汤 铮	江苏建康职业学院
姚丹丹	盐城卫生职业技术学院
于丽燕	中国药科大学
张 威	江苏建康职业学院
赵 斌	中山火炬职业技术学院
郑 明	江苏建康职业学院

前 言

高职教育的根本目标和任务是培养和造就实践技能型人才，而实训教学，又是培养和造就实践技能型人才的最重要的手段和措施。仪器分析实训课程是药学、医学检验、食品工程、预防医学、化妆品、环境工程、生物技术等各专业高职教育的主要实践课程之一。通过本课程的实践和训练，一方面可加深学生对各种基础仪器分析方法的理论和工作原理的理解；另一方面能使学生正确掌握各种仪器的基本操作，培养学生运用仪器分析的手段解决实际问题的能力。因此，本课程是药学等专业的实践技能培养的具体措施，对学生实践能力和科学素养的培养很有裨益。

本教材是化学工业出版社出版的高职教材《仪器分析》的配套教材，是在汲取兄弟院校的教学经验和参考已出版的仪器分析实验教材的基础上整理编写而成的。为了适应高等职业教育的教学特点，教材编写过程中改革了传统实验教学，尝试“任务引领型”教学模式，将所要学习的知识和实践技能蕴含在一个或几个具体的任务中，让学生循序渐进地完成一系列任务，并通过任务的完成而实现对所学知识的深度理解和合理运用，对包括深入思考、积极动手、认真观察、认真记录和分析等实践能力得到全方位的锻炼和培养。

为了适应不同专业、不同层次的教学要求，编写过程中编者遵循“基础性、实用性”的原则，精心挑选实训内容。全书共分为三篇：第一篇介绍了仪器分析实训基本知识，包括仪器分析实训的基本要求、数据记录和处理、实训过程中产生的废弃物处理等内容；第二篇是仪器分析基础实训，按照理论教材的顺序编写了包括电化学分析法、光谱分析法和色谱分离分析法等一些基础仪器实训内容，目的是对学生实践能力的基础训练；第三篇是仪器分析综合实训，通过“实训任务”将综合实训分解成需要学生完成的一系列任务，通过“实训操作”指导学生具体完成相关任务，再通过“项目拓展”将学到的实训操作运用到其他的实训中去，提高学生综合能力。

本教材综合了药学、医学检验、食品工程、化妆品、预防医学等相关专业的实训内容，供各高职院校根据自己的教学特点和要求选用。

本教材编写过程中得到各位编写人员的鼎力相助，特别是赵斌老师在统稿过程中付出了大量的劳动，谨借前言致以诚挚的谢意！

由于编者水平所限，疏漏之处难免，请各位使用本教材的师生及时提出宝贵意见，为我们今后修订、完善工作提供帮助。

张 威

2010年4月

目 录

第一篇 仪器分析实训基本知识	1
第二篇 仪器分析基础实训	8
任务一 电位分析法	8
实训项目一 酸度计性能检测及溶液的 pH 测定	8
实训项目二 酸度计测定药物液体制剂 pH	9
实训项目三 pH 计测定任选中药冲剂 pH	12
实训项目四 乙酸的电位滴定分析及其 pK_a 的计算	13
实训项目五 永停滴定法测量磺胺嘧啶的含量	16
附：电极的选择与维护	17
任务二 紫外-可见分光光度法	19
实训项目一 吸收曲线的绘制	19
实训项目二 原料药品吸光系数的测定	21
实训项目三 水中微量氨的比色分析	23
实训项目四 用邻二氮菲显色分光光度法测定铁的含量	25
实训项目五 分光光度法测定高锰酸钾溶液的浓度	27
附：比色皿的使用	29
任务三 红外吸收光谱法	30
实训项目一 认识傅里叶变换红外光谱仪	30
实训项目二 苯甲酸的红外光谱测绘	35
实训项目三 红外分光光度法测定药物的化学结构	37
实训项目四 醛和酮的红外光谱	40
附：压片机使用说明	41
任务四 荧光分析法	43
实训项目一 荧光法测定维生素 B_2	43
实训项目二 二氯荧光素最大激发波长和最大发射波长的测定	45
实训项目三 荧光法测定铝含量	47
附：滤光片的介绍	48
任务五 原子吸收分析法	49
实训项目一 火焰原子吸收光谱法灵敏度和自来水中钙、镁的测定	49
实训项目二 火焰原子吸收光谱法测定水中的镉	52
实训项目三 石墨炉原子吸收光谱法最佳时间和温度的选择及环境水样中微量铅的测定	54
附：使用原子分光光度计的安全防护	57
任务六 气相色谱法	58

实训项目一	气相色谱仪的性能检查、柱性能的测定	58
实训项目二	气相色谱法测定醇系物	62
实训项目三	内标法测量无水乙醇中的微量水	64
实训项目四	外标法测定气体中的氢含量	65
附:	高压钢瓶的使用	67
任务七	高效液相色谱法	68
实训项目一	认识高效液相色谱仪	68
实训项目二	高效液相色谱柱的性能考察及分离度测试	72
实训项目三	归一化法分析萘、联苯、菲混合物的组成	73
实训项目四	外标一点法测定 APC 片剂的含量	74
附:	微量注射器的使用及进样操作	76
任务八	薄层色谱法	77
实训项目一	认识薄层色谱扫描仪	77
实训项目二	薄层色谱操作练习	79
实训项目三	薄层色谱法检查盐酸氯丙嗪中的有关物质	81
实训项目四	薄层色谱法分离复方新诺明片中的 SMZ 和 TMP	83
附:	市售薄层预制板的型号及选择	84
第三篇	仪器分析综合实训	86
实训项目一	用电位分析法对化妆品的 pH、氟离子和亚铁离子含量进行检测评价	86
实训项目二	用紫外-可见分光光度计对化妆品中的维生素 C 活性物含量和砷含量进行检测评价	89
实训项目三	紫外-可见分光光度计性能检测及在药品检验中的应用	92
附:	紫外-可见分光光度计操作规程	95
实训项目四	用原子吸收光谱法对化妆品中铅、镉等重金属的含量进行检测评价	97
实训项目五	利用气相色谱法对化妆品中的氢醌和苯酚进行检测评价	99
实训项目六	利用高效液相色谱法对化妆品中苯甲酸等 6 种防腐剂进行检测评价	101
参考文献		104

第一篇 仪器分析实训基本知识

一、仪器分析实训的基本要求

仪器分析实训是在教师的指导下,对学生进行相关的职业技术应用能力训练的教学过程,是高职教育的药学、检验、食品、生物技术及化学化工专业学生必修的专业技能训练课程。通过仪器分析实训,一方面使学生加深对常用仪器分析方法基本原理,常用分析仪器的基本构造、特点和应用范围的了解,初步掌握常用分析仪器的使用方法和具备处理实验数据的能力,并能够在此基础上进行适当的探索性实验研究;另一方面培养学生严谨、细致、实事求是的科学作风,并使学生养成爱护国家财物的良好习惯和品德。此外,仪器分析实训教学体现了高职教育的“技能型”,使学生为将来的职业生涯打下坚实的基础。实训者应做到如下几点。

(1) 在本课程的实训期间,实训者应准备一本编有页码的实训记录本,用来忠实地、完整地记录实训过程、测量数据及有关资料。不得使用单页纸或活页本,以免相关数据的丢失。

(2) 实训前,应充分预习相关实训的原理、步骤和仪器的使用方法。在实训记录本上拟订好操作步骤、画好记录数据的表格;搞懂实训注意事项是较好完成实训项目的关键;并将思考题搞明白。

(3) 实训中,整个过程应紧张而有秩序地进行。首先应仔细观察,认真思考,如实地记录测量数据和各种现象,注意记录的原始数据不得随意涂改,若确实需要废弃某些记录的数据,则可在其上面画一道线;其次要始终保持实训场所的整齐、清洁和安静;第三要十分爱护每台贵重仪器,进入实训室后不要随意乱拨仪器的旋钮,要在教师指导下进行仪器操作,严防损坏仪器或发生其他事故。

(4) 实训后,应及时写出实训报告。报告要求简明扼要,整洁不潦草,图表清晰,所列实验数据和结论要条理清楚、合乎逻辑。其内容应包括:

- ① 实训题目、完成日期、参与实训者姓名;
- ② 实训目的、简要原理、所用仪器及主要步骤;
- ③ 实训所得数据及计算结果,并加以分析、讨论。

二、实训中测量值的读取

所谓“仪器分析”就是把物质有关的原始信号(如浓度、质量)通过仪器设备转成电信号,经放大后在仪表上通过指针指示出来,或者通过记录式显示仪表在记录纸上用笔的位移显示出来,或者用数字直接显示。在实训过程中,为保证测量的准确性,对显示出的信号必须正确读数。

对于指针式仪表,读数时应把眼睛的视线通过指针与表盘的刻度线垂直,读取指针所对准的刻度值,若有的表头附有镜面,则读数时只要把指针与镜面内的针影相重合即可读

数；对于记录式显示仪表（如记录仪），则是通过记录笔的线位移记录下信号大小的，信号数值可从记录纸上的印格读出，也可用米尺测量、读取。记录读数结果时，应根据显示仪表刻度记录所显示的全部有效数字。

三、实训中测量值的可靠性

在分析测试中，即使是很熟练的分析工作者，采用最完善的分析方法和最精密的仪器，对同一个样品在相同的条件下进行多次平行测量，其结果也不会完全一样。这充分说明所有测量结果都具有误差。测量的误差愈大，结果愈不可靠；误差愈小，结果的可靠性就愈大。很大的测量误差，会使结论毫无科学价值，甚至导致错误的结论。因此，对测量结果一定要进行可靠性判断，并设法提高结果的可靠性。

（一）误差的类型

1. 系统误差

在同一测量条件下，多次重复测量同一量时，测量误差的绝对值和符号都保持不变；或在测量条件改变时，按一定规律变化的误差，称为系统误差。它具有单向性、重现性和可测性的特点。系统误差反映了多次测量值偏离真值的程度。系统误差是由固定不变的或按确定规律变化的因素造成的，这些因素主要有以下几个方面。

（1）仪器误差 由测量仪器、装置不完善而产生的误差。例如，由于天平砝码质量、容量仪器体积或仪表刻度等不准确的因素引起。另外，长期使用后的仪器没有及时校正，或没有调整到理想状态也是引起仪器误差的原因。

（2）方法误差 由实验方法本身或理论不完善而导致的误差。例如，称量分析中由于沉淀的溶解损失或吸附某些杂质而产生的误差；滴定分析中由于指示剂的选择不够恰当，使指示剂的变色点与化学计量点不相符而造成的误差等。这些都系统地影响测量结果，使其偏高或偏低。

（3）试剂误差 是由于实验时所使用的试剂或蒸馏水不纯而造成的。例如，试剂或蒸馏水中含有被测组分或干扰物质等。

（4）操作误差 是由于操作人员主观原因造成的。例如，分析人员在辨别终点颜色时偏深或偏浅，读取刻度值时偏高或偏低等。

2. 偶然误差

偶然误差也叫随机误差，是指测量值受各种因素的随机变动而引起的误差。例如，测量时环境温度、湿度和气压的微小波动，仪器性能的微小变化等，都将使分析结果在一定范围内波动，而造成误差。由于偶然误差的形成取决于测量过程中一系列偶然因素，其大小和方向都不固定，因此无法测量，也不可能校正。偶然误差难以察觉，也难以控制，是客观存在的，也是不可避免的。

偶然误差似乎很不规律，但消除系统误差后，在同样条件下进行多次测量，实验的偶然误差服从正态分布规律。实验表明，通过增加平行测量的次数，偶然误差可随着测量次数的增加而迅速减小。

3. 过失误差

这是由于实验过程中犯了某种不应有的错误所引起的，如标度看错、记录写错、计算弄错等。此类误差无规则可寻，只要多方警惕，细心操作，过失误差是可以完全避免的。

发生这类差错的实验结果必须给予删除。

(二) 准确度与精密度

准确度是指测量值 (x) 与真值 (μ) 之间一致的程度, 用误差 (E) 表示。误差值越小, 说明测量值与真值越接近, 准确度就越高。精密度是指用相同的方法对同一个试样平行测量多次, 得到的结果间相互接近的程度, 以偏差来衡量其好坏。偏差值越小, 说明多次测量值之间就越接近, 精密度就越高。值得注意的是: 精密度高, 准确度不一定好; 若准确度好, 精密度一定高。为了提高分析结果的精密度, 必须减小分析过程中的误差, 其方法主要有如下几种。

1. 选择合适的分析方法

各种分析方法的准确度和灵敏度是不相同的, 根据试样中待测组分的含量选择分析方法。一般说来, 高含量组分用滴定分析或重量分析法, 低含量组分用仪器分析法。重量分析和滴定分析灵敏度虽不高, 但对于高含量组分的测量, 能获得比较准确的结果, 相对误差一般是千分之几。例如, 用 $K_2Cr_2O_7$ 滴定法测量铁的含量为 40.20%, 若该方法的相对误差为 0.2%, 则铁的含量范围是 40.12%~40.28%, 该试样如果用直接比色法进行测量, 由于方法的相对误差约 2%, 故测得铁的范围在 39.4%~41.0%, 误差显然大得多。相反, 对于低含量的组分, 重量法和滴定法的灵敏度一般达不到, 而一般仪器分析法的灵敏度较高, 但相对误差较大, 不过对于低含量组分的测量, 因允许有较大的相对误差, 所以这时采用仪器分析方法比较合适。

2. 减小测量误差

任何分析方法都离不开测量, 为了保证分析结果的准确度, 必须尽量减少测量误差。例如, 在重量分析中, 测量步骤是称量, 这时就应设法减小称量误差, 一般分析天平的称量误差为 $\pm 0.0002\text{g}$, 为了使测量时的相对误差在 0.1% 以下, 试样质量就不能太小, 从相对误差的计算中可得到试样质量必须在 0.2 g 以上; 滴定管读数常有 $\pm 0.01\text{mL}$ 的误差, 在一次滴定中读数两次, 可能造成 $\pm 0.02\text{mL}$ 的误差。为使测量时的相对误差小于 0.1%, 消耗滴定剂的体积必须在 20 mL 以上, 最好使体积在 25 mL 左右, 一般在 20~30 mL。

3. 减小偶然误差

在消除系统误差的前提下, 平行测量次数愈多, 平均值愈接近真值。因此, 增加测量次数可以减少偶然误差。在一般化学分析中, 对于同一试样, 通常要求平行测量 3~5 次, 以获得较准确的分析结果。虽然增加测量次数可获得更为准确的结果, 但耗时太多, 分析工作中也需要从实际情况出发, 选择恰当的测量次数。

4. 消除系统误差

由于系统误差是由某种固定的原因造成的, 因而找出这一原因, 就可以消除系统误差。找出系统误差的来源有下列几种方法。

(1) 对照试验 用一分析方法测量某标准试样或纯物质, 并将结果与标准值或纯物质的理论值相对照; 亦可用该方法与标准方法或公认的经典方法同时测量某一试样, 并对结果进行显著性检验, 如果经判断确定两种方法之间有系统误差存在, 则需找出原因并予以校正。

(2) 空白试验 在不加试样的情况下, 按照与试样完全相同的条件和操作方法进行试

验, 所得的结果称为空白值, 从试样结果中扣除空白值就起到了校正误差的作用。空白试验的作用是检验和消除由试剂、溶剂和分析仪器中某些杂质所引起的系统误差。空白值一般较小, 经扣除后可以得到比较准确的测量结果。

(3) 校准仪器 仪器不准确引起的系统误差, 通过校准仪器来减小其影响。例如砝码、移液管和滴定管等, 在精确的分析中, 必须进行校准, 并在计算结果时采用校正值。

(4) 校正方法误差 某些分析方法的系统误差可用其他方法直接校正。例如, 用重量法测量试样中高含量的 SiO_2 , 因硅酸盐沉淀不完全而使测量结果偏低, 可用光度法测量滤液中少量的硅, 而后将分析结果相加。

提高测量值的精密度是考察结果可靠性的一个重要指标。虽然偶然误差的因素无法控制, 但它服从统计规律。增加测量次数, 在某种程度上可以将误差减少, 提高精密度。当然, 仔细的操作, 使仪器处于最佳工作状态, 正确地存放试样及取样, 都将有助于精密度的提高。

(三) 精密度的表示

对于次数有限 ($n < 20$) 的测量, 常用以下几种方法表示精密度。

1. 极差 R

极差也叫范围误差, 是指一组测量数据中最大值 ($x_{\max}$) 和最小值 ($x_{\min}$) 之差, 它表示测量误差的范围。

$$R = x_{\max} - x_{\min} \quad (1-1)$$

极差因为没有利用测量的全部数据, 所以精确性较差, 但是计算简便, 因此常应用于快速分析中。

2. 平均偏差 $\bar{d}$ 和标准偏差 S

平均偏差指各个测量值的绝对偏差的绝对值的平均值, 即

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \cdots + |d_n|}{n} = \frac{\sum |d_i|}{n} \quad (1-2)$$

对有限次测量而言, 标准偏差 (S) 定义为:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n-1}} \quad (1-3)$$

式中, x_i 为测量值; $\bar{x}$ 为测量平均值; n 为测量次数; d_i 为每次测量的偏差。

平均偏差的缺点是无法表示出各测量值之间彼此符合的情况。例如, 有两组测量值分别为甲组: 2.9, 2.9, 3.0, 3.1, 3.1; 乙组: 2.8, 3.0, 3.0, 3.0, 3.2。在甲组测量值中偏差相互接近, 而乙组中则有大有小, 它们的平均偏差完全相同, 但标准偏差不一样, 表明这两组数据的离散程度不同。由此可见, 标准偏差 (S) 比平均偏差 ($\bar{d}$) 能更好地反映一组数据精密度的好坏。

3. 相对标准偏差 RSD

相对标准偏差又叫变异系数, 是指标准偏差 (S) 与测量结果平均值 ($\bar{x}$) 的比值, 即

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-4)$$

相对标准偏差能把标准偏差与所测的量联系起来,故在估计测量值的离散程度上,用变异系数取代相对平均偏差更合适。

四、实训数据处理及实验结果的表达

科学实验数据与分析结果的表示法主要有列表法、图解法和数学方程法。现简述如下。

(一) 列表法

将实验数据按自变量和因变量的关系,以一定的顺序列出数据表,即为列表法。列表法具有直观、简明、易于参考比较的特点,记录实验数据多用此法。

列表法需注意:列表需扼要地标明表名;表格设计要力求简明扼要、一目了然,便于阅读和使用;表头应列出物理量的名称、符号和计算单位,符号与计量单位之间用斜线“/”隔开;行首或列首应写上名称及量纲;记录、计算项目要满足实验需要,如原始数据记录表格上方要列出实验装置的几何参数以及平均水温等常数项;注意有效数字位数,即记录的数字应与测量仪表的准确度相匹配,不可过多或过少。此外,书写时应整齐统一,小数点要上下对齐,方便数据的比较分析。

(二) 图解法

实验数据图解法就是将整理得到的实验数据或结果标绘成描述因变量和自变量的依从关系的曲线图。该法可使测量数据间的关系表达得更为直观,能清楚地显示出数据的变化规律:极大、极小、转折点、周期性、变化速率和其他特性;准确的图形还可以在不知数学表达式的情况下进行微积分运算。例如,用滴定曲线的转折点(一次微商的极大)求电位滴定的终点以及用图解积分法求色谱峰面积等。因此,图解法应用广泛。实验结果处理中,图解法应遵循以下几个原则。

1. 坐标纸的选择

作图首先要选择坐标纸。坐标纸分为直角坐标纸、单对数或对数坐标纸、三角坐标纸和极坐标纸等几种。其中最常用的是直角坐标纸;若一个坐标是测量值的对数,则要用单对数坐标纸,如直接电位法中电位与浓度曲线的绘制;若两个坐标都是测量值的对数,则要用双对数坐标纸,如电位法中连续标加法用特殊的格氏(Gran)图纸来作图求解。

2. 坐标标度的选择

(1) 习惯上横坐标表示自变量,纵坐标表示因变量。

(2) 要能表示全部有效数字。

(3) 坐标轴上每小格的数值,应方便易读,且每小格所代表的变量应为1、2、5的整数倍为好,不应为3、7、9的整数倍。

(4) 坐标的起点不一定是零,而从略低于最小测量值的整数开始,可使坐标纸利用更充分,作图更紧凑,读数更精确。

(5) 直角坐标的两个变量全部变化范围在两轴上表示的长度要相近,以便正确反映图形特征,坐标标度的选择应使直线与 x 轴成 45° 夹角。

3. 图纸的标绘

(1) 各坐标轴应标明其变量名称及单位, 并每隔一定距离标明变量的分度值, 注意标记分度值的有效数字应与测量数据相同。

(2) 标绘数据点时, 可用符号代表, 如用 $\odot$, 它的中心点代表测得的数据值, 圆的半径代表测量的精密度。若在同一张坐标纸上同时标绘几组测量值, 则各组要用不同符号表示, 如 $\cdot$ 、 $\oplus$ 、 $\times$ 、 $\odot$ 、 $\triangle$ 等, 并在图上对这些符号进行说明。

(3) 绘图时, 若两个量成线性关系时, 按点的分布作一直线, 所绘的直线应尽量接近各点, 但不必通过所有点, 应使数据点均匀分布在线的两旁, 且与曲线的距离应接近相等; 若绘制曲线, 曲线要求光滑均匀, 细而清晰, 可用曲线板绘制, 如有条件鼓励用计算机作图。

(三) 数学方程法

数学方程法是将实验数据绘制成曲线, 与已知的函数关系式的典型曲线(线性方程、幂函数方程、指数函数方程、抛物线函数方程、双曲线函数方程等)进行对照选择, 然后用图解法或者数值方法确定函数式中的各种常数。所得函数表达式是否能准确地反映实验数据所存在的关系, 应通过检验加以确认。其中常用的是直线方程拟合的方法: 直线方程的基本形式是 $y=ax+b$, 直线方程拟合就是根据若干自变量 x 与因变量 y 的实验数据确定 a 和 b 。其中通过最小二乘法确定的系数为:

$$\begin{cases} a = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \\ b = \frac{\sum y_i}{n} - a \frac{\sum x_i}{n} \end{cases} \quad (1-5)$$

目前, 运用计算机将实验数据结果回归为数学方程已成为实验数据处理的主要手段。

五、实训室废弃物的处置

在实训、科学实验、生产实践、检测等的过程中, 不可避免地会产生大量的废液、废气、废物, 即“三废”物质, 如果处置不当, 定会对环境产生危害, 损害人体健康。如, SO_2 、 NO 、 Cl_2 等气体对人的呼吸道有强烈的刺激作用, 对植物也有伤害作用; As 、 Pb 和 Hg 等化合物进入人体后, 不易分解和排出, 长期积累会引起胃疼、皮下出血、肾功能损伤等; 氯仿、四氯化碳等能致肝癌; 多环芳烃能致膀胱癌和皮肤癌; 某些铬的化合物触及皮肤会引起其溃烂不止等。为此我国出台了《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》、《中华人民共和国水污染防治法》等相关法律、法规。因此学生必须学习处理实训过程中的废弃物的方法, 严格执行老师提出的要求, 防止环境污染, 必须对实训过程中产生的毒害物质进行必要的处理后再排放。

(一) 常用的废液处置方法

1. 酸碱废液采取中和法

酸碱废液都不能直接倒入水槽中, 否则会腐蚀管道。酸性废液宜用适当浓度的碳酸钠或氢氧化钙水溶液中和后, 再用大量水冲稀排放; 碱性废液宜用适当浓度的盐酸溶液中和后, 再用大量水冲稀排放。

2. 含有机物的废液采取萃取法

将与水不互溶但对污染物有良好溶解性的萃取剂加入废水中, 充分混合, 以提取污染

物,从而达到净化废水的目的。例如,含酚废水就可以采用二甲苯作为萃取剂。

3. 含重金属离子的废液采取化学沉淀法

在含有重金属离子的废水溶液中加入某些化学试剂,与其中的污染物发生化学反应,生成沉淀,分离除去。如汞离子、铜离子、铅离子、镍离子等,碱土金属如钙离子、镁离子,以及某些非金属离子如砷离子、硫离子、硼离子等,均可采用此法除之。

化学沉淀法又分为氢氧化物沉淀法、硫化物沉淀法、钡盐沉淀法等。

(二) 常用的废气处理方法

1. 溶液吸收法

指采用适当的液体吸收剂处理气体混合物,除去其中有害气体的方法。常用的液体吸收剂有水、酸性溶液、碱性溶液、氧化剂溶液和有机溶剂。它们可用于净化含有 SO_2 、 NO_2 、 HF 、 SiF_4 、 HCl 、汞蒸气、酸雾、沥青烟和各种含有有机化合物蒸气的废气。

2. 固体吸收法

是将废气与固体吸收剂接触,废气少的污染物吸附在固体表面即被分离出来。它主要用于废气中低浓度的污染物的净化,常用的吸附剂及处理的吸附物质见表 1-1。

表 1-1 常见固体吸附剂及吸附物质

固体吸附剂	吸 附 物 质
活性炭	苯、甲苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、甲醛、汽油、乙酸乙酯、苯乙烯、氯乙烯、恶臭物、 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 CO_2 、 SO_2 、 NO_x 、 CS_2 、 CCl_4 、 CHCl_3 、 CH_2Cl_2
浸渍活性炭	烯烃、胺、酸雾、硫醇、 H_2S 、 Cl_2 、 HF 、 HCl 、 NH_3 、 Hg 、 HCHO 、 CO 、 CO_2 、 SO_2
活性氧化铝	H_2O 、 H_2S 、 SO_2 、 HF
浸渍活性氧化铝	酸雾、 Hg 、 HCl 、 HCHO
硅胶	H_2O 、 NO_x 、 SO_2 、 C_2H_2
分子筛	NO_x 、 H_2O 、 CO_2 、 CS_2 、 SO_2 、 H_2S 、 NH_3 、 C_mH_n 、 CCl_4
焦炭粉粒	沥青烟
白云石粉	沥青烟

(三) 常用的废渣处理方法

固体废渣的处理主要采用掩埋法。有毒的废渣须先经化学处理后深埋在远离居民区的指定地点,以免毒物溶于地下水而混入饮用水中;无毒废渣可直接掩埋,掩埋地点应作记录。此外,对于有毒且不易分解的有机废渣(或废液),可以用专门的焚烧炉进行焚烧处理。

第二篇 仪器分析基础实训

任务一 电位分析法

实训项目一 酸度计性能检测及溶液的 pH 测定

一、实训目的

1. 掌握测定溶液 pH 的原理。
2. 掌握用酸度计测定溶液 pH 的操作。

二、实训原理

将测量电极（玻璃电极）与参比电极（甘汞电极）一起浸在被测溶液中，则组成一个原电池。由于甘汞电极的电极电位不随溶液 pH 变化而改变，所以它们组成的电池的电动势也只随溶液的 pH 而变化。待测溶液 pH 的变化，可以直接表现为它所构成的电池电动势的变化。得知该溶液的电池电动势后，就可以计算出 pH。酸度计的指示装置直接显示的就是 pH。

在 25℃ 时电池电动势为 $E = K + 0.05916 \text{pH}$

常数 K 值很难确定，实际测量中，采用已知标准缓冲溶液定位，运用两次测量法，以抵消电池电动势中的 K 值，从而直接读出被测溶液的 pH。

$$\text{pH}_x = \text{pH}_s - \frac{E_s - E_x}{0.05916}$$

目前常用的 pH 标准溶液体系在各个温度下的 pH 见表 2-1。

表 2-1 不同温度下的 pH 标准缓冲溶液的 pH

温度/℃	0.05mol · L ⁻¹ 邻苯二甲酸氢钾	0.025mol · L ⁻¹ 磷酸二氢钾 0.025mol · L ⁻¹ 磷酸氢二钠	0.01mol · L ⁻¹ 硼砂
0	4.01	6.98	9.46
5	4.00	6.95	9.39
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.28
20	4.00	6.88	9.23
25	4.00	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.10

三、仪器与试剂

1. 仪器

精密 pH，pH 复合电极（或使用 pH 玻璃电极和饱和甘汞电极），烧杯。

2. 试剂

pH=4.00 的标准缓冲溶液, pH=6.86 的标准缓冲溶液, pH=9.18 的标准缓冲溶液, pH 未知溶液, 广泛 pH 试纸。

四、操作步骤

1. 仪器的安装

首先阅读仪器使用说明书, 接通电源, 安装电极。

2. 仪器的检测

酸度计在使用前, 需检测其准确度和重复性。选择两种新配制的 pH 差约 3 个单位的标准缓冲溶液 (供试液的 pH 在两者之间), 检测仪器的准确度和重复性总误差。要求准确度和重复性总误差 $\leq \pm 0.1 \text{pH}$, 重复性总误差 $\leq \pm 0.05 \text{pH}$ 。

3. 仪器的校正 (两点校正法)

用广泛 pH 试纸测试待测溶液的 pH 后, 用 pH 相接近的标准缓冲溶液和 pH=6.86 的标准缓冲溶液进行仪器的校正。

4. pH 测定

测量时, 先用蒸馏水冲洗两电极, 用滤纸轻轻吸干电极上残余的溶液, 或用待测液洗电极。然后, 将电极浸入盛有待测溶液的烧杯中, 轻轻摇动烧杯, 使溶液均匀, 按下读数开关, 指针所指的数值即为待测溶液的 pH, 重复几次, 直到数值不变 (数字式 pH 计在约 10s 内数值变化少于 0.01pH 时), 表明已达到稳定读数。测量完毕, 关闭电源, 冲洗电极, 玻璃电极要浸泡在蒸馏水中。

五、注意事项

1. 注意保护电极, 防止损坏或污染。
2. 电极插入溶液后要充分搅拌均匀 (2~3min), 待溶液静止后 (2~3min) 再读数。
3. 复合电极和饱和甘汞电极补充参比补充液, 复合电极的外参比补充液是 $3 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的氯化钾溶液, 饱和甘汞电极的电极补充参比补充液是饱和氯化钾溶液。电极的引出端必须保持干净和干燥, 绝对防止短路。
4. 离子选择性电极使用之前要用蒸馏水浸泡活化。
5. 仪器标定好后, 不能再动定位和斜率旋钮, 否则必须重新标定。

六、数据处理

计算试液 pH 的平均值。

思考题

1. 在测量溶液的 pH 时, 既然有用标准缓冲溶液“校正”这一操作步骤, 为什么在酸度计上还要有温度补偿装置?
2. 测量过程中, 读数前轻摇烧杯起什么作用? 读数时是否还要继续晃动溶液? 为什么?

实训项目二 酸度计测定药物液体制剂 pH

一、实训目的

1. 通过实训, 加深对用 pH 酸度计测定溶液 pH 的原理的理解。

2. 掌握酸度计测定溶液 pH 的方法。

二、实训原理

直接电位法中测定 pH，目前是以玻璃电极为指示电极，将它作为负极，饱和甘汞电极 (SCE) 为参比电极 (正极)，插入溶液中，构成原电池：

$\text{Ag}, \text{AgCl}(\text{s}) | \text{HCl}(0.1 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}) | \text{玻璃膜} | \text{试样溶液} || \text{KCl}(\text{饱和}) | \text{Hg}_2\text{Cl}_2(\text{s}), \text{Hg}$
该电池的电动势为：

$$\begin{aligned} E &= \varphi_+ - \varphi_- = \varphi_{\text{SCE}} - \varphi_{\text{玻璃}} \\ &= \varphi_{\text{SCE}} - \left(K_{\text{玻}} - \frac{2.303RT}{F} \text{pH} \right) \\ &= E_{\text{SCE}} - K_{\text{玻}} + \frac{2.303RT}{F} \text{pH} \\ &= K + \frac{2.303RT}{F} \text{pH} \\ &= K + 0.05916 \text{pH} (25^\circ\text{C}) \end{aligned}$$

上式表明，测得电池电动势 (E) 与溶液的 pH 呈线性关系，其斜率为 $\frac{2.303RT}{F}$ ，该值随温度的改变而改变，因此 pH 酸度计上都设有温度调节钮来调整温度。在实际工作中，由于 K 值受不对称电位的影响，其值不易准确求得，故用酸度计测量 pH，往往采用两次测量法。即先用标准缓冲溶液来校正 pH 酸度计 (即定位)，则

$$E_s = K + \frac{2.303RT}{F} \text{pH}_s$$

$$E_x = K + \frac{2.303RT}{F} \text{pH}_x$$

两式相减，得： $E_s - E_x = \frac{2.303RT}{F} (\text{pH}_s - \text{pH}_x)$

$$\text{pH}_x = \text{pH}_s + \frac{E_s - E_x}{2.303RT/F}$$

在校正时，应选用与被测溶液的 pH 接近的标准缓冲溶液，以减少测定过程中由于残余液接电位而引起的误差。有些玻璃电极或酸度计的性能可能有缺陷，测定溶液 pH 前，要用两种不同 pH 的缓冲溶液进行校正，在用一种 pH 的缓冲溶液定位后，测定相差约 3pH 单位的另一缓冲溶液的 pH 时，误差应在 $\pm 0.1 \text{pH}$ 之内。

应用校正过的酸度计，就可直接测量待测溶液的 pH。

三、仪器与试剂

1. 仪器

pHS-25 型酸度计 (或其他类型酸度计)，E-201-C 型 pH 复合电极，塑料烧杯或玻璃烧杯 (25~50mL)。

2. 试剂

邻苯二甲酸钾标准缓冲溶液 ($0.05 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)，混合磷酸盐标准缓冲溶液，注射用葡萄糖溶液和生理盐水。

四、操作步骤

1. 按照所使用的酸度计说明书的操作方法进行安装和操作。