



普通高等教育“十二五”规划教材——化学化工类
PUTONG GAODENG JIAOYU SHIERWU GUIHUA JIAOCAI HUAXUE HUAGONG LEI

仪器 分析实验

YIQI FENXI SHIYAN

主审 陈 渊

主编 曾楚杰 罗志辉



西北工业大学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材——化学化工类

仪器 分析实验

主 审 ○ 陈 渊

主 编 ○ 曾楚杰 罗志辉

副主编 ○ 李 夏 刘荣军 周 能

韦庆敏 张 培 李家贵

罗济文

西南交通大学出版社
· 成 都 ·

图书在版编目 (C I P) 数据

仪器分析实验 / 曾楚杰, 罗志辉主编. — 成都:
西南交通大学出版社, 2015.8
普通高等教育“十二五”规划教材. 化学化工类
ISBN 978-7-5643-4099-5

I. ①仪… II. ①曾… ②罗… III. ①仪器分析—实
验—高等学校—教材 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 180854 号

普通高等教育“十二五”规划教材——化学化工类

仪器分析实验

主编 曾楚杰 罗志辉

责任编辑	牛 君
封面设计	何东琳设计工作室
出版发行	西南交通大学出版社 (四川省成都市金牛区交大路 146 号)
发行部电话	028-87600564 028-87600533
邮政编码	610031
网 址	http://www.xnjdcbs.com
印 刷	成都蓉军广告印务有限责任公司
成品尺寸	185 mm × 260 mm
印 张	7.25
字 数	171 千
版 次	2015 年 8 月第 1 版
印 次	2015 年 8 月第 1 次
书 号	ISBN 978-7-5643-4099-5
定 价	22.00 元

课件咨询电话: 028-87600533

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

前 言

本书是为高等院校化学、化工、环境、应用化学、材料化学、食品等专业编写的仪器分析实验教材。全书共七章,涵盖 34 个教学实验,内容包括紫外-可见吸收光谱、红外吸收光谱、分子荧光光谱、原子吸收光谱、原子发射光谱、原子荧光光谱、气相色谱、气相色谱-质谱联用、高效液相色谱、高效毛细管电泳、伏安法与极谱法、核磁共振、扫描电镜、X 射线衍射和热分析等内容,每一种分法方法重点介绍其基本原理、仪器构造、操作说明以及学生实验内容。

本书在内容上注重结合我国仪器分析的现状,力求反映当前国内外仪器分析的发展趋势,突出仪器分析实验的特点,所述内容较详细,理论知识与操作技能并重,并附有操作插图。很多仪器的使用都是结合我校现有的实验平台编写的,结合学生使用实际,注重实用性。由于全国不同类高校的教学情况差异较大,选用者在选用本书时可根据各自的特点予以侧重。

本书由玉林师范学院主编。具体编写分工如下:曾楚杰(第一章,第二章第四、第六节)、罗志辉(第三章第二节、第四章第一节)、李夏、陈渊(第二章第一节)、刘荣军(第二章第三节、第五章)、周能(第三章第一、第三节)、韦庆敏(第二章第二节)、张培(第六、第七章)、李家贵(第二章第五节)、罗济文(第四章第二节)。

本书可以作为高等院校化学及相关专业本科生的实验教材,也可作为科研工作者和技术人员的参考用书。

由于编者水平有限,编写时间仓促,书中疏漏和不足之处在所难免,望同行和读者批评指正。

编 者

2015 年 6 月

目 录

第一章 绪 论	1
第二章 光谱法实验	3
第一节 紫外-可见吸收光谱法	3
实验 2-1 紫外吸收光谱法测定水中总酚的含量	3
实验 2-2 紫外-可见分光光度法测定维生素 B ₂ 的含量	6
实验 2-3 紫外分光光度法测定鱼肝油中维生素 A 的含量	8
实验 2-4 粉末样品的紫外漫反射光谱 (UV-Vis) 测定	11
第二节 红外吸收光谱法	14
实验 2-5 苯甲酸红外吸收光谱的测定——KBr 晶体压片法制样	14
实验 2-6 食品包装袋红外光谱的测定及结构分析	17
实验 2-7 液体样品红外吸收光谱的测定及结构分析	19
第三节 分子荧光光谱法	21
实验 2-8 分子荧光光度法测定荧光素钠的含量	21
实验 2-9 荧光分光光度法测定维生素 B ₂ (核黄素) 的含量	23
实验 2-10 荧光淬灭法测定食品中硼砂的残留量	25
第四节 原子吸收光谱法	27
实验 2-11 火焰原子吸收光谱法测定铅含量	27
实验 2-12 氢化物发生-火焰原子吸收光谱法测定砷含量	30
实验 2-13 石墨炉原子吸收光谱法测定水样中的钴含量	32
第五节 原子发射光谱法	34
实验 2-14 MPT 原子发射光谱法测定水中的钙、镁离子	34
实验 2-15 原子发射光谱定性、半定量分析	40
第六节 原子荧光光谱法	44
实验 2-16 氢化物发生-冷原子荧光光谱法测定汞的含量	44
实验 2-17 氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷的含量	47

第三章 色谱分析法实验	49
第一节 气相色谱	49
实验 3-1 气相色谱法分离乙酸乙酯、乙酸和乙醇	49
实验 3-2 气相色谱法测定食品中的苯甲酸钠含量	51
第二节 气相色谱-质谱联用	54
实验 3-3 气相色谱-质谱联用检测绿茶中的咖啡因	54
第三节 高效液相色谱	56
实验 3-4 高效液相色谱法基本训练	56
实验 3-5 高效液相色谱法测定阿司匹林的含量	71
第四章 电化学分析法实验	73
第一节 高效毛细管电泳	73
实验 4-1 高效毛细管电泳分析雪碧中的邻苯二甲酸钠、苯甲酸	73
实验 4-2 高效毛细管电泳用于检测中药枸杞中的果糖和葡萄糖	76
第二节 伏安法与极谱法	78
实验 4-3 线性扫描极谱法测定水样中的镉含量	78
实验 4-4 微分脉冲极谱法测定果汁中维生素 C 的含量	81
实验 4-5 循环伏安法测定电极反应参数	84
实验 4-6 阳极溶出伏安法同时测定铅和镉	88
第五章 核磁共振波谱法实验	91
实验 5-1 核磁共振氢谱实验	91
实验 5-2 核磁共振碳谱实验	94
第六章 扫描电镜与 X 射线衍射分析实验	96
第一节 扫描电镜	96
实验 6-1 扫描电镜分析实验	96
第二节 X 射线衍射分析法	100
实验 6-2 X 射线粉末衍射实验	100
实验 6-3 X 射线粉末衍射法物相分析	103
第七章 热分析法	106
实验 7-1 综合热分析仪实验	106
参考文献	109

第一章 绪论

一、仪器分析实验的目的

仪器分析是一门以实验为主的学科，作为现代分析测试的主要手段，在许多领域得到日益广泛的应用，为各行业的科研和生产提供了大量的诸如物质组成、结构以至微区内元素的空间分布状态等方面的信息，所以，“仪器分析”课已成为高等学校许多专业的重要课程之一。仪器分析实验的目的是通过实验教学，包括严格的基本操作训练、实验方案设计、实验数据处理、图谱分析、实验结果的表述以及问题分析等，使学生掌握各类分析仪器的原理、结构及其各主要部件的功能和操作技能，了解各种仪器分析技术在科学研究和生产领域的应用，培养学生理论联系实际、解决实际问题的能力，良好的科学作风和独立的科研能力。这些都是化学工作者和科技人员应该具备的基本素质，通过实验对学生进行素质培养，因此我们应足够重视仪器分析实验的教学。

二、仪器分析实验的基本要求

(1) 学生在实验之前，必须认真预习，仔细阅读仪器分析实验内容，弄清楚所做实验的原理、方法、实验步骤等，在实验报告本上完成预习报告，内容包括实验目的、实验原理、仪器和试剂、简单的实验步骤。上课前教师要认真检查学生的预习报告。

(2) 爱护仪器设备，对不熟悉的仪器设备应该仔细阅读仪器的操作规程，在老师的指导下操作仪器，未经许可不得随意启动仪器。

(3) 实验室内要保持安静，不许喧哗和吵闹，不许做与实验无关的事情，不许随意离开操作的仪器设备。遵守实验室的安全规则，做完实验后所用的实验仪器和设备要放回原处。保持实验室干净卫生，废液只能倒在废液池中。

(4) 在实验过程中，要正确操作、仔细观察、认真记录、周密思考，边做实验边在实验报告本上记录实验数据。原始数据的记录要真实、详细、清楚。实验结束后，要把实验中用过的试剂收好，仪器清洗干净，整理好实验台，关好门、窗、水和电，等老师确认后方能离开。

三、仪器分析实验报告的撰写

做完仪器分析实验后要及时撰写实验报告，实验报告是整个实验过程的一个重要环节。实验报告应该包括：实验名称、实验日期、实验人、同组者、实验地点、实验性质、实验学时、实验内容、实验目的、实验原理、实验仪器和试剂、实验步骤、实验数据处理、分析与讨论、思考题。实验报告用正规的报告纸书写，应该字迹端正、整齐清楚、内容完整。实验数据要真实，分析处理过程翔实，不得抄袭他人。对实验现象和结果中出现的异常要仔细分析，找出原因，提出改进措施。

第二章 光谱法实验

第一节 紫外-可见吸收光谱法

实验 2-1 紫外吸收光谱法测定水中总酚的含量

一、实验目的

- (1) 学会使用紫外分光光度计。
- (2) 掌握紫外吸收光谱曲线的测定、波长选择以及标准曲线的绘制。

二、实验原理

具有不饱和结构的有机化合物，特别是芳香族化合物，在近紫外区 200~400 nm 有特征吸收。以同一个水样酸化后作为参比液，碱化后作为测定液，用 1 cm 石英比色皿在 287.00 nm 处可测定含酚量较高的水样中总酚的含量。

三、仪器和试剂

1. 仪 器

TU-1901 双光束紫外-可见分光光度计 (附 1 cm 石英比色皿 1 套); 移液管, 2 mL, 1 支; 容量瓶, 10 mL, 若干只。

2. 试 剂

- (1) 0.05 mol/L NaOH 水溶液; 0.002 5 mol/L HCl 水溶液。
- (2) 0.250 mg · L⁻¹ 苯酚标准溶液: 准确称量 25.0 mg 分析纯苯酚, 用少量不含酚蒸馏

水溶解，移入 100 mL 容量瓶中，定容至刻度，混匀。

四、实验步骤

1. 开 机

仪器完成自检后，选择吸光度“ A ”。将波长设定在待测范围内，预热 20 min。

2. 测定吸收光谱，选择测量波长

(1) 用移液管移取 0.8 mL 0.250 mg/L 苯酚标准溶液 2 份，分别放入 10 mL 容量瓶中，并分别用 0.05 mol/L NaOH 和 0.002 5 mol/L HCl 溶液稀释至 10 mL，摇匀。

(2) 以酸性标样为参比，按“100% T ”，自动调至 $A = 0.000$ 。以碱性标样为测定样，用 1 cm 石英比色皿，在波长 280~320 nm 内测定各点的吸光度，并记录。以吸光度为纵坐标、波长为横坐标绘制吸收光谱，选择最大吸收波长为以下实验操作的测量波长。

3. 绘制标准曲线

用移液管分别吸取 0.00, 0.40, 0.80, 1.20, 1.60, 2.00 mL 0.250 mg/L 苯酚标准溶液各 2 份，分别放入 10 mL 容量瓶中（编号）并用 0.05 mol/L NaOH 和 0.002 5 mol/L HCl 溶液稀释至 10 mL，摇匀。此苯酚系列标准溶液对应的浓度为 0.00, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50 $\mu\text{g/L}$ 。同样以酸性标样为参比，碱性标样为测定样，在选定的测量波长处测定各自的吸光度，作记录。以苯酚标准溶液的浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标、对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

4. 水样的测定

取含酚水样 2 份，一份酸化水样为参比，另一份碱化水样为测定样，在选定波长处测定吸光度，然后在标准曲线上查出对应水样中的总酚含量（ $\mu\text{g/L}$ ）。

五、结果与讨论

(1) 记录各步测量数据。

(2) 绘制吸收光谱曲线，并选择测量波长。

(3) 绘制标准曲线，并由曲线上查得的数据求算水样中总酚的含量（ $\mu\text{g/L}$ ）。

六、注意事项

(1) 测定吸收光谱时，在 280~290 nm 内间隔 2 nm 或 1 nm，在 290 nm 后可间隔 5 nm；每改变一次波长，都应该用参比溶液调“100% T ”为 100， A 为 0.00。

- (2) 试样和标准溶液的测定条件应保持一致。
- (3) 小心不要打破石英比色皿；比色皿光学玻璃面要用镜头纸擦拭。
- (4) 绘制吸收曲线或标准曲线应使用方格坐标纸或 origin 作图软件。

七、思考题

本实验中为什么使用石英比色皿，而不能使用玻璃比色皿？

实验 2-2 紫外-可见分光光度法测定维生素 B₂ 的含量

一、实验目的

- (1) 维生素 B₂ 的紫外-可见光谱图的测绘。
- (2) 根据 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 444 nm 文献值 323 求取样品中维生素 B₂ 的含量。
- (3) 用标准曲线法求取样品中维生素 B₂ 的含量。
- (4) 比较两种方法的误差来源。

二、实验原理

维生素 B₂ 通常指核黄素。维生素 B₂ 在 224, 267, 375, 444 nm 处具有吸收峰。一般取 444 nm 的波峰为定量吸收峰, 除了用一般的工作曲线法外, 还可按 C₁₇H₂₀N₄O₆ 的吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 444 nm) 为 323 计算, 求取样品中维生素 B₂ 的含量。

三、仪器和试剂

1. 仪 器

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计。

2. 试 剂

冰醋酸 (AR)、1 mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液 (AR)、0.3 mg · mL⁻¹ 维生素 B₂ 标准试剂、药片 (含维生素 B₂ 片)。

四、实验步骤

(1) 取待测片剂 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量 (约含维生素 B₂ 10 mg), 置于 1 000 mL 容量瓶中, 加冰醋酸 5 mL、水 100 mL, 置水浴 (100 °C) 加热 1 h, 不时摇振, 使维生素 B₂ 溶解, 加水稀释, 冷却后加 1 mol · L⁻¹ 氢氧化钠溶液 30 mL。用水稀释至刻度, 摇匀, 过滤; 弃去初滤液, 取续滤液, 在 444 nm 波长处测定吸收度, 按 C₁₇H₂₀N₄O₆ 的吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 444 nm) 为 323 计算。

(2) 用移液管分别吸取 2, 4, 5, 6, 8 mL 维生素 B₂ 标准试剂 ($0.3 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) 于 5 个 100 mL 容量瓶中, 加水定容至刻度, 摇匀。用紫外分光光度计分别测量 5 个容量瓶中的维生素 B₂ 稀释液, 得到 5 个吸收度数值 A_{444} 。以维生素 B₂ 稀释液浓度为横坐标、 A_{444} 为纵坐标, 绘制的标准曲线。然后测出待测液的吸收度数值, 在标准曲线上找到相应的浓度数值即可。

五、思考题

- (1) 本方法要求在避光下进行, 试述理由。
- (2) 当吸收度为何值时, 浓度测量的相对误差最小?
- (3) 如何选择参比溶液? 基本原则是什么?
- (4) 比较两种定量方法, 探求其产生误差的原因。
- (5) 本实验中一般选取 445 nm 左右的波峰为维生素 B₂ 的定量吸收峰, 为什么?

实验 2-3 紫外分光光度法测定鱼肝油中维生素 A 的含量

一、实验目的

- (1) 学会使用紫外分光光度计。
- (2) 掌握实际样品测试前的处理方法。
- (3) 掌握标准曲线的绘制及用标准曲线法求取样品中维生素 A 含量的方法。

二、实验原理

维生素 A 的异丙醇溶液在 325 nm 波长处有最大吸收峰，其吸光度与维生素 A 的含量成正比。

三、仪器和试剂

1. 仪 器

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计。

2. 试 剂

(1) 维生素 A 标准溶液：视黄醇 85% (或乙酸视黄醇酯 90%) 经皂化处理后使用。称取一定量的标准品，用脱醛乙醇溶解，使其浓度大约为 1 mg/mL。临用前需进行标定。取标定后的维生素 A 标准溶液配制成 10 IU/mL (1IU = 0.300 μg 结晶视黄醇) 的标准使用液。

标定：取维生素 A 溶液若干微升，用脱醛乙醇稀释至 3.00 mL，在 325 nm 处测定吸光度，用此吸光度计算出维生素 A 的浓度。

$$C = \frac{A}{E} \times \frac{1}{100} \times \frac{3.00}{V \times 10}$$

式中 C——维生素 A 的浓度，g/mL；

A——维生素 A 的平均吸光度；

V——加入维生素 A 溶液的体积 μL；

E——1%维生素 A 的比吸光系数。

(2) 无水脱醛乙醇：取 2 g 硝酸银溶入少量水中。取 4 g 氢氧化钠溶于温乙醇中。将两者倾入盛有 1 L 乙醇的试剂瓶中，振摇后，暗处放置 2 d (不时摇动促进反应)。取上层清

液蒸馏，弃去初馏液 50 mL，余下的馏液备用。

(3) 酚酞：用 95%乙醇配制成 1%的溶液。

(4) 氢氧化钾溶液：1:1、0.5 mol/L；

(5) 无水乙醚：不含过氧化物；

(6) 异丙醇。

四、实验步骤

1. 样品处理

(1) 皂化：称取 0.5~5 g 充分混匀的鱼肝油于三角瓶中，加入 10 mL 1:1 氢氧化钾溶液及 20~40 mL 乙醇，在电热板上回流 30 min。加入 10 mL 水，稍稍振摇，若有浑浊现象，表示皂化完全。

(2) 提取：将皂化液移入分液漏斗，先用 30 mL 水分 2 次洗涤皂化瓶（若有渣，可用脱脂棉过滤），再用 50 mL 乙醚分 2 次洗涤皂化瓶，所有洗液并入分液漏斗中，振摇 2 min（注意放气），静置分层后，水层放入第二个分液漏斗。皂化瓶再用 30 mL 乙醚分 2 次洗涤，洗液倒入第二个分液漏斗，振摇后静置分层，将水层放入第三个分液漏斗，醚层并入第一个分液漏斗。重复上述操作 3 次。

(3) 洗涤：向第一个分液漏斗的醚液中加入 30 mL 水，轻轻振摇，静置分层后放出水层。再加 15~20 mL 0.5 mol/L 的氢氧化钾溶液，轻轻振摇，静置分层后放出碱液。再用水同样操作至洗液不使酚酞变红为止。醚液静置 10~20 min 后，小心放掉析出的水。

(4) 浓缩：将醚液经过无水硫酸钠滤入三角瓶中，再用约 25 mL 乙醚洗涤分液漏斗和硫酸钠 2 次，洗液并入三角瓶中。用水浴蒸馏回收乙醚，待瓶中剩余约 5 mL 乙醚时取下减压抽干，立即用异丙醇溶解并移入 50 mL 容量瓶中，用异丙醇定容。

2. 绘制标准曲线

分别取维生素 A 标准使用液 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 于 10 mL 容量瓶中，用异丙醇定容。以零管调零，于紫外分光光度计上在 325 nm 处分别测定吸光度。以维生素 A 的浓度为横坐标、相应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

3. 样品测定

取浓缩后的定容液于紫外分光光度计上在 325 nm 处测定吸光度；根据此吸光度从标准曲线上查出维生素 A 的含量。

五、数据处理

$$\text{维生素 A 含量 (IU/100 g)} = \frac{C \times V}{m} \times 100$$

式中 C ——测出的样品浓缩后定容液的维生素 A 含量, IU/mL;

V ——浓缩后定容液的体积, mL;

m ——样品的质量, g。

六、注意事项

(1) 测定过程始终在半暗室且基本恒温下进行, 避免样品变化与损失。

(2) 环己烷、异丙醇溶剂要重蒸馏, 弃去首尾 5% 的馏分, 取其中间馏分。乙醚在使用前必须用 KI 检查, 如有过氧化物, 则用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液处理。

七、思考题

(1) 维生素 A 具有易被紫外光裂解, 易被空气中氧或氧化剂氧化等性质, 是由于分子中含有什么物质?

(2) 将样品溶于无水乙醇-盐酸溶液中, 测定紫外吸收光谱, 在 326 nm 波长处有一吸收峰; 而将此液置于水浴上加热, 冷却后, 在 300~400 nm 内出现 3 个吸收峰, 为什么?

实验 2-4 粉末样品的紫外漫反射光谱 (UV-Vis) 测定

一、实验目的

通过测定固体粉末样品的紫外漫反射光谱,掌握紫外漫反射的原理和测定方法。

二、实验原理

漫反射光谱是一种不同于一般的,在紫外、可见和近红外区的吸收光谱,是一种反射光谱,与物质的电子结构有关。紫外分光光度计与紫外漫反射的区别:前者采用透射方式,所测样品为溶液;后者采用漫反射的方式(积分球),所测样品为固体、粉末、乳浊液和悬浊液。对固体粉末样品的镜面反射光及漫反射光同时进行检测,可得到其漫反射光谱。试样产生的漫反射符合 Kubelka-Munk 方程式(漫反射定律):

$$F(R_{\infty}) = K / S = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}}$$

式中 K ——吸收系数;
 S ——散射系数;
 R_{∞} ——无限厚样品的反射系数 R 的极限值;
 $F(R_{\infty})$ ——减免函数或 Kubelka-Munk 函数。

实际上,确定 R_{∞} 时一般不测定样品的绝对反射率,而是以白色标准物质为参比(假设其不吸收光,反射率为 1),得到相对反射率。

参比物质:要求在 200 nm~3 μm 波长反射率为 100%,常用 MgO 、 $BaSO_4$ 、 $MgSO_4$ 等,其反射率 R_{∞} 定义为 1 (一般为 0.98~0.99)。 MgO 的机械性能不如 $BaSO_4$,现在多用 $BaSO_4$ 作为标准。

目前主要有两种测量方式:代替法、比较法(其测量原理的光路如图 2-1 所示)。本实验采用比较法。



图 2-1 紫外漫反射法测量光路示意图