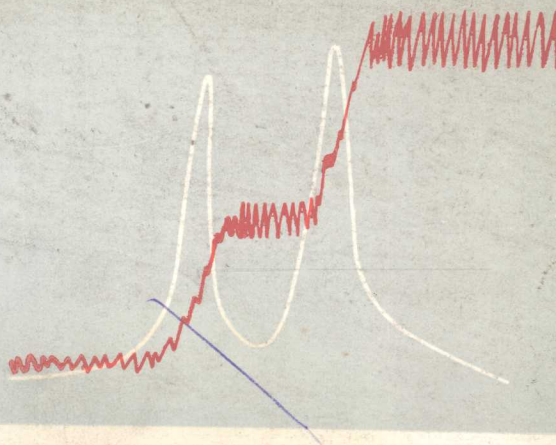
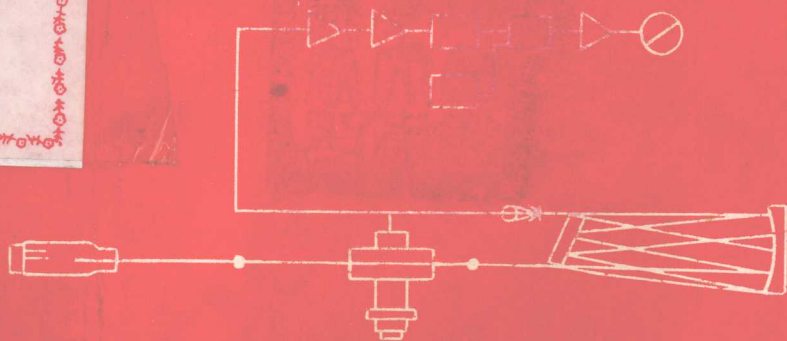


主编 王忠厚 王学琳
孙宝涵 阎 锋



XIANDAIYIQIFENXISHIYAN

现代仪器分析实验



责任编辑 姜全坤

封面设计 邹本忠

责任校对 合成

现代仪器分析实验

主编 王忠厚等

※

辽宁大学出版社出版发行 (沈阳市崇山中路66号)

沈阳市第二印刷厂印刷

※

开本: 787×1092 1/32 印张: 9.125 字数: 180千

1991年3月第1版

1991年3月第1次印刷

印数: 1—2,000

ISBN 7-5610-1333-7

0.45 定价: 4.25元

(辽)第9号

前 言

《现代仪器分析实验》一书是在辽宁大学化学系编写的《基础仪器分析实验》及辽宁大学测试中心和化学系编写的《专业仪器分析实验》的基础上,根据高等学校理科化学专业分析化学教材编审小组1986年修订的综合性大学化学专业仪器分析教学大纲,并考虑到学科发展的需要,做了较大幅度的修改和扩充,增加了有机分析和结构分析等内容。

全书共17章42个实验,供化学系、生物系及相关专业仪器分析实验或分析化学专门化实验选择使用。每章都有实验和仪器简介两部分内容,前者介绍实验目的、原理和实验内容,后者介绍仪器基本结构,操作步骤及简单故障排除。预习时应将两部分内容结合起来。

参加本书编写工作的人员,按实验序号排列如下:阎锋(1·1,第七章,第八章)王忠厚(1·2,1·3,实验2—3)孙宝涵(实验2—1,2—2)郭兴家、霍光飞(实验2—4)马成龙(实验3—1,3—2)谢凤宏(实验3—3)李俊(实验4—1,4—2,5—1,5—2)回瑞华、魏倩(实验4—3,第十二章)王学琳、铁梅、佟健(实验5—3,5—4,第六章)臧树良(第九章)王淑坤(实验10—1,10—3,10—4,11—3)杨永珍(实验10—2)于海波(实验11—1,11—2)刘刚(第十三章)段景林(第十四章)景润(第十五章)陈颖(实验16—1)高博静(实验16—2)赵振义(第十七章),最后由王忠厚、王学琳、孙宝涵、阎锋(按姓氏笔划排列)统一修改定稿。

本书出版得到辽宁大学教材科和辽宁大学出版社的大力支持，在此深表谢意。

由于水平和时间限制，错误和不妥之处在所难免，恳请批评，指正。

编 者

1991年5月

目 录

前言	1
第一章 实验的一般指导	1
1.1 实验须知	1
1.2 实验数据的记录	2
1.3 工作曲线的绘制	3
第二章 发射光谱分析法	5
2.1 实验内容	5
实验2—1 摄谱	5
实验2—2 光谱定性及半定量分析	10
实验2—3 铝合金中Ni、Ti光谱定量分析	18
实验2—4 ICP—AES法定量分析 样品 中的铜和锌	21
2.2 仪器简介	26
2.2.1 摄谱仪各部件的工作原理及其使用	26
2.2.2 WPG—100型平面光栅摄谱仪 的使用	33
2.2.3 8W型光谱投影仪各部件及使用	36
2.2.4 9W型测微光度计	38
2.2.5 8410 ICP光谱仪简介	41
第三章 原子吸收分光光度法	45
3.1 实验内容	45
实验3—1 火焰原子吸收法测定自来水中的钙（或镁）	45
实验3—2 自来水中钠原子吸收测定方法的制订	47

实验3—3 石墨炉原子吸收测定自来水中锰·····	51
3·2 仪器简介·····	55
3·2·1 WYX—402型原子吸收分光光度计简介·····	55
3·2·2 Z—8000型原子吸收分光光度计简介·····	58
第四章 紫外光谱分析法 ·····	64
4·1 实验内容·····	64
实验4—1 等吸收点紫外差示分光光度法测钢样中铁含量 ·····	64
实验4—2 紫外吸收光谱的测绘·····	66
实验4—3 三波长紫外光谱法测定有机化合物的含量·····	69
4·2 仪器简介·····	71
4·2·1 751型分光光度计·····	71
4·2·2 730型分光光度计·····	74
4·2·3 U—3400型自动记录分光光度计简介·····	78
第五章 红外光谱分析法 ·····	82
5·1 实验内容·····	82
实验5—1 红外光谱仪性能检查·····	82
实验5—2 未知化合物的红外光谱分析·····	84
实验5—3 未知样品红外结构测定·····	86
实验5—4 羧酸及其盐红外光谱研究·····	91
5·2 仪器简介·····	92
5·2·1 7650型红外分光光度计·····	92
5·2·2 7400型红外分光光度计·····	95
第六章 核磁共振波谱法 ·····	98
6·1 实验内容·····	98
实验6—1 乙基苯核磁共振波谱绘制·····	98

实验6—2 乙酸乙酯NMR的波谱分析	102
6·2 AC-80PFT—NMR 简介	106
第七章 电位分析法	107
7.1 实验内容	107
实验7—1 电位法沉淀滴定测定试样中的氯化物	107
实验7—2 氟离子选择电极测定试样中的微量氟	114
实验7—3 氯离子选择电极性能的测试和氯离子的测定	121
实验7—4 电位法测定配合物的稳定常数	127
7·2 仪器简介	136
7·2·1 ZD—2型自动电位滴定仪	136
7·2·2 PXS—201型离子活度计	141
7·2·3 PHS—3型酸度计	144
第八章 库仑分析法	147
8·1 实验内容	147
实验8—1 库仑滴定法测定水中硼	147
第九章 伏安与极谱分析法	151
9·1 实验内容	151
实验9—1 极谱分析基本操作	151
实验9—2 极谱法测定水中的锌	154
实验9—3 阳极溶出伏安法测定铜、铅、镉、锌	157
实验9—4 催化极谱法测定水中的钴和镍	160
9·2 仪器简介	162
9·2·1 883型笔录式极谱仪	162
9·2·2 电极与电解池	165
9·2·3 操作中的注意事项	168

9.2.4 不正常极谱波形的判断与处理	169
第十章 气相色谱分析法	173
10.1 实验内容	173
实验10—1 气相色谱法定性定量分析	173
实验10—2 甲苯中苯含量的测定	176
实验10—3 保留指数的测定	179
实验10—4 热导池检测器灵敏度的测定	181
10.2 仪器简介	184
10.2.1 103型气相层析仪	184
10.2.2 SP6000GC气相色谱仪简介	192
第十一章 高效液相色谱法	196
11.1 实验内容	196
实验11—1 外标法(单点校正法)测定混合物中苯、萘含量	196
实验11—2 高效液相色谱法定量方法研究	201
实验11—3 反相高效液相色谱法测定甲苯萘菲	207
11.2 仪器简介	209
第十二章 气相色谱——质谱法	217
12.1 实验内容	217
实验12—1 色谱—质谱法鉴定有机化合物	217
实验12—2 计算机在质谱数据处理中的应用	219
12.2 仪器简介	221
第十三章 X射线衍射分析	226
13.1 实验内容	226
实验13—1 定性、定量物相分析	226
实验13—2 立方系晶体衍射图的指标化及点阵常数的	

测算·····	230
13·2 X射线衍射仪简介·····	235
第十四章 热分析 ·····	238
14·1 实验内容·····	238
实验14—1 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的热重量法及差热分析·····	238
实验14—2 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的热重量法及差示扫描量热法·····	247
14·2 TAS—100型热分析仪简介·····	252
第十五章 碳氢氮元素分析 ·····	255
15·1 实验内容·····	255
实验15—1 固体未知有机样品的测定·····	255
15·2 PE—2400 型碳氢氮元素分析仪简介·····	262
第十六章 电子显微镜 ·····	264
16·1 实验内容·····	264
实验16—1 透射电子显微镜的使用与被观察物尺寸 的测量·····	264
实验16—2 扫描电子显微镜·····	267
16·2 仪器简介·····	271
16·2·1 透射电子显微镜·····	271
16·2·2 扫描电子显微镜·····	274
第十七章 流动注射分析 ·····	276
17·1 实验内容·····	276
实验17—1 FIA法分散度和性能的测定·····	276
实验17—2 水中全铁的FIA光度法·····	279
17·2 FIA分析仪简介·····	280

第一章 实验的一般指导

1.1 实验须知

仪器分析实验课不论是基础实验还是专业实验都是化学类专业学生的重要实验课，对培养学生的实验操作技术、提高处理数据能力都起到重要作用，它需要学生紧张而有序地进行，为此必须做到：

一、实验前：（1）精读实验教材及有关资料，充分了解实验的方法、原理、步骤、仪器使用等内容。（2）应准备实验记录本、铅笔、橡皮、直尺和必要的图纸，以备实验中使用。（3）记录本中预先记录必要的常数和计算公式，并详细列好实验记录表格，以便有条理地记录数据。（4）实验开始需经教师检查、同意后才能接通电源进行实验。按时进行实验，不得迟到、早退和旷课。

二、实验中：（1）必须严格地按仪器说明书进行操作，不得随意乱动仪器旋钮和开关。（2）应具有严谨和实事求是的科学态度，善于观察、思考实验中的各种现象，如实地做好记录，如果发现异常现象要及时报告教师，以便妥善处理。（3）要始终保持实验场所的清洁、整齐和安静、养成良好的实验习惯，能自觉地节约使用试剂药品、水、煤气、电等，并注意实验安全和环境污染。

三、实验结束后：（1）及时整理数据、制表、作图和

计算，完成实验报告。（2）及时断电、关水，做好整洁工作，经教师检查仪器和实验的原始记录后才能离开实验室。

（3）按指定时间交实验报告，要求做到字迹工整、数据完整，图表清晰、实事求是。

报告应包括：

（1）实验题目、完成日期、姓名、合作者。

（2）实验目的，简要原理，仪器及主要实验步骤。

（3）实验数据处理、计算公式、实验结果、讨论等。

1.2 实验数据的记录

在仪器分析中，一般是通过仪器将化学信息转换成易测量的电信号。定量分析的化学信息为被测组分的含量，常以 mol/L、ppm、% 为单位。电信号多用指针式显示仪表通过指针位移显示读数的。读数时应将指针垂直对准刻度值。若刻度盘上附有镜面时，指针与镜面内指针象重合处的读数即为测量值。若用记录显示仪表，则通过记录笔位置的移动将测量信号记录下来。测量值可以从记录纸上的刻度值读出，也可以用米尺量取。

记录的读数应包括仪表上能读出的最小分度值（确定数值）和最小分度内的估计值（可疑数值）。

记录数据前要根据实验内容设计一个表格。记录数据时要实事求是，不能拼凑和伪造。重复测量即使完全相同，也应记录下来。在实验过程中，如果发现数据测错、读错和算错需要更改时，可将该数据用一横线划掉，并在其上方写上正确的数字。

1.3 工作曲线的绘制

在仪器分析中，多用工作曲线法进行定量分析。绘制曲线的方法和技术将影响分析结果。

本书实验中所用的图纸有直角坐标纸，半对数坐标纸及半反对数坐标纸等。

(1) 坐标标度的选择

- ① 以含量（或浓度）为横坐标，测量值为纵坐标。
- ② 选择合适的图纸，使测量值尽可能绘制成一条接近 45° 角的直线。

③ 坐标的标度应使含量（或浓度）和测量值在坐标上表示方便、易读，例如：用1、2、4或5，不用3、6、7或9等数字，并且还应能表达出全部的有效数字，使图上读出各物理量的精密度应与测量的精密度一致。

(2) 图纸的标绘

① 各坐标轴应标明该轴的变量名称符号及单位，并在纵轴的左面及横轴的下面，每隔一定距离标明变量的数值，即分度值。标记分度值的有效数字一般应与测量数据相同。

② 标绘数据时，一般用圆点代表测得的数据值。若在一张图纸上绘几条曲线，则每组数据应选择相应的符号代表。例如可用 $\cdot$ 、 $+$ 、 $\times$ 、 $\cdots$ 等，但在一张图纸上不宜标绘过多。

③ 绘线时，如果两个量成线性关系，按点的分布情况作一直线。所绘的直线应与各点接近，但不必通过所有点。如果测量误差较大，实验点比较分散，绘线的任意性太大时，须对实验数据进行回归分析，求出回归方程 $y = a + bx$

中a、b值，然后绘线，则可得到对各实验数值误差最小的一条回归线。式中：

$$a = \frac{\sum x^2 \sum y - \sum x \cdot \sum xy}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad (1)$$

$$b = \frac{n \sum x \cdot y - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad (2)$$

例如：一套标准样品的浓度为x，相应的测量值为y，其数据如表1-1。

表1-1

x	y	x ²	y ²
0.2	0.090	0.04	0.01
0.4	0.184	0.16	0.07
0.6	0.274	0.36	0.1644
0.8	0.351	0.64	0.2808
1.0	0.434	1.0	0.433
Σ3.0	1.332	2.2	0.9698

将有关数据代入(1)、(2)式，得a=0.0105 b=0.4265，
y=0.0105+0.4265x

取x=0，y=0.0105，取x=1，y=0.4370，将两点(0，0.0105)、(1.0，0.4370)连成一条直线即为工作曲线。

第二章 发射光谱分析法

2.1 实验内容

实验2—1 摄谱

一、实验目的

通过实验了解摄谱仪各主要部件的作用与使用，初步掌握摄谱及相板处理技术。

二、实验原理

元素的原子或离子在电能（或热能）作用下能够发射特征的光谱线，这种特征的光谱线经过摄谱仪的色散作用，得到按不同波长顺序排列的光谱，把这种光谱记录在感光板上，以便作定性和定量分析。

三、仪器与试剂

1. WPG-100型平面光栅摄谱仪。
2. 铁电极一对、 H_{α} 黄铜光谱标样一套。
3. 显影、停影、定影器皿与药品，见光谱相板处理①

四、仪器主要部件及操作要点

1. 预习仪器简介，见2.2仪器简介。
2. 电极的加工与固定：

用金属或合金试样可直接作电极，受光源激发的表面必须先作处理。本实验所用的铁电极和黄铜标样及试样电极加

工成光洁的圆锥形，其顶端直径为2毫米的平面。如图2—1所示。

将加工好的电极安装在电极架中电极夹上，用对光灯把电极的影像投射到可转光阑矩形孔上，影像要对称，如果电极影像，上下左右偏离光阑矩形孔，表示光源偏离摄谱仪的光轴，可调电极架中4、5、6、7、8旋钮（见图2—4），以调节电极上下左右和前后位置，直至可转光阑上的影像如图2—2A所示为止。

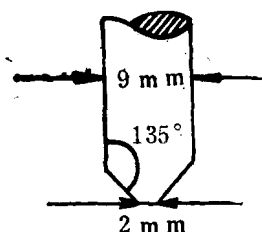


图2—1 电极加工形状

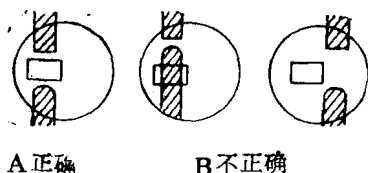


图2—2 电极影像

五、感光板的截割和板盒的使用

在暗室的暗红灯下，启封感光板，首先准确判别感光板的乳剂面，可在暗红灯下观察乳剂面和玻璃面反射光的亮度差异，亮度低的为乳剂面。也可用手指触摸感光板两面的边缘，发涩的面为乳剂面。

裁割：感光板乳剂面朝下，放在专用裁片板上，板上垫以干净柔软的纸张以保护乳剂面，用金刚刀在玻璃面上划痕，不能在划痕处重划第二刀，否则刀刃容易损坏。裁割尺寸最好小于暗盒装片尺寸0.5毫米。

装盒：感光板装入板盒时，乳剂面应朝向档板，关好暗盒后盖，同时检查档板是否关紧。将板盒安装在摄谱仪板盒架上，摄谱前将档板拉开。

板盒升降：板盒升降分为手动和电动两部分。感光板为 $180 \times 45\text{mm}$ ，光谱高度一般为 $0.8-4\text{mm}$ 。所以在一块感光板上可拍数十条光谱，具体数目由板移距离决定。转动手动轮可使板盒直线升降及步进。在板移标尺 $0-60\text{mm}$ 范围内选择由 $10-30\text{mm}$ 范围进行摄谱。本实验采用手动板移。

六、实验步骤

1. 预习摄谱仪各部件的工作原理及使用方法，见2·2·1、2·2·2。

2. 准备电极与试样：

铁电极一对、 H_2 、黄铜光谱标样一套、样品。

3. 装光谱感光板。

4. 摄谱条件：

中心波长： 300nm 光阑高度： 1mm

光栅角度： 10.37° 手动板移： 10mm

狭缝倾角： 6.30° 预烧时间： 20s

狭缝调焦： 7.50mm 曝光时间： 40s

狭缝宽度： 0.005mm 电极间隙： 2mm

光 栏：哈特曼光阑 高频电流： 0.1A

遮 光 板： 3.2mm 低频电流： 5A

5. 抽出暗盒档板。

6. 操作：

① 将仪器按摄谱条件数据和部位调至正常工作状态。

② 将光源“工作状态选择”旋钮转至电弧档。

③ 将“控制选择”旋钮转至自动档。

④ 将控制箱板移方向开关拨到“上”的位置（定量分析时用）。

⑤ 按控制箱即“自动控制”开关“合”，此时燃弧。

⑥ 调节外接滑线变阻器，使低频电流表恰指5 A处。

⑦ 摄谱顺序：

定性分析

a. 将光阑转至2、5、8处拍摄铁谱。

b. 将光阑依次转至3、4、6、7拍摄标样及试样光谱。

定量分析

接自动板移，先拍摄一条铁光谱，再依次拍摄一套标准样品和试样光谱。

⑧ 摄谱结束，推上暗盒档板。

7. 光谱相板处理：

摄谱以后，相板需经显影、停影、定影、水洗干燥后才能通过光谱投影仪进行定性分析。谱线黑度不仅与光的强度，曝光时间及波长有关，并且也会严重地受显影液成份，显影时间和显影温度的影响，为此必须严格控制条件。

① 冲洗相板药剂的配制

天津感光胶片厂推荐的溶液配方

显影液：

水（35—45℃）：700ml 米吐尔：1g

无水亚硫酸钠：26g 对苯二酚：5g

无水碳酸钠：20g 溴化钾：1g

水加至1000ml

停影液：