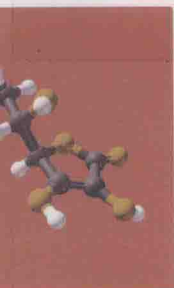




高等学校化学实验教材

柳仁民 主编



仪器分析 实验

Experimental
Instrumental Analysis
(第3版)



中国海洋大学出版社
CHINA OCEAN UNIVERSITY PRESS

高等学校化学实验教材

仪器分析实验

(第 3 版)

主 编 柳仁民

副主编 张淑芳

张修景

刘雪静

何

李爱峰

左卫光

季宁宁

魏培海



中国海洋大学出版社

• 青岛 •

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验 / 柳仁民主编. —3 版. —青岛:
中国海洋大学出版社, 2018. 5
ISBN 978-7-5670-1938-6
I. ①仪… II. ①柳… 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(2018)第 185723 号

出版发行	中国海洋大学出版社	
社 址	青岛市香港东路 23 号	邮政编码 266071
网 址	http://www.ouc-press.com	
电子信箱	xianlimeng@gmail.com	
订购电话	0532—82032573(传真)	
丛书策划	孟显丽	
责任编辑	孟显丽	电 话 0532—85901092
印 制	日照报业印刷有限公司	
版 次	2018 年 8 月第 3 版	
印 次	2018 年 8 月第 1 次印刷	
成品尺寸	170 mm×230 mm	
印 张	13	
字 数	240 千	
印 数	1~3500	
定 价	30.00 元	

发现印装质量问题,请致电 0633—8221365,由印刷厂负责调换。

高等学校化学实验教材

编写指导委员会

主 任	毕彩丰				
副主任	赵 斌				
委 员	尤进茂	尹汉东	王怀生	任万忠	王林同
	何国芳	王立斌	张秀玲	薛兆民	魏培海
	刘雪静	陈万东	杨仲年	高之清	周西臣

《仪器分析实验》(第3版)编委会

主 编	柳仁民				
副主编	张淑芳	刘雪静	李爱峰	季宁宁	张修景
	何 文	左卫元	魏培海		
编 委	(以姓氏笔画排序)				
	何 文	王桂香	王彩红	刘海兴	李爱峰
	宋兴良	宋春霞	邱玉娥	张修景	季宁宁
	彭学伟	翟秀荣	卢 青		

总 序

化学是一门重要的基础学科,与物理、信息、生命、材料、环境、能源、地球和空间等学科有紧密的联系、交叉和渗透,在人类进步和社会发展中起到了举足轻重的作用。同时,化学又是一门典型的以实验为基础的学科。在化学教学中,思维能力、学习能力、创新能力、动手能力和专业实用技能是培养创新人才的关键。

随着化学教学内容和实验教学体系的不断改革,高校需要一套内容充实、体系新颖、可操作性强、实验方法先进的实验教材。

由中国海洋大学、曲阜师范大学、聊城大学和烟台大学等 12 所高校编写的《无机及分析化学实验》、《无机化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》和《化工原理实验》7 本高等学校化学实验系列教材,现在与读者见面了。本系列教材既满足通识和专业基本知识的教育,又体现学校特色和创新思维能力的培养。纵览本套教材,有五个非常明显的特点:

1. 高等学校化学实验教材编写指导委员会由各校教学一线的院系领导组成,编指委成员和主编人员均由教学经验丰富的教授担当,能够准确把握目前化学实验教学的脉搏,使整套教材具有前瞻性。

2. 所有参编人员均来自实验教学第一线,基础实验仪器设备介绍清楚、药品用量准确;综合、设计性实验难度适中,可操作性强,使整套教材具有实用性。

3. 所有实验均经过不同院校相关教师的验证,具有较好的重复性。

4. 每本教材都由基础实验和综合实验组成,内容丰富,不同学校可以根据需要从中选取,具有广泛性。

5. 实验内容集各校之长,充分考虑到仪器型号的差别,介绍全面,具有可行性。

一本好的实验教材,是培养优秀学生的基础之一,“高等学校化学实验教材”的出版,无疑是化学实验教学的喜讯。我和大家一样,相信该系列教材对进一步提高实验教学质量、促进学生的创新思维和强化实验技能等方面将发挥积极的作用。

高从堉

2009 年 5 月 18 日

总 前 言

实验化学贯穿于化学教育的全过程,既与理论课程密切相关又独立于理论课程,是化学教育的重要基础。

为了配合实验教学体系改革和满足创新人才培养的需要,编写一套优秀的化学实验教材是非常必要的。由中国海洋大学、曲阜师范大学、聊城大学、烟台大学、潍坊学院、泰山学院、临沂师范学院、德州学院、菏泽学院、枣庄学院、济宁学院、滨州学院 12 所高校组成的高等学校化学实验教材编写指导委员会于 2008 年 4 月至 6 月,先后在青岛、济南和曲阜召开了 3 次编写研讨会。以上院校以及中国海洋大学出版社的相关人员参加了会议。

本系列实验教材包括《无机及分析化学实验》、《无机化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》和《化工原理实验》,涵盖了高校化学基础实验。

中国工程院高从堦院士对本套实验教材的编写给予了大力支持,对实验内容的设置提出了重要的修改意见,并欣然作序,在此表示衷心感谢。

在编写过程中,中国海洋大学对《无机及分析化学实验》、《无机化学实验》给予了教材建设基金的支持,曲阜师范大学、聊城大学、烟台大学对本套教材编写给予了支持,中国海洋大学出版社为该系列教材的出版做了大量组织工作,并对编写研讨会提供全面支持,在此一并表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中不妥和错误在所难免,恳请同仁和读者不吝指教。

高等学校化学实验教材编写指导委员会

2009 年 7 月 10 日

前 言

仪器分析课程被列为高等院校化学专业必修的基础课程之一,在其他有关专业教学中也具有重要的地位,一些非化学专业也逐渐将仪器分析列为必修课或选修课。“仪器分析实验”是仪器分析课程的重要组成部分,通过做仪器分析实验,能使学生加深对各种仪器分析方法的基础理论和工作原理的理解,正确和较熟练地掌握分析仪器的基本操作,培养学生运用仪器分析手段解决实际问题的能力。为配合仪器分析实验的教学,我们组织山东部分高校编写了本书。

全书共分两部分,第一部分为分析仪器基础知识,分别由有关老师(下述括号所列)执笔编写。内容包括:绪论(柳仁民)、发射光谱分析法(彭学伟)、原子吸收与原子荧光光谱分析法(刘雪静 李爱峰)、紫外-可见吸收光谱分析法(张淑芳)、红外光谱分析法(季宁宁)、荧光分析法(刘雪静)、电导分析法(刘雪静)、电位分析法(张修景)、电解与库仑分析法(李爱峰)、极谱与伏安分析法(翟秀荣)、气相色谱分析法(王彩红)、高效液相色谱分析法(李爱峰)、高效毛细管电泳分析法(刘海兴)等。第二部分为实验部分,对应第一部分中的每种分析方法,安排了多个有代表性的实验,分别由编写第一部分的相应老师负责编写。每个实验反映了该类仪器某一重要功能或某一重要应用方面,通过实验能使学生对这类仪器的主要功能和应用有一个比较全面的了解。为了提高学生的综合实验能力,书中安排了3个设计实验,由李爱峰老师编写。由于不同专业和层次的学生对仪器分析的要求不同,在安排学生实验时,可以根据实际情况选做部分实验。

限于编者的学术水平,书中难免存在缺点和错误,敬请各位专家和读者批评指正。

编 者

2009年7月

目 次

第一部分 仪器分析基础知识

第1章 绪论	(3)
1.1 仪器分析在分析化学中的地位和作用	(3)
1.2 仪器分析实验在仪器分析中的作用	(4)
1.3 学生进行仪器分析实验的要求	(5)
第2章 原子发射光谱法	(6)
2.1 引言	(6)
2.2 原子发射光谱分析基本原理	(6)
2.3 光谱分析仪器	(7)
2.3.1 光源	(7)
2.3.2 光谱仪	(11)
2.3.3 观测设备	(12)
2.4 光谱定性分析	(12)
2.4.1 常用光谱定性分析方法	(13)
2.4.2 光谱定性分析操作过程	(13)
2.5 光谱定量分析	(14)
2.5.1 乳剂特性曲线	(14)
2.5.2 定量分析原理	(16)
第3章 原子吸收光谱法与原子荧光光谱法	(18)
3.1 原子吸收光谱法	(18)
3.1.1 引言	(18)
3.1.2 方法原理	(18)
3.1.3 仪器结构与原理	(19)
3.1.4 分析方法	(21)
3.2 原子荧光光谱法	(22)
3.2.1 引言	(22)

3.2.2	基本原理	(23)
3.2.3	仪器结构	(25)
3.2.4	定量分析方法	(26)
第4章	紫外-可见吸收光谱法	(27)
4.1	引言	(27)
4.2	方法原理	(27)
4.2.1	吸收光谱的产生	(27)
4.2.2	紫外吸收光谱与分子结构的关系	(28)
4.2.3	光吸收基本定律	(29)
4.3	仪器结构与原理	(29)
4.3.1	光源	(29)
4.3.2	单色器	(30)
4.3.3	样品吸收池	(30)
4.3.4	检测器	(30)
4.3.5	信号显示器	(30)
4.4	分析方法	(31)
4.4.1	定性分析	(31)
4.4.2	化合物中杂质的检查	(32)
4.4.3	定量分析	(32)
第5章	荧光光谱法	(35)
5.1	引言	(35)
5.2	方法原理	(35)
5.2.1	荧光光谱的产生	(35)
5.2.2	荧光强度与溶液浓度的关系	(36)
5.3	仪器结构	(36)
5.4	荧光定性、定量分析	(36)
第6章	红外光谱法	(38)
6.1	引言	(38)
6.2	方法原理	(38)
6.2.1	分子的振动	(38)
6.2.2	红外吸收光谱产生的条件和谱带强度	(39)
6.3	仪器结构	(39)
6.3.1	光源	(39)
6.3.2	吸收池	(40)

6.3.3 单色器	(40)
6.3.4 检测器	(40)
6.3.5 记录系统	(41)
6.4 红外光谱测定中的样品处理技术	(41)
6.4.1 气体样品	(41)
6.4.2 液体样品	(41)
6.4.3 固体样品	(41)
6.5 红外光谱的应用	(42)
6.5.1 化合物或基团的验证和确认	(42)
6.5.2 未知化合物结构的测定	(42)
6.5.3 定量分析	(44)
第7章 电导分析法	(45)
7.1 引言	(45)
7.2 方法原理	(45)
7.3 仪器结构与原理	(46)
7.4 分析方法	(47)
7.4.1 直接电导法	(47)
7.4.2 电导滴定法	(47)
第8章 电位分析法	(49)
8.1 引言	(49)
8.2 方法原理	(49)
8.2.1 pH 值测定原理	(49)
8.2.2 F^- 测定原理	(50)
8.3 分析方法	(51)
8.3.1 直接电位法	(51)
8.3.2 电位滴定法	(53)
第9章 电解与库仑法	(57)
9.1 引言	(57)
9.2 方法原理	(57)
9.2.1 控制电位电解法	(58)
9.2.2 控制电流电解法	(58)
9.2.3 库仑分析法	(58)
9.3 仪器结构与原理	(59)
9.4 分析方法	(60)

第 10 章 极谱与伏安分析法	(62)
10.1 引言	(62)
10.2 方法原理	(62)
10.2.1 直流极谱法	(62)
10.2.2 单扫描极谱法	(65)
10.2.3 循环伏安法	(66)
10.2.4 脉冲极谱法	(67)
10.2.5 溶出伏安法	(69)
10.3 分析方法	(69)
10.3.1 标准曲线法	(69)
10.3.2 标准加入法	(69)
第 11 章 气相色谱法	(71)
11.1 引言	(71)
11.2 方法原理	(71)
11.3 仪器结构与原理	(71)
11.3.1 气路系统	(72)
11.3.2 进样系统	(72)
11.3.3 分离系统	(72)
11.3.4 温度控制系统	(73)
11.3.5 检测记录系统	(73)
11.4 分析方法	(75)
11.4.1 定性分析	(75)
11.4.2 定量分析	(76)
第 12 章 高效液相色谱法	(79)
12.1 引言	(79)
12.2 方法原理	(79)
12.2.1 液-液分配色谱法	(79)
12.2.2 液-固吸附色谱法	(80)
12.2.3 离子交换色谱法	(80)
12.2.4 离子对色谱法	(80)
12.2.5 空间排阻色谱法	(80)
12.3 仪器结构与原理	(81)
12.3.1 高压输液系统	(81)
12.3.2 进样系统	(81)

12.3.3 分离系统	(81)
12.3.4 检测系统	(82)
12.4 分析方法	(83)
12.4.1 定性分析	(83)
12.4.2 定量分析	(83)
12.4.3 改进分离效果的方法	(83)
第13章 毛细管电泳	(85)
13.1 引言	(85)
13.2 仪器结构与分离原理	(85)
13.2.1 仪器结构	(85)
13.2.2 毛细管电泳分离模式	(86)
13.3 分析方法	(88)
13.3.1 操作参数的选择	(88)
13.3.2 分析依据	(88)

第二部分 实验内容

实验1 ICP发射光谱法测定自来水中的铜铁锌锰	(93)
实验2 碳酸镁中微量杂质的光谱定性分析	(95)
实验3 原子吸收法测定水中钙镁含量	(97)
实验4 火焰原子吸收法测定水中的镉	(99)
实验5 原子荧光光谱法测定水样中痕量汞的含量	(101)
实验6 邻二氮菲分光光度法测定铁	(104)
实验7 分光光度法测定邻二氮菲-铁(II)配合物的组成	(107)
实验8 食品中 NO_2^- 含量的测定	(109)
实验9 混合物中铬、锰含量的同时测定	(111)
实验10 铬天青S分光光度法测定微量铝	(114)
实验11 有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂性质对吸收光谱的影响	(116)
实验12 紫外吸收光谱法测量蒽醌试样中蒽醌的含量和摩尔吸收系数	(118)
实验13 紫外双波长法测定对氯苯酚存在时苯酚的含量	(120)
实验14 紫外可见分光光度法测定苯甲酸离解常数 pK_a	(122)
实验15 荧光光度法测定核黄素	(125)

实验 16	荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸混合物中二组分的含量	(127)
实验 17	苯甲酸红外光谱测定及结构分析	(130)
实验 18	醛和酮的红外光谱测定	(132)
实验 19	直接电导法测定不同水的纯度	(134)
实验 20	电导滴定法测定食醋中醋酸含量	(137)
实验 21	玻璃电极响应斜率和溶液 pH 值的测定	(138)
实验 22	电位滴定法测定醋酸的浓度和离解常数	(142)
实验 23	离子选择性电极法测定天然水中的 F^-	(144)
实验 24	电位滴定法测定混合液中 I^- , Br^- 的含量	(147)
实验 25	库仑滴定法测定砷的含量	(149)
实验 26	库仑滴定法测定维生素 C 的含量	(152)
实验 27	电重量法测定溶液中铜和锡的含量	(154)
实验 28	单扫描示波极谱法测定铅和镉	(157)
实验 29	单扫描极谱法测定汽水中糖精钠的含量	(158)
实验 30	循环伏安法研究电极过程的可逆性	(160)
实验 31	阳极溶出伏安法测定工业废水中的铜和铅	(161)
实验 32	气相色谱色谱柱效的测定	(163)
实验 33	气相色谱定量分析——己烷、环己烷、甲苯校正因子和归一化定量	(165)
实验 34	醇系物的气相色谱定量测定	(167)
实验 35	气相色谱法测定苯中甲苯的含量	(170)
实验 36	内标法测定有机混合物中甲苯的含量	(172)
实验 37	高效液相色谱测定饮料中咖啡因的含量	(174)
实验 38	反相高效液相色谱标准曲线法测定芳香族混合物的含量	(176)
实验 39	高效液相色谱法分析食品添加剂中的山梨酸和苯甲酸	(179)
实验 40	中药大黄有效成分的高效液相色谱分析及大黄酸含量的测定	(181)
实验 41	反相液相色谱定量测定维生素 E 胶囊中的维生素 E	(184)
实验 42	毛细管区带电泳分离硝基苯酚异构体	(185)
实验 43	醋酸氟轻松酐的毛细管电泳分析	(187)
实验 44	分光光度法测定蜂胶口服液中总黄酮的含量(设计实验) ...	(189)
实验 45	库仑滴定法标定硫代硫酸钠溶液的浓度(设计实验)	(190)
实验 46	芳香烃的分离与分析(设计实验)	(191)

第一部分
仪器分析基础知识

第1章 绪论

1.1 仪器分析在分析化学中的地位和作用

分析化学是研究物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及理论的一门科学。其主要任务是采用各种各样的方法和手段,得到分析数据,鉴定物质体系的化学组成、测定其中有关成分的含量和确定体系中物质的结构和形态、解决关于物质体系构成及其性质的问题。

现代分析化学的发展经历了三次巨大的变革,第一次大变革发生在 20 世纪初,物理化学的发展,特别是溶液中四大平衡理论的建立使分析化学有了科学的内涵,形成了自己的理论基础,从单纯的分析技术发展成为一门独立的学科,确立了作为化学的一个分支学科的地位。第二次大变革发生在第二次世界大战前后,物理学和电子学的发展促进了各种仪器分析方法的蓬勃发展,分析化学进入了以仪器分析为主的现代分析化学时代。第三次大变革发生在 20 世纪 70 年代以来,随着计算机技术的引入,生命科学、环境科学、材料科学、信息科学等学科的发展,分析化学远远突破了原来化学的范畴,发展成为分析科学,其理论基础除了四大溶液平衡理论之外,还涉及数学、统计学、信息科学、图像处理和计算机科学等。

分析化学按照测定原理可以分为化学分析法和仪器分析法,仪器分析法是以测量物质的物理或物理化学性质为基础的分析方法,通常需要特殊的仪器,故得名“仪器分析”。随着科学技术的发展,分析化学在方法和实验技术方面都发生了深刻的变化,特别是新的仪器分析方法不断出现,其应用日益广泛,老的仪器分析方法不断更新,甚至化学分析法也在不断地仪器化,从而使仪器分析在一切与化学有关的领域内应用日益广泛,在分析化学中所占的比重不断增长,成为 21 世纪实验化学的重要支柱。在现代的科学研究和实际生产中,仪器分析作为现代的分析测试手段,日益广泛地为各领域内的科研和生产提供大量的有关物质组成和结构方面的信息。

分析仪器和仪器分析是人们获取物质成分、结构和状态信息、认识和探索自然规律的不可缺少的有利工具,分析仪器的制造水平和对分析仪器的需求反映了一个国家经济和科学发展的水平。现在分析化学实验室使用的分析仪器,不

再局限于常规的化学器皿和简单的称量和测量仪器,许多都是集光、机、电、热、磁、声等多学科的综合系统,融入了各种新材料、新器件、微电子技术、激光、人工智能技术、数字图像处理、化学计量学等方面的新成就,使分析化学获取物质定性、定量、形态、形貌、结构、微区等方面信息的能力得到极大的提高,采集和处理信息的速度越来越快,获得的信息量越来越大,采集信息的质量越来越高,可以完成从组成到形态分析,从总体到微区表面、分布及逐层分析,从宏观组成到微区结构分析,从静态到快速反应动态分析,从破坏样品到无损分析,从离线到在线分析等多种复杂的分析任务。通过运用数据处理、信息科学理论,分析化学已由单纯的数据提供者,上升到从分析数据获取有用信息和知识,成为生产和科研实际问题的解决者。例如,在 20 世纪末实施的人类基因组计划中,DNA 测序仪器技术不断推陈出新,从凝胶板电泳到凝胶毛细管电泳、线性高分子溶液毛细管电泳、阵列毛细管电泳,直至全基因组发射枪测序技术,在提前完成人类基因组计划中起到关键性作用。

需要注意的是多数仪器分析方法中的样品处理(溶样、干扰分离、试液配制等)需用化学分析方法中常用的基本操作技术,在建立新的仪器分析方法时,往往也需用化学分析法来验证。而对于一些复杂物质的分析,往往需用仪器分析法和化学分析法综合分析,例如主含量用化学分析法分析,微量或痕量组分用仪器分析法测定。因此,化学分析法是仪器分析法的基础,仪器分析法是化学分析法的发展结果,化学分析法对于高含量组分的分析仍然是仪器分析法所不能完全取代的,仪器分析法和化学分析法是相辅相成的,在使用时可以根据具体情况取长补短、互相配合。

1.2 仪器分析实验在仪器分析中的作用

仪器分析课程在高等学校有关专业教学中占有重要的地位,被列为化学专业必修的基础课程之一。仪器分析具有很强的实践性,虽然有关仪器分析的基本原理和方法可以通过课堂教学来解决,但从事分析的实际能力必须通过实验来培养,因此仪器分析实验是整个仪器分析教学中的重要组成部分。通过实验课程教学可以加深对仪器分析方法原理的理解,巩固课堂教学的效果。更重要的是在实验室通过教师对仪器的构造、工作原理和使用方法的介绍以及学生的实际操作可以使学生更好地了解仪器构造、工作原理和操作技术,掌握仪器分析方法,提高建立、选择分析条件及处理分析结果等技能,培养严谨、认真、细致、实事求是、理论联系实际的工作作风,锻炼动手能力及分析解决问题的能力,增强创新意识和团队协作精神,这些将会对学生的发展产生深远的影响。

不管学习仪器分析实验课程的学生今后是否从事仪器分析专业,都将从仪