


JICHUYIQI
FENXISHIYAN

基础仪器 分析实验



师范大学化学系分析研究室 编

北京师范大学出版社

基础仪器分析实验

北京师范大学《基础仪器分析实验》编写组

北京师范大学出版社

内 容 简 介

本书是北京师范大学化学系现用教材。全书分光学分析法、电化学分析法、色谱分析法三部分，共选编了五十二个实验，实验内容丰富，取材合理，既有大纲要求的本科生必做实验，也包括研究生有关课程的部分实验，可作为综合性大学和师范院校化学系仪器分析实验课程的教材或教学参考书。

基 础 仪 器 分 析 实 验

北京师范大学《基础仪器分析实验》编写组

北京师范大学出版社出版

新华书店北京发行所发行

展望印刷厂印刷

开本：787×1092 1/32 印张：11 字数：200千

1985年5月第1版 1985年5月第1次印刷

印数：1—12,100

统一书号：13243·72 定价：2.10元

前 言

本书系参照综合大学化学专业《仪器分析教学大纲》，结合我校几年来仪器分析教学实践并吸收兄弟院校的经验编写而成的。其内容包括本科生仪器分析的全部实验和研究生有关课程的部分实验，可供综合性大学、师范院校化学专业以及有关专业的教师及学生参考。

仪器分析是化学专业必修的基础课程之一，是一门实践性很强的学科。通过仪器分析实验课程的教学，可使学生对常用仪器分析方法的基本原理有较深入的理解，对常用仪器的基本构造、特点和应用范围有所了解，为以后从事教学、生产和科学研究打下一定的基础。

在编写过程中，考虑到目前国内各种仪器分析方法的应用范围，精密仪器的供应和教学的实际情况，适当地反映了某些正在发展中的新技术和新方法，以保证课程内容上具有一定的先进性，因此，选编了较多的实验内容，可根据具体情况选用。

参加本书编写工作的有迟锡增（第一、三章）、张玉鸾（第二章）、曾咏淮（第四章及第六章中库仑滴定法）、李启隆（第五、六章）、张铁垣（第七章）和云自厚（第八章）。林树昌指导编写并协助修改。最后由迟锡增整理。

书稿承复旦大学朱世盛、宋鸿铨、祝大昌、汪乃兴、吴性良审阅，并提出许多宝贵意见，对此表示衷心感谢。

由于编者水平有限，经验不足，加以编写时间仓促，书中难免有缺点和错误，希望读者批评指正。

编者 1984年4月

目 录

光学分析法

第一章	紫外与可见分光光度法	(3)
实验一	72型分光光度计的安装及操作	(4)
实验二	邻二氮菲分光光度法测定水中铁含量	(10)
实验三	751型紫外-可见分光光度计的波长校正	(13)
实验四	铈与铋二组分紫外分光光度法的同时测定	(24)
实验五	紫外分光光度法测定芳香族化合物	(28)
实验六	荧光鉴定多环芳香化合物及8-羟基喹啉铝的定量测定	(32)
第二章	发射光谱分析法	(37)
实验七	摄谱	(38)
实验八	光谱定性分析	(61)
实验九	光谱半定量分析	(73)
实验十	锰黄铜中铁、铅、镉杂质的光谱定量分析	(75)
实验十一	乳剂特性曲线的绘制	(87)
实验十二	污水中铜、铅、锌测定方法某些条件的选择	(90)
实验十三	污水中铜、铅、锌的光谱测定	(93)
实验十四	电感耦合等离子体光谱法测定污水中铜、铅、锌	(95)
第三章	原子吸收及原子荧光分析法	(98)
实验十五	原子吸收分光光度计主要性能指标的检验	(100)
实验十六	原子吸收光谱分析测定时仪器最佳实验条件的选择	(107)
实验十七	自来水中钾、钠、钙、镁等元素的定性与定量原子吸收光谱测定	(114)
实验十八	萃取-火焰原子吸收光谱法测定工业废水中的铬	

〔VI〕	(120)
实验十九 气相氢化物原子吸收光谱法测定地面水中痕量硒···	(125)
实验二十 石墨炉原子吸收光谱法测定自来水及地表水中的铅 含量	(131)
实验二十一 原子荧光光谱法测定水中镉及原子荧光氢化法测 定水中砷	(136)

电化学分析法

第四章 电位分析法	(145)
实验二十二 酸度计的主要性能检验和氧化还原电位的测定···	(147)
实验二十三 氟离子选择电极性能的测试和 Cl^- 的测定·····	(161)
实验二十四 用 F^- 选择电极测定自来水中的氟——格氏 (Gran)作图法	(168)
实验二十五 碘溴混合液中 I^- 、 Br^- 的连续测定——电位滴定法	(173)
实验二十六 直接电位法测定络合物的稳定常数	(177)
实验二十七 电位滴定法测定碘基水杨酸铜络离子的稳定常数	(183)
第五章 极谱分析法	(190)
实验二十八 极谱分析基本操作	(194)
实验二十九 极谱定性分析	(202)
实验三十 极谱定量分析	(206)
一、镉的极谱定量测定——工作曲线法	(206)
二、钴盐中镍的定量测定——标准溶液加入法	(209)
实验三十一 可逆波电极反应电子数和半波电位的测定·····	(212)
实验三十二 极谱法测定络合物的稳定常数	(215)
一、扩散波铅羟络离子稳定常数的测定	(215)
二、动力波镉——氨三乙酸络合物稳定常数的测定	(220)
实验三十三 极谱平行催化波	(223)
一、水中痕量铅的测定	(223)
二、铁(Ⅲ)-三乙醇胺-过氧化氢体系中催化反应速率常	

数的测定·····	(225)
实验三十四 单扫描示波极谱法测定铅和镉·····	(227)
实验三十五 阳极溶出法测定水中微量镉·····	(235)
第六章 其它电化学分析法·····	(241)
实验三十六 水样的电导率和盐酸-醋酸混合液的测定·····	(242)
实验三十七 电导法测定弱电解质的电离常数·····	(249)
实验三十八 恒电流电解法测定铜锌合金中的铜·····	(251)
实验三十九 库仑滴定法测定痕量砷·····	(254)
实验四十 电流滴定法——以 $K_2Cr_2O_7$ 滴定 $Pb(NO_3)_2$ ·····	(258)

色谱分析法

第七章 气相色谱分析法·····	(265)
实验四十一 气相色谱仪的启动、调试及性能测定·····	(267)
一、气路系统的连接、检漏、载气流速的测量与校正·····	(268)
二、控温单元的启动与调试·····	(274)
三、热导检测器的调试、灵敏度的测定·····	(278)
四、氢焰检测器的调试、敏感度的测定·····	(285)
实验四十二 填充柱的制备、柱性能的测定·····	(292)
实验四十三 混合物的分析·····	(299)
实验四十四 乙酸乙酯中杂质乙醇和微量水的测定·····	(304)
实验四十五 2, 4-滴含量的测定·····	(309)
实验四十六 空气中苯、甲苯等毒物的测定·····	(312)
实验四十七 六六六残余量的测定·····	(315)
第八章 液相色谱分析法·····	(321)
实验四十八 色谱柱的填充和柱性能考察·····	(323)
实验四十九 谱带扩展·····	(331)
实验五十 检测器的特性·····	(335)
实验五十一 反相液相色谱中影响溶质保留值的主要因素·····	(339)
实验五十二 反相离子对色谱法分离测定硝基酚类·····	(342)

光学分析法

第一章 紫外与可见 分光光度法

分光光度法是基于物质分子对光的选择性吸收建立起来的分析方法，包括比色、可见、紫外、红外及荧光分光光度法，其中后者属于发射范畴。

当一束平行单色光(I_0)照射到任何均匀、非散射的溶液时，光的一部分被吸收(I_a)，一部分透过溶液(I_t)。不同物质的溶液对光的吸收程度与其浓度(C)、液层厚度(l)及入射光的波长等因素有关。当入射光波长一定时，其定量关系可用朗伯-比耳定律表示：

$$A = \lg \frac{I_0}{I_t} = kCl$$

式中： A 为吸光度； k 是比例常数，它与入射光波长，物质的性质和溶液的温度等因素有关，称为吸光系数。

分别将空白(C_0)及待测溶液(C_x)装入厚度为 l 的两个比色皿中，使单色光通过空白，仪器透过光为 I_0 ；当通过待测溶液时，透过光为 I_t ，根据上式即可求出待测物质的浓度。分光光度计指示仪表的刻度直接给出吸光度值。紫外-可见分光光度计的构造见图1-1所示。

在分光光度法中经常用标准系列制作工作曲线。首先，以某待测物的标准溶液，在指定条件下，加入所需试剂，并以试剂空白作参比，测定吸光度，绘制 $A-\lambda$ 吸收曲线，确

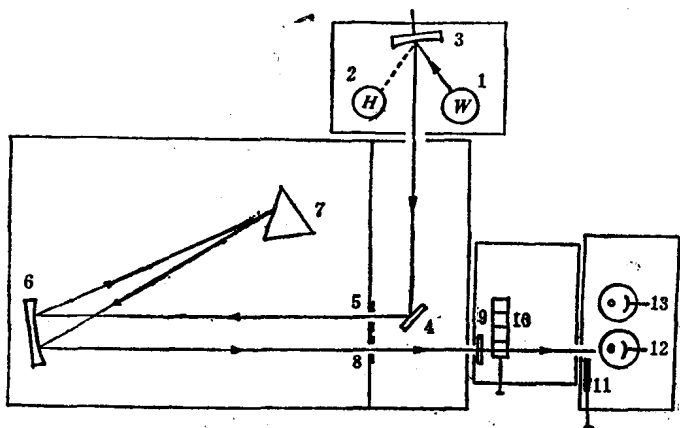


图1-1 751型紫外-可见分光光度计简图

1—钨灯；2—氢灯；3—反射镜；4—平面反射镜；5—入射狭缝；6—准直镜；7—石英棱镜；8—出射狭缝；9—滤光片；10—比色皿槽架；11—光闸；12—蓝敏光电管；13—红敏光电管。

定最大吸收峰位置。然后，再配制标准系列，绘制吸光度~浓度 ($A \sim C$) 曲线。在相同条件下配制未知物溶液，测定吸光度，用内插法计算出未知物的含量。

实验一 72型分光光度计的 安装及操作

〔目的要求〕

使学生能独立按说明书安装所使用的仪器，从而进一步了解仪器原理及构造，并熟悉掌握操作方法。

〔基本原理〕

72型分光光度计是根据朗伯-比耳定律设计的分析仪器。以10V、7.5A钨丝灯泡作为光源，灯泡的电源由磁饱和稳压器供给。白光由入射狭缝进入光学系统，经棱镜色散为单色光，并被透镜聚光在出射狭缝上。比色皿装于出射狭缝的后部。通过盛有被测溶液比色皿的单色光，最后射入在硒光电池上，经光电转换将光能转换为光电流，由光点反射检流计作为仪器的读数指示器。该仪器由稳压器、单色器、高灵敏度光点反射检流计三个部件组成。各部件的连接见图1-2所示。单色器光路见图1-3所示。

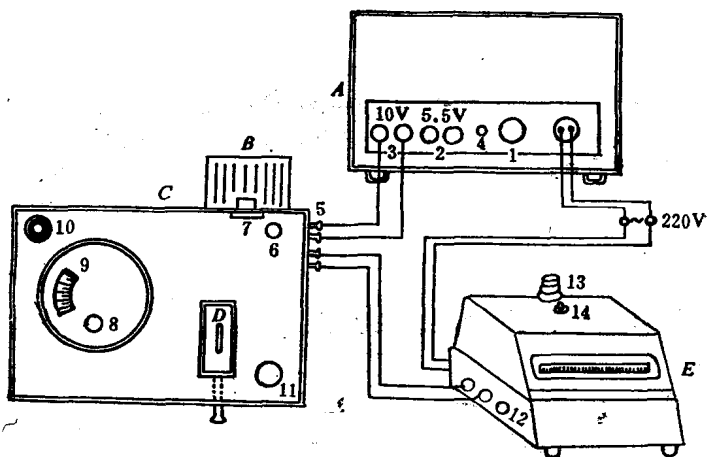


图1-2 72型分光光度计外形图

A—磁饱和稳压器；B—灯室；C—单色器部件；D—液槽室；E—检流计；1—电源开关；2—5.5V输出接线柱；3—10V输出接线柱；4—指示灯；5—电源输入；6—电源开关；7—光路闸门；8—波长调节器；9—波长指示刻度；10—干燥剂盒；11—光量调节器；12—检流计电源开关；13—检流计粗调；14—检流计细调。

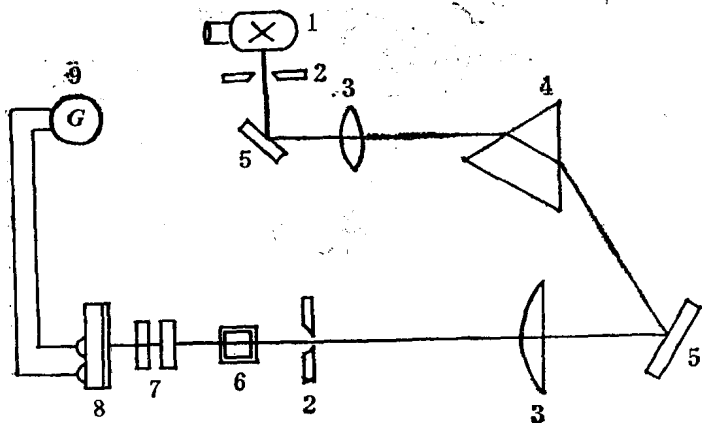


图1-3 72型分光光度计光学系统

1—钨丝灯光源；2—狭缝；3—透镜；4—玻璃棱镜；
5—反射镜；6—比色皿；7—光量调节器；8—光电池；
9—检流计。

〔仪器、试剂〕

仪器：

72型分光光度计及使用说明书；比色皿；工具；标准滤光片。

试剂：

0.004% KMnO_4 溶液。

〔操作步骤〕

1. 熟悉仪器的《操作规程》和《维护与保养》。
2. 按照仪器说明书及图1-2连接好电源线。
3. 熟练仪器的测量程序。

在了解仪器结构及使用方法的基础上进行下列调试及故障排除（注意：在修理或调换零件时，必须将电源插头拔离

电源，以免触电)。

1. 更换光源灯泡。

先将光源部分的金属罩拆除，将旧灯泡卸下，按原样换上新的灯泡。

2. 校对波长。

由于更换灯泡，灯丝部分的位置往往偏离了原来的位置，因此造成单色器玻璃棱镜入射光束的入射角发生了变化，使色散的单色光位置有少许偏离，为此必须重新调整灯泡的位置。

在调节灯泡位置之前，把波长刻度准确地调节到580nm的读数上。旋转光量调节把光门全部启开，再将紧固灯座的螺丝钉全部旋松。把单色光器部件翻转于台上，并拆下它的底板。在硒光电池的前面，插入一张白纸片。接通电源，此时单色光出现在纸片上，轻轻移动灯泡，在纸片上出现黄色光为止。慢慢将灯座螺丝拧紧，重新装上底板及金属罩。

最后利用基准物质或标准滤光片重新核对仪器的波长是否准确：(1)用0.004% KMnO_4 溶液，以蒸馏水为参比，测定吸收曲线，其最大吸收波长为523nm及544nm。测量范围从450—570nm。(2)测定标准锗钨滤光片的吸收曲线，波长范围从550nm到620nm。参看图1-6及图1-14。

3. 更换硒光电池。

硒光电池长期使用后灵敏度显著下降，要及时更换，将单色光器部件翻转于台上，拆下底板，将衰老的硒光电池卸下，按原样安装上新的硒光电池。重新装上底板。

〔参考资料〕

1. 72型分光光度计使用说明书，上海第三分析仪器厂。

2. 彭澄南, 理化检验 (化学分册) 1979年, 第6期, 第37页。

附录 72型分光光度计《操作规程》

1. 按图1-2所示将稳压器和检流计接在单色器上。稳压器的输出有两组 (5.5V及10V), 使用时应先接在5.5V处, 如调不到满度, 再改接在10V处, 以增强光源亮度。检流计与单色器连接共有三个接线柱, 分别标有红、绿、黄 (或黑) 点, 可按颜色对应相连。

2. 检查供电电源与仪器所标注的电压是否相符。然后将稳压器和检流计接到220V交流电源上。此时稳压器、单色器及检流计上的电源开关都应放在“关”的位置上。

3. 把单色器上的光路闸门扳到黑点 (关闭光路) 位置后, 再将检流计上的电源开关打开。此时指示光点出现在标尺上。用“0”位调节器将指示光点准确地调至透光率标尺“0”位上。

4. 开启稳压器电源开关及单色器的电源开关。把光路闸门扳到“红”点上, 调节光量调节器, 使光点达到标尺上跟附近。关闭光路闸门。预热5—10分钟后, 待硒光电池趋于稳定后再开始测量。

5. 将盛有参比溶液和被测溶液的比色皿放入槽室内。将参比溶液置于光路上。

6. 用波长调节器调到所需波长读数。打开光路闸门。用光量调节器将指示光点准确地调至透光率为100或吸光度为0的位置上。

7. 将被测溶液的比色皿置于光路, 此时检流计所示读数即为测定值。

8. 仪器在使用过程中, 应经常关闭光路闸门, 核对检流计的零点, 如有改变, 及时调整。

9. 全部测定完毕后, 关闭三个电源开关, 将检流计短路, 拔下电源插头。

维 护 与 保 养

1. 光源电压应尽量采用5.5V, 既防止单色器受光源温度影响, 又可提高钨丝灯泡寿命。

2. 连续使用不应超过2小时; 可间歇半小时后, 再继续使用。

3. 仪器在运输或移动时, 应小心轻放, 检流计在搬动或停止使用时, 应处于“短路”位置。

4. 比色皿要保持清洁干燥, 用后以蒸馏水洗净, 可定期用1:3HCl洗涤。洗后自然风干或用乙醇、丙酮冲洗吹干, 不要放在干燥箱内烘干。拿取比色皿应保护透光面, 用揩镜纸擦拭使其不受损坏或产生斑痕。

5. 注意单色器防潮, 经常更换干燥剂。

6. 测量过程中, 及时将光路闸门扳向关闭位置, 保护硒光电池。

7. 仪器外壳接地良好。

8. 在使用仪器过程中发现不正常现象, 应及时检查故障进行维修。

实验二 邻二氮菲分光光度法

测定水中铁含量

〔目的要求〕

1. 掌握分光光度法定量分析的实验技术。
2. 了解邻二氮菲测定铁的基本原理及基本试验条件的选择。

〔基本原理〕

邻二氮菲与 Fe^{2+} 生成稳定的红色络合物，最大吸收波长为508nm， $\epsilon=1.1 \times 10^4$ 。当铁以 Fe^{3+} 形式存在于溶液中时，可用盐酸羟胺或对苯二酚还原，于pH3—9（一般控制pH5—6）时显色。该法选择性高，40倍铁含量的 Sn^{2+} 、 Al^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SiO_4^{2-} ；20倍 Cr^{3+} 、 Mn^{2+} 、 PO_4^{3-} ；5倍 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 等不干扰测定。

〔仪器、试剂〕

仪器：

72型分光光度计，1cm及2cm玻璃比色皿。

试剂：

铁标准溶液，以 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 配制，I号为10M，II号为 $100\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ；0.15%及 10^{-3} 邻二氮菲溶液（新鲜配制）；10%盐酸羟胺溶液（用时配制）；1M NaAc溶液；0.1M NaOH溶液及6M HCl溶液。

〔操作步骤〕

全部实验除特别说明外，按下列操作步骤*进行；用50

* 可选用条件实验最佳值。