



中等职业学校教材

仪器分析实验

第二版

● 穆华荣 陈志超 主编



化学工业出版社
教材出版中心

中等职业学校教材

仪器分析实验

第二版

穆华荣 陈志超 主编

化学工业出版社
教材出版中心
·北京·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验/穆华荣, 陈志超主编. —2 版. —北京: 化学工业出版社, 2004. 2
中等职业学校教材
ISBN 7-5025-5134-4

I. 仪… II. ①穆…②陈… III. 仪器分析-化学实验-专业学校-教材 IV. 0657. 01

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 001451 号

中等职业学校教材

仪器分析实验

第二版

穆华荣 陈志超 主编

责任编辑: 王文峡

文字编辑: 刘志茹

责任校对: 蒋 宇

封面设计: 于 兵

*

化学工业出版社
教材出版中心 出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京云浩印刷有限责任公司印刷

三河市宇新装订厂装订

开本 787 毫米×960 毫米 1/16 印张 14½ 字数 275 千字

2004 年 2 月第 2 版 2004 年 2 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-5134-4/G · 1365

定 价: 23.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

第二版 前 言

本书第一版自出版使用至今已有十余年时间，对培养学生的仪器分析实验技术、提高实际动手能力做出了应有的贡献。

十几年来，仪器分析方法得到了快速的发展，特别是实验方法和实验技术的发展非常迅猛，新的方法、新的技术及新型分析仪器不断涌现，这就使得原版教材的不少内容显得陈旧，不少仪器设备显得落后。基于此书由扬州工业职业技术学院穆华荣编写，对原教材进行了全面的修订，新版教材主要有以下一些特点。

1. 内容新颖。针对目前仪器分析方法的应用状况，结合化工、医药、机械、冶金、地质、食品及环境保护等行业的需求，介绍了一些仪器分析实验的新方法、新技术及新设备。

2. 适用性强。与原教材相比，大幅度增加了实验的方法和内容，如，高效液相色谱法、红外光谱法、石墨炉原子吸收分光光度法及电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）等，使用者可根据自己的需求进行选择，扩大了本教材的适用性。不仅可满足各专业开设仪器分析实验的要求，也适用于高职高专层次的教学。

3. 操作性强。许多新型的仪器设备，不仅介绍了其外观，而且通过面板旋钮的作用，具体讲述了仪器使用操作的方法。

4. 系统性强。从仪器分析实验的具体要求、分析仪器的使用环境和规则、分析仪器的使用方法、实验的原理和内容到实验报告的完成均进行了较为系统而详细的论述。

5. 贴近学生。实验过程的操作及实验报告的完成介绍得非常具体，如实验数据的记录和相关的表格一目了然，非常贴近目前学生的实际情况。

6. 延续性好。对原教材中许多经典的方法和内容予以保留，起到了“承前继新”的效果。

在编写过程中，扬州工业职业技术学院丁邦东、徐洁、戴菲等同志给予了热情帮

助，谨致谢意。

由于时间仓促，加之编者水平所限，虽对大多数实验进行了验证，但不妥或错误在所难免，恳请广大读者批评指正，不胜感激。

编者

2003 年 11 月

第一版 前 言

本书是根据1987年2月化工部化工中专工业分析专业教材编审委员会审定的“仪器分析实验教学大纲”而编写的实验教材，与化工中专教材《仪器分析》配套使用。

仪器分析实验方法很多，实践性很强。本书所选实验以大纲规定的重点仪器分析法为主，并兼顾其他选修实验。根据中专教育的特点，实验选题大多是比较成熟的仪器分析基础实验，实验的可靠性、通用性及与理论教材的配合均较好。考虑到各中专学校实验条件不同，各地区的需要不同，本书所列实验内容比大纲规定稍多一些，以便各校结合实际情况，按教学大纲要求自行选做。根据目前工厂中分析仪器的应用及中专学校仪器设备的实际情况，实验选用国产典型仪器。

本书主要用于指导学生实验，并注意到教师及实验室的教学准备工作和贵重仪器设备的安全使用，因而针对仪器分析实验的特点，编写了实验的一般指导和要求，有些实验的目的要求、基本原理、所需仪器及试剂配制、实验步骤、数据记录及处理等叙述稍详一些，并强调仪器使用注意事项，实验后布置了思考题。对于典型仪器的构造、使用方法、维护及常见故障分析，本书以附录形式相对集中于各章实验之后，并在目录中列出，便于查阅。书中提及的试剂及水，若无说明，试剂为分析纯试剂，水为蒸馏水。

本书由江西省化工学校陈志超主编，参加编写的还有泸州化校颜家发。杭州化校柳珍珠主审，化工中专工业分析教材编委会仪器分析教材编审组对本书进行了审议。

编写过程中，曾得到不少兄弟学校教师的热情支持与帮助，并提供了部分实验的验证数据，在此深表谢意。

由于编者水平所限，实践经验不足，书中不免存在缺点和错误，恳盼读者，特别是使用本教材的师生在使用过程中指评指正。

编者

1990年4月

内 容 提 要

本书共选编九种仪器分析方法，共有四十一个仪器分析试验。重点在于紫外可见分光光度法、红外吸收光谱法、高效液相色谱法、电位分析法、库仑分析法、原子吸收光谱法、气相色谱法、极谱分析与溶出伏安法和原子发射光谱法等内容。本书实验选题紧扣中等职业教育的特点，内容实用，通俗易懂，实验的可靠性和通用性好。

本书为中等职业学校工业分析专业的教材，也可供高职高专相关专业的师生和厂矿分析人员参考。

目 录

第一章 仪器分析实验的一般指导和要求	1
一、实验预习	1
二、实验守则	1
三、实验数据的记录	2
四、实验报告	3
第二章 仪器分析实验室的基本要求	6
一、实验室规则	6
二、化学试剂及分析用纯水	7
三、分析仪器设备使用守则	8
四、分析仪器的基本结构和种类	9
第三章 紫外可见分光光度法	10
第一节 基本原理	10
第二节 分光光度计的结构和使用	11
一、分光光度计的结构原理	11
二、721 型分光光度计的使用	12
三、722 型分光光度计的使用	13
四、751G 型分光光度计的使用	14
五、756MC 型分光光度计的使用	17
第三节 实验内容	23
实验一 比色皿成套性及仪器波长准确性的检查	23

实验二	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	25
实验三	邻二氮菲光度法测铁条件试验	28
实验四	混合液中 Co^{2+} 和 Cr^{3+} 双组分的光度法测定	31
实验五	差示法测定样品中高含量镍	34
实验六	三元显色体系的应用——二元配合物与三元 配合物的性质比较	36
实验七	紫外分光光度法测定水中硝酸盐氮	39
实验八	紫外吸收光谱定性分析的应用	41
附录	比色皿的使用	43

第四章 红外吸收光谱法

第一节	基本原理	44
第二节	红外光谱仪的结构和使用	44
一、	红外光谱仪的结构原理	44
二、	IR-408 型红外光谱仪的使用	45
三、	AVATAR360 型红外光谱仪的使用	47
第三节	实验内容	48
实验一	有机化合物红外光谱的测绘及结构分析	48
实验二	傅里叶变换红外光谱仪的使用及未知物的测定	50

第五章 原子吸收光谱法

第一节	基本原理	52
第二节	原子吸收分光光度计的结构和使用	53
一、	原子吸收分光光度计的结构原理	53
二、	WFX-1C 型原子吸收分光光度计的使用	53
三、	BFS-2100 型原子吸收分光光度计的使用	55
第三节	实验内容	63
实验一	火焰原子吸收光谱法测定水样中的镁	63
实验二	火焰原子吸收光谱法测定水样中的铜	65
实验三	原子吸收最佳测定条件的选择	67
实验四	石墨炉原子吸收光谱法测定水样中的痕量镉	69
附录 I	使用原子吸收分光光度计的安全防护	71
附录 II	高压钢瓶的使用	72

第六章 气相色谱法	73
第一节 基本原理	73
第二节 气相色谱仪的结构和使用	74
一、气相色谱仪的结构原理	74
二、102G 型气相色谱仪的使用	75
三、SQ-203 型气相色谱仪的使用	79
四、SP-3420 型气相色谱仪的使用	84
第三节 实验内容	98
实验一 填充柱的制备	98
实验二 热导检测器灵敏度的测定	102
实验三 氢火焰检测器敏感度的测定	107
实验四 苯系物的气相色谱分析	109
实验五 乙醇中微量水分的测定	113
实验六 酒中甲醇含量的测定	116
实验七 酒精饮料中各成分的分离和分析	118
实验八 半水煤气的色谱分析	120
附录 I 注射器的使用及进样操作	124
附录 II GDC-300B 型全自动氢气发生器的使用	126
第七章 高效液相色谱法	127
第一节 基本原理	127
第二节 高效液相色谱仪的结构和使用	127
一、高效液相色谱仪的结构原理	127
二、Waters515 型高效液相色谱仪的使用	128
第三节 实验内容	130
实验一 烃类混合物的分离及分析	130
实验二 高效液相色谱法测定饮料中咖啡因的含量	131
实验三 茶叶中儿茶素的高效液相色谱分析	133
第八章 电位分析法	136
第一节 基本原理	136
第二节 电位分析仪器的结构和使用的	137
一、电位分析仪器的结构原理	137

二、pHS-3C 型酸度计的使用	137
三、PXD-2 型通用离子计的使用	139
四、ZD-2 型自动电位滴定仪的使用	141
第三节 实验内容	144
实验一 水样 pH 值的测定	144
实验二 离子选择性电极法测定水中氟含量	149
实验三 格氏作图法测定水样中氯离子含量	152
实验四 重铬酸钾电位滴定法测定铁	156
实验五 混合液中 Cl^- 和 I^- 的连续电位滴定	159
实验六 自动电位滴定法测定乙酸含量	161
附录 离子选择性电极一般使用注意事项	163
第九章 库仑分析法	164
第一节 基本原理	164
第二节 库仑分析仪器的结构和使用	164
一、库仑分析仪的结构原理	164
二、YS-3 型微库仑仪的使用	165
三、KLT-1 型通用库仑仪的使用	168
第三节 实验内容	171
实验一 库仑滴定法测定微量砷	171
实验二 微库仑法测定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的浓度	175
第十章 极谱分析与溶出伏安法	178
第一节 基本原理	178
第二节 极谱分析仪器的结构和使用	179
一、极谱分析(溶出伏安法)仪器的结构原理	179
二、883 型笔录式极谱仪的使用	179
三、JP-2 型示波极谱仪的使用	181
第三节 实验内容	184
实验一 极谱法原理的基础实验	184
实验二 示波式极谱法测定水样中的镉	188
实验三 阳极溶出伏安法测定铜	190
附录 汞的安全使用	194

第十一章 原子发射光谱法	196
第一节 基本原理	196
第二节 原子发射光谱分析仪器的结构和使用	197
一、原子发射光谱分析仪器的结构原理	197
二、WPG-100 型平面光栅摄谱仪的使用	197
三、Q-24 型中型石英摄谱仪的使用	199
四、WTY 型光谱投影仪的使用	201
五、9W 型测微光度计的使用	202
六、SPECTRO 型 ICP 光谱仪的使用	202
第三节 实验内容	207
实验一 光谱定性分析	207
实验二 光谱半定量分析	211
实验三 铍青铜中铁、硅、镍的光谱定量分析	213
实验四 碳素钢的光电直读光谱分析	216
实验五 ICP 光谱法测定水样中的镉	217
参考文献	219

仪器分析实验的一般指导和要求

- ◆ 实验预习
- ◆ 实验守则
- ◆ 实验数据的记录
- ◆ 实验报告

一、实验预习

实验前必须对实验内容进行认真、充分的预习，并写好预习报告，以避免养成实验中“照方抓药”的不良习惯。主要应该从以下几个方面进行预习。

1. 阅读实验教材，弄清实验的基本原理和方法。
2. 明确实验目的和要求。
3. 了解实验的内容、步骤及注意事项。
4. 了解所用仪器的结构、功能和使用方法。
5. 对实验过程统筹安排，做到心中有数。
6. 对实验中的关键步骤要给予足够的重视。

预习报告应简单明了，切忌搬书照抄，以能使实验顺利进行就达到要求。但要预先查阅或计算好实验中所需的常数或数据，设计好记录原始实验数据的表格。

实验前指导教师应检查预习报告，若发现无预习报告或预习不够充分，应暂停实验，待充分预习后再进行实验。

二、实验守则

1. 通过实验，努力培养严肃认真、实事求是的科学实验态度，培养大胆、细心的实践动手能力。
2. 实验前应对实验内容认真预习，写出实验预习报告，明确实验目的、步骤，了

解实验所用仪器的性能及使用方法并回答老师的提问。准备工作没达到要求者必须重新预习，否则不得进行实验。

3. 进入实验室，要注意仪表端庄，严禁穿背心、拖鞋、短裤进入实验室。实验课不得迟到和早退。

4. 实验中应保持安静，不得高声喧哗和打闹；不准吸烟、饮食；不准随地吐痰；不准乱扔废纸、杂物，废液要倒入废液缸，严禁倒入水槽中，要避免水槽的堵塞。

5. 实验过程中，要细心、谨慎，不得忙乱和急躁，应严格按仪器操作规程进行操作，服从教师和实验技术人员的指导。

6. 实验时，仪器安装、预热完毕需经指导教师和实验技术人员检查确认后才能进行实验；实验过程中要合理安排时间，集中注意力，认真操作和观察，如实记录各种实验数据，记录的原始实验数据必须当场由指导教师核查并签名。学生实验时应积极思考分析，不得马虎从事，不得拼凑数据或抄袭他人的实验数据。

7. 实验时必须注意安全，遵守实验室有关规章制度，实验过程中若仪器设备发生故障或损坏时，首先要切断电、气源，并立即报告指导教师进行处理。待指导教师查明原因并排除故障后，方可继续实验。

8. 有故障仪器需要更换时，应报告指导教师，由指导教师解决，不允许学生在实验室内擅自改动仪器设备。

9. 实验中不得将仪器处于无人看守状态，更不得私自拆卸仪器设备，未经许可不得动用与本实验无关的其他仪器设备及物品，不得进入与实验无关的场所，不得将任何实验室物品带出实验室。

10. 实验完毕，应检查仪器使用状况，关闭电、气源。填好仪器使用记录。

11. 值日生必须做好实验室清洁卫生和安全工作，关闭水、电、门、窗。经指导教师和实验技术人员检查、批准后方可离开实验室。

12. 实验后，要按要求写出实验报告，认真分析实验结果，正确处理实验数据，细心绘制曲线图表等，不得更改原始数据。对于不合要求的实验报告，要退回重做。

三、实验数据的记录

对测量数据进行读数和记录时，应注意以下几个问题。

1. 实验过程中的各种测量数据要及时、真实、准确而清楚地记录下来，并应用一定的表格形式，使数据记录得有条理，且不易遗漏。

2. 指针式显示仪表，读数时应使视线通过指针与刻度标尺盘垂直，读数指针应对准刻度值。有些仪表刻度盘上附有镜面，读数时只要使指针与镜面内的指针像重合即可读数。记录式显示仪表，如记录仪，记录纸上的数值可以从记录纸上印格读出，也可使

用米尺测量。

3. 记录测量数据时, 应注意其有效数字的位数。例如, 用分光光度计测量溶液的吸光度时, 如吸光度在 0.8 以下, 应记录至 0.001 的读数, 大于 0.8 而小于 1.5 时, 则要求记录至 0.01 读数, 若吸光度值在 1.5 以上, 就失去了准确读数的实际意义。其他等分刻度的量器和显示仪表, 应记录所示的全部有效数字, 即要求记录至最小分度值的后一位 (末一位是最小分度值内的估计值)。

4. 记录的原始数据不得随意涂改, 如需废弃某些记录的数据, 应划掉重记。应将所得的数据交指导教师审阅后进行计算, 不允许抄袭和拼凑数据。

四、实验报告

1. 实验报告的一般构成

一份简明、严谨、整洁的实验报告是某一实验的记录和总结的综合反映。仪器分析实验报告一般包括如下几项。

- (1) 实验名称、完成日期、实验者姓名及合作者姓名。
- (2) 实验目的。
- (3) 简明实验原理。
- (4) 主要仪器 (生产厂家、型号) 及试剂 (浓度、配制方法)。
- (5) 主要实验步骤。
- (6) 实验数据的原始记录及数据处理。
- (7) 实验结果或结论。
- (8) 有关实验的问题讨论。
- (9) 思考题。

2. 分析 (实验) 数据的处理

分析 (实验) 数据的处理是指对原始实验数据的进一步分析计算, 包括绘制图形或表格, 数理统计, 计算分析结果等, 必要时应该用简要文字说明。在数据处理中, 计算、作图与实验测定数据的误差必须一致, 以免在数据处理中带来更大的结果误差。

关于数理统计, 一般分析结果的计算等已在分析化学课程中介绍, 这里从略。下面主要说明仪器分析中常用的分析数据图形表示法。

实验数据用图形表示, 可以使测量数据间的相互关系表达得更加简明直观, 易显出最高点、最低点和转折点等, 利用图形可直接或间接求得分析结果, 便于应用。例如分光光度法中吸光度与浓度关系标准曲线; 电位测定法中电位与浓度关系标准曲线均可直接用来确定未知含量; 电位滴定法则通过画出滴定曲线, 从曲线上找到拐点或根据图解微分法 (一次微商曲线) 来确定终点; 气相色谱法中利用图解积分法求峰面积; 标准加

入法中用外推作图法间接求得分析结果；此外，分光光度法还可以利用图形来确定显色反应的条件，如显色剂用量、显色时间以及溶液的 pH 值等。因此，正确的标绘图形是实验后数据处理的重要环节，必须十分重视作图的方法和技术。

现将标绘时的要点介绍如下。

(1) 选择合适的坐标纸。在分析中最常用的是直角坐标纸。如果一个坐标是测量值的对数，则可用单对数坐标纸，如直接电位法中电位与浓度关系曲线的绘制。

(2) 坐标的确定。用直角坐标纸时，以横坐标 X 轴代表实验中误差较小、便于测量和控制的自变量，例如标准溶液的浓度、入射光的波长等；以纵坐标 Y 代表实验中因变量，例如溶液的吸光度、电池的电动势等。

(3) 比例尺（坐标标度）的选择。坐标轴比例尺的选择极为重要，由于比例尺的改变，曲线形状也将随之改变。若选择不当，可使曲线的某些关键部分，如极大值、极小值或转折点看不清楚。比例尺选择的一般原则如下。

① 要能表示全部有效数字，以便从图形上读出的量的准确度与测量的准确度相适应。

② 绘出的直线或近乎直线的曲线，应使它的倾斜角度在 45° 左右。

③ 为了方便易读又便于计算，凡主线间分为十等份的直角坐标纸，各等份线间的距离表示数量 1、2、5 就较适宜，应避免使用 3、6、7 或 9 等数字。

④ 坐标的起始点（原点）不一定是零。在一组数据中自变量和因变量都有最高值和最低值，可用低于最低测量值的某一整数作起点，高于最高测量值的某一整数作终点，以充分利用坐标纸，使图较为紧凑。

(4) 图纸的标绘，应按以下步骤进行。

① 在纵轴的左面和横轴的下面，注明该轴所代表的变量名称和单位，并每隔一定距离标明变量的数值，即分度值，以便作图及读数，但不要将实验测量数值写在轴旁。注意分度值的有效数字一般应与测量数据的有效数字相同。

② 测得数据的描点，可用小圆圈或小圆点标出。若在一张图纸上绘几条曲线，则每组数据应选用不同的符号代表，标记的中心应与数据的坐标重合，但同一张图纸上不宜标绘过多曲线。

③ 根据坐标纸上各实验点的分布情况作出光滑连续的曲线。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，但不一定通过所有点，因为实验中不可避免地存在着误差。在绘制曲线时，也应按此原则。一般讲，曲线上不应有突然弯曲和不连续的地方。

④ 曲线的具体画法。先用淡铅笔手描一条曲线，再用曲线板依曲线逐段描光滑，并注意各段描线的衔接，使整条曲线光滑连续。

(5) 图名和说明。绘好图后应标上图名和测量的主要条件，并标写姓名、日期。

3. 分析结果的评价

分析结果的准确与否，一般以实验测定数据经适当的数据处理所得结果的误差大小进行评价。分析结果的误差小，说明其准确可靠；反之，则表示从样品的采集和制备、分析测定的全过程，直到结果的计算，引入了较多的误差，说明分析结果的准确度不高。

只有精密度较高的分析结果，才能保证有较高的准确度。精密度是指在一定条件下对同一被测物多次测定的结果与平均值偏离的程度。其高低常用标准差（ S ）表示。

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

式中 x —— n 次重复测定结果的算术平均值；

n ——重复测定次数；

x_i —— n 次测定中第 i 个测定值；

S ——标准差。

由于精密度与被测物的浓度有关，因此，又常用相对标准偏差（ RSD ）表示。

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-2)$$

在对分析结果进行评价时，还常常采用平行性、重复性、再现性等说明其精密度的高低。

平行性是指在同一实验室中，当分析人员、分析设备和分析时间都相同时，用同一分析方法对同一样品进行的双份或多份平行样测定结果之间的符合程度。

重复性是指在同一实验室中，当分析人员、分析设备和分析时间中至少有一项不相同时，用同一分析方法对同一样品进行的两次或两次以上独立测定结果之间的符合程度。

再现性是指在不同实验室（分析人员、分析设备、甚至分析时间都不相同），用同一分析方法对同一样品进行的多次测定结果之间的符合程度。