



# 仪器分析实验

主 编 陈怀侠  
副主编 周 吉 黄建林  
葛伊莉 党雪平



科学出版社

# 仪器分析实验

主 编 陈怀侠  
副主编 周 吉 黄建林 葛伊莉 党雪平

科学出版社

北 京

## 内 容 简 介

本书包括仪器分析实验的基础知识、基础性实验、综合性实验和设计研究性实验三部分内容。其中,基础性实验包括原子发射光谱法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、紫外-可见分光光度法、分子荧光光谱法、红外光谱法、拉曼光谱法、电位分析法、库仑分析法、极谱分析法、伏安分析法、气相色谱法、高效液相色谱法和其他实验。最后以实际复杂样品分析为任务,编写了综合性实验和设计研究性实验。本书和仪器分析理论课程内容密切相关,以仪器分析实验基础知识和基本操作训练为主线,注重实际样品的应用和研究能力的培养。

本书可作为综合性大学化学、药学、医学、生物、工学、农学、环境科学和材料科学及相关专业的实验教材和参考书。

### 图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验/陈怀侠主编. —北京:科学出版社, 2017.6

ISBN 978-7-03-053875-8

I. ①仪… II. ①陈… III. ①仪器分析-实验 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 141139 号

责任编辑:丁 里/责任校对:张小霞

责任印制:吴兆东/封面设计:迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

北京教图印务有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2017年6月第一版 开本:787×1092 1/16

2017年6月第一次印刷 印张:12 1/2

字数:296 000

定价:49.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)



# 前 言

仪器分析实验是化学、化学生物学、应用化学、化学工程与工艺、制药工程、生命科学、药学、材料科学、食品科学和环境科学等专业的重要基础课程。通过本课程的学习，学生能够加深对仪器分析理论课程知识的领悟，如加强对各类仪器分析方法的基本原理、特点和应用的理解，熟悉现代分析化学所涉及各类仪器的基本构成和实验流程，掌握这些仪器的规范操作和实验技术，培养应用仪器分析的各种方法和技术解决化学及其相关学科领域中的科研和实际生产问题的能力，具备一定的科研素质和创新能力。

本书是按照教育部高等学校化学类专业教学指导委员会制定的《高等学校化学类专业指导性专业规范》中“化学类专业化学教学基本内容”要求，结合湖北大学分析化学专业教师多年来在该课程中积累的教学经验，并参考国内外相关教材编写而成。本书具有以下突出特点：①系统性：系统涵盖了原子光谱分析法、分子光谱分析法、电化学分析法、色谱分析法和和其他分析方法，使学生系统掌握仪器分析实验内容，在实验课程学习中进行各方法的比较，培养学生对本学科知识的综合应用能力；②基础性：编写基础的理论知识，解决仪器分析实验课内容超前、难以和理论课内容同步的问题，同时保留最基础的实验内容，扎实培养学生实验动手的能力，加深对仪器分析方法基本原理和应用特点的理解；③前沿性：结合本学科的发展和本教学组教师的最新科研成果，编写部分新型实验项目，体现仪器分析内容的实用性，使学生在实验中了解学科发展前沿，提高学习兴趣；④创新性：设计创新型实验主要提高学生对本学科知识的综合应用能力，特别是分析问题和解决问题的能力，培养学生基本的科研创新意识。

本书由湖北大学化学化工学院长期从事仪器分析实验教学工作的教师共同编写而成，是集体智慧的结晶，是共同辛苦的成果。参与本书编写的教师有湖北大学陈怀侠、周吉、黄建林、葛伊莉和党雪平等，教材的整理和定稿工作由陈怀侠完成。在本书的编写过程中，得到了湖北大学化学化工学院王升富、叶勇、张修华、何瑜、文为、肖艳和贾莉等老师的帮助和支持，在此表示衷心的感谢。

感谢湖北大学化学国家特色专业建设项目、化学湖北省重点学科建设项目、化学生物学国家理科人才培养基地建设项目、湖北大学制药工程新专业建设项目和湖北大学现代分析化学课程群建设项目的经费资助。在本书编写过程中参考了相关的教材和资料，

在此向这些教材和资料的作者表示衷心的感谢。同时，也感谢一直关心和支持本书出版工作的湖北大学化学化工学院的各位领导，以及科学出版社对本书出版工作的支持。

本书尽管进行了多次修改，但由于编者水平有限，不足之处在所难免，请读者批评指正。

编 者

2017年4月

# 目 录

## 前言

第 1 章 仪器分析实验的基础知识	1
1.1 实验室基本知识	1
1.2 数据记录及处理	3
1.3 仪器分析定量分析方法	4

## 基础性实验

第 2 章 原子光谱分析法	9
2.1 原子发射光谱法	9
实验 1 原子发射光谱摄谱法定性分析金属或合金中的杂质元素	9
实验 2 ICP-AES 法测定人发中的微量铜、铅、锌和镉含量	15
实验 3 ICP-AES 法测定氯化铵试剂中的杂质元素	17
实验 4 ICP-AES 法同时测定婴幼儿营养食品中的 14 种元素	19
实验 5 ICP-AES 法测定矿泉水中的微量金属元素	21
附：原子发射光谱仪	23
2.2 原子吸收光谱法	27
实验 6 火焰原子吸收光谱法最佳实验条件的选择	27
实验 7 火焰原子吸收光谱法测定饮用水中铜和锌的含量	30
实验 8 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定人发中锌的含量	32
实验 9 火焰原子吸收光谱法测定地表水中钙和镁的含量	34
实验 10 原子吸收光谱法测定婴幼儿食品中钙、铁和锌的含量	38
实验 11 石墨炉原子吸收光谱法测定地表水中可溶性钡的含量	41
实验 12 微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定茶叶中镍的含量	43
实验 13 直接进样-石墨炉原子吸收光谱法测定酱油中铬的含量	45
附：原子吸收分光光度计	47
2.3 原子荧光光谱法	51
实验 14 氢化物-原子荧光光谱法测定废水中汞的含量	51
实验 15 氢化物-原子荧光光谱法测定化妆品中砷的含量	53
实验 16 原子荧光光谱法同时测定饮用水中砷和硒的含量	56
实验 17 原子荧光光谱法测定土壤中铅的含量	58
附：原子荧光光谱仪	60

<b>第 3 章 分子光谱分析法</b> .....	63
3.1 紫外-可见分光光度法.....	63
实验 18 鉴定和识别有机化合物中的电子跃迁类型.....	63
实验 19 有机化合物的吸收光谱及溶剂效应.....	65
实验 20 双波长紫外吸收法测定苯酚的含量.....	67
实验 21 紫外-可见分光光度法测定饮料中苯甲酸的含量.....	69
实验 22 甲基橙解离常数的测定.....	70
实验 23 紫外-可见分光光度法测定蛋白质含量.....	73
实验 24 紫外-可见分光光度法测定阿司匹林药片.....	74
附：紫外-可见分光光度计.....	76
3.2 分子荧光光谱法.....	78
实验 25 荧光分析法测定维生素 B <sub>2</sub> .....	78
实验 26 荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸.....	80
实验 27 同步荧光法同时测定色氨酸、酪氨酸和苯丙氨酸.....	82
实验 28 环糊精增敏 4-羟基香豆素衍生荧光法测定肉制品中痕量亚硝酸盐.....	84
实验 29 以 8-羟基喹啉为络合剂荧光法测定铝的含量.....	86
实验 30 荧光分析法测定乙酰水杨酸和水杨酸的含量.....	88
附：荧光分光光度计.....	90
3.3 红外光谱法.....	92
实验 31 聚乙烯和聚苯乙烯膜的红外光谱法测定(薄膜法).....	92
实验 32 苯甲酸红外光谱的绘制及结构分析(压片法).....	94
附：压模结构体的安装顺序及压片的方法.....	97
实验 33 抗坏血酸的红外光谱测绘(压片法).....	97
附：红外分光光度计.....	98
3.4 拉曼光谱法.....	100
实验 34 无机、有机化合物拉曼光谱测定.....	100
附：拉曼光谱仪.....	102
<b>第 4 章 电化学分析法</b> .....	105
4.1 电位分析法.....	105
实验 35 乙酸的电位滴定分析及解离常数的测定.....	105
实验 36 啤酒中总酸的测定.....	107
实验 37 离子选择性电极法测定水样和牙膏中氟的含量.....	108
附：电位仪/酸度计.....	111
4.2 库仑分析法.....	112
实验 38 库仑滴定法测定砷的含量.....	112
实验 39 库仑滴定法测定药片与果蔬中维生素 C 的含量.....	114
附：库仑仪.....	116
4.3 极谱分析法.....	117

实验 40	单扫描极谱法测定铅和镉的含量	117
附:	示波极谱仪	119
4.4	伏安分析法	120
实验 41	水样中痕量 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 和 $\text{Cd}^{2+}$ 的阳极溶出伏安法测定	120
实验 42	循环伏安法测定电极反应过程	123
实验 43	对乙酰氨基酚的电化学氧化还原过程研究及测定	125
实验 44	芦丁在纳米金修饰电极上的电化学行为及其测定	127
附:	电化学分析仪/工作站	130
第 5 章	色谱分析法	131
5.1	气相色谱法	131
实验 45	气相色谱的保留时间法定性及归一化法定量	131
实验 46	载气流速及柱温变化对分离度的影响	134
实验 47	内标法测定酞剂中乙醇的含量	135
实验 48	气相色谱法测定无水乙醇中微量水的含量	138
实验 49	蔬菜中有机磷农药残留的气相色谱分析	140
实验 50	气相色谱的内标法测定酒中乙醇的含量	142
实验 51	白酒中香味成分的气相色谱法分析	144
附:	气相色谱仪	146
5.2	高效液相色谱法	149
实验 52	高效液相色谱柱效能的评价	149
实验 53	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	151
实验 54	高效液相色谱法分析食品添加剂苯甲酸和山梨酸	153
实验 55	高效液相色谱法测定化妆品中的雌激素	155
实验 56	高效液相色谱法测定解热镇痛药中对乙酰氨基酚的含量	157
实验 57	高效液相色谱法测定双黄连口服液中绿原酸和黄芩苷的含量	159
实验 58	高效液相色谱法测定醋酸地塞米松软膏的含量	161
附:	高效液相色谱仪	163
第 6 章	其他实验	168
实验 59	离子色谱法测定水样中常见阴离子	168
实验 60	核磁共振波谱法测定乙基苯的结构	170
实验 61	高效毛细管电泳法分离测定饮料中的苯甲酸钠	171
实验 62	草酸钙的热重分析	173
<b>综合性实验和设计研究性实验</b>		
第 7 章	综合性实验	177
实验 63	中草药中的无机元素分析	177
实验 64	洋葱皮中黄酮成分的提取分析	178
实验 65	紫苏挥发油成分分析(气相色谱-质谱法)	181



---

实验 66 啤酒中嘌呤类和 $\alpha$ 酸类成分的测定	182
<b>第 8 章 设计研究性实验</b>	186
实验 67 舒肝宁注射液成分分析	186
实验 68 人参有效成分的分离、鉴定和定量分析	186
实验 69 聚苯胺修饰电极的制备及应用	187
实验 70 鲜花挥发性成分分析	187
<b>参考文献</b>	188
<b>附录</b>	190
附表一 相对原子质量(2005 年)	190
附表二 常用化合物的相对分子质量	191

# 第 1 章 仪器分析实验的基础知识

## 1.1 实验室基本知识

### 1.1.1 仪器分析实验的基本要求

仪器分析实验是分析化学课程的重要内容，旨在加深学生对仪器分析方法基本原理的理解，了解仪器的基本构成，学会仪器的正确使用方法，熟悉仪器分析方法应用的实验过程，训练基本实验操作技能，以及实验数据的记录、处理和结果的表达，从而培养学生严谨务实和探求真理的科学态度，以及观察实验现象、思考问题和解决问题的基本科研素质。

为了保证教学效果，达到教学目的，需对仪器分析实验课程提出以下基本要求。

(1) 课前预习：因为仪器价格昂贵、占用面积大等，不可能购置很多台仪器备用，所以仪器分析实验通常是采用“小循环”方式进行教学。因此，实验内容和理论课内容无法同步，大部分学生的实验课内容超前，课前做好预习十分重要。课前要认真阅读实验项目所涉及的基本原理、实验步骤和数据处理方法等，特别是关键理论知识点和关键实验步骤等，这样才能在实验课中顺利完成预习题和正确回答实验指导教师的提问。课前预习时，要认真书写实验报告本中的实验项目名称、实验目的、实验仪器和试剂、实验操作步骤等内容。

(2) 认真听讲：实验指导教师在实验开始前会以 PPT 的形式讲授实验中的关键内容，包括重要的理论知识点、仪器的基本结构及正确操作方法、实验内容和步骤、数据处理方法和注意事项等。“小循环”实验以多人为一组，每位同学都要认真听讲，才能更好地理解实验内容，保证在实验过程中不出错。

(3) 细心操作：按照溶液和样品的配制要求及仪器规范操作步骤进行实验，勤于动脑、细心动手，严格控制实验条件，用心观察并记录实验现象与数据，从而掌握各种分析仪器的基本操作技能。同时，爱护仪器，注意实验室安全，包括各类实验药品(如强酸碱、有毒无机物、有毒有机物等)、水、电、气的使用安全。

(4) 提交报告：实验报告的书写既是仪器分析实验课程的训练目标之一，也是评价和考核学生成绩的一个组成部分。书写仪器分析实验报告应做到简明扼要、图表规范、干净整洁。书写实验目的、实验仪器和试剂、实验步骤等的主要内容，特别是数据处理部分要以表格和图形的形式展示实验结果。讨论部分可以分析实验过程的实验现象，书写实验感想，或者分析实验误差，探讨实验方案的改进意见等。

(5) 清理仪器：实验结束后，配合指导教师，清理实验台面和地面，清洗实验相关的仪器，按照规范操作步骤关闭实验仪器，保证实验室的整洁卫生，填写仪器使用记录本。

## 1.1.2 仪器分析实验的一般知识

### 1. 分析实验室用水

仪器分析实验均需要使用不同纯度的纯水。国家标准 GB/T 6682—2008《分析实验室用水国家标准》中指出，分析实验室使用的纯水规格有一级水、二级水和三级水，分别用蒸馏或离子交换柱纯化等方法制备，见表 1-1。

表 1-1 分析实验室用水的水质规格

名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS/m)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质含量(以 O 计)/(mg/L)	—	≤0.08	≤0.4
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣(105℃±2℃)/(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO <sub>2</sub> 计)/(mg/L)	≤0.01	≤0.02	—

其中，一级水用于有严格要求的分析实验，包括对颗粒有要求的实验，如高效液相色谱分析。二级水用于无机痕量分析等实验，如原子吸收光谱分析。三级水用于一般化学分析实验。所以，要根据实验要求和实验方法、仪器选择合适的纯水进行实验，而且各级用水要使用专用的密闭聚乙烯器皿盛装，一级水要现用现制，避免储存污染。

目前，实验室的纯水主要是去离子水和纯水仪制备的纯水。去离子水的制备是将自来水作为原水，通过阳离子交换树脂柱和阴离子交换树脂柱或混合交换柱除去常见阴、阳离子，一般可以达到二级水标准，但对有机物和非离子型杂质去除效果较差，使用时要考虑这些组分的影响。纯水仪制备的纯水有一级、二级和三级等，可以根据实验内容和要求进行选取。

### 2. 分析实验室用气

仪器分析实验室常用的气体一般是用钢瓶储存的高压乙炔、氮气、氢气、氧气和氩气等，无论是否易燃易爆，均要注意使用安全。

高压钢瓶使用注意事项如下：

(1) 不同的钢瓶外壁会用特定的颜色和标注气体名称，对应于盛装不同的气体，专瓶专用，不能混淆或混装，以保证用气安全。

(2) 钢瓶要远离火源及热源，运输过程中要直立固定，不能剧烈摇动或震动、撞击和滚动，轻取轻放，固定放置于干燥阴凉处的钢瓶专用柜中，要有漏气报警装置。

(3) 减压阀和钢瓶配套专用，安装时要将减压阀固定和检漏，开关时，注意规范操作，缓慢转动阀门，防止螺纹受损。

(4) 盛装可燃性气体的钢瓶要安装防回火装置，确保用气安全。

(5) 保持钢瓶的干净整洁, 不可将油类或有机溶剂等易燃物沾污在钢瓶外壁或阀门处, 不可用棉麻物品对阀门进行堵漏, 防止燃烧事故。

(6) 在实验中, 需要使用高压钢瓶提供气体时, 注意钢瓶中的气体不要用完, 要留有一定的残压, 防止空气或气体进入钢瓶内, 导致再次灌气时造成气体不纯或发生事故。一般钢瓶的残压规定为大于 0.05 MPa 的残留, 对可燃性气体, 如氢气和乙炔等, 钢瓶的残压要求为大于 0.2 MPa, 以避免再次灌气时发生危险。

### 3. 分析实验室用电

仪器分析实验一般包括样品的制备和仪器的测试两个部分, 其中样品的制备可能会用到超声清洗仪、旋涡仪、干燥箱、电炉和纯水仪等, 这些仪器都需要用电, 而且不同的仪器需要不同的用电, 有的仪器需要高压电源, 所以实验过程中要注意用电安全。

按照要求, 不同的仪器使用不同的电源, 实验过程中不要到处走动, 不要触动电源线和仪器的连接线, 更不要把药品溶液泼洒到电源处或开关处, 开关电源时, 注意安全, 不要用湿抹布或湿手触碰开关。

实验结束后, 按照实验室的要求关闭开关和电源。

## 1.2 数据记录及处理

### 1.2.1 实验数据的读数及记录

(1) 分析化学中的有效数字: 分析化学中的有效数字是指分析测量时仪器的读数, 保留而且必须保留最后一位的可疑数字。所以, 实验数据记录时要根据仪器的精度确定有效数字的位数, 不能随意增加或减少有效数字的位数。在数据的计算过程中, 首先确定数据的位数, 根据“四舍六入五成双”的修约规则进行数据的整理, 再进行计算。

(2) 实验数据的记录: 仪器分析实验条件和数据的记录一般采用表格、图形或数值的形式。表格的形式能够精确地展示实验的原始数据, 便于进行数据的核查和进一步的计算, 简洁明了, 但数据量大时, 会占用较大的篇幅, 而且数据变化的规律不易观察, 同时要求规范表格的记录形式。用图形展示实验结果, 实验结果十分直观, 对实验数据的变化规律或组分的性质一目了然, 而且同一图形中可以展示多条曲线, 也可以二维或三维空间绘制图形, 但可能无法观察到精确的实验数据或误差、偏差值。书写实验报告时, 可以根据实验项目内容选择合适的记录方式, 更好地呈现实验结果。数值表示法更加直观简练, 特征性强, 但不能呈现全部的原始数据。

### 1.2.2 实验数据的处理

仪器分析实验方法和仪器都会存在分析测量的误差, 系统误差可以通过使用标准方法、标准试样进行对照实验或采用空白实验进行检出和去除, 随机误差可以通过增加测量次数减少。

(1) 可疑值的取舍: 实验结果的可疑数据不能随意舍去, 可以进行可疑值的检验, 之

后进行取舍。可疑值的检验常用  $Q$  检验法和格鲁布斯(Grubbs)检验法。如果在测量次数较少时出现了可疑值,应增加一两次测量次数,再进行检验和取舍处理,以保证数据的准确性。

(2)精密度的表示:实验数据的精密度以偏差的数据大小来表示,常用相对平均偏差( $\bar{d}_r$ )或相对标准偏差(RSD)表示仪器分析实验结果的精密度。

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$\text{RSD} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\%$$

(3)回归分析法:除库仑滴定法、电位滴定法、光度滴定法和电重量分析法外,仪器分析法通常采用相对定量法进行定量分析,即进行标准溶液测试结果的线性回归处理,建立线性回归方程,获得相关系数  $R$  或  $R^2$ ,作为样品定量分析的对照依据。

一元线性回归方程可以用公式表示:  $y = ax + b$ , 对应一条直线。实验结果通常是根

据最小二乘法进行线性回归:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n y_i - b \sum_{i=1}^n x_i}{n} = \bar{y} - b\bar{x}$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

$$R = b \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}}}{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}}} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}}$$

通常采用 Excel 或 Origin 软件进行数据的回归处理,获得线性方程和相关系数,根据样品分析数据依托线性方程进行样品结果的计算。实际上,现在很多仪器操作软件能够直接进行数据的线性回归处理和自动计算样品的结果,使仪器分析方法更加方便、快速、准确。

### 1.3 仪器分析定量分析方法

仪器分析最基本的任务是进行定量分析,除了绝对定量法,大部分仪器分析采用相

对定量法，即建立仪器测量信号的直接数据或转换数据和分析物浓度或量之间的线性关系，通过样品中分析物的测量数据，获得定量分析结果。

仪器分析定量分析方法通常有校准曲线法(或称标准曲线法,大多数情况下采用工作曲线法)、标准加入法和内标法。其中,校准曲线法适用于样品数量多的分析工作,方便快捷。标准加入法主要针对样品基质复杂、分析物含量低的样品分析,保证绘制曲线时的基质和实验条件与样品测试一致,准确度高,但分析速度较慢,适用于少量样品的分析测试。内标法是相对于校准曲线法而言的,在样品中添加固定量的内标物,用分析物和内标物响应信号的相对值和分析物的浓度或量之间的线性关系进行相对法定量,实现样品中被测物的分析。内标物的选择是内标法分析的关键,一般的选择原则是:①内标物和分析物的理化性质相似,最好是同系物;②内标物不干扰分析物的测试信号,也不被样品中其他组分干扰;③内标物的添加量和分析物的浓度相当。内标法主要是减少测量过程中放电条件、进样量大小等各类干扰因素造成的影响,有效提高方法的准确度。



# 基础性实验



