



高技能人才培养系列教材

GAOJINENG RENCAI PEIXUN XILIE JIAOCAI

YI QI FEN XI

实用仪器分析

罗思宝 甘中东 ● 主编

西南交通大学出版社

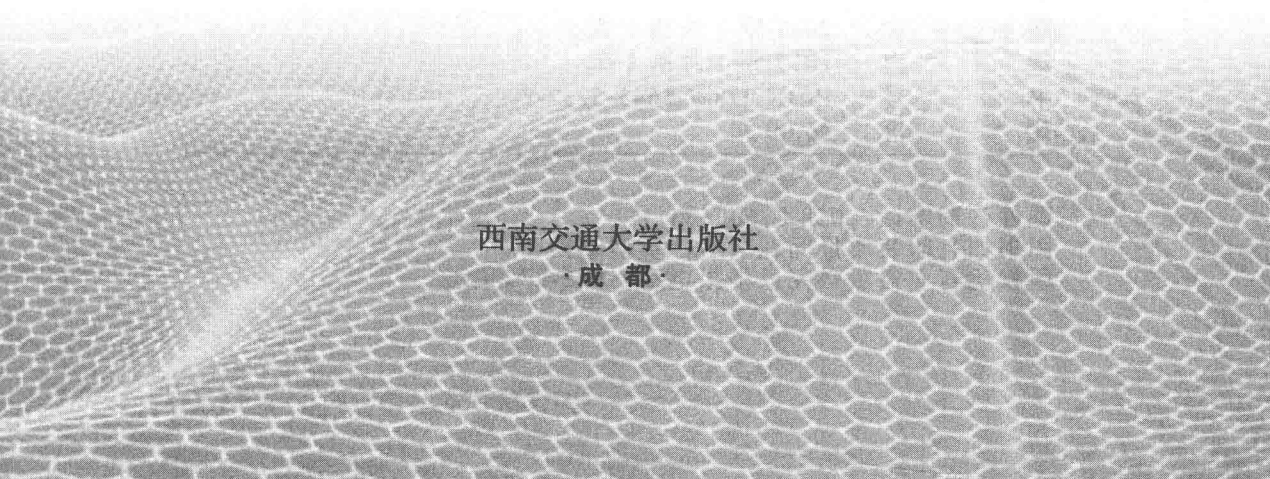


高技能人才培养系列教材

GAOJINENG RENCAI PEIXUN XILIE JIAOCAI

实用仪器分析

罗思宝 甘中东○主编



西南交通大学出版社

·成都·

图书在版编目 (C I P) 数据

实用仪器分析 / 罗思宝, 甘中东主编. —成都:
西南交通大学出版社, 2017.1
ISBN 978-7-5643-5212-7

I. ①实… II. ①罗… ②甘… III. ①仪器分析—教
材 IV. ①O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 322560 号

实用仪器分析

罗思宝 甘中东 主编

责任编辑	牛 君
特邀编辑	赵述华
封面设计	何东琳设计工作室
出版发行	西南交通大学出版社 (四川省成都市二环路北一段 111 号 西南交通大学创新大厦 21 楼)
发行部电话	028-87600564 028-87600533
邮政编码	610031
网 址	http://www.xnjdcbs.com
印 刷	成都中铁二局永经堂印务有限责任公司
成 品 尺 寸	185 mm × 260 mm
印 张	13.25
印 数	283 千
版 次	2017 年 1 月第 1 版
印 次	2017 年 1 月第 1 次
书 号	ISBN 978-7-5643-5212-7
定 价	35.00 元

课件咨询电话: 028-87600533

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

· 前 言 ·

仪器分析是化工分析与检测的重要专业基础课。通过本课程的学习,可以使學生掌握仪器分析的基本原理、基本方法、基本知识和常用仪器的基本操作技能;培养学生分析问题和解决问题的能力,为学习后续专业课程和今后的工作打下坚实的基础。本书紧密结合专业,并且融入了编者的教学经验,选材适当、深浅适宜,符合教学大纲要求;内容安排紧凑、简明扼要,针对性、实用性强;文字流畅、易懂;专业名词及计量单位的使用规范。

全书五个模块,共编写了 21 个项目 80 个任务驱动实验,其中基本操作项目实验 8 个,综合项目实验 13 个。内容包括紫外-可见分光光度法、原子吸收分光光度法、气相色谱法、高效液相色谱法、电化学分析法和附录。本书安排两个层次的实验,即基本操作项目实验和综合项目实验。每个模块都先安排基本操作项目实验,然后简要介绍仪器的原理、结构和分析方法,再进行综合项目实验,最后在各项目后的技能拓展中给出该仪器操作说明。编写综合实验的宗旨是依照学生所在专业的需要,设计了分析物质完成过程的项目实验。

参加本书编写工作的有(按姓名笔画排序):甘中东(模块四、模块五)、陈小平(模块二)、肖春梅(模块一)、罗思宝(模块二、模块三);全书由罗思宝修改定稿。四川化工职业技术学院张欣教授在百忙之中审阅了书稿,提出了许多宝贵意见,在此表示衷心的感谢。

在本书编写过程中,参考了国内外出版的一些教材、著作和国家标准,引用了其中某些数据和图表,在此向有关作者表示由衷的感谢。

尽管全体编者付出了极大的热情和努力,但由于水平有限,书中的疏漏和不当之处在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

2016 年 7 月

· 目 录 ·

绪 论	1
模块一 紫外-可见分光光度法	3
项目一 高锰酸钾吸收光谱曲线绘制	3
项目二 水中微量铁含量的测定（定性分析）	5
项目三 邻二氮菲测定水中微量铁含量（定量分析）	8
项目四 紫外分光光度法测定苯甲酸的含量（定性和定量分析）	17
项目五 紫外分光光度法测定未知物含量（定性和定量）	20
项目六 紫外分光光度法测定三氯苯酚中的苯酚含量	27
项目七 食品中亚硝酸盐含量的测定	31
模块二 原子吸收分光光度法	35
项目一 火焰原子吸收光谱法测定水样中的镁	35
项目二 火焰原子吸收分光光度法测定茶叶中的铜	53
模块三 气相色谱法	71
项目一 填充色谱柱的制备	71
项目二 色谱基础操作	74
项目三 气相色谱定性分析	86
项目四 气相色谱归一化法定量	89
项目五 苯中甲苯含量的测定	96
项目六 白酒中风味组分含量测定	101
项目七 乙酸乙酯中乙醇含量测定	116
项目八 果蔬中三氯杀螨醇含量测定	121

模块四 高效液相色谱法 132

 项目一 认识和使用高效液相色谱仪 132

 项目二 高效液相色谱法测定试样中百菌清的含量 146

模块五 电化学分析 166

 项目一 电位法测量水溶液的 pH 166

 项目二 电位滴定法标定 NaOH 标准滴定溶液 172

参考文献 191

附 录 192

 附录 A 192

 附录 B 199

 附录 C 203

 附录 D 205

绪 论

仪器分析是分析化学的一部分，它是根据物质的物理和物理化学性质来测定物质的组成及相对含量等的分析方法。仪器分析通常需要一些较为精密、特殊的仪器，随着科学技术的发展，不仅强化和改善了原有仪器的性能，还推出了很多新的分析测试仪器；并将其广泛应用于石油、化工、食品监测、环境保护等领域。因此，常用分析仪器的一些基本原理和实验技术是每位分析人员必须掌握的基础知识和基本技能。

一、仪器分析方法分类

根据测定方法的原理不同，可以分为光化学分析法、电化学分析法、色谱法和其他分析方法。将常用的仪器分析方法分类列表如下（表 0-1）：

表 0-1 常用的仪器分析方法

方法分类	测定方法原理	对应的分析方法（部分）
光化学分析	眼睛观察比较有色溶液颜色深度（或浑浊）	目视比色法
	物质对光的选择性吸收（分子吸收）	紫外-可见分光光度法
	物质原子蒸气对特殊光源的吸收	原子吸收光谱法
电化学分析	利用物质的电学和电化学性质	直接电位法
	用电池电动势的突跃来确定滴定分析的终点	电位滴定法
	准确测量电解过程中所消耗的电量进行定量分析	库伦分析法
色谱分析	根据被测物质在流动相和固定相中的作用力不同，经过反复多次的分配，从而达到分离的目的。当流动相为气体时，适合低沸点有机物的分离	气相色谱法
	当流动相为液体时，适合分离的物质范围大大扩大	液相色谱法
其他分析方法	利用离子在电场、磁场中运动性质的差异，将其按质荷比（ m/z ）大小进行分离	质谱法



二、仪器分析的特点

目前被广泛应用于分析的仪器分析方法的特点：

- (1) 操作简便而快速，特别是针对低含量的物质组分分析。
- (2) 分析仪器的微机化和智能化。
- (3) 仪器分析在物质的结构、组分价态以及元素在微区的空间分布等测定方面具有优势。

三、仪器分析的发展

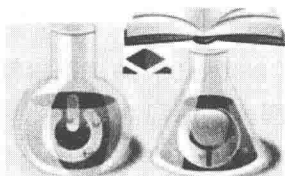
随着科学技术的发展，分析化学在方法和实验技术方面都发生了深刻的变化，特别是新的仪器分析方法不断出现，且其应用日益广泛，从而使仪器分析在分析化学中所占的比重不断增长，并成为现代实验的重要支柱。

现代仪器分析技术正向智能化方向发展，发展趋势主要表现是：基于微电子技术和计算机技术的应用实现分析仪器的自动化，通过计算机控制器和数字模型进行数据采集、运算、统计处理系统实现了分析仪器数字图像处理能力的发展。分析仪器的联用技术向测试速度超高速化、分析试样超微量化、分析仪器超小型化的方向发展。

模块一 紫外-可见分光光度法

项目一 高锰酸钾吸收光谱曲线绘制

任务驱动



可见分光光度法的基础是目视比色法。目视比色利用有色溶液的颜色深浅判断试样中组分含量的范围，该法实用面窄。分光光度法利用分光装置优化了光源，得到单色光，使物质对光的选择性吸收更灵敏、更准确，可以对物质进行定性分析和定量分析。比如，物质的吸收光谱曲线可以是定性依据。

培养目标

- (1) 掌握光吸收的基本原理及朗伯-比尔定律；
- (2) 掌握分光光度法测定试样中微量铁的原理；
- (3) 能正确绘制吸收光谱曲线，正确选择最大吸收波长；
- (4) 学会可见分光光度计的操作；
- (5) 熟练掌握用工作曲线法处理分析结果。

任务一 实验准备和试剂配制



准备仪器

721 或 722 型分光光度计，小烧杯，容量瓶（比色管），吸量管，洗耳球，洗瓶，滤纸片等。



准备试剂

- (1) 标准贮备溶液（含锰 0.1 mg/mL ）：高锰酸钾。
- (2) 标准使用溶液（含锰 $10 \text{ } \mu\text{g/mL}$ ）：准确移取标准贮备溶液 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶（比色管）中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀即可。



任务二 显色溶液的配制

取 50 mL 容量瓶（比色管）2 只，分别准确加入 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的高锰酸钾标准使用溶液 0.00 mL、6.00 mL，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

任务三 测绘吸收光谱曲线并选择测定波长

活动一 测绘吸收光谱曲线

选用加有 6.00 mL 锰标准溶液的显色溶液，以不含锰（0.00 mL）的试剂溶液为参比，用 2 cm（1 cm）的比色皿，在波长 470 ~ 570 nm 范围内，每隔 10 nm 测量一次吸光度。在峰值附近，每隔 5 nm 测量一次。以吸光度为纵坐标，波长为横坐标，绘制吸收光谱曲线。

选择吸收光谱曲线的最大吸收波长（吸光度最大所对应的波长） $\lambda_{\max}$ 为锰测定波长。

活动二 实验数据记录及处理

根据上述数据绘制吸收光谱曲线，确定最大吸收波长即为测定波长。实验记录如表 1-1 所示：

表 1-1 高锰酸钾吸收光谱曲线测绘实验数据

波长 λ/nm	470	480	490	500	505	510	515	520	530	540	550	560	570
吸光度 (A)													

任务四 实验过程和结果评价

高锰酸钾的吸收光谱曲线绘制实验评分如表 1-2 所示：

表 1-2 实验评分

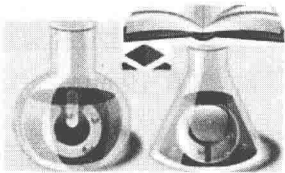
操作要求	鉴定范围	鉴定内容	分值	得分	鉴定比例
操作技能	基本操作技能	标准储备溶液和标准工作溶液的配制	3		20%
		开机、关机操作	2		
		光度测量操作（波长的选择、吸光度测量方法）	5		
		正确记录数据和正确绘制吸收光谱曲线	5		
		显色反应条件的选择（显色剂、酸度、还原剂）	2		
		数据的正确处理	3		

续表

操作要求	鉴定范围	鉴定内容	分值	得分	鉴定比例
仪器使用与维护	设备的使用与维护	正确认识使用光源	5		30%
		正确认识使用单色器	5		
		正确认识使用光电管	5		
	玻璃仪器的使用与维护	正确使用比色管、吸收池	10		
		正确使用烧杯、滴管、容量瓶、移液管、玻璃棒等	5		
数据结果处理	吸收曲线的绘制	一条平滑的曲线，峰值突出	20		40%
		曲线有两个以下的起伏，峰值一般	10		
		多个起伏，无明显峰值	0		
	最大吸收波长	515 nm	20		
		(515±10) nm	10		
		小于 505 nm 或大于 525 nm	0		
安全与其他	合理支配时间 保持整洁、有序的工作环境 合理处理、排放废液 安全用电 正确记录原始数据 按时完成实验报告，并整洁有序		10		10%

项目二 水中微量铁含量的测定（定性分析）

任务驱动



可见分光光度法的定性是利用一定范围内不同波长的光照射同一透明物质时，吸光度（ A ）不同，以波长为横坐标，吸光度为纵坐标作图，得到该物质的吸收光谱曲线。由于物质对光的选择性吸收，不同物质的吸收光谱曲线是不一样的，可以作为物质定性的依据。当物质溶液为无色时，可以通过实验方法显色，再进行吸收光谱曲线的测定。

培养目标

- （1）掌握光吸收的基本原理及朗伯-比尔定律；
- （2）掌握分光光度法测定试样中微量铁的原理；
- （3）能正确绘制吸收光谱曲线，正确选择最大吸收波长；
- （4）学会可见分光光度计的操作；
- （5）熟练掌握用工作曲线法处理分析结果。



任务一 实验准备和试剂配制

活动一 准备仪器与试剂



准备仪器

721 或 722 型分光光度计, 小烧杯, 容量瓶, 吸量管, 洗耳球, 洗瓶, 滤纸片等。



准备试剂

$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (AR), 10% 盐酸羟胺 (新配制), 1 mol/L NaAc, 邻二氮菲溶液 (0.15%, 新配制)。

活动二 配制溶液

1. 试液制备

(1) 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准铁溶液的制备: 精确称取分析纯 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0.7002 g, 置于小烧杯中, 加入 30 mL 3 mol/L H_2SO_4 溶液和少量水, 溶解后, 转移至 1 000 mL 容量瓶中用水稀释至刻度, 摇匀。从中吸取 50 mL 该溶液于 500 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 3 mol/L H_2SO_4 溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。

(2) 1 mol/L NaAc 溶液。

2. 显色溶液的配制

分别吸取上述标准铁溶液 (10.0 $\mu\text{g/mL}$) 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 依次加入 NaAc 溶液 5 mL、盐酸羟胺溶液 1 mL、邻二氮菲溶液 2 mL, 然后用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 放置 10 min。

注意

(1) 在显色过程中, 每加入一种试剂都要摇匀。

(2) 在测定过程中, 每改变一次波长都要重新调整零点。

任务二 测绘吸收光谱曲线并选择测定波长

活动一 测定绘制吸收光谱曲线

选用加有 6.00 mL 铁标准溶液的显色溶液,以不含铁的试剂溶液为参比,用 2 cm (1 cm) 的比色皿,在波长 450 ~ 550 nm 之间,每隔 10 nm 测量一次吸光度。在峰值附近,每隔 5 nm 测量一次。以吸光度为纵坐标,波长为横坐标,绘制吸收光谱曲线。

选择吸收光谱曲线的最大吸收波长(吸光度最大所对应的波长) $\lambda_{\max}$ 为邻二氮菲测铁的测定波长。

活动二 记录实验数据

实验数据记录如表 1-3 所示:

表 1-3 邻二氮菲测铁吸收光谱曲线测绘实验数据

λ/nm	450	460	470	480	490	500	505	510	515	520	530	540	550
吸光度 (A)													

任务三 实验过程和结果评价

邻二氮菲测水中微量铁的吸收光谱曲线绘制评分如表 1-4 所示。

表 1-4 实验评分

操作要求	鉴定范围	鉴定内容	分值	得分	鉴定比例
操作技能	基本操作技能	标准贮备溶液和标准工作溶液的配制	3		20%
		开机、关机操作	2		
		光度测量操作(波长的选择、吸光度测量方法)	5		
		正确记录数据和正确绘制吸收光谱曲线	5		
		显色反应条件的选择(显色剂、酸度、还原剂)	2		
		数据的正确处理	3		
仪器使用与维护	设备的使用与维护	正确认识使用光源	5		30%
		正确认识使用单色器	5		
		正确认识使用光电管	5		
	玻璃仪器的使用与维护	正确使用比色管、吸收池	10		
		正确使用烧杯、滴管、容量瓶、移液管、玻璃棒等	5		

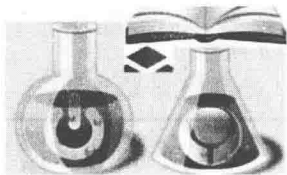


续表

操作要求	鉴定范围	鉴定内容	分值	得分	鉴定比例
数据结果处理	吸收曲线的绘制	一条平滑的曲线，峰值突出	20		40%
		曲线有两个以下的起伏，峰值一般	10		
		多个起伏，无明显峰值	0		
	最大吸收波长	510 nm	20		
		(510±10) nm	10		
		小于 500 nm 或大于 520 nm	0		
安全与其他	合理支配时间 保持整洁、有序的工作环境 合理处理、排放废液 安全用电 正确记录原始数据 按时完成实验报告，并整洁有序	10		10%	

项目三 邻二氮菲测定水中微量铁含量（定量分析）

任务驱动



可见分光光度法是目前应用最广泛的一种仪器分析方法, 主要用于试样中微量组分含量的测定。该法是基于物质对光的选择性吸收而建立起来的一种光学分析法, 具有灵敏度高、准确度高、操作简单、应用广泛等特点。比如可以用它来测定水中微量铁的含量。

培养目标

- (1) 掌握光吸收的基本原理及朗伯-比尔定律;
- (2) 掌握分光光度法测定试样中微量铁的原理;
- (3) 能正确绘制吸收光谱曲线, 正确选择最大吸收波长;
- (4) 学会可见分光光度计的操作;
- (5) 熟练掌握用工作曲线法处理分析结果。

任务一 实验准备和试剂配制



准备仪器

721 型、721G 型、721N 型或 722 型分光光度计，容量瓶（比色管）50（100）mL（2 只），

吸量管 10 mL（2 只）、5 mL（2 只）、1 mL（1 只）。



准备试剂

（1）10.0 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶准确称取 0.7002 g $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ，置于烧杯中，以 30 mL 3 mol/L H_2SO_4 溶液溶解后转入 1 000 mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。从中吸取 50 mL 该溶液于 500 mL 容量瓶中。加 20 mL 3mol/L H_2SO_4 溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

（2）0.15% 邻二氮菲溶液（临用时配制）：先用少许乙醇溶解，再用水稀释。

（3）10% 盐酸羟胺溶液（临用时配制）。

（4）1 mol/L NaAc 溶液。

任务二 实验过程测定

活动一 显色溶液的配制

1. 显色溶液的配制

（1）标准系列显色溶液的配制

取 50 mL（100 mL）容量瓶（比色管）6 只，分别准确加入 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的铁标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，再于各容量瓶（比色管）中分别加入 10 % 的盐酸羟胺溶液 1mL，摇匀，稍停，再各加入 1 mol/L NaAc 溶液 5 mL 及 0.15 % 的邻二氮菲溶液 2 mL，每加一种试剂后均摇匀再加另一种试剂，最后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

（2）未知铁试样溶液的配制

分别准确吸取原始未知铁试样溶液 5.00 mL 于三只 50 L（100 mL）容量瓶（比色管）中，再于各容量瓶（比色管）中分别加入 10 % 的盐酸羟胺溶液 1 mL，摇匀，稍停，再各加入 1 mol/L NaAc 溶液 5mL 及 0.15 % 的邻二氮菲溶液 2 mL，每加一种试剂均需摇匀后再加另一种试剂，最后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

2. 标准工作曲线的绘制

在实验一选定的测定波长下，以不含铁（0.00 mL）的试剂溶液为参比，用 2 cm



(1 cm) 的比色皿, 测定以上配制好的各个显色溶液的吸光度, 以溶液浓度为横坐标, 测定溶液的吸光度为纵坐标, 绘制标准工作曲线。

3. 样品的测定

在与标准工作曲线同样的条件下, 测量未知溶液的吸光度。

活动二 实验记录和结果计算

1. 标准工作曲线的绘制记录 (表 1-5)

表 1-5 邻二氮菲测铁吸收工作曲线绘制实验记录

铁标准溶液体积/mL	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
含铁量/ μg	20.0	40.0	60.0	80.0	100.0
吸光度 (A)					

2. 未知样的测定记录 (表 1-6)

表 1-6 邻二氮菲测铁未知样测定实验记录

未知原始溶液的体积/mL	5.00	5.00	5.00
吸光度 (A)			
未知溶液的含铁量/ μg			

3. 数据处理和计算结果标准工作曲线绘制和样品测定

(1) 以吸光度为纵坐标、含铁量 (μg) 为横坐标, 绘制标准工作曲线。

(2) 通过标准工作曲线查得试样吸光度相应的含铁量 x (μg)。

(3) 试样的原始浓度计算如下。

$$\text{试样的原始浓度 } C_x (\mu\text{g/mL}) = \frac{\text{试样含铁量 } X (\mu\text{g})}{\text{试液体积 } V (\text{mL})} \quad (1-1)$$

任务三 实验过程和结果评价

邻二氮菲测量水中微量铁评分如表 1-7 所示:

表 1-7 实验评分

操作要求	鉴定范围	鉴定内容	分值	得分	鉴定比例
操作技能	基本操作技能	标准贮备溶液和标准工作溶液的配制	3		20%
		开机、关机操作	2		
		光度测量操作 (最大吸收波长的选择、吸光度测量方法)	5		

续表

操作要求	鉴定范围	鉴定内容	分值	得分	鉴定比例
操作技能	基本操作技能	正确记录数据和正确绘制工作曲线以及工作曲线的正确使用	5		
		显色反应条件的选择（显色剂、酸度、还原剂）	2		
		数据的正确处理	3		
仪器使用与维护	设备的使用与维护	正确认识使用光源	5		30%
		正确认识使用单色器	5		
		正确认识使用光电管	5		
	玻璃仪器的使用与维护	正确使用比色管、吸收池	10		
		正确使用烧杯、滴管、容量瓶、移液管、玻璃棒等	5		
数据结果处理	工作曲线线性（ R 值）	0.999 ~ 1（包括 0.999）	20		40%
		0.99 ~ 0.999	10		
		< 0.99	0		
	测定结果准确度/%	相对误差 < 1	20		
		相对误差 < 5	10		
		相对误差 ≥ 5	0		
安全与其他	合理支配时间 保持整洁、有序的工作环境 合理处理、排放废液 安全用电 正确记录原始数据 按时完成实验报告，并整洁有序		10		10%

知识拓展

一、基本概念

众所周知，很多溶液都是有颜色的，比如硫酸铜溶液是蓝色的，高锰酸钾溶液是紫色的，而且浓度越大，颜色越深。所以，人们可以用眼睛比较溶液颜色深浅的方法来检测物质的含量，这种方法叫做目视比色法。但这种方法不是很精确，随着仪器的发展，现在用分光光度计来检测物质含量，这种方法叫做分光光度法。

分光光度法是基于物质对光的选择性吸收而建立起来的分析方法。按照光的波长不同可以分为可见分光光度法（ $\lambda=400 \sim 780 \text{ nm}$ ）、紫外分光光度法（ $\lambda=200 \sim 400 \text{ nm}$ ）和红外分光光度法（ $\lambda=3 \times 10^3 \sim 3 \times 10^4 \text{ nm}$ ）。本模块着重介绍紫外-可见分光光度。该法有如下特点：

- （1）灵敏度高。被测物最低浓度一般为 $10^{-5} \sim 10^{-6} \text{ mol/L}$ ，适用于微量组分的测定。
- （2）准确度高。相对误差一般为 2% ~ 5%，准确度虽不及化学法，但对于微量组分的测定，已完全满足要求。