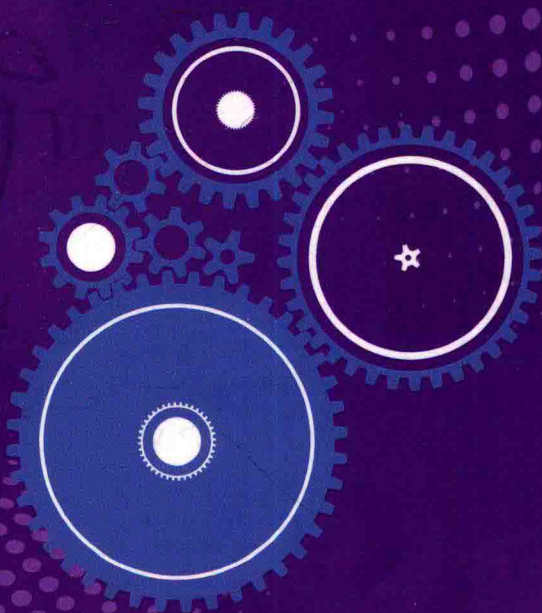


现代仪器分析实验

XIANDAI YIQI FENXI SHIYAN

JISHU ZHIDAO **技术指导**

李险峰 金真 马毅红 廖芳丽 © 编著



中山大学出版社
SUN YAT-SEN UNIVERSITY PRESS

现代仪器分析实验

XIANDAI YIQI FENXI SHIYAN

JISHU ZHIDAO

技术指导

李险峰 金真 马毅红 廖芳丽 © 编著



中山大学出版社
SUN YAT-SEN UNIVERSITY PRESS

· 广州 ·

版权所有 翻印必究

图书在版编目 (CIP) 数据

现代仪器分析实验技术指导/李险峰, 金真, 马毅红, 廖芳丽编著. —广州:
中山大学出版社, 2017. 9

ISBN 978 - 7 - 306 - 06160 - 7

I. ①现… II. ①李… ②金… ③马… ④廖… 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 (2017) 第 206718 号

出版人: 徐 劲

策划编辑: 金继伟

责任编辑: 曾育林

封面设计: 曾 斌

责任校对: 曹丽云

责任技编: 何雅涛

出版发行: 中山大学出版社

电 话: 编辑部 020 - 84110771, 84113349, 84111997, 84110779

发行部 020 - 84111998, 84111981, 84111160

地 址: 广州市新港西路 135 号

邮 编: 510275

传 真: 020 - 84036565

网 址: <http://www.zsup.com.cn> E-mail: zdcbs@mail.sysu.edu.cn

印 刷 者: 虎彩印艺股份有限公司

规 格: 787mm × 1092mm 1/16 10.375 印张 189 千字

版次印次: 2017 年 9 月第 1 版 2017 年 9 月第 1 次印刷

定 价: 38.00 元

如发现本书因印装质量影响阅读, 请与出版社发行部联系调换

序 言

现代仪器分析测试是我们认识客观物质世界的眼睛，是从事化工、材料、食品、环境等领域专业研究和生产实践中不可缺少的关键环节，是化学等相关专业学生必须具备的基本科研能力。为方便仪器分析实验教学，为教师科研及学生实验、毕业论文撰写等使用大型仪器时提供参考指导，结合实验室设备，特编写此书。

《现代仪器分析实验技术指导》内容包括紫外-可见分光光度法、红外吸收光谱法、原子吸收光谱法、原子荧光分析法、分子荧光分析法、气相色谱法、高效液相色谱法、离子色谱分析法、电化学分析法、场发射扫描电子显微镜分析法、X射线衍射分析法、差视扫描量热分析法，以及气-质联用、液-质联用、ICP-MS等仪器分析方法。在内容上涵盖各类仪器分析的基本原理，仪器构造，定性和定量分析方法及相关计算，样品处理，仪器操作使用的一般原则、经验和注意事项等，兼顾无机分析、有机分析、成分分析和结构分析，以及定性分析、定量分析、物理参数的测定等实验。在每个实验后还附有思考题。

本教材符合仪器分析实验教学的要求，系统性强，内容全面，简洁明了，便于阅读。可作为化学及相关专业“仪器分析”课程的实验教材或参考教材，同时也可在其他分析测试人员提供技术参考。

本书由李险峰老师组织编写，金真、马毅红、廖芳丽、叶晓萍、封科军、陈鸿雁、强娜、刘必富、刁贵强等老师参与编写。本书还得到梁浩、李浩、童义平、刘国聪、张喜斌、沈友等老师的大力支持及建设性指导意见。

限于编者水平，书中难免存在叙述不清或错误之处，希望广大读者批评指正，以便再版时得以更正。

编 者

2017年5月

目 录

实验一	有机化合物紫外吸收光谱及溶剂性质对吸收光谱的影响	1
实验二	紫外分光光度法测定水中总酚的含量	4
实验三	紫外吸收光谱法测定 APC 片剂中乙酰水杨酸的含量	6
实验四	紫外分光光度法测定色氨酸的含量	9
实验五	红外吸收光谱定性分析	11
实验六	红外光谱法测定苯甲酸的结构	14
实验七	火焰原子吸收光谱法基本操作及实验条件的选择	16
实验八	火焰原子吸收光谱法灵敏度和自来水中镁的测定	20
实验九	石墨炉原子吸收法测定水样中铅含量	23
实验十	原子荧光法测定超细二氧化钛杂质中的铅	28
实验十一	原子荧光法检验药物中的铅和砷	32
实验十二	荧光法测定果蔬及饮料中的抗坏血酸	35
实验十三	荧光法测定医用维生素 B ₂ 中核黄素的含量	38
实验十四	气相色谱法分离苯系物	43
实验十五	气相色谱程序升温法分析开油水成分	48
实验十六	气相色谱法测白酒中甲醇的含量	54
实验十七	高效液相色谱仪的结构及使用方法	59
实验十八	反相高效液相色谱法分析混合有机物中的丙酮	63
实验十九	高效液相色谱法检测奶粉中三聚氰胺的含量	67
实验二十	离子色谱法测定矿泉水中 F ⁻ 、Cl ⁻ 、NO ₃ ⁻ 和 SO ₄ ²⁻	71
实验二十一	循环伏安法测定 K ₃ [Fe(CN) ₆]	74
实验二十二	扫描电子显微镜分析纳米氧化铜的形貌及尺寸	80
实验二十三	差示扫描量热法 (DSC)	85
实验二十四	热重分析 (TG)	88
实验二十五	气相色谱 - 质谱 (GC-MS) 分离分析苯系物	91
实验二十六	GC-MS 定性分析烃类化合物	95
实验二十七	液相色谱 - 质谱联用技术 (LC-MS) 的各种模式探索	98



实验二十八 X 射线衍射 (XRD) 实验	102
实验二十九 X - 射线粉末衍射 - 多晶体物相分析	107
实验三十 电感耦合等离子 - 质谱 (ICP-MS) 测海链藻对微量金属 元素的吸附量	110
附录一 UV 2550 紫外 - 可见分光光度仪操作规程	116
附录二 Bruker TENSOR27 红外光谱仪操作规程及注意事项	118
附录三 TAS 990 原子吸收光谱仪操作规程	121
附录四 AFS 3100 原子荧光光谱仪操作规程	125
附录五 RF 5301 原子荧光光谱仪操作规程	128
附录六 TVOC 气相色谱仪 (GC900A) 操作规程及使用注意事项	130
附录七 Agilent 1100 高效液相色谱仪操作规程	132
附录八 GC 2010 气相色谱仪操作规程	134
附录九 岛津 LC 20AD 高效液相色谱仪操作规程	137
附录十 ICS 900 离子色谱仪操作规程及维护注意事项	139
附录十一 CHI 660D 电化学工作站操作规程	141
附录十二 日立 SU 8010 场发射扫描电镜操作流程及注意事项	143
附录十三 差示扫描量热仪 (DSC) 操作规程	146
附录十四 热重分析仪 (TG) 操作规程	148
附录十五 XRD 操作规程	150
附录十六 GC-MS 联用仪操作流程	152
附录十七 LC-MS 联用仪操作流程	154
附录十八 Agilent 7700x ICP-MS 操作流程	156

实验一 有机化合物紫外吸收光谱及溶剂性质对吸收光谱的影响

一、实验目的

- (1) 学习紫外吸收光谱的绘制方法，了解溶剂的性质对吸收光谱的影响。
- (2) 学习利用紫外吸收光谱检查物质纯度的方法。
- (3) 掌握 UV 2550 型紫外 - 可见分光光度计的使用。

二、实验原理

具有不饱和结构的有机化合物，如芳香族化合物，在紫外区（200 ~ 400 nm）有特征吸收，为有机化合物的鉴定提供了有用的信息。

紫外吸收光谱定性的方法是比较未知物与已知纯样在相同条件下绘制的吸收光谱，或将绘制的未知物吸收光谱与标准谱图（如 Sadtler 紫外光谱图）相比较，若两光谱图的 λ_{\max} （最大吸收峰波长）和 κ_{\max} （摩尔吸收系数）相同，表明它们是同一有机化合物。极性溶剂对有机物的紫外吸收光谱的吸收峰波长、强度及形状有一定的影响。溶剂极性增加，使 $n \rightarrow \pi^*$ 跃迁产生的吸收带蓝移，而 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁产生的吸收带红移。

三、仪器与试剂

1. 仪器

UV 2550 型紫外 - 可见分光光度计，带盖石英吸收池 2 只（1 cm）。

2. 试剂

- (1) 苯、乙醇、正己烷、氯仿、丁酮。
- (2) 异亚丙基丙酮分别用水、氯仿、正己烷配成质量浓度为 0.4 g/L 的溶液。



四、实验步骤

1. 苯的吸收光谱的测绘

在 1 cm 的石英吸收池中，加入两滴苯，加盖，用手心温热吸收池底部片刻，在紫外-可见分光光度计上，以空白石英吸收池为参比，在 220 ~ 360 nm 范围内进行波长扫描，绘制吸收光谱，确定峰值波长。

2. 乙醇中杂质苯的检查

用 1 cm 石英吸收池，以乙醇为参比溶液，在 230 ~ 280 nm 波长范围内测绘乙醇试样的吸收光谱，并确定是否存在苯的 B 吸收带。

3. 溶剂性质对紫外吸收光谱的影响

(1) 在 3 支 5 mL 带塞比色管中，各加入 0.02 mL 丁酮，分别用去离子水、乙醇、氯仿稀释至刻度，摇匀。用 1 cm 石英吸收池，以各自的溶剂为参比，在 220 ~ 350 nm 波长范围内测绘各溶液的吸收光谱。比较它们的 λ_{\max} 的变化，并加以解释。

(2) 在 3 支 10 mL 带塞比色管中，分别加入 0.20 mL 异亚丙基丙酮，并分别用水、氯仿、正己烷稀释至刻度，摇匀。用 1 cm 石英吸收池，以相应的溶剂为参比，测绘各溶液在 200 ~ 350 nm 范围内的吸收光谱，比较各吸收光谱 λ_{\max} 的变化，并加以解释。

五、实验参数设置

实验参数设置见表 1-1。

表 1-1 实验参数设置

波长扫描范围	带宽	石英吸收池	参比溶液	扫描速度
200 ~ 400 nm	0.5 nm	1 cm	溶剂	快

六、谱图分析

(1) 记录各溶液的紫外吸收光谱及实验条件，比较吸收峰的变化。

(2) 从苯、苯酚的紫外吸收光谱中，比较非极性溶剂正庚烷和极性溶



剂乙醇对峰值波长 λ_{\max} 的影响。

(3) 记录未知化合物的紫外吸收光谱及实验条件。

(4) 记录乙醇试样的紫外吸收光谱及实验条件，根据吸收光谱确定是否有苯吸收峰，峰值波长是多少。

七、注意事项

(1) 石英吸收池每换一种溶液或溶剂必须清洗干净，并用被测溶液或参比液荡洗3次。

(2) 本实验所用试剂均应为光谱纯或经提纯处理。

(3) 仪器状态是否正常一般可通过基线的平直度表示，必要时还应检查溶剂的背景吸收是否合格。

(4) 吸收峰强度应适中。如果测得的紫外吸收峰为平头峰或太小，可适当改变试液浓度。

八、思考题

(1) 分子中哪类电子跃迁会产生紫外吸收光谱？

(2) 当被测试液浓度太大或太小时，对测量将产生怎样的影响？应如何加以调节？

(3) 为什么极性溶剂有助于 $n \rightarrow \pi^*$ 跃迁向短波方向移动？而 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁向长波方向移动？

实验二 紫外分光光度法测定水中总酚的含量

一、实验目的

- (1) 掌握紫外分光光度法测定酚的原理和方法。
- (2) 掌握应用紫外-可见分光光度计进行定量分析的方法和基本操作。

二、实验原理

苯酚是工业废水中的一种有害物质，如果流入江河，会使水质受到污染，因此在检测饮用水的卫生质量时，需对水中总酚的含量进行测定。

苯具有环状共轭体系，由 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁在紫外吸收光区产生 3 个特征吸收带：强度较高的 E1 带，出现在 180 nm 左右；中等强度的 E2 带，出现在 204 nm 左右。强度较弱的 B 带，出现在 255 nm。有机溶剂、苯环上的取代基及其取代位置都可能对最大吸收峰的波长、强度和形状产生影响。具有苯环结构的化合物在紫外光区均有较强的特征吸收峰，在苯环上的部分取代基（助色团）使吸收增强，而苯酚在 270 nm 处有特征吸收峰，在一定范围内，其吸收强度与苯酚的含量成正比，符合朗伯-比尔（Lambert-Beer）定律，因此，可用紫外分光光度法直接测定水中总酚的含量。

三、仪器与试剂

1. 仪器

紫外-可见分光光度计，石英比色皿 1 套（1 cm），50 mL 容量瓶若干，移液管等若干。

2. 试剂

苯酚标准溶液 250 mg/L：准确称取 0.0250 g 苯酚于 50 mL 烧杯，加 20 mL 去离子水溶解，移入 100 mL 容量瓶，用去离子水定容至刻度，摇匀。



四、实验步骤

1. 标准系列溶液的配制

取 5 只 50 mL 容量瓶，分别加入 2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 质量浓度为 250 mg/L 的苯酚标准溶液，用去离子水稀释至刻度，摇匀。计算其浓度 (mg/L)。

2. 吸收曲线的测定

取上述标准系列中的任一溶液，用 1 cm 石英比色皿，以溶剂空白（去离子水）作参比，在 220 ~ 350 nm 波长范围内，扫描绘制吸收曲线。

3. 标准曲线的测定

选择苯酚的最大吸收波长 (λ_{\max})，用 1 cm 石英比色皿，以溶剂空白（去离子水）作参比，按浓度由低到高的顺序依次测定苯酚标准溶液的吸光度。

4. 水样的测定

在与上述测定标准曲线相同的条件下，测定水样的吸光度。

五、数据记录与处理

(1) 以吸光度为纵坐标，以波长为横坐标绘制吸收曲线，找出最大吸收波长 λ_{\max} ，并计算其 ϵ_{\max} 。

(2) 以吸光度为纵坐标，以标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。然后，根据水样吸光度在标准曲线上查出相对应的浓度值，计算出水样中苯酚的含量 (g/L)。

六、思考题

- (1) 紫外分光光度法与可见分光光度法有何异同？
- (2) 紫外分光光度计与可见分光光度计的仪器部件有何不同？
- (3) 在用分光光度计进行定量分析时，哪些操作可能影响测定结果的准确性？

实验三 紫外吸收光谱法测定 APC 片剂中乙酰水杨酸的含量

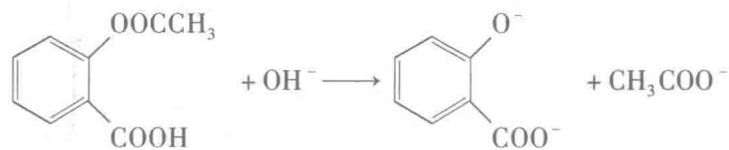
一、实验目的

(1) 了解紫外-可见分光光度计的结构及其可分析物质的结构特征, 学习其使用方法。

(2) 掌握紫外-可见分光光度法定量分析的基本原理和实验技术。

二、实验原理

APC 药片经研磨成粉末, 用稀 NaOH 水溶液溶解提取, 其主要成分乙酰水杨酸可水解成水杨酸钠进入水溶液, 该提取液在 295 nm 左右有一个水杨酸的特征吸收峰。通过测定稀释成一定浓度的提取液的吸光度值, 并用已知浓度的水杨酸的 NaOH 水溶液做出一条标准曲线, 则可从标准曲线上求出水杨酸的含量。根据两者的相对分子质量, 即可求得 APC 中乙酰水杨酸的含量。溶剂和其他成分不干扰测定。



$$\text{乙酰水杨酸浓度} = [\text{水杨酸浓度}] \times 180.15/138.12$$

三、仪器与试剂

1. 仪器

岛津 UV 2550 型紫外-可见分光光度计、3G 玻璃砂芯漏斗 1 个、抽滤瓶 1 个 (250 mL)、容量瓶 (250 mL 1 个、50 mL 7 个)、胖肚吸量管 (20 mL 1 支)、刻度吸量管 (5 mL 2 支)。

2. 试剂

水杨酸储备液 (0.5000 mg/mL): 称取 0.5000 g 水杨酸先溶于少量



0.10 mol/L NaOH 溶液中，然后用蒸馏水定容于 1000 mL 容量瓶中。NaOH 溶液 (0.10 mol/L)。

四、实验步骤

(1) 将 7 个 50 mL 容量瓶按 0 ~ 6 依次编号。分别移取水杨酸储备液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 于相应编号容量瓶中，各加入 1 mL 0.10 mol/L NaOH 溶液，用蒸馏水稀释至约 30 mL，80 °C 水浴加热 10 min，冷却至室温，稀释至刻度，摇匀。

(2) 放一片 APC 药片在清洁的 50 mL 烧杯中，加 2 mL 0.10 mol/L NaOH 先溶胀，再用玻棒搅拌溶解。在玻璃砂芯漏斗中先放入一张滤纸，用玻璃砂芯漏斗定量地转移烧杯中的内含物，先后用 10 mL 的 0.10 mol/L NaOH 淋洗烧杯和玻璃砂芯漏斗 2 次 (共 20 mL)，20 mL 蒸馏水淋洗漏斗 4 次 (共 80 mL)，并将滤液收集于同一个 250 mL 容量瓶中，最后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

(3) 从 250 mL 容量瓶中取 20 mL APC 溶液至一个 50 mL 容量瓶中，蒸馏水稀释至 30 mL 左右，用 80 °C 水浴加热 10 min，冷却至室温，稀释至刻度，摇匀。

(4) 在紫外 - 可见分光光度计上对编号为 3 的标准溶液进行扫描，波长范围为 280 ~ 320 nm，找出最大吸收波长，并在该波长下由低浓度到高浓度测定标准溶液吸光度，最后测定未知液的吸光度。

五、数据处理

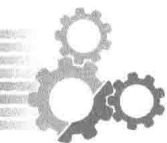
(1) 以吸光度 A 为纵坐标，以水杨酸浓度 C 为横坐标作标准曲线。

(2) 根据 APC 溶液的吸光度值，在标准曲线上求出相应的浓度 (mg/mL)，并换算成乙酰水杨酸的浓度。

(3) 根据稀释关系，求出一片 APC 中乙酰水杨酸的含量，与制造药厂所标明的含量 (25 mg) 进行比较，计算误差。

六、注意事项

(1) 配制样品前要将所使用的玻璃仪器用自来水冲洗，再用少量蒸馏水润洗。



(2) 取标准溶液时, 应先倒少量标准溶液于小烧杯中移取, 不要直接将移液管伸入标准液试剂瓶中。移取标准溶液之前要润洗移液管。

(3) 药片需充分溶胀后再碾碎。

(4) 水浴加热时, 容量瓶塞子切勿塞得过紧, 防止加热气体膨胀, 塞子冲出。

(5) 测量前用待测液润洗比色皿, 测量由低浓度到高浓度依次进行。

(6) 从实验步骤可知, 试样是经两次稀释后用很稀的浓度进行吸光度测试的, 因此提取和各步转移必须严格定量, 制作标准曲线的标样浓度也必须很准确, 否则就会使求得的试样浓度产生较大的误差, 而乘以稀释体积后, 所求的药片含量误差会更大。

七、思考题

(1) 实验中为什么要加热?

(2) 引起误差的因素有哪些? 如何减少误差?

实验四 紫外分光光度法测定色氨酸的含量

一、实验目的

(1) 掌握 UV 2550 型紫外 - 可见分光光度计的原理及其可分析物质的结构特征。

(2) 学会制作吸收曲线和标准曲线, 能正确选择合适的测定波长, 并对未知浓度的色氨酸溶液进行测定。

(3) 了解运用紫外 - 可见分光光度法分析未知化学物质的思路。

二、实验原理

组成蛋白质的 20 多种氨基酸, 在可见光区均无吸收, 由于酪氨酸、色氨酸和苯丙氨酸特有的共轭结构, 它们在紫外光区有吸收且符合朗伯 - 比尔定律 (酪氨酸的 $\lambda_{\max} = 278 \text{ nm}$ 、色氨酸的 $\lambda_{\max} = 279 \text{ nm}$ 、苯丙氨酸的 $\lambda_{\max} = 259 \text{ nm}$)。因此, 利用紫外分光光度法可测定这 3 种氨基酸的含量。

三、仪器与试剂

1. 仪器

UV 2550 型紫外 - 可见分光光度计、比色皿 1 套 (1 cm)、吸量管 3 支 (5 mL)、容量瓶 (50 mL, 1 个; 25 mL, 6 个)、烧杯、洗瓶。

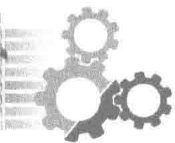
2. 试剂

色氨酸标准溶液 (1.0 mg/mL) 和未知液。

四、实验步骤

1. 吸收曲线的绘制

用移液管取色氨酸标准溶液 5.00 mL 于 50 mL 的容量瓶中, 稀释至刻



度，摇匀，选用 1 cm 石英比色皿，以蒸馏水为参比，在 240 ~ 320 nm 波长范围内使用仪器自动扫描。从显示窗调取：每间隔 5 nm 相应的吸光度 A 值，在峰值附近，每隔 2 nm 取一 A 值，绘出 $A - \lambda$ 吸收曲线，该曲线确定的最大吸收波长即为测定波长。

2. 标准曲线的绘制及未知试样的测定

在 5 个 25 mL 的容量瓶中分别取上一步配制好的标准溶液（100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL，用蒸馏水稀释至刻度处，摇匀。在最大波长处，用 1 cm 石英比色皿，以蒸馏水为参比测吸光度 A 值，并绘制标准曲线。另取一个 25 mL 的容量瓶，移入色氨酸未知样 2.00 mL，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀；条件同上测定吸光度值，从标准曲线上查出对应浓度值，并换算未知样的含量。

五、数据处理

(1) 记录对应不同波长下的吸光度，绘制色氨酸的吸收曲线，找到色氨酸最大吸收波长。

(2) 记录不同标准溶液的吸光度，绘制标准曲线，并由此计算色氨酸未知样的平均值 \bar{x} (mol/L) 及标准偏差。

六、注意事项

- (1) 制作标准曲线时注意实验条件要和测试样品的条件一致。
- (2) 比色皿要配套使用。

七、思考题

- (1) 色氨酸的紫外吸收主要来源于其结构中的哪些部分？
- (2) 标准曲线绘制时，色氨酸的纯度对样品测量结果有影响吗？
- (3) 如何利用紫外吸收光谱进行物质的纯度检查？

实验五 红外吸收光谱定性分析

一、实验目的

- (1) 了解红外光谱仪的结构和原理，掌握红外光谱仪的操作方法。
- (2) 掌握溶液试样红外光谱图的测绘方法。
- (3) 学习利用红外光谱图进行化合物鉴定的方法。

二、基本原理

在红外光谱分析中，固体试样和液体试样都可采用合适的溶剂制成溶液，置于光程为0.01 ~ 1 mm的液槽中进行测定。当液体试样量很小或没有合适的溶剂时，就可直接测定其纯液体的光谱。通常是将一滴纯液体夹在两块盐片之间以得到一层液膜，然后放入光路中进行测定，这种方法适用于定性分析。

制作溶液试样时常用的溶剂有 CCl_4 （适用于高频范围）、 CS_2 、 CHCl_3 等，对于高聚物则多采用四氢呋喃（适用于氢键研究）、甲乙酮、乙醚、二甲基亚砷、氯苯等。一般选择溶剂时应做到：①要注意溶剂 - 溶质间的相互作用，以及由此引起的特征谱带的位移和强度的变化，例如在测定含羟基及氨基的化合物时，要注意配成稀溶液，以避免分子间的缔和；②由于溶剂本身存在着吸收，所以选择时要注意溶剂的光谱，通常其透光率小于35%的范围内将会有干扰，大于70%的范围内则认为是透明的；③使用的溶剂必须干燥，以消除水的强吸收带，防止损伤槽盐片；④有些溶剂由于易挥发、易燃且有剧毒性，使用时必须小心。

进行红外光谱定性分析，通常有两种方法：

(1) 用标准物质对照。在相同的制样和测定条件下（包括仪器条件、浓度、压力、湿度等），分别测绘被分析化合物（要保证试样的纯度）和标准的纯化合物的红外光谱图。若两者吸收峰的频率、数目和强度完全一致，则可认为两者是相同的化合物。

(2) 查阅标准光谱图。标准的红外光谱图集，常见的有萨特勒