YIQI FENXI SHIYAN

仪器分析实验

主　编　张　英
副主编　李建章　徐　斌

西南交通大學出版社
Http://press.swjtu.edu.cn

仪器分析实验

主　编　张　英
副主编　李建章　徐　斌

安徽大学图书馆
藏　书
www.lib.ahu.edu.cn

西南交通大学出版社
·成　都·

图书在版编目（CIP）数据

仪器分析实验 / 张英主编. —成都：西南交通大学出版社，2013.8
ISBN 978-7-5643-2534-3

Ⅰ. ①仪… Ⅱ. ①张… 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（2013）第 182467 号

仪器分析实验

主编 张 英

责任编辑	牛 君
封面设计	本格设计
出版发行	西南交通大学出版社 （四川省成都市金牛区交大路 146 号）
发行部电话	028-87600564 028-87600533
邮政编码	610031
网 址	http：//press.swjtu.edu.cn
印 刷	成都蓉军广告印务有限责任公司
成品尺寸	170 mm × 230 mm
印 张	7.25
字 数	126 千字
版 次	2013 年 8 月第 1 版
印 次	2013 年 8 月第 1 次
书 号	ISBN 978-7-5643-2534-3
定 价	15.00 元

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

仪器分析作为现代分析测试手段，日益广泛地应用于许多领域的科研、生产，提供大量的物质组成、结构和表面状态等方面的信息。仪器分析实验是高等学校化学、制药、生物、材料等专业课“仪器分析”的配套教学内容，是一门实验技术性很强的课程。近年来，仪器分析实验仪器设备更新换代加速，实验室资源发生了明显变化。同时，由于实验室不可能购置多套同类大型仪器设备，如何利用有限的课时提高实验课教学质量，让学生不仅掌握实验原理和基本技能，还具备运用仪器分析解决实际问题的能力，为将来工作及科学研究打下良好的基础，是值得探索的课题。

本书注重与理论课程的衔接，并结合实验室最新仪器设备，简要介绍各类仪器分析方法的基本原理和特点，在光谱分析、电化学分析、色谱分离分析共选取了有代表性的实验项目 20 个，其中基本实验 4 个，拓展实验 16 个。在内容上兼顾无机分析、有机分析、定性分析、定量分析和结构分析。每个实验包括有实验目的和原理、仪器和试剂、实验步骤、数据处理、思考题、注意事项等项目，便于读者在预习时就能对实验内容有清晰的了解，做好各项准备工作，以取得较好的实验效果。在附录部分，列出了一些其他的仪器分析实验项目标题，感兴趣的读者可通过其他途径查阅。

本书是在我校自编的《仪器分析实验讲义》基础上改编而成，是四川理工学院化学与制药工程学院仪器分析教学组和实验中心诸位同仁长期实验教学的成果。丁杰、黄靖、何锡阳、王涛、黄生田、任旺等老师对本书的编写提出了许多宝贵的意见。本书的编写得到了化学与制药工程学院领导的大力支持，得到了四川理工学院教改和教材建设基金的资助。在此，我们一并对以上个人和单位致以衷心的感谢！

由于编者水平有限，虽经过反复修改，书中难免有不妥之处，恳请读者批评指正。

编　者

2013 年 7 月于四川理工学院

仪器分析实验室守则

为保障实验正常进行，避免实验事故，培养良好的实验作风和实验习惯，必须遵守下列守则：

1. 实验前须认真预习有关实验内容，掌握实验的方法、原理及实验步骤。未预习者不得进行实验。

2. 认真阅读“实验室安全制度”和“学生实验守则”，遵守实验室的各项规章制度。了解消防设施和安全通道的位置。树立环境保护意识，尽量降低化学物质（特别是有毒有害试剂以及洗液、洗衣粉等）的消耗。

3. 每次实验不得迟到。迟到超过 15 分钟取消此次实验资格。因病、因事缺席，须请假。

4. 实验教师应提前 15 分钟进入实验室，检查实验仪器设备。实验过程中，不得擅自离开实验室。注意巡视观察，认真辅导，随时纠正个别学生不规范的操作。

5. 学生应在实验教师的指导下开启或使用实验仪器，严格按照仪器分析教程和仪器操作说明书操作，出现意外，应及时告知实验教师。

6. 实验中要集中精力，认真操作，仔细观察，如实记录，不得涂改原始实验数据。实验结束后经指导教师检查合格后方可离开。

7. 保持实验室内安静、实验台面清洁整齐，所有废弃的固体物应丢入废物缸，不得丢入水槽，以免堵塞下水道。爱护仪器和公共设施，树立良好的公共道德。

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

目　录

第一部分　绪　论

第二部分　实验内容

第一章　光谱分析法 …… 9

紫外-可见分光光度分析法 …… 9

实验一　芳香族化合物紫外吸收光谱测定及溶剂效应 …… 14

实验二　食品中防腐剂的测定 …… 18

实验三　茶叶中咖啡碱含量的测定 …… 21

实验四　邻二氮菲分光光度法测定微量铁含量 …… 24

实验五　有机化合物的红外光谱分析 …… 29

实验六　火焰原子吸收光谱法测矿泉水中钙、镁的含量 …… 37

实验七　石墨炉原子吸收光谱法测定血清中铬含量 …… 43

实验八　分子荧光光谱法测定多维葡萄糖粉中维生素 B_2 含量 …… 47

第二章　色谱分离分析法 …… 54

实验九　气相色谱法分离苯及其衍生物 …… 56

实验十　含酚废水中苯酚含量的测定 …… 62

实验十一　白酒中醇系物的分析 …… 65

实验十二　高效液相色谱法测定饮料中防腐剂含量 …… 67

第三章　电化学分析法 …… 72

实验十三　单扫描示波极谱法测定自来水中铅含量 …… 73

实验十四　直接电位法测定碳酸饮料和皮蛋的 pH …… 77

实验十五　氟离子选择电极测定牙膏中游离氟离子含量 …… 82

实验十六　自动电位滴定测定酱油总酸量 …… 87

第四章　综合设计性试验 …… 90
实验十七　复方穿心莲片中穿心莲内酯含量分析 …… 90
实验十八　红辣椒中红色素的分离与测定 …… 92
实验十九　香菇中多糖、维生素和微量元素分析 …… 94
实验二十　化妆品中重金属离子的检测 …… 96
附　录 …… 98
参考文献 …… 108

第一部分

绪　论

一、仪器分析实验目的

（1）正确、熟练地掌握仪器分析实验的基本操作技能，学习并掌握典型的分析方法。

（2）熟悉并掌握各种常见分析仪器的基本原理，认真学习它们的使用方法和性能。

（3）通过验证性实验，使学生充分运用所学的理论知识指导实验；培养手脑并用能力和统筹安排能力。通过综合性和设计性实验，培养学生的综合素质及科研能力。

（4）培养严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的科学作风；培养科研工作者应有的基本素质。

二、仪器分析实验要求

我们着重强调实验方法的重要性：一方面，方法的好坏对实验结果有直接的影响；另一方面，对于每个样品的分析，往往可以采用几种不同的方法，我们要学会对不同方法加以分析比较，找出各自的优缺点，从而在实际应用中更得心应手。

我们应该多开动脑筋，在实验过程中发现问题，解决问题，在弄懂原理的基础上举一反三，把所学的实验方法应用于实际。

由于实验室不可能购置多套同类仪器设备，一般多采用轮转的方式做仪器分析实验，因而实验内容与讲课通常不能同步进行。在这种情况下，对实验前的预习就提出了更高的要求。为了做好实验，要求具体做好以下几点：

（1）实验前应准备一本预习报告本，认真进行预习，并撰写预习报告，内容包括：实验目的要求、基本原理、简单的实验步骤、实验中的注意事项。做好实验安排，对将要进行的实验做到心中有数。

（2）爱护仪器设备，对不熟悉的仪器设备应先仔细阅读仪器的操作规程，听从教师指导。未经允许不可随意动手，以防损坏仪器。

（3）实验过程中保持安静，正确操作，细致观察，认真记录，周密思考。遵守实验室安全规则，保持室内整洁，随时保持实验台面干净、整齐。火柴梗、废纸等杂物丢入废物缸内。实验中有害的废液、固体废物等要分类回收，按照有关要求自行或请相关专业公司进行无害化处理。注意节约使用水、电、煤气等，不要浪费。

（4）实验记录应如实反映实验的情况，通常应按一定格式书写。所有的原始数据都应一边实验一边准确地记录在报告本上，不要等到实验结束后才补记，更不要将原始数据记录在草稿本、小纸片或其他地方。记录本应预先编好页码，不应撕毁其中的任何一页。必须养成实事求是的科学态度，不凭主观意愿删去不好的数据，更不得随意涂改。若数据记录有误，可将错误的数据轻轻画一道杠，将正确的数据记在旁边，切不可乱涂乱改或用橡皮擦拭。任何随意拼凑、杜撰原始数据的做法都是不允许的。另外，注意所记录原始数据的有效数字应与使用的仪器精度一致。

（5）实验报告一般应包括以下内容：① 姓名；② 实验项目、日期；③ 实验目的要求、简要原理及主要实验步骤；④ 实验数据原始记录；⑤ 结果处理，包括图、表、计算公式及实验结果；⑥ 实验总结。

三、数据的处理方法

1. 表格法

直接将实验数据整理列入表格的方法，是最基本的数据整理方法，是其他数据整理方法的基础。表格法简明清晰，能表示自变量和因变量之间一一对应的关系。对于在同一条件下进行的多次实验，表格法不仅可以充分记录各次实验的原始数据，而且可以方便地用来计算和表示它们的代表值。利用Foxbase、Excel、数理处理或统计软件（如 SPSS、SAS、MATLAB、Origin等）可以十分方便地处理实验数据。

2. 作图法

将自变量 x 和因变量 y 的数据点描绘在一定的坐标系中，所形成的图形称为散点图。如果因变量 y 仅是自变量 x 的函数，连接大多数实验点，即可得到一条光滑的曲线。从曲线上不仅可以直观地观察到极值、转折点、周期性、变化速度等有关变量的变化特征，还可以在一定条件下用内插和外推的方法，求出一般实验条件下难以求得的数据。

3. 数学模型

为了更好地描述过程或现象的自变量和因变量之间的关系，常常将实验数据整理为数学方程式。利用数学方程式便于进行微分、积分等数学运算和在计算机上求解，并且在一定的范围内可以较好地预测实验结果。随着计算机技术的发展，人们常采用“回归分析”的数学方法求出回归方程来表示实

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

验数据的变化规律。从相关变量中找出合适的数学方程式的过程称为回归(也称为“拟合”)，得到的数学方程式称为回归式或回归模型。

下面简单介绍回归分析法：n 个数据点（x_1，y_1），（x_2，y_2），…，（x_n，y_n）的散点图如图 1.1.1 所示，数据 x 与 y 之间大致呈现线性关系，于是可以建立因变量 y 与自变量 x 之间的一元线性回归方程：

$$y = a + bx$$

式中　y ——由回归式计算出的值；

a，b ——回归系数。

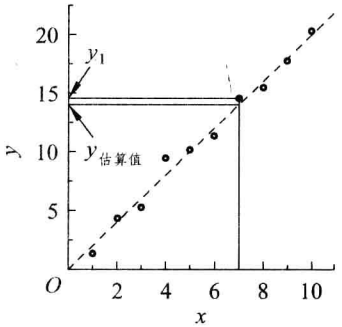

图 1.1.1　自变量 x 与因变量 y 关系的散点图

为了检验所建立回归方程的精度，可用相关系数表示。相关系数 r 是说明两个变量之间线性关系的密切程度的一个数量性指标：当 $r = 0$ 时，说明线性无关；当 $0.5<r<1$ 时，说明存在一定的线性关系（r 越接近 1，线性关系越密切）；当 $r = 1$ 时，为确定的线性函数关系。

第二部分

实验内容

第一章　光谱分析法

光谱分析方法是一类重要的仪器分析方法，它主要根据物质发射、吸收电磁辐射以及物质与电磁辐射的相互作用进行分析。根据电磁辐射的本质，光谱分析分为发射光谱分析、吸收光谱分析、荧光光谱分析和散射（拉曼）光谱分析。按照发生作用的物质微粒不同，光谱分析又可分为分子光谱和原子光谱。各种结构的物质都具有自己的特征光谱，光谱分析法利用物质的特征光谱研究物质结构、测定化学成分或含量。

吸收光谱法是利用物质的特征吸收光谱进行分析的方法。吸收光谱是基于物质在电磁辐射作用下吸收能量，发生特定能级的跃迁所产生的。在这类方法中通常需要测定试样的吸收光谱，主要依据特征吸收光谱的波长进行定性分析；而光谱的强度与物质的含量有关，故借以进行定量分析。根据吸收光谱所在光谱区不同，吸收光谱法可分为：莫斯鲍尔光谱法、X 射线吸收光谱法、原子吸收光谱法、紫外-可见分光光度法、红外吸收光谱法和核磁共振波谱法等。

紫外-可见分光光度分析法

紫外-可见光谱是物质的分子吸收光谱。紫外-可见分光光度法是基于物质对紫外、可见光的选择性吸收，建立在分子的外层电子跃迁时吸收光辐射能量基础上的分析方法。就定性分析而言，紫外光谱的吸收特征性不如红外光谱强，但在鉴定共轭发色基团时有独到之处。在元素测量方面，它的灵敏度虽然不及原子发射和原子吸收光谱高，但仍是一种高灵敏度的定量分析方法，常用于有机物及无机金属离子的痕量分析。且紫外-可见分光光度仪设备简单、操作简便、快速可靠、适用范围广，是企业、科研机构

必备的分析手段之一。

一、吸收光波长与物质颜色的关系（表 2.1.1）

表 2.1.1　吸收光波长与物质颜色的关系

光名称	吸收光波长/nm	吸收光颜色	互补色
紫外光	10～400		
可见光	400～450	紫	黄绿
	450～480	蓝	黄
	480～490	绿蓝	橙
	490～500	蓝绿	红
	500～560	绿	红紫
	560～580	黄绿	紫
	580～610	黄	蓝
	610～650	橙	绿蓝
	650～800	红	蓝绿
红外光	0.8～1 000 μm		

二、双光束紫外分光光度计的基本原理及结构

1. 基本原理

如图 2.1.1 所示，由光源 W 发出的复合光，经分光器 G 色散为单色光，此单色光经旋转扇形镜调制为 1 500 r/min 的交变信号，并分成 S 和 R 两束。此两束光分别通过样品池和参比池而到达接收器 B。扇形镜构造如图 2.1.2 所示，R 为反射光束，S 为透射光束，D 为不透也不反的背景，因此，由接收器（光电倍增管）输出如图 2.1.3 所示的电信号。与扇形镜同步旋转的编码器分别控制三路信号的通断，使之依次通过放大、转换及运算处理系统，并将扣除背景 D 之后的吸光度输出。

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com