

XIANDAI

FENXI CESHI JISHU YU SHIYAN

现代分析测试技术 与实验

马红燕 齐广才 © 主编

陕西出版集团
陕西科学技术出版社

现代分析测试技术与实验

马红燕 齐广才 主编

陕西新华出版集团
陕西科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

现代分析测试技术与实验/马红燕,齐广才主编. —西安:
陕西科学技术出版社, 2012. 8
ISBN 978 - 7 - 5369 - 5533 - 2

I. ①现… II. ①马… ②齐… III. ①仪器分析 IV. ①0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 193285 号

出版者 陕西出版集团 陕西科学技术出版社
西安北大街 131 号 邮编 710003
电话 (029) 87211894 传真 (029) 87218236
<http://www.snstp.com>

发行者 陕西出版集团 陕西科学技术出版社
电话 (029) 87212206 87260001

印刷 陕西艺盟印务有限公司
规格 787mm × 1092mm 16 开本
印张 18.5
字数 350 千字
版次 2012 年 8 月第 1 版
2012 年 8 月第 1 次印刷
定价 29.80 元

版权所有 翻印必究

前 言

随着科学技术的发展和社会的进步,分析测试方法在分析检测工作中所占的比重越来越大。分析测试实验是整个分析化学教学的重要组成部分,其在化学、应用化学、化工类专业及其他有关专业教学计划中的地位日益显得重要。分析测试实验包括化学分析实验和仪器分析实验 2 大部分,它与化学分析和仪器分析理论课程教学紧密结合,但又是一门独立的课程。

本书是在延安大学化学与化工学院分析化学教研室部分老师编写的《仪器分析实验》(陕西科学技术出版社 2007 年)的基础上,根据我校分析化学重点学科和分析化学重点实验室建设的成果,参照高等学校化学、应用化学、化学工程与工艺、临床检验、环境工程等专业基本培养规格和教学基本要求,并考虑到本校仪器设备的具体情况修订而成。

与《仪器分析实验》相比,本书在相关内容和体系上做了较大的调整:增加了分析化学实验室基本知识、定量化学分析和综合分析实验部分,将电化学分析和发光分析的相关内容进行了整合,增加了气相色谱-质谱联用的相关内容,增补了一些典型仪器的操作说明,对原有的实验进行了精选和补充。鉴于实验与理论课的讲述进度往往不能同步,本书在编写时,每一章首先介绍该类分析方法的基本原理、仪器、实验技术和典型仪器的操作步骤,每一实验前再阐明实验的要领和具体细节、完成实验过程中需注意的事项以及实验中要思考的问题,以便读者通过预习,对实验原理、实验仪器、实验方法有比较清晰的了解,以期取得良好的实验教学效果。本书也可以作为独立的分析测试实验技术用书,供其他希望了解化学分析和某种仪器分析技术的实验工作者使用,对于没有阅读过分析测试方面专业书的读者,也可以从本书中获得有关某种分析测试方法的原理、实验技术和应用等方面的较为全面的知识。

本书共包括 14 章 70 个实验内容,其中定量化学分析实验 15 个,仪器分析实验 48 个,综合分析实验 7 个。实验重点内容是滴定分析法、重量分析法、电位分析法、极谱分析与溶出伏安法、电解分析法、紫外-可见分光光度法、原子发射光谱法、原子吸收及原子荧光光谱法、红外吸收光谱法、荧光分析法、磷光分析法、化学发光分析法、气相色谱法、高效液相色谱法。此外,根据现代测试技术的发展适当增加了气相色谱-质谱、核磁共振光谱、流动注射分析、毛细管电泳等实验内容。可供教师和学生根据实际需要选择使用。

参加本书整理和编写工作的有马红燕(第 1 章、第 7 章、第 9 章)、齐广才(第 2 章、第 12 章)、于浩(第 4 章、第 14 章)、孙雪花(第 5 章、第 6 章)、任树林(第 3 章)、田锐(第 10 章、第 11 章)、张琰图(第 13 章)、刘珍叶(第 8 章)。全书由马红燕统稿整理。分析化学教研室的许多教师曾先后参加本实验课的教学,对教材建设作出了有益的贡献。本书的出版由延安大学分析化学校级重点学科和延安大学分析化学重点实验室建设项目经费资助。

由于编者水平有限,书中错误和不妥之处,恳望读者不吝指正。

编者

2012 年 4 月

目 录

第1章 绪论	(1)
1.1 分析化学的任务、作用和发展历史	(1)
1.2 分析测试实验在分析化学中的作用	(2)
1.3 分析测试实验内容安排	(2)
1.4 对分析测试实验的基本要求	(3)
第2章 分析化学实验室基础知识	(5)
2.1 分析实验室用水	(5)
2.1.1 分析实验室用水的规格	(5)
2.1.2 纯水质量的检验	(6)
2.1.3 各种纯水的制备	(6)
2.2 玻璃器皿的洗涤	(7)
2.2.1 洗涤方法	(7)
2.2.2 常用洗液的配制	(8)
2.2.3 玻璃仪器的干燥	(9)
2.3 化学试剂	(9)
2.3.1 化学试剂的等级	(9)
2.3.2 试剂的保管与取用	(10)
2.4 分析试样的采集、制备及分解	(11)
2.4.1 分析试样的采集和制备	(11)
2.4.2 分析试样的分解	(14)
2.5 实验数据的记录、处理及分析结果的表示	(17)
2.5.1 实验数据的记录	(17)
2.5.2 分析数据的处理	(18)
2.5.3 分析结果的表示	(19)
2.5.4 实验报告	(21)
2.6 实验室安全知识	(22)
2.6.1 实验室的安全规则	(22)
2.6.2 实验室用水安全	(22)
2.6.3 实验室用电安全	(23)

2.6.4	实验室用火(热源)安全	(23)
2.6.5	实验室使用压缩气的安全	(24)
2.6.6	化学实验废液(物)的安全处理	(25)
第3章	定量化学分析法	(26)
3.1	概述	(26)
3.2	方法原理	(27)
3.2.1	滴定分析法基本原理	(27)
3.2.2	重量分析法基本原理	(28)
3.3	实验技术	(30)
3.3.1	分析天平及其使用	(30)
3.3.2	常用滴定分析仪器及其使用	(36)
3.3.3	沉淀重量分析实验技术	(40)
3.4	实验	(45)
3.4.1	分析仪器的认领、洗涤和安全教育	(45)
3.4.2	分析天平的称量练习	(47)
3.4.3	常用容量器皿的校准	(49)
3.4.4	酸碱标准溶液的配制与相互滴定练习	(52)
3.4.5	食用醋中总酸度的测定(酸碱滴定法)	(53)
3.4.6	混合碱的分析(双指示剂法)	(54)
3.4.7	EDTA 标准溶液的配制与标定	(56)
3.4.8	自来水中总硬度的测定(络合滴定法)	(58)
3.4.9	铅、铋混合溶液的连续滴定(络合滴定法)	(59)
3.4.10	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(61)
3.4.11	过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	(62)
3.4.12	胆矾中铜含量的测定(间接碘量法)	(63)
3.4.13	维生素 C 含量的测定(直接碘量法)	(65)
3.4.14	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(67)
3.4.15	氯化钡中钡的测定(沉淀重量法)	(68)
第4章	电化学分析法	(70)
4.1	概述	(70)
4.2	方法原理	(70)
4.2.1	电位分析法	(70)
4.2.2	伏安和极谱分析法	(72)
4.2.3	电解分析法(电重量分析法)	(76)
4.2.4	库仑分析法	(77)

4.3	仪器部分	(78)
4.3.1	酸度计/电位计	(78)
4.3.2	伏安分析仪(电化学工作站)	(80)
4.3.3	KLT-1 型通用库仑仪	(84)
4.4	实验技术	(86)
4.4.1	电极	(86)
4.4.2	溶剂和支持电解质	(90)
4.5	实验	(91)
4.5.1	离子选择性电极性能参数的测定	(91)
4.5.2	离子选择性电极电位法测定自来水中的 F^-	(93)
4.5.3	电位法测定水溶液的 pH	(95)
4.5.4	硫、磷混酸的自动电位滴定	(98)
4.5.5	控制电流电解法测定 Cu	(99)
4.5.6	库仑滴定法测定维生素 C	(101)
4.5.7	循环伏安法研究电极反应参数	(102)
4.5.8	单扫描极谱法测定水样中镉的含量	(105)
4.5.9	汞膜电极阳极溶出伏安法测定微量 Cd	(107)
4.5.10	预镀铋膜电极阳极溶出伏安法同时测定微量 Cd 和 Pb	(108)
第 5 章	原子发射光谱法	(111)
5.1	概述	(111)
5.2	方法原理	(111)
5.3	仪器部分	(112)
5.3.1	光源	(112)
5.3.2	光谱仪	(113)
5.3.3	ICPS-7510 型等离子发射光谱仪	(115)
5.3.4	火焰光度计	(118)
5.3.5	FP-640 火焰光度计	(119)
5.4	实验技术	(120)
5.4.1	试样引入激发光源的方式	(120)
5.4.2	经典电光源的试样处理	(120)
5.4.3	等离子体光谱法的试样前处理	(121)
5.4.4	经典光源光谱分析用标准试样的制备	(121)
5.4.5	等离子体光源光谱分析用标准样品的制备	(121)
5.5	实验	(121)
5.5.1	发射光谱定性分析	(121)
5.5.2	ICP 光谱法测定饮用水中的总硅	(122)

5.5.3	镍电解液中主要成分和微量成分的 ICP 光谱测定	(123)
5.5.4	天然矿泉水中钾的测定	(124)
5.5.5	火焰光度法测定钠	(125)
第 6 章	原子吸收光谱法	(127)
6.1	概述	(127)
6.2	方法原理	(127)
6.3	仪器部分	(128)
6.3.1	光源	(128)
6.3.2	原子化器	(128)
6.3.3	光学系统	(130)
6.3.4	检测和显示记录系统	(130)
6.3.5	原子吸收分光光度计	(130)
6.3.6	原子荧光光度计	(133)
6.4	实验技术	(134)
6.4.1	原子吸收光谱法仪器条件的选择	(134)
6.4.2	原子吸收光谱法分析用标准试样的制备	(137)
6.4.3	原子吸收分光光度计日常维护及保养	(137)
6.4.4	原子荧光光谱法仪器最佳条件的选择	(138)
6.5	实验	(139)
6.5.1	原子吸收光谱法仪器条件的选择	(139)
6.5.2	火焰原子吸收光谱法灵敏度和检出限及自来水中钙、镁的测定	(141)
6.5.3	原子吸收分光光度法测定黄酒中铜和镉的含量——标准加入法	(143)
6.5.4	石墨炉原子吸收光谱法直接测定试样中的痕量铅	(145)
6.5.5	原子荧光法检验药物中铅和砷	(147)
第 7 章	紫外-可见分光光度法	(149)
7.1	概述	(149)
7.2	方法原理	(149)
7.2.1	紫外-可见吸收光谱的产生	(149)
7.2.2	朗伯-比尔吸收定律	(150)
7.2.3	吸光系数	(150)
7.2.4	偏离朗伯-比尔定律的因素	(151)
7.2.5	影响紫外-可见吸收光谱的因素	(151)
7.3	仪器部分	(151)
7.3.1	辐射光源	(151)
7.3.2	单色器	(152)
7.3.3	吸收池	(152)

7.3.4	检测器	(152)
7.3.5	记录器和信号显示系统	(153)
7.3.6	Agilent 8453 型紫外-可见分光光度计使用说明	(153)
7.3.7	T6 新世纪紫外可见分光光度计操作规程	(154)
7.3.8	722 型光栅分光光度计	(155)
7.4	实验技术	(156)
7.4.1	溶剂的选择	(156)
7.4.2	测定波长的选择	(156)
7.4.3	反应条件的选择	(157)
7.4.4	吸光度的实际测量	(158)
7.4.5	参比溶液的选择	(158)
7.4.6	比色皿(吸收池)的使用注意事项	(158)
7.4.7	工作曲线法定量	(159)
7.5	实验	(159)
7.5.1	邻二氮菲分光光度法测定微量铁的条件试验	(159)
7.5.2	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(161)
7.5.3	磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及稳定常数的测定	(164)
7.5.4	钢中铬和锰的同时测定	(166)
7.5.5	紫外吸收光谱测定葱醌粗品中葱醌的含量和摩尔吸光系数值	(168)
7.5.6	紫外光谱法测定饮料中的防腐剂	(170)
7.5.7	紫外-可见分光光度法测定废水中微量苯酚	(172)
第8章	红外吸收光谱分析	(174)
8.1	概述	(174)
8.2	方法原理	(174)
8.2.1	双原子分子的红外吸收频率	(174)
8.2.2	多原子分子的吸收频率	(175)
8.2.3	红外谱带强度	(176)
8.2.4	红外光谱及其表示方法	(176)
8.3	傅里叶变换红外光谱仪的结构与原理	(176)
8.3.1	工作原理	(176)
8.3.2	仪器的主要部件	(177)
8.4	实验技术	(177)
8.4.1	固体样品制样	(177)
8.4.2	液体样品制样	(178)
8.4.3	载样材料的选择	(179)
8.4.4	定量分析方法	(179)

8.4.5	红外谱图解析	(180)
8.4.6	镜面反射光谱技术	(180)
8.4.7	漫反射光谱技术	(180)
8.4.8	衰减全反射光谱技术	(181)
8.4.9	IRPrestige-21 仪器使用及软件操作	(181)
8.5	实验	(184)
8.5.1	液体、固体、薄膜样品透射谱的测定	(184)
8.5.2	正丁醇-环己烷溶液中正丁醇含量的测定	(186)
8.5.3	高散射粉末样品漫反射(DRS)光谱的测定	(187)
8.5.4	固体表面内反射吸收光谱的测定	(188)
第9章	分子发光分析法	(189)
9.1	概述	(189)
9.2	方法原理	(189)
9.2.1	荧光和磷光光谱法	(189)
9.2.2	化学发光分析法	(191)
9.3	仪器部分	(191)
9.3.1	荧光分光光度计	(191)
9.3.2	磷光分光光度计	(192)
9.3.3	化学发光分析仪	(192)
9.3.4	960MC 荧光分光光度计操作方法	(193)
9.3.5	970CRT 荧光分光光度计操作方法	(196)
9.3.6	日立 F-4500 荧光分光光度计简易操作方法	(198)
9.3.7	BPCL 微弱发光分析仪简易操作程序	(200)
9.4	实验技术	(201)
9.4.1	荧光(磷光)激发光谱和发射光谱的扫描	(201)
9.4.2	荧光强度与浓度的正比关系	(202)
9.4.3	环境因素对荧光光谱和荧光强度的影响	(202)
9.4.4	荧光的常规测定方法	(202)
9.4.5	同步扫描技术	(203)
9.4.6	三维荧光光谱	(204)
9.4.7	室温磷光分析技术	(204)
9.4.8	流动注射化学发光分析技术	(205)
9.5	实验	(205)
9.5.1	奎宁的荧光特性和含量测定	(205)
9.5.2	荧光分光光度法测定多维葡萄糖粉中维生素 B ₂ 的含量	(207)
9.5.3	荧光光度法直接测定水中的痕量可溶性铝	(209)

9.5.4	3-羟基香豆素的固体基质室温磷光测定	(210)
9.5.5	流动注射化学发光法测定环境水样中的铬(VI)	(212)
第 10 章	气相色谱法	(214)
10.1	概述	(214)
10.2	方法原理	(214)
10.2.1	气相色谱分析的基本原理	(214)
10.2.2	色谱分离基本理论	(215)
10.3	仪器部分	(217)
10.3.1	载气系统	(217)
10.3.2	进样系统	(218)
10.3.3	分离系统	(218)
10.3.4	检测系统	(218)
10.3.5	记录系统	(220)
10.3.6	温度控制系统	(220)
10.3.7	气相色谱-质谱联用仪器简介	(220)
10.3.8	GC102 型气相色谱仪及其使用	(221)
10.3.9	岛津 GC2010 型气相色谱仪及其使用	(222)
10.4	实验技术	(223)
10.4.1	色谱柱的老化	(223)
10.4.2	操作条件的选择	(223)
10.4.3	气相色谱分析中的样品	(224)
10.4.4	气相色谱-质谱联用相关技术	(224)
10.5	实验	(225)
10.5.1	热导池检测器灵敏度的测定	(225)
10.5.2	氢火焰离子化检测器灵敏度和检测限的测定	(227)
10.5.3	归一化法测定混合芳烃中各组分含量	(229)
10.5.4	气相色谱标准曲线法测定乙醇中微量水	(230)
10.5.5	气相色谱-质谱联用分离分析苯系物	(231)
第 11 章	高效液相色谱法	(233)
11.1	概述	(233)
11.2	方法原理	(233)
11.2.1	液相色谱法的主要类型	(233)
11.2.2	反相色谱法和正相色谱法	(234)
11.2.3	液相色谱的定性和定量方法	(234)
11.3	仪器部分	(234)
11.3.1	高压输液系统	(235)

11.3.2	进样系统	(235)
11.3.3	分离系统	(235)
11.3.4	检测系统	(235)
11.3.5	记录系统	(236)
11.3.6	Agilent 1200 高效液相色谱仪	(236)
11.4	实验技术	(237)
11.4.1	高效液相色谱分析方法的建立	(237)
11.4.2	高效液相色谱法中的流动相	(237)
11.4.3	梯度洗脱	(238)
11.5	实验	(239)
11.5.1	反相色谱法分离混合芳香烃	(239)
11.5.2	饮料中咖啡因的高效液相色谱分析	(240)
11.5.3	高效液相色谱法分离测定食品添加剂苯甲酸和山梨酸	(242)
第 12 章	毛细管电泳分析法	(244)
12.1	概述	(244)
12.2	方法原理	(244)
12.3	仪器部分	(245)
12.3.1	高压电源	(246)
12.3.2	毛细管及其温度控制	(246)
12.3.3	进样	(246)
12.3.4	检测器	(247)
12.4	实验技术	(248)
12.4.1	毛细管检测窗口的制作	(248)
12.4.2	毛细管内表面清洗	(248)
12.4.3	实验条件的选择	(249)
12.5	实验	(249)
12.5.1	有机化合物的毛细管区带电泳分析	(249)
12.5.2	阴离子的毛细管电泳分析(间接紫外检测法)	(250)
12.5.3	药物有效成分的毛细管胶束电动色谱分离和定量分析	(252)
第 13 章	核磁共振波谱法	(254)
13.1	概述	(254)
13.2	方法原理	(254)
13.2.1	原子核的自旋和磁矩	(254)
13.2.2	核磁共振条件	(255)
13.2.3	化学位移	(255)
13.2.4	自旋-自旋偶合和偶合常数	(256)

13.3	仪器部分	(257)
13.3.1	NMR 仪的分类、基本组成及技术指标	(257)
13.3.2	2 种典型的 NMR 谱仪	(257)
13.4	实验技术	(258)
13.4.1	样品制备	(258)
13.4.2	记录常规氢谱的操作	(259)
13.4.3	记录常规碳谱的操作	(259)
13.4.4	图谱解析	(260)
13.5	实验	(262)
13.5.1	用 ¹ H-NMR 鉴定典型的氢质子	(262)
13.5.2	苯佐卡因的核磁共振谱分析	(263)
第 14 章	综合分析实验	(265)
14.1	矿泉水中总硬度、碳酸盐、重碳酸盐的测定	(265)
14.2	河水中高锰酸盐指数、COD、TOC、BOD ₅ 的综合测定	(266)
14.3	商品煤水分、灰分及硫分的测定	(267)
14.4	大气中 SO ₂ 含量的测定	(268)
14.5	果汁饮料的综合分析	(268)
14.6	植物油中的有机酸分析	(269)
14.7	普鲁士蓝化学修饰电极的制备、表征及对过氧化氢的测定	(270)
参考文献	(271)
附录	(273)
1.	常用化合物的相对分子质量表	(273)
2.	pH 标准缓冲溶液的组成和性质(美国国家标准局)	(275)
3.	我国 7 种 pH 基准缓冲溶液的 pHs 值	(275)
4.	常用浓酸、浓碱的密度和浓度	(276)
5.	常用缓冲溶液的配制	(276)
6.	常用基准物质及其干燥条件与应用	(277)
7.	常用指示剂	(277)
8.	紫外测量中溶剂的使用波长	(280)
9.	某些有机基团的近似力常数	(280)
10.	红外光谱中一些基团的吸收区域	(281)

第1章 绪论

1.1 分析化学的任务、作用和发展历史

分析化学是化学量测和表征的科学。所谓化学量测,是指获取指定体系中有关物质的质、量和结构等各种信息。而表征则是精确地描述其成分、含量、价态、状态、结构和分布等特征。获取信息和进行表征的方法很多,一般可把分析化学分为仪器分析和化学分析2大类。

分析化学是最早发展起来的化学分支学科,并且在早期化学的发展中一直处于前沿和重要地位,被称为“现代化学之母”。我国化学界前辈徐寿先生(1818—1884)曾对分析化学学科给予很高评价。他说“考质求数之学,乃格物之大端,而为化学之极致也。”所谓考质,即定性分析;所请求数,即定量分析。可见分析化学是一门极其重要的、应用广泛的、理论与实际紧密结合的基础学科。

分析化学在20世纪发生了3次重大变革,第一次大变革发生在20世纪初,由于物理化学溶液理论的发展,为分析化学提供了理论基础,建立了溶液中4大平衡理论,使分析化学从一门单纯的技术发展成为一门独立的学科——经典化学分析。经典分析法,在过去的几十年中,无论是对国防建设、社会生产的发展、科学研究的进步,还是对化学学科本身的发展都起到了不可替代的作用。第二次大变革发生在第二次世界大战前后至20世纪60年代,化学方法在很多方面已不能解决科学技术发展所面临的许多新问题,如半导体超纯材料分析、石油化工、环境科学、生物医学复杂混合物分析等。物理学、电子学、半导体及原子能工业发展促进了分析化学中物理方法和仪器分析方法的大发展,分析化学进入以仪器分析为主的现代分析化学的时代。仪器的发展奠定了现代科学发展的基础,分析化学的许多分支学科也都是从某种重要仪器装置研制成功而建立和发展起来的。例如,光谱仪的发明产生了光谱学,极谱仪的发明产生了极谱学,色谱仪的发明产生了色谱学,质谱仪的发明产生了质谱学等。

目前,正在进入和经历分析化学历史上第三次以计算机应用为标志的大变革。计算机控制的分析数据采集与处理,实现了分析过程的连续、快速、实时、智能、分析自动化,促进了化学计量学的建立;以计算机为基础的新仪器,如傅里叶变换红外光谱仪、色-质联用仪等的出现,大大提高了分析化学获取信息的能力,扩大了获取信息的范围。现在,分析化学其研究内容除物质的元素或化合物成分、结构信息外,在很大程度上还包括了价态、形态、状态、空间结构,乃至能态分析、测定;研究试样成分的平均组成外,还可涉及成分的时空分布,包括静态、动态、瞬时分析;小至几纳米空间、单个细胞,大至生物圈、宇宙空间物质成分分布,此外还包括表面分析、微区分析等;除实验室取样分析外,还发展到现场实时分析,过程在线、线内、活体内原位分析等;除常量、微量分析外,还要求做痕量分析,甚至是单原子、分子检测。

分析化学已远远突破了原来化学的范畴,当今的分析化学已成为一门吸取了当代化学、物理、数学、电子学及计算机科学的新成就,具有自己的表征测量新方法、新技术,能够从分析数据中获得有用信息和知识来解决生产建设与科学研究中的实际问题的现代分析科学。分析化学已由单纯的数据提供者,上升到从分析数据中获取有用信息和知识,从而成为生产和科研中实际问题的解决者。2002年诺贝尔化学奖授予了在生物大分子分析领域作出重大贡献的3位科学家,这表明:质谱、核磁共振波谱等现代分析仪器在研究生物大分子结构领域已经产生了重大突破。20世纪末实施的人类基因组计划,DNA测序仪器技术不断推陈出新,从凝胶板电泳到凝胶毛细管电泳、线性高分子溶液毛细管电泳、阵列毛细管电泳,直至全基因组发射枪测序技术,在提前完成人类基因组计划中起到了关键性的作用。

分析化学的基础理论及实验技术已不仅限于为从事分析化学的专业人员所需要。生命科学、环境科学、海洋科学、临床医学以及地理地质等诸多学科的研究和发展都离不开分析化学原理和技术的进步与发展。

1.2 分析测试实验在分析化学中的作用

分析化学是化学各专业的必修基础课,是一门实践性很强的学科。分析测试实验是整个分析化学教学的重要组成部分,是化学专业的基础课程之一。分析测试实验包括化学分析实验和仪器分析实验2大部分,它与化学分析和仪器分析理论课程教学紧密结合,但又是一门独立的课程。实验教学和理论教学具有同等重要的地位,相辅相成。

通过分析测试实验教学可以加深对分析方法原理的理解,巩固课堂教学的效果;正确和熟练地掌握分析化学的基本操作与基本技能,了解所用仪器的构造和性能,学习并掌握各种典型仪器的分析方法,获取研究所需要的基础数据资料,确立“量”、“误差”和“有效数字”等概念,学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,以保证实验结果的可靠性。

而更重要的是通过实验学习和掌握先进的分析技术,培养学生严谨的科学态度、创新意识和创新能力等综合素质,提高独立从事科学实验研究以及提出和解决问题的能力。分析化学实验有着其他教学环节和实验无法替代的作用。良好的科学作风、独立工作能力将会对学生的未来发展产生深远的影响。

1.3 分析测试实验内容安排

本书是在延安大学分析化学教研室部分老师编写的《仪器分析实验》(陕西科学技术出版社,2007年)的基础上,根据近几年教学实践经验和分析化学课程教学的实际情况修订而成。

本书内容包括基础知识、定量化学分析实验、仪器分析实验和综合分析实验4部分。在编写过程中,首先,力求使实验课的教学逐渐摆脱对理论课的依赖,对方法原理与相关实验技术作了较多的说明,介绍了仪器组成、典型仪器的操作程序以及本仪器分析方法所能提供的各种信息,使学生在没有上理论课的情况下也能顺利地进行实验。其次,注重培养学生分析问题和解决问题的实际能力。为此,在实验教材中安排了3个层次的实验,即基础实验、应用实验和综合分析实验。基础实验主要是理论验证性实验;应用实验是将分析化学理论应用到实际

样品的分析实验,注重学生对分析方法的实际应用和动手能力的培养。二者的实验方案和操作程序已经给定,学生按照既定的程序进行操作,通过实验了解某种仪器分析方法如何在仪器上实现,了解仪器的结构和各主要部件的基本功能,掌握基本实验技术和实验数据处理方法。综合分析实验则是学生在完成基础实验、应用实验和理论教学的基础上,自选(或教师指定)实验题目,在教师指导下学生独立地自行查阅文献资料,拟定实际样品的分析方法和实验步骤,在课堂或在开放实验室中独立完成实验,并写出实验报告。

全书共70个实验,定量化学分析实验15个、仪器分析实验48个、综合分析实验7个。实验重点内容是定量化学分析法、电化学分析法、原子发射光谱法、原子吸收及原子荧光光谱法、紫外-可见分光光度法、红外吸收光谱法、发光分析法、气相色谱法、高效液相色谱法。此外,根据现代测试技术的发展,适当增加了气相色谱-质谱、核磁共振光谱、流动注射分析、毛细管电泳等实验内容,可供教师和学生根据实际需要选择使用。

本书也可以作为独立的分析测试实验技术用书,供其他希望了解化学分析和某种仪器分析技术的实验工作者使用,对于没有阅读过分析测试方面专业书的读者,也可以从本书中获得有关某种分析测试方法原理、实验技术和应用等方面的较为全面的知识。

1.4 对分析测试实验的基本要求

分析化学,特别是仪器分析作为现代的分析测试手段,已广泛应用于科研和工农业生产的各个部门,它可为许多领域提供大量的物质组成、含量、结构和物理化学有关参数的测定方法。因此,分析测试实验已成为高等学校有关专业的重要实验课之一。通过实验,能使学生加深理解化学分析和仪器分析的基本原理,了解所用仪器的构造和性能,掌握基本操作技能。同时,学生在实验过程中认真观察实验现象、准确记录数据和掌握结果的处理方法,并能正确地表达实验结果,做好报告,这些方面都是每位化学工作者应具备的基本技能。为了保证实验的正常进行和达到预期目的与要求,特规定下列分析测试实验的规章制度,每位同学都应严格遵守执行。

(1) 实验前应准备1本专用的预习记录本,认真做好预习报告,其内容包括:实验名称、目的要求、基本原理、简要的实验步骤、设计好的记录数据的表格和实验注意事项等,对该实验内容做到心中有数。

由于实验室的仪器设备台数有限,有些实验无法使实验内容与课堂讲授内容同步进行,只能采用循环的方式做实验,所以更要进行实验前的预习,一定要做到对所要做的实验内容有清晰的了解,安排周到,以取得预期的实验效果。

(2) 进入实验室前应认真学习实验室的有关规章制度并严格遵守。应保持实验室的整洁,尤其是随时保持实验台面的干净、整齐。废纸等杂物应丢入废物缸。应注意节约使用试剂、蒸馏水、自来水、电等。

(3) 在实验过程中应保持肃静、遵守操作规程、认真操作、细心观察实验现象,积极进行思考。不得随意更改操作规程,以防发生事故。

(4) 实验的条件、现象和分析测试的原始数据记录应及时、如实地反映实验情况。所有现象及数据都应准确地记录在预习本上,不能使用单页纸张记录或记录在书本上。应养成实事求是的科学态度,不凭主观意愿取舍或涂改实验数据。实验原始数据不允许删改。