

普通高等教育“十五”国家级规划教材

化 学 实 验

下 册

王 伦 方 宾 主编

高等教育出版社

内容提要

本书为教育部“十五”国家级规划教材,是根据高等师范本科教学基本要求编写的,涵盖无机化学、分析化学、仪器分析、有机化学、物理化学等学科及化工基础的实验内容。全书分上、下两册出版。下册含成分分析及表征、常数测量、合成化学和化工基础等实验内容,面向化学学科各专业开设综合化学实验的本科生。

图书在版编目(CIP)数据

化学实验.下册/王伦,方宾主编.—北京:高等教育出版社,
2003.6

ISBN 7 - 04 - 011970 - 6

I .化... II .①王...②方... III .化学实验 - 高等
学校 - 教材 IV.06 - 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 026026 号

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010 - 82028899

购书热线 010 - 64054588
免费咨询 800 - 810 - 0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>

经 销 新华书店北京发行所
印 刷

开 本 787×1092 1/16
印 张 16.75
字 数 400 000

版 次 年 月第 版
印 次 年 月第 次印刷
定 价 17.90 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

责任编辑	杨树东
封面设计	刘晓翔
责任绘图	杜晓丹
版式设计	陆瑞红
责任校对	夏 晔
责任印制	

前 言

本书是教育部‘十五’国家级规划教材。全书分上、下二册,上册为基础化学实验,下册为综合化学实验。上册含基本常识、基础仪器、基本技能、基础实验等内容,面向化学学科及相关学科开设基础化学实验的本、专科学生;下册含成分分析及表征、常数测量、合成化学、化工基础等实验内容,面向化学学科各专业开设综合化学实验的本科生。上册主编方宾、王伦,副主编魏先文、陈友存、陈高昌、张强和邵思常;下册主编王伦、方宾,副主编谢筱娟、吴华强、邵明望、范少华、孙登明和陈永红。

21 世纪初,安徽师范大学决定在化学与材料科学学院进行理科专业教学整体改革试点工作。化学与材料科学学院为了培养‘厚基础、宽口径、强能力、高素质’全面发展的师范性综合人才,组织具有丰富教学经验的教师,内研外调,吸取重点大学教改经验,发掘本校本科教学优势,制定出专业教学整体改革思路、规划及方案,重新修订本科教学计划、基础课程教学大纲,新建基础化学实验中心和综合化学实验中心,组织编写‘基础化学实验’和‘综合化学实验’讲义,已在本校及安徽部分院校使用,受到广大师生欢迎及好评。2001 年年底,安徽省化学会在安徽师范大学召开了新世纪安徽省首届高师化学教学改革研讨会,与会专家对我们编写的实验讲义有较大兴趣和使用意向。2002 年上半年,《化学实验》(上、下册)申报并获准教育部‘十五’国家级规划教材。为了集思广益、确保质量,我们于 2002 年 8 月邀请了安徽省 14 所高师院校的化学教育专家在芜湖召开了《化学实验》(上、下册)编写研讨会,会后进行了认真的修改。

本书编写力求体现以下特色:

改变化学实验完全依附理论教学的传统模式。将化学实验独立设课,原配套的无机化学实验、有机化学实验、分析化学(含仪器分析)实验、物理化学(含结构化学)实验及化工基础实验重新整合为《基础化学实验》和《综合化学实验》。

改变化学实验完全遵循知识结构、多为验证的传统模式。根据现代化学实验的目标、特点重新编排实验目录和实验内容,突出能力培养主线,注意科学素质与环境意识的教育。

注重基础。规范基本方法、基本原理、基本操作,选用大量常规经典仪器,有利于学生基本技能训练,为今后专业实验、毕业论文实验、研究生实验奠定基础。

注重综合。拓宽口径,使化学与生命科学、环境科学、材料科学、能源科学等交叉、渗透,将化学合成、成分分析及表征、常数测量、化工基础紧密结合,加强综合能力及应用能力的培养。

展示先进。适当增加新内容、介绍新仪器、新方法、新技术,重视学生创新能力的培养。

参加本书编写、复核人员主要为安徽师范大学的化学教师,详见于相应内容的署名。编写时参阅了大量文献资料,在此谨向有关的作者致以衷心感谢。全书由方宾、王伦、魏先文、吴华强、谢筱娟、盛恩宏统稿。

本书初稿由中国科学技术大学教授倪其道、张祖德、汪志勇、刘光明等专家审阅,他们对书稿提出了宝贵的修改意见。本书的编写、出版得到了安徽师范大学、安徽省化学会、高等教育出版社的关心和支持,安徽师范大学教材科贾冠忠同志、高等教育出版社岳延陆同志付出了辛勤劳动,在此一并致以诚挚的感谢。

本书旨在为高等师范院校提供体系崭新、内容整合、重在能力培养、便于教学实施的化学实验教材。由于编者水平所限,教材中难免存在缺点和错误,恳请广大教师和读者批评指正。

编 者

2002年9月于芜湖

综合化学实验

目 录

一、成分分析及表征实验		1	实验十二	电泳法测量溶胶的电动电势	107	
实验一	发射光谱定性分析	2	实验十三	固体在溶液中的吸附	109	
实验二	原子吸收光谱法测定水中镁	8	实验十四	粘度法测量高聚物摩尔质量	113	
实验三	紫外吸收光谱的绘制及有机化合物的鉴定	14	实验十五	不锈钢在硫酸溶液中钝化曲线的测量	116	
实验四	红外吸收光谱的测定及结构分析	17	实验十六	B - Z 化学振荡反应活化能的测量	119	
实验五	荧光分光光度法测定维生素 C	20	实验十七	磁化率的测量	122	
实验六	化学发光法测定水中铬	24	实验十八	偶极矩的测量	128	
实验七	环境水样中氟含量的测定	26	实验十九	差热分析	134	
实验八	库仑滴定法测定微量砷	29	实验二十	X 射线粉末法物相分析	137	
实验九	循环伏安法判断电极过程	32	实验二十一	红外光谱法测量双原子分子的转动惯量	144	
实验十	示差脉冲溶出伏安法测定 L - 半胱氨酸	34	实验二十二	核磁共振法测量丙酮酸水解速率常数及平衡常数	146	
实验十一	质谱法测定化合物的结构	37	三、合成化学实验			150
实验十二	核磁共振氢谱的测定	39	实验一	环己烯的合成	151	
实验十三	气相色谱内标法分析白酒中的杂质	43	实验二	正溴丁烷的合成	154	
实验十四	反相高效液相色谱法分离芳烃类化合物	48	实验三	正丁醚的合成	159	
实验十五	微分电位溶出法测定营养品中的微量元素	54	实验四	苯乙酮的合成	161	
实验十六	阴极吸附溶出伏安法测定碘盐中的碘	56	实验五	肉桂酸的合成	164	
二、常数测量实验		59	实验六	乙酰乙酸乙酯的合成	168	
实验一	液体饱和蒸气压的测量	60	实验七	甲基橙的合成	171	
实验二	双液系气液平衡相图	64	实验八	多步骤合成三苯甲醇	175	
实验三	凝固点降低法测量摩尔质量	69	实验九	微型实验——二亚苄基丙酮的合成	177	
实验四	燃烧热的测量	74	实验十	微型实验——乙酰苯胺的合成	181	
实验五	二组分金属相图	78	实验十一	有机光化学反应——苯频哪醇的合成	184	
实验六	电导的测量及其应用	82	实验十二	微波辐射——9,10 - 二氢蒽 - 9,10 - α, β - 富马酸二甲酯的合成	186	
实验七	原电池电动势的测量	86	实验十三	微波辐射—— β - 萘甲醚的合成	188	
实验八	旋光法测量蔗糖水解反应速率常数	91	实验十四	三草酸合铁(III)酸钾的合成和性质	191	
实验九	乙酸乙酯皂化反应活化能的测量	95				
实验十	丙酮碘化反应速率常数的测量	98				
实验十一	溶液表面张力的测量	102				

实验十五	一种钴(III)配合物的合成	193	实验五	套管换热器总传热系数测定	214
实验十六	大环配合物 $[\text{Ni}(\text{14})_4, 11 -$ 二烯 - $\text{N}_4]\text{I}_2$ 的合成和特性	196	实验六	填料塔气体吸收实验	217
实验十七	7,7 - 二氯双环[4.1.0]庚烷 的合成设计	198	实验七	填料塔连续精馏实验	223
四、化工基础实验	200		实验八	往复振动筛板塔的液 - 液萃取 实验	230
实验一	流体机械能量的转换	200	实验九	多釜串联反应器液体逗留时间 分布测定	236
实验二	流体流型及临界雷诺数的测定	204	实验十	内循环反应器气固催化动力学 实验	240
实验三	管路流体阻力实验	207	实验十一	化工中试设备的安装与实验	249
实验四	固体流态化过程特性曲线测定	211			

成分分析及表征实验

成分分析及表征实验是仪器分析理论及仪器分析方法在科学研究、工农业生产及监督检验等部门的基本依据和具体应用。仪器分析理论及实验方法目前的发展日新月异,内容迅速增加,重要性日益突出,被更多的高等院校化学及相关专业列为各自独立的公共基础课。我们在编写成分分析及表征实验这部分内容时,力求摆脱过去实验完全对理论课的依附,强调仪器分析理论及仪器分析方法的原理,强调仪器和方法的基本操作技能,着重培养学生分析问题和解决问题的能力。

本部分包括 4 方面共 16 个实验。

第 1 方面:利用发射光谱分析解决物质成分的定性、半定量分析,掌握摄谱、冲洗感光板、测微光度计的使用等操作技能;掌握原子吸收分光光度法对低含量物质的定量测定方法;了解荧光法的基本原理,掌握荧光光度计操作技能;了解化学发光原理及流动进样技术。

第 2 方面:了解电化学分析原理及各种操作方法,掌握电极制作技巧,掌握电位法、库仑滴定及电流法指示终点的方法,正确使用离子选择性电极及电极的保管,了解循环伏安法及示差脉冲极谱法对电极反应机理的研究。

第 3 方面:通过四大谱学技术,掌握对有机物进行表征和解析的手段;利用紫外吸收光谱对简单化合物进行鉴定,并了解溶剂性质对吸收光谱的影响;利用红外光谱对复杂化合物进行解析;利用核磁共振波谱对未知物进行鉴定并对未知物进行定量分析;利用质谱技术对物质的分子式、结构式进行确定。

第 4 方面:掌握气相色谱定性、定量分析方法,熟悉气相色谱仪,掌握微量进样技术,了解怎样利用液相色谱完成难度较高的分离工作,并掌握利用此项技术对医药或环保等试样进行分离的技能。

成分分析及表征实验共开设 14 个实验(从 16 个实验中选做 14 个实验),总学时数为 56。每个实验项目及建议学时数为:发射光谱定性分析(4 学时);原子吸收光谱法测定水中镁(4 学时);紫外吸收光谱的绘制及有机化合物的鉴定(4 学时);红外吸收光谱的测定及结构分析(4 学

时); 荧光分光光度法测定维生素 C(4 学时); 化学发光法测定水中铬(4 学时); 环境水样中氟含量的测定(4 学时); 库仑滴定法测定微量砷(4 学时); 循环伏安法判断电极过程(4 学时); 示差脉冲溶出伏安法测定 L - 半胱氨酸(4 学时); 质谱法测定化合物的结构(4 学时); 核磁共振氢谱的测定(4 学时); 气相色谱内标法分析白酒中的杂质(4 学时); 反相高效液相色谱法分离芳烃类化合物(4 学时); 微分电位溶出法测定营养品中的微量元素(4 学时); 阴极吸附溶出伏安法测定碘盐中的碘(4 学时)。

实验一 发射光谱定性分析

一、目的与要求

1. 学习利用光谱图比较法进行光谱定性分析的操作方法。
2. 学会使用摄谱仪和光谱投影仪以及谱片的显影和定影方法。

二、实验原理

原子发射光谱分析法是根据受激发的物质所发射的光谱来判断其组成的一门技术。

在室温下, 物质中的原子处于基态(E_0), 当受外能(热能、电能等)作用时, 核外电子跃迁至较高的能级(E_n), 即处于激发态, 激发态原子是十分不稳定的, 其寿命大约为 10^{-8} s。当原子从高能级跃迁至低能级或基态时, 多余的能量以辐射形式释放出来。其辐射能量与辐射波长之间的关系用爱因斯坦 - 普朗克公式表示:

$$\Delta E = E_n - E_i = \frac{hc}{\lambda} \quad (1.1 - 1)$$

式中: E_n , E_i ——高能级和低能级的能量;

h ——普朗克常量;

c ——光速;

λ ——波长。

当外加的能量足够大时, 可以把原子中的外层电子从基态激发到无限远, 使原子成为离子, 这种过程称为电离。当外加能量更大时, 原子可以失去二个或三个外层电子成为二级离子或三级离子, 离子的外层电子受激发后产生的跃迁, 辐射出离子光谱。原子光谱和离子光谱都是线状光谱。

由于各种元素的原子结构不同, 受激发后只能辐射出特征光谱。这种特征光谱仅由该元素的原子结构而定, 与该元素的化合物形式和物理状态无关, 这就是发射光谱定性分析的依据。定性分析就是根据试样光谱中某元素的特征光谱是否出现, 来判断试样中元素是否存在及其大概含量。

确定试样中有何种元素存在, 不需要将该元素的所有光谱线都找出来, 一般只要找出 2~3 条灵敏线。所谓灵敏线也叫最后线, 即随着试样中该元素的含量不断降低而最后消失的谱线, 它具有较低的激发电位, 因而常常是共振线。

用发射光谱进行定性分析,是在同一块感光板上并列摄取试样光谱和铁光谱,然后在光谱投影仪上将摄得的谱片放大 20 倍,使谱片上的铁光谱与“元素光谱图”上的铁光谱重合。此时,若谱片上的谱线与“元素光谱图”上的某元素的灵敏线相重合,即表示该元素存在。还可以根据元素所出现的谱线,找出其谱线强度的最小级次,按表 1.1 - 1 估计该元素的大概含量。

表 1.1 - 1 定性分析结果表示方法

谱线强度级	含量估计范围/ %	含量等级	表示符号
1	100~10	主	
2~3	10~1	大	
4~5	1~0.1	中	
6~7	0.1~0.01	小	
8~9	0.01~0.001	微	
10	< 0.001	痕	+
	0	未检出	-

三、仪器与试剂

- 1. 仪器 31WIA 平面光栅摄谱仪, ADE—20 型交直流电弧发生器, WTY 型光谱投影仪, 秒表, 天津紫外 I 型感光板。
- 2. 试剂 显影液, 定影液, 铜合金试样, 铝合金试样, 未知试样, 光谱纯石墨电极。

四、实验步骤

1. 仪器装置

(1) 31WIA 平面光栅摄谱仪

- ① 电极架: 电极用金属夹固定在电极架上, 电极的位置可以上下、左右、前后移动。在点弧前, 利用对光灯调节好电极的位置, 使其光影间隙充满中间光阑, 使分析隙(即电极间的放电区)处在光路中, 起弧后使激发光进入摄谱仪。
- ② 三透镜照明系统: 其作用是使光源发出的光较多地进入狭缝, 使狭缝各点上照度均匀。靠近电极架的是第一透镜, 它将电极成像(倒像)在第二透镜架上的遮光板上, 第二透镜架上装有的遮光板称“中间光阑”, 板上有六个不同高度的长方形孔, 孔的高度由数字标出。中间光阑的作用一是用以调节电极间的距离, 使每次测定总是截取光源同一部分, 可保证弧光沿着光轴进入摄谱仪; 二是起弧时, 红热的电极辐射出连续背景, 由遮光板遮去, 仅使弧光通过遮光板上的孔而进入摄谱仪。第一、二透镜起聚光作用, 第三透镜贴近狭缝, 其作用是保证入射光束充满准直透镜, 三只透镜保持相对距离, 经调整固定后不得随便移动。
- ③ 狭缝及调节机构: 狭缝是一个精密部件, 由两片锋利刀片组成, 谱线是狭缝单色像, 狭缝的任何缺损和沾污都会直接影响谱线轮廓和强度的均匀性, 使用时要防止碰伤刀口, 狭缝宽度最小不能低于 2 μm, 绝不允许小于零。

狭缝调节机构包括调焦和调倾角(见图 1.1 - 1)。

调焦: 目的是调节狭缝处于反光镜焦平面上, 使狭缝成像清晰, 由狭缝后面调节鼓轮进行。

图 1.1 - 1 狭缝及光阑调节机构

图 1.1 - 2 哈特曼光阑盒圆片

- 1— 拍摄并列光谱的光阑;
- 2— 拍摄比较光谱的光阑;
- 3— 拍摄不同高度光谱的光阑

倾角:是指调节狭缝的倾斜角,使谱线平行于板移方向,以免两行光谱产生错位,由倾角调节器进行,随着光栅转角的变化,狭缝倾角也将变化。

④ 哈特曼光阑:哈特曼光阑位于第三透镜和狭缝之间,用于控制狭缝,使在光谱底板上得到不同高度、不同位置的光谱。图 1.1 - 2 为光栅摄谱仪上的哈特曼光阑盒的正面图。哈特曼光阑刻制在圆形薄板上,与照明系统的第三透镜一起密封在狭缝前圆盒内,拍摄并列光谱的光阑(1 部)有对应于狭缝不同位置的 1 mm 高 9 个孔。拍摄比较光谱的光阑(2 部)也有 9 个孔,其中 2、5、8 等 3 个孔拍摄铁光谱,其余各孔分别拍摄试样光谱,作定性分析时,每个试样光谱旁都有一条铁光谱可供查谱(图 1.1 - 3)。拍摄不同高度光谱的光阑(3 部)有 0.5、1、2、4、6、8、10 等 7 个孔。

图 1.1 - 3 比较光阑

作定性分析时,每摄一次谱,移动一次光阑位置;作定量分析时,每更换一个样品,应移动暗盒位置。

哈特曼光阑转盘上还装有阶梯减光板,它是在石英基片上用真空镀膜法蒸镀成三阶或九阶透明不同的区域构成。其作用是使进入光谱仪的光能量按一定比例减弱,逐渐改变光谱底板的曝光量,以便制作光谱底板的乳剂特性曲线。

⑤ 暗盒:暗盒是放置感光板的,感光板的尺寸为 90 mm×240 mm,装感光板时,乳剂面应朝向光路。将暗盒装到摄谱仪上,用偏心轮夹紧,摄谱前,抽出暗盒挡板。

⑥ 31WIA 型平面光栅摄谱仪技术参数:

工作波段:200.0~600.0 nm;摄谱仪焦距:1 050 mm;光栅:1 200 条/mm;刻画面积:30 mm×60 mm;闪耀波长:300.0 nm;线色散率:0.8 nm/mm;一次摄谱范围:190.0 nm(清晰范围 140.0 nm);理论分辨率:72 000;狭缝:对称开放式;宽度 0~300 μm;宽度分度值:0.001 mm;有效高度:10 mm。

⑦ 光学系统如图 1.1 - 4 所示。

(2) 光谱投影仪 摄谱仪拍摄的光谱底板放在光谱投影仪上,放大 20 倍,与已知物质光谱

图 1.1 - 4 31WIA 型平面光栅光学系统

A—光源; L_1, L_2, L_3 —三透镜照明系统; S—狭缝; N—平面反射镜;
M—准直镜和成像物镜; P—感光板; G—光栅

或标准光谱图作比较, 是进行光谱定性分析和半定量分析主要工具。常用的是国产 WTY 型光谱投影仪。

① 光学系统如图 1.1 - 5 所示。

图 1.1 - 5 WTY 型光谱投影仪光学系统

1—光源; 2—球面聚光镜; 3—反射镜; 4—聚光镜组; 5—光谱底板; 6—投影物镜组; 7, 8—转向棱镜;
9—平面反射镜; 10—白色投影屏; 11—调倍透镜;
12—隔热玻璃; 13—球面反射镜; 14—调光透镜

图 1.1 - 6 WTY 型光谱投影仪

1—平面反射镜支架; 2—平面反射镜; 3—平面反射镜盖; 4—灯座; 5—灯丝上下移动调节; 6—灯丝清晰度调节; 7—灯座固定螺丝; 8, 9—调节透镜; 10—辅助透镜;
11—标记设备; 12, 13—谱线清晰度手轮; 14—光谱底板左右移动手轮; 15—光谱底板上下移动手轮; 16—工作台; 17—垫板; 18—标尺; 19—白色投影屏

光源 1 的光线通过球面聚光镜 2, 经反射镜 3 将光线转折 55° , 由聚光镜组 4 射向光谱底板 5, 使光谱底板上直径为 15 mm 的面积均匀照明, 投影物镜组 6 使被均匀照明的光谱线经过转向棱镜 7、8 的转向, 再由平面反射镜 9 反射, 最后投影于白色投影屏 10 上, 投影物镜组 6 中调倍透镜 11 能上、下移动, 可使仪器的放大倍数在 19.75~20.25 的范围内进行调整。

② 仪器结构:仪器结构见图 1.1 - 6。白色投影屏装在仪器底座一个向外延伸的平面上,底座后半部装一个三角座架,上面装有工作台,工作台的横向、纵向移动,由手轮 14、15 来完成。照明灯泡是插在一个能使灯泡作前后、左右、上下调节的灯座内。仪器上面有一个遮光罩,并在其周围挂有黑布帘使仪器能在光线明亮的房间工作。

③ 使用方法:灯泡更换:12 V 50 W 白炽灯作光源,安装在灯座内,换灯泡时先把灯头螺丝松开,取出灯架,取出插口灯泡,再换新的。

照明调节:开启电源及反射镜保护盖,打开辅助透镜 10,投影屏上可以观察到两个放大的灯丝像,如果两个像不重合,大小和清晰度不一致,用灯丝调节螺丝调节,或移动灯座 4,直至两个像完全重合并位于中心对称。

光谱底板的安装和调整:光谱底板放在工作台上,乳剂面向上,长波在左边,用弹簧片夹住,用手轮 13 调节谱线的清晰度,通过横向和纵向驱动手轮 14、15 寻找需要的谱线。

谱线定位和打印:光谱底板上所测定的谱线用手轮 14、15 移动到投影屏中心红线,然后按下标记钮,使打出长形记号,以便进行测定。

使用完毕,关上电源,盖上反射镜盖。

2. 实验操作

(1) 摄谱前准备

① 如图 1.1 - 7 加工好石墨电极,将试样装入电极,做好记录,并装到电极架上。

② 合金棒电极可直接装在电极架上。

③ 在暗室中将感光板装入暗盒,并将暗盒装在摄谱仪上,拉开挡 图 1.1 - 7 上、下电极板。

④ 调节好仪器工作参数:

中心波长

狭缝宽度、倾角、焦距

哈特曼光阑

板移(即暗盒位置)

利用电极架对光灯调整电极位置,观察遮光板上电极成像位置

在自动曝光控制器上选择好预燃时间和曝光时间

(2) 摄谱条件:

工作电流	5.5 A
狭缝	9 μm
焦距	11
倾角	5.1
中心波长	320 nm(3 200)
预热时间	Fe 棒 0 s Cu 棒 6 s
遮光板	3.2
曝光时间	Fe 棒 5 s Cu 棒 15 s

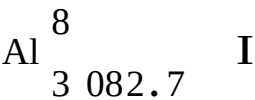
(3) 摄谱:按下起动按钮,预燃开始(对光灯熄,光源激发,预燃指示灯亮),额定时间后,预燃

结束,曝光开始(快门打开,曝光指示灯亮)。经一定时间,曝光结束,光源停止激发,快门关闭,一次摄谱结束,同样进行下次摄谱,结果记录于表 1.1 - 2 中。

表 1.1 - 2 摄谱记录

板移	光阑	试样号	狭缝/ μm	遮光板	工作状态	电流/ A	曝光时间/ s
20	A	1	9	3.2	交流电弧	5.5	15
		2					
		3					
		4					
		5					
	G	铁					

- 全部摄谱结束,推进暗盒挡板,切断电源。
- (4) 暗室操作: 将配好的显影液、定影液分别倒入盘内, 调节显影液、定影液温度 $18\sim 22\text{ }^{\circ}\text{C}$, 在红灯下将感光板乳剂面向上放在显影液内, 显影 $3\sim 4\text{ min}$, 在显影过程中要不断摇动搪瓷盘使显影均匀, 到时间取出感光板, 用清水漂洗一下, 放入定影液中, 定影至完全透明, 再将感光板放在清水中冲洗 15 min [注意流水不能直接冲洗在感光板(谱片)的乳剂面上]取出晾干。
- (5) 查谱: 将谱片放到投影仪的工作台上, 乳剂面朝上, 长波在左面, 转动谱片上下、左右移动钮, 使拍摄的铁谱和“元素光谱图”上的铁谱重合, 逐段检查试样谱线中有哪些谱线和“元素光谱图”上标出的有关元素的灵敏线相重合, 对试样中每一种元素要查出 $2\sim 3$ 条灵敏线才能确定试样中有该元素存在, 根据谱线出现多少和它们的强度, 确定元素存在与否及大概含量。
- 从短波到长波逐段查找。例如:



表示此铝线为 8 级线, 强度级次越大, 谱线越灵敏, 此铝线的波长为 $308.27\text{ nm}(3\text{ }082.7\text{ }^{\circ})$, 是原子线, I 代表原子线, II 代表一次电离离子线。

五、结果与讨论

根据查谱结果, 列出未知试样中的组分及其含量范围。

六、实验要点及注意事项

1. 激发光源为高电压、高电流装置, 要注意安全, 遵守操作规程。换电极时, 手只能接触电极架上的绝缘部分。
2. 对精密光学仪器, 不准用手或布去擦拭光学表面, 不准移动其位置。
3. 电弧有强烈紫外线会灼伤眼睛, 点弧时, 注意放好防护玻璃。
4. 开始摄谱前, 打开通风设备, 使金属蒸气排出室外。

七、思考题

1. 简述摄谱仪以下参数的作用。

中间光阑 狭缝倾角 焦距

2. 光谱定性分析时,采用何种光源好,为什么?

3. 在光谱定性分析中,拍摄铁光谱和试样光谱时,为什么要固定暗盒位置移动光阑,而不能固定光阑移动暗盒?

4. 本实验所用摄谱仪的倒线色散率 0.83 nm/mm ($8.3^\circ/\text{mm}$),暗盒尺寸 $240 \text{ mm} \times 90 \text{ mm}$,摄谱中心波长 320 nm (3200°),其摄谱的波长范围是什么?

八、参考文献

张剑荣,戚荅,方惠群. 仪器分析实验. 北京:科学出版社,1999

附录 显影液和定影液配方

1. 显影液配方

药品名称	天津感光胶片厂配方	柯达 D - 11 配方
水 ($< 50^\circ\text{C}$)	700 mL	700 mL
米吐尔	1.0 g	1.0 g
Na_2SO_3	26.0 g	5 g
海得路(对苯二酚)	5.0 g	9.0 g
Na_2CO_3	20 g	25.5 g
KBr	1 g	5.0 g
总体积	水稀释至 1 000 mL	水稀释至 1 000 mL

2. 定影液配方(F - 5 酸性坚膜定影液)

药品名称	用量
自来水 (50°C)	100 mL
Na_2SO_3	15 g
28% 醋酸 (3:8)	48 mL
(或冰醋酸)	15 mL
结晶硼酸	7.5 g
明矾	15 g

加水至 200 mL,然后在搅拌下倒入 800 mL 含 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 240 g 的溶液中。

(编写:张振飞 复核:肖艳玲 孙登明)

实验二 原子吸收光谱法测定水中镁

一、目的与要求

1. 了解原子吸收分光光度计的结构和操作方法。
2. 掌握实验条件的选择和干扰抑制剂的应用。
3. 了解用回收率来评价分析方案和测得结果的方法。

4. 通过自来水中镁的测定,掌握原子吸收光谱法在实际样品中的应用。

二、实验原理

原子吸收光谱法基于从光源发出的被测元素的特征辐射,通过试样蒸气时,被待测元素基态原子所吸收,由辐射的减弱程度求得试样中被测元素含量,图1.2 - 1是原子吸收光谱分析示意图。

在光源发射线的半宽度小于吸收线的半宽度(即锐线光源)的条件下,光源发射线通过一定厚度的原子蒸气,并被基态原子所吸收,吸光度与原子蒸气中待测元素的基态原子数间的关系,遵循朗伯 - 比尔定律:

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = K' N_0 L \quad (1.2 - 1)$$

式中: I_0 —— 入射光强度;

I —— 透射光强度;

N_0 —— 单位体积基态原子数;

L —— 光程长度;

K' —— 与实验条件有关的常数。

式(1.2 - 1)表示吸光度与蒸气中基态原子数呈线性关系,常用的火焰温度低于 3 000 K,火焰中基态原子占绝大多数,因此,可以用基态原子数 N_0 代表吸收辐射的原子总数 N 。

实际工作中,要求测定的是试样中待测元素的浓度 c ,在确定的实验条件下,试样中待测元素浓度与蒸气中原子总数有确定的关系:

$$N = \alpha c \quad (1.2 - 2)$$

式中, α 为比例常数。将式(1.2 - 2)代入式(1.2 - 1)得:

$$A = K' \alpha c L = K c L \quad (1.2 - 3)$$

这就是原子吸收光谱法中的基本公式。

在原子吸收分析中,测定条件的选择,对测定的灵敏度、准确度和干扰情况均有很大影响。

使用空心阴极灯,灯电流不能超过允许的最大工作电流值。灯的工作电流过大易产生自吸(蚀)作用,多普勒效应将增强,谱线变宽,测定的灵敏度降低,工作曲线弯曲,灯的寿命缩短。灯电流低,谱线变宽小,灵敏度高。但灯电流过低,发光强度减弱,发光不稳定,信噪比下降。在保证稳定和适当光强输出情况下,尽可能选用较低的灯电流。

燃气和助燃气流量改变,直接影响测定的灵敏度和干扰的情况。燃助比小于 1:6 的贫火焰,燃烧充分,温度较高,还原性差,适用于不易氧化的元素测定;燃助比大于 1:3 的富火焰温度较前者低,噪声较大,火焰呈强还原性气氛,适用于易形成难熔氧化物的元素测定;燃助比为 1:4 的化学计量焰,温度较高,火焰稳定,背景低,噪声小,是最常用的一种火焰。

被测定元素基态原子的浓度,随火焰高度不同,分布是不均匀的,因为火焰高度不同,火焰温

图 1.2 - 1 原子吸收光谱分析示意图

1—空心阴极灯;2—火焰;3—单色器;4—光电检测器;5—试液;6—助燃气;7—燃气;8—原子化系统