

石油·化工技工学校统编教材

仪器分析实验

温铁坚 编

中国石化出版社



(京) 新登字048号

内 容 提 要

本书较详细介绍了石油化工生产中,常用的气相色谱分析法、电化学分析法、分光光度分析法和原子吸收光谱分析等有关分析仪器的安装、使用和维护方法。并对一些常用分析仪器故障的原因及排除方法也作了简要的介绍,书中还介绍了仪器分析实验须知。所选的20个实验大都来自生产实际中。所以本书内容实用,是一本步入仪器分析工种人员的基础读物。

本书不仅是石油化工技校分析专业的教材,而且也可作为厂矿企业分析工人的培训教材,同时也是其它各类技校、职校有关专业师生和从事仪器分析工种人员的参考书。

石油化工技工学校统编教材

仪器分析实验

温铁坚 编

中国石化出版社出版

(北京朝阳区太阳宫路甲1号 邮政编码:100029)

海丰印刷厂排版印刷

新华书店北京发行所经销

787×1092毫米 32开本 5¹/₄印张 118千字 印1—3000

1995年7月北京第1版 1995年7月北京第1次印刷

ISBN 7-80043-573-3/TH·051 定价:2.50元

前 言

本教材是在上海石油化工技校使用多年的基础上，并根据石油化工技校分析专业《仪器分析》教学大纲的要求而编写的。它与石油化工技校统编教材《仪器分析》配套使用。

由于仪器分析的内容涉及面广，所以我们从石油化工生产的需要出发，并结合目前技校的实际情况，精选了20个具有代表性和实用性的实验内容。通过这些实验教学，使学生加深对仪器分析基本理论的理解，正确掌握几种常用分析仪器的基本操作方法，培养学生的动手能力和实事求是的科学态度，为将来从事仪器分析工作奠定良好的基础。

目前各技校的仪器设备情况不同。本书所选的实验内容较多、有的难度较大，各单位可结合本校的实际情况，根据教学大纲的基本要求，自行选择实验内容。

本书是在中国石油化工总公司培训处的组织领导下进行编写的。参加本书审稿者有天津石油化工公司培教中心刘友卿、抚顺石油化工公司职工大学姜荣森、镇海石油化工技校金德平、巴陵石油化工技校刘苏华、上海石油化工总厂王承德等同志，他们对本书都提过宝贵意见。本书在编写过程中，曾得到上海石油化工总厂各单位的大力支持。

限于编者水平，对书中的缺点、错误，欢迎批评指正。

编 者

目 录

第一章 仪器分析实验须知	1
第一节 实验者须知.....	1
第二节 读数和作图须知.....	3
第三节 用电须知.....	5
第二章 电化学分析法	7
第一节 酸度计和电导(率)仪.....	7
第二节 实验内容.....	20
实验1 直接电位法测定水的pH 值.....	20
实验2 电位滴定法测定水中氯离子 的含量	24
实验3 离子选择性电极法测定水中 氟含量	28
实验4 电导法测定水的纯度	34
第三章 比色及分光光度法	37
第一节 比色管和分光光度计.....	37
第二节 实验内容.....	55
实验5 灯用煤油色度的测定(重铬酸钾 溶液目视比色法).....	55
实验6 工业盐酸中铁含量的测定 (目视 比色法).....	58
实验7 工业用水中铁含量的测定 (邻二氮菲分光光度法)	60

实验8	邻二氮菲分光光度法测定铁的条件试验	64
实验9	混合液中高锰酸钾和重铬酸钾含量的测定	67
实验10	环己烷中微量苯的测定(紫外分光光度法)	71
第四章	原子吸收光谱法	73
第一节	原子吸收分光光度计	73
第二节	高压气瓶(钢瓶)	79
第三节	实验内容	82
实验11	原子吸收分光光度法测定水中的镁	82
实验12	原子吸收光谱法测定原油中微量铜	86
第五章	气相色谱分析法	89
第一节	气相色谱仪	89
第二节	进样器及进样操作	94
第三节	实验内容	98
实验13	填充柱的制备	98
实验14	载气体积流速的测量与校正	101
实验15	热导检测器灵敏度的测定	105
实验16	氢焰检测器灵敏度的测定	107
实验17	苯、甲苯、对二甲苯的气相色谱定性分析	110
实验18	苯、甲苯、对二甲苯含量的测定(归一化法)	112
实验19	水中丙烯腈和乙醛含量的	

测定（内标法）	116
实验20 乙醇中水份含量的测定	120
附录	
一、几种常用分析仪器的常见故障及排除方法	123
二、电子计算器在分析化学中的应用及其检验方法	140
主要参考书	160

者必备的品质。将有关数据及时、准确地写在编有页码的记录本上，而不得随意记在手上或纸片上，这对初学者更应注意。当实验数据记错时，须经指导教师许可，方可划去重记，而不得自行涂改数据，或撕页重抄。应保持原始数据的严肃性和真实性。

四、书写实验报告

做好实验后，及时写出实验报告。报告的基本内容为：

(1) 实验题目、完成日期、指导教师、实验者与合作者的姓名。

(2) 实验目的、原理、仪器名称及号型、试剂名称和规格。

(3) 实验数据、图表、计算公式、计算结果及实验的精确度。

(4) 实验讨论。讨论内容包括实验中存在的问题、可能产生误差的原因、对实验的改进、建议以及教材上的思考题等。

实验报告力求简要、文理通顺，数据、图表整洁、简单、明瞭，不得随意涂改。

五、实验结束工作

实验结束后，应将所用的玻璃仪器及时洗净、放好。对精密仪器应按操作要求，妥善关机后，罩上仪器罩。

每次实验后，要搞好室内卫生。废物、废水应倒入指定的地点和容器内，统一处理。不得随意乱倒，以免污染环境或水域，造成人畜伤害事故。

离开实验室时，要关好门窗和水、电、气三源开关。

第二节 读数和作图须知

一、读取数据须知

在仪器分析中，人们总是将有关的化学信息转换成可观测的电信号，经放大后，在显示仪表的标尺或记录纸上所移动的格数而指示出来，或用数字显示管直接显示。

对于指针式显示仪表来说，读取实验数据时，实验者的视线应与指针、刻度盘标尺垂直，然后读取指针所对准的刻度值。当刻度盘上附有镜面（如上海第二分析仪器厂生产的PHS-2型酸度计）时，读取的数据应是表头指针与镜面里的指针象相重合时，指针所指的刻度值。对于记录式显示仪表，则可由记录纸上的格数读出，也可用尺量取读数。

读数的有效数字应与显示仪表的刻度值相适应。例如，仪表的最小分度值为0.1，则数据应读取至小数点后两位0.01。也就是说，末位数是仪表最小分度值之间的估计数。

二、作图须知

为了使实验数据之间的关系表达得简明直观，便于结果计算，常用作图的方法来表示。如电位法中电位与浓度的关系；分光光度法中吸光度与浓度的关系；气相色谱分析中峰高与含量的关系等，均可绘出相应的标准曲线，以求得被测组分的含量。可见，作图正确与否直接影响测定的结果。现将作图的注意事项作一简介。

1. 坐标纸的选择

在分析工作中，常用的是方格（或直角）坐标纸。如果一个坐标是表示测量值的对数，则可用单对数坐标纸。如在直接电位法中，电动势与溶液浓度关系的曲线绘制。

2. 坐标轴的选择

在直角坐标纸中，常以横坐标轴表示实验中产生误差小、易于测量和控制的自变量，如分光光度法中入射光的波长、标准溶液的体积或浓度。纵坐标轴则表示因变量，如吸光度、电动势等。

3. 坐标标度的选择

它是指坐标轴上各等分线间距数值大小的选择。选择恰当，使曲线易于绘制和应用；选择不当，会使曲线某些特殊部位（如拐点、最大值、最小值）不明显或使曲线变形等。因此，选择合适的坐标标度是很重要的。选择的一般原则如下：

(1) 在坐标轴上应能读出全部有效数字，即从图上读出的量的准确度应与测量的准确度相适应。

(2) 绘制的直线或近乎于直线的曲线，应使其与横坐标成 45° 的位置。

(3) 为了易读、便于计算，用直角坐标纸时，在坐标轴上各等分线的间距数量，不应选用3、6、7或9来表示；而应选用1、2、4或5表示。

(4) 坐标的起点（原点）不一定是零。可用小于最低测量值的某一整数作起点；用大于最高测量值的某一整数作终点，这样可充分利用坐标纸，使作图更紧凑、美观。

4. 图纸标绘的规则

(1) 在横坐标的下边和纵坐标的左边，分别标明该坐标所表示的变量名称及单位，并在各坐标轴上，每隔一定的距离标明变量的数值，即分度值。分度值的有效数字要与测量值的有效数字相一致。

(2) 根据实验数据进行描点时，可用○、●、×等各种标记符号。但应注意，在一张图纸上标绘几条曲线时，每组

实验数据应选用不同的标记符号。符号线径的大小，尽可能与实验数据的精度相适应；符号的中心点应与数据的坐标点相重合。但在一张图纸上不宜标绘过多的曲线，以免弄错。

(3) 根据实验数据，在坐标纸上描点绘线时，如果自变量和因变量之间呈线性关系，则根据点的分布情况作一条直线，各点应与所绘的直线相靠近，但不一定各点都在直线上，因为直线本身就代表各点的平均变动情况。一般地说，曲线上不应存在不连续和突然弯曲的现象。

(4) 绘制曲线时，先用铅笔淡描一条曲线，然后再用曲线板沿曲线逐段描接光滑，使其形成一条完整连续的曲线。

5. 图名、图序和图注

图名要写在图形的正下方。其末尾不加标点符号。若是多个图形，则应表明图序(即图的顺序)应用阿拉伯数码写。图名与图序之间应空一字。图注(图的说明)，写在图名的正下方，若有多个说明(注序)应用阿拉伯数字编号，注序后加一字线，然后写注文。各注文间用分号分开，最后一注文要居中写，文尾不加标点符号。

第三节 用 电 须 知

仪器分析实验需要用电。正确用电不仅可保护电器设备和分析仪器，延长其使用寿命，而且对人身安全也很重要。因此，实验者应具备用电的一般知识。

(1) 使用电动设备前，应先检查各部件是否安装妥善，路线绝缘部分有否损坏，仪器设备有无良好接地线。

(2) 仪器使用之前，所有开关应处于关闭状态，然后接通总电源，再逐级往后打开各有关开关。停机时，应先关掉后面部件开关，再关总电源。当中途遇到停电时，切勿忘记

关掉所有开关，以免恢复供电时产生瞬时大电流烧坏仪器部件。

(3) 禁用带铁柄的毛刷或湿布清刷电器与开关。严防溶液或水滴落在电器设备的旋钮、开关或金属导线上，以免发生漏电或短路。

(4) 使用电器设备时，操作电闸要迅速，以防电火花引起可燃气体燃爆事故。

(5) 接通电源后，发现仪器设备过热、火花、焦味等异常现象时，应立即切断电源，停止使用。

(6) 在同一电源线上，不宜使用过多的电器设备，以免电线超负荷，引起电线着火或击穿绝缘体，使其绝缘性能降低。

(7) 更换保险丝时，应按规定更换，不可用铁、铜等金属丝代用，以防电流过大烧坏仪器或引起火灾事故。

(8) 使用电器加热时，要经常注意升温情况，不能长时间离人，以防温控失灵，烧坏加热设备或发生意外事故。

(9) 检查、调换电器部件时，应切断电源，严禁带电操作，以防发生触电事故。

(10) 使用高压电器时，要戴上橡皮手套，穿上胶鞋，站在胶板上进行操作。

(11) 人体受电伤害时，要立即切断电源，或用绝缘体将触电者与带电体分开。并将触电者移到通风处进行人工呼吸或送医院急救。

第二章 电化学分析法

第一节 酸度计和电导（率）仪

一、25型酸度计

25型酸度计是一种电子管电路的老式酸度计，其外面板结构如图2-1所示。此仪器结构简单、精度较差，但性能稳定、价格便宜。故仍是厂矿企业中测量酸度或电极电位常见的仪器。

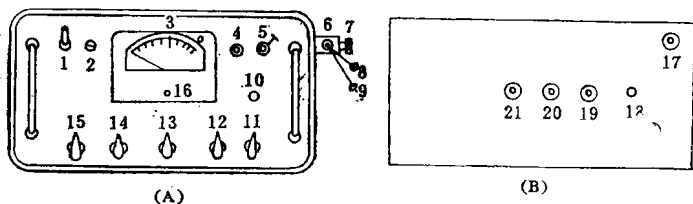


图 2-1 25型酸度计的外面板结构

- 1—电源开关；2—指示灯；3—读数电表；4—参比电极接线柱；
5—玻璃电极插孔；6—电极固定夹螺钉；7—电极固定架螺钉；
8—甘汞电极夹；9—玻璃电极夹；10—读数开关；11—零点
调节旋钮；12—量程选择开关；13—pH-mV选择开
关；14—温度补偿旋钮；15—定位调节旋钮；
16—电表零点调节螺丝；17—工作点调节器；
18—零点粗调节器；19—mV准确度调节器；
20—mV调节器；21—+mV调节器

(A)—正面板；(B)—后面板

(一)仪器的使用方法

1. 溶液pH值的测定

(1) 通电之前, 电表指针应在零位 (即pH为7), 否则应旋动电表零点调节螺丝16, 使指针指在pH为7处。插上电源, 接好地线, 否则测量时指针不稳。打开电源开关1指示灯2亮, 预热30min, 此时应将量程选择开关12置于“0~7”或“7~14”位置。

(2) 将pH-mV选择开关13置于pH处; 温度补偿旋钮14放在标准缓冲溶液的温度上。

(3) 根据标准缓冲溶液的pH值, 把量程选择开关12放在pH为0~7或7~14处。

(4) 旋转零点调节旋钮11, 使指针指在pH7位置。

(5) 装好玻璃电极和参比电极, 并把它们插入标准缓冲溶液中, 再缓慢摇动烧杯数次, 掀下读数开关10, 并略为旋转, 使读数开关锁定, 此时电池中的两个电极便接入测量路线中, 然后旋动定位调节旋钮15, 使读数电表3的指针指在标准缓冲溶液的pH值处。

(6) 放开读数开关10, 指针应回至pH7处, 若有变动, 则重新调节零点调节旋钮11, 使指针指在pH=7处。

重复(5)、(6)操作, 直至按下读数开关10, 指针指在标准缓冲溶液的pH值; 放开读数开关10, 指针回到pH7处为止, 仪器校正完毕, 此后定位调节旋钮15不可再动。

(7) 从标准缓冲溶液中取出两个电极, 用蒸馏水冲洗干净, 以滤纸吸干电极上的水, 再插入被测溶液中, 并摇动烧杯数次, 此时若被测溶液与标准缓冲液的温度不相同时, 则应把温度补偿器14置于被测溶液的温度上。

(8) 放开读数开关时, 检查指针应指在pH为7处, 否则应重新调节零点调节旋钮11至pH7处。

(9) 按下读数开关10，指针所指的pH值即为被测溶液的pH值。读数完毕后，应立即放开读数开关。

(10) 如指针读数超过“0~7”的范围指在标尺的左端，则可将量程选择开关12置于“7~14”的位置，然后须重复(8)、(9)操作。若测得被测溶液的pH值与标准缓冲溶液的pH值相差很大，则应另选pH值与被测溶液相接近的标准缓冲溶液重新进行仪器的校正和测量工作。

(11) 测量工作结束后，将量程选择开关12拨至“0”位置，使电表短路，以保护电表，关上电源1，拔下插头，取出电极并洗净，玻璃电极浸泡在蒸馏水中；甘汞电极上的两个橡皮帽应套好，放入盒内保存。

2. 电动势(mV值)的测定

当pH-mV选择开关13，指在mV档时，25型酸度计就成为一台高阻抗输入毫伏计，此时温度补偿旋钮14和定位调节旋钮15均不起作用。毫伏计的输入端为甘汞电极接线柱4和玻璃电极插孔5。若被测电动势的电极导线不适用于插孔5，则可在插孔内插入一只接续器（见图2-2），把电极的导线接在接续器的接线柱上，毫伏计的零电势点在电表刻度的右面，即pH=0处，如果被测电动势的极性和接线4、5上面所注的符号相同，则当pH-mV选择开关13指在+mV位置时，读数电表3的指针向左偏转；若相反则电表指针向右偏转，而超过刻度范围，此时则须把pH-mV选择开关指在-mV处。若被测电池的电动势大于700mV，则电表指针向左偏转而超出

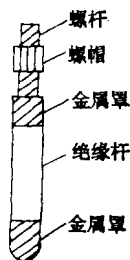


图 2-2 接续器

左面的刻度范围，此时须把量程选择开关12，从0~7拨至0，再从0拨至7~14，指针所指的范围为700~1400mV。但要求量程选择开关12指在0处时，电表指针应停在pH=7处，否则，应用电表零点调节螺丝16调节，使指针指在pH=7处。

具体操作如下：

(1) 按仪器上标明的“+”、“-”将电极导线接上，极性相反也可以，通常将被测电池中内阻较大的电极接在“-”，即玻璃电极插孔5的位置时，读数较稳定。

(2) 将量程选择开关12拨至0处，电表指针应指在pH=7位置。否则应用电表零点调节螺丝16调节，使指针指在pH=7处。

(3) 接通电源，打开电源开关1，将仪器预热30min以上。

(4) 将pH-mV选择开关13拨至“+mV”处；将量程选择开关12拨至0~7或7~14位置上。

(5) 调节零点调节旋钮11，使指针指在“0”mV(pH=0)处。

(6) 按下读数开关10，指针所指的读数乘以100即为被测电池的电动势mV值。读数后，应立即放开读数开关10。

(7) 测量结束后，将量程选择开关12拨至0位。然后，关掉电源开关1，拔下电源插头，取下电极清洗干净，将仪器罩好。

(二)仪器的使用注意事项及维护

(1) 背盖面板上所示(见图2-1B)的五个调节器，在仪器出厂前均已调好，不属操作性调节器，一般不应轻易调动。它们的作用如下：

工作点调节器17是调节仪器中的阻抗转换电子管的栅流

的电阻器。栅流大则测量的灵敏度高，而准确度差，所以在保证灵敏度的前提下，栅流越小越好。零点粗调节器18是当用零点调节旋钮11不能将电表指针调到 $\text{pH}=7$ 时用来调零点的。 mV 准确度调节器19、 $+\text{mV}$ 调节器21及 $-\text{mV}$ 调节器20都是用来校正仪器作为毫伏计时的准确度用的。

(2) 仪器应放在无尘、无腐蚀性气体和干燥的地方。

(3) 测量时，不应将水、溶液滴落在仪器的板面上或旋钮、开关、电极的插口内和插头上，以防漏电，造成测量不稳。仪器不用时可将接续器插入电极插口内，以防灰尘或湿气侵入。

(4) 测量 $\text{pH}>10$ 的碱溶液时，应选用231型的锂玻璃电极，且测量操作应迅速，以免碱液腐蚀玻璃敏感膜和吸收空气中的 CO_2 而造成测量误差。

(5) 在操作时，不要用力拨动各旋钮或猛按开关，以防损坏零件或影响测量工作。

(6) 当发现读数缓缓变化时，可拆开底板用电吹风加热读数开关，使读数开关干燥，但温度不得超过 60°C 。

(7) 仪器长时间不用时，应隔一段时间通电预热一次。以防仪器零件因潮湿霉变或漏电，使仪器性能变差。

(8) 用标准缓冲溶液“定位”时，应选择与试液 pH 值相近的标准缓冲溶液。同时，试液与缓冲溶液的温度应尽量一致，以减少由于温度的不同而引起测量上的误差。

(9) 安装玻璃电极时，其下端球泡应比甘汞电极下端稍高些。因为玻璃电极球泡很薄，以防碰坏。

(10) 使用甘汞电极时，应将其上面的橡皮塞和下端的橡皮帽拔去，以保持液位压差，在不用时仍将它们装上，以防内部氯化钾溶液蒸发干涸。