



高职高专“十二五”规划教材



仪器分析应用技术

赵艳霞 段怡萍 主编



中国轻工业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析应用技术/赵艳霞, 段怡萍主编. —北京:

中国轻工业出版社, 2011. 8

高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5019-8236-3

I. ①仪… II. ①赵…②段… III. ①仪器分析-高等
职业教育-教材 IV. ①O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 126095 号

责任编辑: 石 悦

策划编辑: 石 悦 责任终审: 孟寿萱 封面设计: 锋尚设计

版式设计: 宋振全 责任校对: 晋 洁 责任监印: 张 可

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街 6 号, 邮编: 100740)

印 刷: 航远印刷有限公司

经 销: 各地新华书店

版 次: 2011 年 8 月第 1 版第 1 次印刷

开 本: 720×1000 1/16 印张: 13.75

字 数: 277 千字

书 号: ISBN 978-7-5019-8236-3 定价: 25.00 元

邮购电话: 010-65241695 传真: 65128352

发行电话: 010-85119835 85119793 传真: 85113293

网 址: <http://www.chlip.com.cn>

Email: club@chlip.com.cn

如发现图书残缺请直接与我社邮购联系调换

101557J2X101ZBW

《仪器分析应用技术》编委会

- 主 编** 赵艳霞 (武汉职业技术学院)
段怡萍 (武汉职业技术学院)
- 副主编** 李 敏 (武汉职业技术学院)
李耀仓 (武汉生物工程学院)
- 参 编** (按姓氏笔画排序)
王大红 (武汉职业技术学院)
任 靓 (武汉软件工程职业学院)
张 婧 (武汉职业技术学院)
覃 宇 (武汉职业技术学院)
谢明芳 (武汉职业技术学院)

前 言

目前, 仪器分析技术在工业分析、药品分析、食品分析等各个领域发挥了重要的作用。通过本课程的学习, 学生能熟练使用各种仪器设备, 掌握相关理论知识, 为培养学生专业职业能力奠定基础。作为教育部/财政部“国家示范性高等职业院校建设”优质核心课程, 仪器分析进行了基于工作过程为导向的学习领域课程改革, 在“一体化”教学模式的实施中, 我们开发了配套教材。本教材紧扣高等职业技术教育的培养目标, 本着“立足实用, 强化能力, 注重实践”的职教特点进行编写。

与传统的仪器分析教材相比, 本教材具有以下特点:

(1) 教材内容选取上以“实用、够用”为主。在企业调研的基础上, 本书介绍了企业常用的仪器分析方法, 包括紫外可见分光光度计、气相色谱法、液相色谱法、高效液相色谱法、电位分析法, 并在最后“其他仪器分析方法中”简单介绍了红外吸收光谱法、气相色谱-质谱联用技术、电泳分析法。同时, 降低了理论难度, 加大了实验技术方面的介绍。如样品的预处理、软件处理数据的方法等。

(2) 在教材编写组织上, 打破了理论教材与实验教材分开的格局, 根据职业情景和职业能力的同一性原则, 以一个个完整的“任务”为线条, 融合了任务中所需的理论知识, 取代了“章节式”的结构, 并且在每一模块中穿插了具有知识性的阅读材料, 以帮助学生获取相关仪器分析方法的资讯。

(3) 在每一种分析方法中, 注重对仪器设备结构、操作方面的介绍, 还增加了部分仪器设备的维护与保养知识、常见故障及排除方法的介绍, 加强学生职业操作技能的培养。

本书由赵艳霞和段怡萍担任主编。绪论由段怡萍编写, 第一模块由李敏编写, 第二模块由赵艳霞编写, 第三模块由任靓、李耀仓编写, 第四模块由王大红、覃宇编写, 第五模块由段怡萍、张婧编写, 第六模块由谢明芳编写。在编写过程中, 还参考了有关专家和编者的文献资料和教材, 在此一并表示衷心的感谢!

由于编者水平有限, 书中定有疏漏和不当之处, 敬请各位专家和读者予以批评指正。

编者

2011 年 5 月

目 录

绪论	1
一、仪器分析方法的分类	1
二、仪器分析的特点	2
三、仪器分析的发展趋势	3
四、样品的前处理技术	3
模块一 电位分析法	5
任务一 工业废水 pH 的测定	5
问题探究	8
知识链接一 直接电位法测 pH 的工作原理	8
一、电位分析法的工作依据	9
二、酸度计的基本构造	9
三、酸度计的基本操作	12
四、直接电位法测定溶液 pH 的原理	13
技能拓展 酸度计的保养与维护	13
任务二 离子选择性电极法测牙膏中氟离子的含量	15
问题探究	17
知识链接二 直接电位法测定离子活度（浓度）的工作原理	17
一、离子选择性电极	17
二、离子计的基本操作	20
三、测定离子活度（浓度）的方法	22
四、影响测定的主要因素	24
技能拓展 离子计的保养与维护	25
任务三 工业废水中氯离子含量的测定	26
问题探究	27
知识链接三 电位滴定法的工作原理	27
一、电位滴定法的基本方法和工作装置	27
二、自动电位滴定仪的基本操作	28
三、电位滴定仪终点的确定方法	29
技能拓展 电位滴定仪的保养与维护	30
阅读材料 自动永停滴定法	31
综合实训 氯化钠注射液的含量测定	31
自主练习	32

模块二 紫外可见分光光度法	33
任务一 紫外可见分光光度计的认识和调校	33
问题探究	35
知识链接一 紫外可见分光光度计的构造与基本操作	35
一、紫外可见分光光度计的构造	35
二、紫外可见分光光度计的种类	37
三、紫外可见分光光度计的基本操作	39
技能拓展 紫外可见分光光度计的保养与维护	41
任务二 阿司匹林肠溶片中水杨酸的鉴别	43
问题探究	44
知识链接二 紫外可见分光光度法的定性分析	44
一、光的认识	44
二、吸收光谱曲线	45
三、有机化合物的紫外可见吸收光谱	47
四、紫外可见分光光度法的定性应用	49
任务三 生血片中铁的含量测定	50
问题探究	52
知识链接三 紫外可见分光光度法的定量分析	52
一、朗伯-比尔定律	52
二、紫外可见分光光度法的定量方法	55
三、分析误差	59
任务四 分光光度法测铁的条件试验	60
问题探究	62
知识链接四 紫外可见分光光度法的条件选择	62
一、测量条件的选择	62
二、显色反应和显色剂	63
三、显色条件的选择	65
四、显色反应中的干扰及消除	67
阅读材料 紫外可见分光光度法在药物分析中的应用	69
综合实训 复方利血平片含量测定	69
自主练习	70
模块三 原子吸收光谱法	72
任务一 原子吸收分光光度计的基本操作训练	72
问题探究	74
知识链接一 原子吸收分光光度计的认识和基本操作	74
一、原子吸收分光光度计的组成	74
二、原子吸收分光光度计的种类	78

三、原子吸收分光光度计的基本操作	80
技能拓展 原子吸收分光光度计的保养与维护	85
任务二 原子吸收法测定葡萄糖酸锌口服液中锌含量	88
问题探究	89
知识链接二 原子吸收法的定量分析	89
一、定量分析的依据	89
二、定量方法	90
任务三 原子吸收法测自来水中镁的条件试验	92
问题探究	94
知识链接三 原子吸收法分析实验技术	95
一、试样的预处理	95
二、标准样品溶液的配制	96
三、测定条件的选择	97
四、干扰及其消除技术	100
五、灵敏度、检出限和回收率	101
阅读材料 色谱-原子吸收联用技术	103
综合实训 龙牡壮骨颗粒中钙含量测定	104
自主练习	104
模块四 气相色谱法	107
任务一 气相色谱仪的气路连接、安装和检漏	107
问题探究	109
知识链接一 气相色谱仪的基本构造与操作	109
一、气相色谱仪的构造	110
二、常见气相色谱仪的操作	114
技能拓展 气相色谱仪的保养与维护	117
任务二 白酒中主要成分的定性分析	120
问题探究	121
知识链接二 气相色谱法的定性分析	121
一、气相色谱法的分离原理	121
二、色谱流出曲线	122
三、气相色谱法的定性方法	124
任务三 归一化法测定丁醇异构体的含量	128
问题探究	129
任务四 内标法测定八角茴香油中茴香脑的含量	129
问题探究	131
任务五 外标法测定食品中山梨酸和苯甲酸的含量	131
问题探究	133

知识链接三 气相色谱法的定量分析	133
一、气相色谱法的定量依据	133
二、气相色谱法的定量方法	135
任务六 气相色谱分离条件的选择与优化	138
问题探究	142
知识链接四 气相色谱法的分离理论与实验条件的选择	142
一、气相色谱法的理论依据	142
二、色谱柱的总分离指标	144
三、分离操作条件的选择	145
阅读材料 全二维气相色谱	149
综合实训 马应龙麝香痔疮膏中冰片的含量测定	149
自主练习	150
模块五 液相色谱法	152
任务一 红辣椒中辣椒色素的分离与提取	152
问题探究	154
知识链接一 薄层色谱法分离技术	154
一、薄层色谱法的分离原理	154
二、吸附剂与展开剂	155
三、薄层色谱法的操作技术	157
四、薄层色谱法的分析技术	160
五、薄层色谱法的应用	161
任务二 高效液相色谱仪的认识与基本操作训练	162
问题探究	164
知识链接二 高效液相色谱仪的基本构造及操作	164
一、高效液相色谱仪的构造	165
二、高效液相色谱仪的基本操作	169
技能拓展 高效液相色谱仪的保养与维护	171
任务三 维生素 E 胶丸中 α -维生素 E 的 HPLC 定量测定	173
问题探究	174
知识链接三 高效液相色谱法的分析实验技术	175
一、高效液相色谱法的主要类型	175
二、高效液相色谱法的实验技术	178
三、高效液相色谱法的应用	179
阅读材料 高效液相色谱专家系统	181
综合实训 氧氟沙星片的含量测定	182
自主练习	182

模块六 其他仪器分析技术	184
任务一 红外吸收光谱法鉴定食品中防腐剂苯甲酸	184
问题探究	186
知识链接一 红外吸收光谱法	186
一、红外吸收光谱原理	187
二、红外光谱仪的基本构造	187
三、红外光谱仪的种类	188
四、红外光谱仪的基本操作	189
阅读材料 红外光谱分析法的联用技术应用	190
任务二 醋酸纤维素薄膜电泳分离血清蛋白	191
问题探究	193
知识链接二 电泳分析法	193
一、电泳分离原理	194
二、电泳仪的基本构造	195
三、电泳仪的基本操作	196
四、毛细管电泳	197
阅读材料 电泳技术的应用	198
任务三 气相色谱-质谱联用 (GC-MS) 测定可乐中的咖啡因含量	199
问题探究	200
知识链接三 气相色谱-质谱联用技术	200
一、质谱仪	201
二、质谱图的定性定量分析	201
三、GC-MS 的应用	202
阅读材料 GC-MS 调谐过程和性能测试方法	202
综合实训 中药木鳖子中脂肪酸组成的测定	203
自主练习	204
参考文献	205

绪 论

仪器分析是借助精密的分析仪器，依据物质的物理性质或物理化学性质来确定物质的化学组成、含量及结构的分析方法。近年来，随着电子技术、计算机技术、激光技术等技术的发展，分析技术发生了深刻变化，许多新方法、新技术、新仪器不断涌现，经典的化学分析也正在不断地仪器化。目前，仪器分析在石油、化工、冶金、医药、食品、地质、环保、国防等领域的应用突飞猛进。因此，了解各种仪器分析的原理与操作、掌握仪器分析的方法已成为分析工作者必须具备的职业技能。

一、仪器分析方法的分类

仪器分析是一门多学科相互渗透的综合性应用科学，分类方法很多。根据测定的方法原理不同，主要分为光学分析法、电化学分析法、色谱分析法等。仪器分析方法分类见表 0-1。

表 0-1 仪器分析方法分类

方法分类	被测物理参数	相应分析方法(部分)	检测目的
光学分析法	辐射的发射	原子发射光谱法 火焰发射光谱法 原子荧光光谱法 紫外可见分光光度法	元素的定性、定量分析 碱金属、碱土金属元素含量测定 元素定量分析 定量分析,紫外可定性分析
	辐射的吸收	红外吸收光谱法 原子吸收光谱法 核磁共振波谱法	结构鉴定、定量分析 金属、半金属元素含量测定 物质结构鉴定
电化学分析法	电极电位	直接电位法、电位滴定法	定量分析
	电导	直接电导法、电导滴定法	定量分析
	电量	库仑分析法	定量分析
	电流-电压	极谱分析法	定量分析
色谱分析法	两相间的分配	气相色谱法、液相色谱法	混合物的分离与定量分析
	相对迁移率	电泳分析法	混合物的分离与定量分析
	质荷比	质谱法	相对分子质量测定、结构鉴定,色质联用物质的鉴定和定量分析

(1) 光学分析法 此法是基于物质与光作用时，物质内部发生能级间的跃迁而产生特征光谱，通过测定其吸收或发射光谱的波长与强度，进行定性分析、定量分析、结构分析和各种数据的测定的一种分析方法。光学分析法包括吸收光谱法和发射光谱法两类。

(2) 电化学分析法 此法是基于物质电化学性质与浓度的关系来测定被测物质含量的一类分析方法。电化学分析法包括电位分析法、电导分析法、库仑分析法、极谱分析法等。

(3) 色谱分析法 此法是基于样品中各组分物质在两相中分配系数不同而将混合物分离,然后用各种检测器测定各组分含量的分析方法。色谱分析法包括气相色谱法(GC)、高效液相色谱法(HPLC)等。

以上三类是目前应用最广的分析方法。由于仪器分析发展迅速,其他仪器分析方法也涌现很多,如差热分析法、放射分析法、核磁共振波谱法、X射线荧光分析法等。本教材着重介绍紫外可见分光光度法、原子吸收光谱法、电位分析法、气相色谱法和液相色谱法等常用的仪器分析方法。

二、仪器分析的特点

仪器分析作为分析化学中的一类分析方法,具有以下特点:

(1) 灵敏度高 与化学分析相比,仪器分析灵敏度高,相对检出限一般在 10^{-6} 或 10^{-9} 数量级,甚至可达 10^{-12} ,如气相色谱法的检出限可达 $10^{-12} \sim 10^{-8}$,原子吸收光谱法的检出限可达 10^{-9} 。因而仪器分析方法适用于微量及痕量成分的分析。

(2) 分析速度快,自动化程度比较高 在分析过程中,绝大多数分析仪器都是将被测组分的浓度变化或物理性质变化转变成某种电性能(如电阻、电导、电位、电容、电流等),从而易与计算机连接,实现自动化和智能化。因此仪器分析具有分析速度快,操作简便的特点。如光电直读光谱仪可在 $1 \sim 2\text{min}$ 测出钢样中 $20 \sim 30$ 种元素的含量。

(3) 试样用量少,适合于微量和超微量分析 如在气相色谱分析中样品的进样量只要几微升。

(4) 选择性高,应用范围广泛 由于仪器本身有较高的分辨能力,容易方便地选择最佳条件进行测试,还可以利用其他辅助技术如掩蔽和分离方法等,大大提高其选择性。

除了上述特点外,仪器分析方法也具有一定的局限性。其一,仪器分析设备昂贵,难保养,工作条件要求较高。其二,相对误差较大(通常为 5%),不适合于常量和高含量组分的分析,但绝对误差很小,可满足微量组分的分析。

化学分析是利用化学反应及其计量关系来进行分析,对于常量组分的测定,具有经典、成熟、准确等特点。在仪器分析中,有时会利用化学分析法的相关知识。如在仪器分析中,一般都要用标准物质进行定量工作曲线校准,而很多标准物质却需要用化学分析进行准确含量的测定。因此,正如著名分析化学家梁树权先生所说:“化学分析和仪器分析同是分析化学的两大支柱,两者唇齿相依,相辅相成,彼此相得益彰”。总的来说,化学分析是基础,仪器分析是发展方向。

三、仪器分析的发展趋势

从 19 世纪 30 年代开始, 仪器分析方法得到了迅速的发展, 并逐步成为分析化学的主要组成部分。另外, 一些科学技术的发展, 为许多新的仪器分析方法的建立和发展奠定了良好的基础, 并提供了技术支持。目前, 仪器分析在石油工业、化学工业、环境保护、冶金工业、药物分析、食品分析等各个领域中的应用日趋广泛。如利用红外光谱、紫外光谱、核磁共振及质谱分析等方法对药物的结构进行分析; 利用原子吸收光谱仪测定食品中微量金属元素; 利用气相色谱仪、薄层层析扫描仪测定农产品中的农药残毒及其他有机化合物等。

由于科学技术的发展, 对分析技术又提出很多新的研究课题。从常量到痕量分析, 从总体到微区分析, 从整体到表面分析, 从定性定量到微观结构分析, 从静态到追踪分析, 要求快速、灵敏、准确、高效、自动化地检测物质的含量、状态、价态及结构。科学技术的发展鞭策着仪器分析不断向前发展, 目前仪器分析的发展趋势具有如下五个特点:

(1) 新的仪器和新的分析方法不断涌现 现代的最新的科学技术, 如激光、等离子体、计算机等先进的电子技术都引入仪器分析中, 使这门科学得到飞速发展, 新的分析仪器, 新的分析方法将会不断涌现。

(2) 自动化程度越来越高 目前世界各地展出的分析仪器, 一个共同特点就是微机化和自动化, 这不但使分析操作和数据处理整个过程都自动化, 而且还可以对科学实验条件或生产工业进行自动调节和控制。

(3) 多种分析方法联合使用 仪器分析多种方法的联合使用可以使每种分析方法的优点得以发展, 每种方法的缺点得以补救。目前联用分析技术已成为当前仪器分析的重要方向。

(4) 分析的灵敏度越来越高, 分析速度越来越快 随着科学技术与经济的发展, 进一步提高了仪器分析法的灵敏度和选择性, 如活化分析和质谱分析的绝对灵敏度为 10^{-14} g。同时要求仪器分析方法分析速度越来越快。据报道, 在临床分析中, 一次取血样 4mL, 可在 0.5h 内报出 31 种临床分析项目的结果。

(5) 学科的相互交叉和渗透 生物、物理、数学等各学科的相互渗透、相互融合, 使仪器分析逐渐成为一门以一切可能的方法和技术, 一切可以利用的物质属性, 对一切可以测定的化学组分及其形态、状态、结构、分布进行测量及表征的综合学科。

四、样品的前处理技术

一般完成一个检测任务, 其分析过程主要包括样品的采集、样品的前处理、

分析检测、数据处理和填写报告单。其中，样品的前处理最为重要，其主要目的是排除其他组分的干扰，完整地保留被测组分并使之浓缩，以获得满意的分析结果。

样品前处理的传统方法包括物理法和化学法两大类。用于样品前处理的经典物理方法主要包括蒸馏、柱色谱、重结晶、萃取、过滤、干燥、离心等；化学方法主要包括络合、沉淀、衍生三大类。样品前处理的新方法分为脱机处理与联机处理两大类。脱机处理主要有超临界流体萃取、固相萃取、微波溶出等方法；联机处理是将样品的制备与分析直接相连，不需人为转移，易于自动化，重现性好，误差小。

模块一 电位分析法

学习目标

知识目标：掌握电位分析法的基本原理；掌握 pH 玻璃电极测量溶液 pH 的原理和实验方法；熟悉酸度计和电位滴定仪的结构及各部件的功能作用；了解酸度计和电位滴定仪的维护与保养。

技能目标：能熟练操作酸度计、离子计和电位滴定仪。

电化学分析法是依据物质的电化学性质（如电流、电位、电导、电量等），来测定物质组成及含量的分析方法。电位分析法是电化学分析法的一个重要分支。它的实质是通过在零电流的条件下测定两电极间的电位差（即构成原电池的电动势）进行分析测定。电位分析法包括直接电位法和电位滴定法。直接电位法是通过直接测定试液组成原电池的电动势来计算待测离子的活度（浓度），而电位滴定法是以滴定过程中指示电极电位（或原电池的电动势）的变化为依据进行分析的。一般电位分析法具有以下特点：

（1）设备简单，操作方便 一般电位分析法只用酸度计（离子活度计）或自动电位滴定仪即可，操作起来也非常方便。

（2）可用于连续、自动和遥控测定 由于电位分析测量的是电信号，所以可方便地将其传播、放大，也可作为反馈信号来遥控测定和控制。

（3）灵敏度高、选择性好、重现性好 如直接电位法一般可测离子的浓度范围为 $10^{-5} \sim 10^{-1} \text{ mol/L}$ ，个别可达 10^{-8} mol/L 。电位滴定法的灵敏度更高。



任务一 工业废水 pH 的测定

【任务目的】

- （1）掌握酸度计测定工业废水 pH 的检验方法。
- （2）学会正确使用酸度计。
- （3）能根据说明书操作其他型号的酸度计。

【工作依据】

测定溶液的 pH，通常用 pH 玻璃电极作指示电极，饱和甘汞电极（简写作

SCE) 作参比电极, 与待测溶液组成原电池。在一定实验条件下, 原电池的电动势 E 与溶液的 pH 之间的关系符合能斯特方程式, 即

$$E = K' + 0.0592 \text{pH} \quad (t = 25^\circ\text{C})$$

式中, K' 是常数。在实际测量溶液的 pH 时常采用比较法。即先配制一个与待测溶液 pH 接近的标准溶液, 然后在相同条件下分别测定标准溶液和待测溶液的电动势 E_S 、 E_X , 设标准溶液和待测溶液的 pH 分别为 pH_S 、 pH_X , 根据能斯特方程有:

$$E_S = K' + 0.0592 \text{pH}_S$$

$$E_X = K' + 0.0592 \text{pH}_X$$

$$\text{pH}_X = \text{pH}_S + \frac{E_X - E_S}{0.0592} \quad (t = 25^\circ\text{C})$$

测定 pH 的方法有单标准 pH 缓冲溶液法和双标准 pH 缓冲溶液法。如果待测溶液的 pH 与选用的标准溶液 pH 非常接近, 可选用单标准 pH 缓冲溶液法; 如果想进一步提高测量的准确度, 应选用双标准 pH 缓冲溶液法, 且要求待测溶液的 pH 处在两种标准缓冲溶液的 pH 之间。本任务使用双标准 pH 缓冲溶液法。

【工作准备】

(1) 仪器 PHS-3C 型 pH 计 (或其他型号酸度计)。

(2) 试剂

① 0.05mol/L 邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液 ($t = 25^\circ\text{C}$, $\text{pH} = 4.003$): 精密称取预先在 120°C 下烘干 2h 的邻苯二甲酸氢钾 2.58g, 置于洁净干燥的小烧杯中, 用不含二氧化碳的蒸馏水溶解后倒入 250mL 容量瓶中, 用少量蒸馏水冲洗烧杯壁 2~3 次, 冲洗用水转移到容量瓶中, 然后用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。

② 0.025mol/L 混合磷酸盐标准缓冲溶液 ($t = 25^\circ\text{C}$, $\text{pH} = 6.864$): 精密称取预先在 120°C 下烘干 2h 的磷酸二氢钾 0.85g 和磷酸二氢钠 0.88g, 置于洁净干燥的小烧杯中, 用不含二氧化碳的蒸馏水溶解后倒入 250mL 容量瓶中, 用少量蒸馏水冲洗烧杯壁 2~3 次, 冲洗用水转移到容量瓶中, 然后用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。

③ 0.01mol/L 硼砂标准缓冲溶液 ($t = 25^\circ\text{C}$, $\text{pH} = 9.182$): 精密称取硼砂 0.95g 置于洁净干燥的小烧杯中, 用不含二氧化碳的蒸馏水溶解后倒入 250mL 容量瓶中, 用少量蒸馏水冲洗烧杯壁 2~3 次, 冲洗用水转移到容量瓶中, 然后用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。

【工作内容】

在阅读过仪器说明书后进行以下操作。

1. 准备工作

开机前仪器检查、安装预热: 检查仪器完整性, 把酸度计的三芯电源插头插

入 220V 交流电源座 (PHS-3C 酸度计的电源插口和电源开关位置均在仪器后), 接通电源开关, 打开仪器电源开关, 预热 20min。

2. 检查和安装电极

(1) pH 复合玻璃电极的检查 仔细检查所选 pH 复合玻璃电极的球泡是否有裂纹; 仔细检查内参比电极是否浸入内参比溶液内, 若有裂纹或内参比电极未浸入内参比液者不能使用; 仔细检查参比液内是否有气泡, 若参比液内有气泡应稍晃动, 除去气泡。

注意! 玻璃电极球泡易碎, 操作要小心。

(2) pH 复合玻璃电极的安装 将已在饱和 KCl 溶液中浸泡 24h 的 pH 复合玻璃电极插入复合电极插座, 将电极夹持在电极支架上, 用蒸馏水清洗电极, 并用洁净的滤纸吸取附着在电极上面的水。

3. 测量工业废水的 pH

① 将电极放入 $\text{pH}=6.864$ ($t=25^{\circ}\text{C}$) 混合磷酸盐标准缓冲溶液中, 将选择开关置于“温度”挡位, 调节“温度补偿旋钮”, 使数码管显示的数值与工业废水当前温度一致。

② 将选择开关置于“pH”挡, 调节“定位”旋钮, 使数码管显示的数值与混合磷酸盐标准缓冲溶液当前温度下的 pH 一致。

③ 取出电极, 在蒸馏水中清洗, 用洁净的滤纸吸干电极上的水, 用 pH 试纸粗测工业废水的 pH, 再将电极浸入到与工业废水 pH 接近的标准缓冲溶液中, 调节“斜率”旋钮, 使数码管显示的数值与所选的标准缓冲溶液当前温度下的 pH 一致。

④ 反复进行上述②、③步骤, 直至显示值符合两标准缓冲溶液的 pH 为止。

⑤ 将清洗干净的电极浸入到工业废水中, 待显示值稳定后直接读出工业废水的 pH。

4. 结束工作

关闭电源开关, 拔出电源插头。取出 pH 复合玻璃电极, 用蒸馏水清洗干净后, 浸泡在饱和 KCl 溶液中。清洗烧杯, 晾干后妥善保存。用干净抹布擦净工作台, 罩上仪器罩, 填写仪器使用记录。

【任务提示】

[1] 本任务所用的 PHS-3C 型酸度计采用 pH 复合玻璃电极, 它是 pH 玻璃电极和饱和甘汞电极的复合体, 测量时不需另外使用参比电极, 是目前酸度计上使用最多的一种电极。

[2] 玻璃电极膜极薄, 容易破裂, 使用时要小心, 切勿触及硬物。

[3] 使用 pH 玻璃复合电极时, 应拔去电极前端的电极套, 拉下橡皮套。取下套后, 应避免电极的敏感玻璃泡与硬物接触, 因为任何破损或擦毛都会使电极失效。测量完毕后, 及时将玻璃电极清洗, 并浸泡在 3mol/L KCl 饱和溶液

中，套上橡皮套。

[4] 标准缓冲溶液的配制是否准确，关系到测量结果的准确度。目前，我国标准计量局颁布的 pH 标准缓冲溶液体系有六种缓冲溶液，现列出三种常用的缓冲溶液，它们在不同温度下的 pH 如表 1-1 所示。

表 1-1 不同温度下标准缓冲溶液的 pH

温度/℃	0.05mol/L 邻苯二甲酸氢钾的 pH	0.025mol/L 混合磷酸盐的 pH	0.01mol/L 硼砂的 pH
0	4.006	6.981	9.458
5	3.999	6.949	9.391
10	3.996	6.921	9.330
15	3.996	6.898	9.276
20	3.998	6.879	9.226
25	4.003	6.864	9.182
30	4.010	6.652	9.142
35	4.019	6.844	9.105
40	4.029	6.838	9.072
50	4.055	6.833	9.015
60	4.087	6.837	8.968

由于同种标准缓冲溶液在不同温度下的 pH 稍有不同，而酸度计上的 pH 分度值是按照 25℃时的条件进行划分的，为了测量其他温度下溶液的 pH，必须进行温度补偿。

[5] 标准缓冲溶液的选择应遵循下列原则：使用与被测溶液 pH 相近的标准缓冲液校正仪器，以降低测量误差，提高分析准确度。

[6] 电极插入溶液中，小心轻摇几下试杯，使电极平衡，静置待稳定后读数。

[7] 由于待测试样的 pH 常随空气中 CO₂ 等因素的改变而改变，因此采集试样后应立即测定，不宜久存。



问题探究

Q1: pH 计的工作原理是什么？

Q2: 玻璃电极的主要构造及原理是什么？



知识链接一 直接电位法测 pH 的工作原理

直接电位法是通过直接测定试液组成原电池的电动势来计算待测离子的活度（浓度）。即将两支性能不同的电极插入同一被测液中构成原电池，在零电流的条件下，由于两支电极的电位存在着电位差（电池电动势），从而建立了电池电动势与被测液浓度之间的关系。直接电位法应用最早、最广泛的是测定溶液的