

中等职业学校规划教材

刘小珍 黄宗文 主编

仪器分析实验

第二版



化学工业出版社
教材出版中心

中等职业学校规划教材

仪器分析实验

第二版

刘小珍 黄宗文 主编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北 京 ·

本书是在 1988 年版《仪器分析实验》的基础上, 为适应 21 世纪中等职业教育的需求而编写的第二版教材。

全书共四章, 主要内容包括常用分析仪器操作技术、维护保养知识以及常用仪器分析实验 24 个。对分析仪器的介绍, 着重于目前分析检测中常用的分析仪器; 实验内容也是按技工教育的特点, 从生产实际中典型的分析项目中选出的。在每一种分析方法的实验之后, 都安排了一个技能考核, 其目的在于给实验的教与学提供一个细分、明确、具体的目标以及对技能培训的结果作一个客观、量化的评价。

本书除可作为中等职业技术学校分析专业学生以及分析工人培训的教材之外, 也可供与分析化验有关的其他专业或在职化验人员学习参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验/刘小珍, 黄宗文主编. —北京: 化学工业出版社, 2006. 6
中等职业学校规划教材
ISBN 7-5025-8825-6

I. 仪… II. ①刘…②黄… III. 仪器分析-实验-专业学校-教材 IV. O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 071022 号

中等职业学校规划教材

仪器分析实验

第二版

刘小珍 黄宗文 主编

责任编辑: 陈有华

文字编辑: 李姿娇

责任校对: 李 林

封面设计: 关 飞

*

化学工业出版社 出版发行

教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010) 64982530

(010) 64918013

购书传真: (010) 64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市兴顺印刷厂印装

开本 850mm × 1168mm 1/32 印张 6½ 字数 168 千字

2006 年 8 月第 2 版 2006 年 8 月北京第 10 次印刷

ISBN 7-5025-8825-6

定 价: 11.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

《仪器分析实验》第一版自 1988 年出版至今已有 18 年了。这期间科学技术与生产实际、教育观念与体制都发生了很大的变化。为了适应中等职业学校教学的需要,我们根据多年教学实践对其进行了修订。修订后的这本书除可作为中等职业学校分析专业以及初、中级分析工技能培训的教材外,也可供与分析化验相关的其他专业或在职化验人员学习参考。

该书与第一版相比,具有以下特点。

1. 基本保持了原书的内容框架,将原属第三章和第四章的内容进行了互换。现在的第一章至第四章的内容分别是:电位分析法、电导分析法、比色分析和分光光度分析法、气相色谱分析法。

2. 吸取了原教材的精华,继续保持详细介绍分析仪器的操作、维护和保养,删除了一些过于陈旧的分析仪器介绍,代之以较新的常用分析仪器介绍,而且以目前“常用的”为重点,共介绍了 11 种分析仪器,其中有 4 种收编于原书,另外 7 种为新编。同时还注意仪器重要附件的内容更新及测定实验内容等。

3. 根据职业技能教育的特点,实验项目主要从目前的厂矿生产实际中选定。由于分析仪器的变化等原因,原实验项目和内容也作了相应的改写与增删。实验项目共 24 个,多于给定的学时,各学校可结合自己的专业情况与实验条件,自行选做。

4. 注重学生技能的培养,在每一种分析方法的实验训练之后,都安排了技能考核,其目的在于给仪器分析检测技术的教与学提供一个细分、明确、具体的目标并对技能培训结果作一个客观、量化的评价。技能考核应采用闭卷形式。

5. 全书采用国家标准及法定计量单位。使用 GB/T 14666—93 推荐的分析化学术语和符号。例如,按照“等物质的量反应规则”

进行滴定分析计算；定量分析结果以质量分数、体积分数或质量浓度表示等。

参加本书修订的有江西省化工技术学院黄宗文（第一、三章和附录）、河南省化学工业高级技工学校贺红举（第二、四章）。全书由黄宗文统稿。

限于笔者水平，加之时间仓促，不妥之处在所难免，欢迎读者批评指正，不胜感谢！

编者

2006 年 3 月

第一版前言

本书是根据 1986 年 4 月化学工业部化工技工学校分析专业教材编审委员会审定的“仪器分析实验教学大纲”和“仪器分析实验编写大纲”，为配合化工技工学校试用教材《仪器分析》而编写的实验教材。

技工学校分析专业开设的“仪器分析”是一门以实验为主的课程，实验课在“仪器分析”教学中占有非常重要的位置，通过实验课的教学使学生具备一定的用仪器分析方法从事实际分析工作的能力，因此，本书详细地介绍了分析仪器的操作、维护保养和“实验”两方面的内容。对分析仪器的介绍，着重于目前工厂常用的分析仪器；所选定的实验内容，根据技工教育的特点，大多来自于目前工厂生产实际中典型的分析项目。教材内容的针对性较强。另外，考虑到目前各技工学校实验条件不一，所选实验内容较多，以便各校结合实际情况，按教学大纲要求自行选做。为了方便教学，实验后布置了思考题。

本书也可供其他各类技工学校分析专业参考；可作为分析工的培训教材；还可作为分析、检验人员的参考书；有些实验对大中专化学专业的学生也有一定的参考价值。

本书在化工部技工学校分析专业教材编审委员会领导下，由江西化工技工学校刘小珍编写。江西大学化学系分析化学教研室主任黄坚锋副教授主审，贵州平坝化肥厂技工学校张智顺、陕西西安市化工技工学校熊开元、山东淄博化工技工学校于乃臣、江苏无锡市化工技工学校范巧明等同志对本书进行了审议。

编写过程中，曾得到化工部教育司任保有、化学工业出版社任惠敏、江西化工学校陈志超等同志的热情支持与帮助，许多工厂的

科技、分析人员为本书的编写提供了相关资料，在此一并表示衷心的感谢！

限于编者水平，书中不妥之处，恳切希望读者批评指正。

编者

1988 年 2 月

目 录

第一章 电位分析法	1
第一节 电位分析法中常用仪器的操作技术与维护保养知识	2
一、常用电极的用途、结构、使用维护及注意事项	2
二、pHS-2F 型酸度计	8
三、pXS-350 型离子计	16
四、pHS-25 型数字式 pH 计	21
第二节 电位分析法实验	24
实验 1-1 直接电位法测定溶液的 pH	24
实验 1-2 氟离子选择性电极测定饮用水中的氟含量	27
直接电位法技能考核	33
实验 1-3 电位滴定法测定醋酸的含量	35
实验 1-4 电位滴定法测定绿矾的含量	38
实验 1-5 电位滴定法测定废水中氯化物的含量	40
电位滴定法技能考核	44
第二章 电导分析法	47
第一节 电导分析法中常用仪器的操作技术与维护保养知识	47
一、电导电极	47
二、DDS-11A 型电导率仪	48
三、DDS-11C 型电导率仪	52
四、DDS-307 型电导率仪	58
五、DD-10 型微量 CO、CO ₂ 自动分析仪	63
第二节 电导分析法实验	75
实验 2-1 电导法分析水质的纯度	75
实验 2-2 蔗糖中灰分的测定	77
实验 2-3 电极常数的测定	79
实验 2-4 合成氨精炼气中微量 CO、CO ₂ 含量的测定	79
电导分析法测电导率技能考核	82

第三章 比色分析和分光光度分析法	84
第一节 比色分析中常用仪器的操作技术与维护保养知识	84
一、比色管	84
二、721 型分光光度计	85
三、754C 型紫外-可见分光光度计	92
第二节 比色分析和分光光度法实验	97
实验 3-1 工业盐酸中铁的测定 (硫氰酸铵目视比色法)	97
实验 3-2 锅炉给水中磷酸盐的测定 (磷钼蓝目视比色法)	99
目视比色法技能考核	101
实验 3-3 波长读数的校正	103
实验 3-4 锅炉给水中铁的测定 (邻菲罗啉法)	105
实验 3-5 尿素中铁含量的测定 (磺基水杨酸法)	108
实验 3-6 尿素中缩二脲含量的测定 (硫酸铜法)	110
实验 3-7 合金钢中微量铜的萃取比色分析	112
实验 3-8 工业废水中挥发酚含量的测定 (4-氨基安替比林法)	114
实验 3-9 混合液中重铬酸钾和高锰酸钾的测定	118
分光光度法技能考核	121
第四章 气相色谱分析法	125
第一节 气相色谱分析法中常用仪器的操作技术与维护保养知识	126
一、102G 型气相色谱仪	126
二、GC102D 气相色谱仪	138
三、高压气瓶	154
第二节 气相色谱分析法实验	157
实验 4-1 填充柱的制备	157
实验 4-2 气相色谱仪的启动、调试	160
I. 气路系统的检漏、载气流速的测量与校正	160
II. 控温单元的启动与调试	164
III. 热导池检测器的调试和进样练习	165
IV. 氢火焰离子化检测器的调试和进样练习	168
实验 4-3 乙醇中少量水分的测定 (外标法)	171
实验 4-4 半水煤气的色谱分析 (单点校正法)	173
实验 4-5 苯、甲苯、乙苯混合物的分析 (归一化法)	176
实验 4-6 氯苯中杂质含量的测定 (内标法)	178

气相色谱分析法技能考核	182
附录	184
一、实验报告示例	184
二、pH 测定用标准缓冲溶液	186
三、常用离子选择性电极、量程和常用标准物质	187
四、常见化合物的摩尔质量	188
五、相对原子质量	191
参考文献	193

第一章 电位分析法

电位分析法是通过测定原电池两个电极间的电位差（即原电池的电动势）来进行分析测定的方法。它包括直接电位法和电位滴定法（间接电位法）。

直接电位法是根据测得电位的数值来确定被测离子的活度（浓度）的分析方法。

因为单个电极电位的绝对值无法直接测量，只能测量其相对电极电位，所以在电位分析中，由一个指示电极和一个参比电极组成电极对（有时此电极对也简称为电极），再与试液组成原电池，用一个高输入阻抗的毫伏计（或 pH 计）测量其电池电动势，然后由已知电极的电位计算出被测定电极的电位，进而求出欲测离子的活度（浓度）。

应用最多的直接电位法是测定溶液的 pH。近年来由于离子选择性电极的迅速发展，大大扩展了直接电位法的应用范围，使许多阳离子和阴离子的测定像测量 pH 一样简单快速。

测定离子活度（浓度）的方法常用的有标准曲线法和标准加入法。

电位滴定法是通过测量滴定过程中被测电池电动势的变化来确定滴定终点的分析方法。与化学分析法中的滴定分析不同的是，电位滴定的滴定终点是由测量电位突跃来确定的，而不是由观察指示剂颜色变化来确定。因此，电位滴定法分析结果准确度高，容易实现自动化控制，能进行连续和自动滴定。电位滴定法可广泛用于酸碱、氧化还原、沉淀、配位等各类滴定反应终点的确定，特别是那些滴定突跃小、溶液有色或浑浊的滴定，使用电位滴定可以获得理想的结果。此外，电位滴定还可以用来测定酸碱的离解常数、配合物的稳定常数等。

第一节 电位分析法中常用仪器的操作 技术与维护保养知识

一、常用电极的用途、结构、使用维护及注意事项

(一) 231 型玻璃电极

1. 用途

231 型玻璃电极是酸度计的传感器，用作测量水溶液的 pH 及酸碱电位滴定的指示电极。

2. 技术数据

(1) 测量范围：pH 为 0~14；

(2) 被测溶液的温度：5~60℃；

(3) 与饱和甘汞电极建立零电位的 pH：7±1；

(4) 电极内阻 (25℃)：≤120MΩ；

(5) 碱性误差 (25℃)：在 $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ NaOH 溶液中不大于 10mV；

(6) 电极工作的环境条件：①空气温度 5~40℃；②空气湿度 ≤85%。

3. 结构

231 型玻璃电极下端为对 H^+ 敏感的特种玻璃球泡，由特种锂玻璃吹制而成。能测高碱溶液，它的电位变化在一定条件下与被测量溶液的 pH 成线性关系，测量 pH 为 13 以上的溶液有小的碱性误差。内参比电极为 Ag-AgCl 电极，浸在含有 Cl^- 的磷酸盐缓冲溶液内。电极球泡上部为普通玻璃的玻璃管。

4. 使用、维护及注意事项

(1) 电极的球泡玻璃膜很薄，易因碰撞或受压而破裂，使用前需检查，有裂纹者不能使用（为保护电极球泡，在使用时，球泡的下端应比参比电极的下端稍高）；内参比电极未浸入内参比液中，也不能使用。若内参比液中有气泡，可轻轻晃动而除去。

(2) 电极在初次使用或久置不用重新使用时，玻璃球泡应在蒸馏水中浸泡 24h 左右。因使用过久或贮存中“老化”了的电极不能

使用。玻璃电极使用期限一般为一年。

(3) 使用时球泡部分应全部浸没在被测溶液中，测量另一溶液时，应先用蒸馏水洗干净，再用待测溶液清洗，以免将杂质带进待测溶液。玻璃球泡沾湿时，可用滤纸吸去水分，不能擦拭。

(4) 电极不能用于含氟较高的试液中。

(5) 电极暂时不用时，可将球泡浸在蒸馏水中，以便下次使用时容易达到平衡。

(6) 电极的清洗方法：电极上若有油污，可用 $w(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 5\% \sim 10\%$ 的氨水溶液或丙酮清洗；沾染无机盐类可用 $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ 的 HCl 溶液清洗； Ca 、 Mg 等积垢可用 EDTA 溶液溶解；在含胶质溶液或含蛋白质溶液（如血液、牛奶）中测定后，也可用 $c(\text{HCl}) = 1\text{mol/L}$ 的 HCl 溶液清洗。清洗电极不可用脱水性溶剂（如 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 洗液、无水乙醇和浓 H_2SO_4 等），以防破坏电极的功能。

(7) 电极导线、插头绝缘部分应保持清洁干燥。

(8) 电极在测量前需用 pH 标准缓冲溶液校准，校准用的标准溶液的值要可靠且愈接近被测值愈好。

(9) 电极应存放于干燥之处。

(二) E-201-C 型塑壳可充式 pH 复合电极

1. 用途

电极是由玻璃电极和参比电极组合在一起的复合电极，是一种 pH 测量传感器，广泛应用于测量水溶液的 pH 。

2. 技术数据

(1) 测量范围： pH 为 $0 \sim 14$ ；

(2) 适用温度： $0 \sim 60^\circ\text{C}$ （短时 100°C ）；

(3) 零电位 (25°C)： $(7 \pm 0.5) \text{pH}$ ；

(4) 斜率 (PTS)： $\geq 98.5\% (25^\circ\text{C})$ ；

(5) 内阻 (25°C)： $\leq 250\text{k}\Omega$ ；

(6) 碱性误差 (25°C)： $\leq 0.2\text{pH}$ ；

(7) 响应时间： $\leq 1\text{s}$ 达到终点值的 95% （经搅拌）。

3. 结构

pH 复合电极的结构主要由电极球泡、玻璃支持杆、内外 Ag-AgCl 参比电极、内参比溶液（中性磷酸盐和氯化钾混合溶液）、外参比溶液 [$c(\text{KCl})=3\text{mol/L}$ 或 $c(\text{KCl})=3.3\text{mol/L}$ 的 KCl 溶液]、砂芯液接界、聚碳酸酯塑压成型的外壳、电极套、电极导线、插口等组成。

4. 使用、维护及注意事项

(1) pH 复合电极在测量前必须用已知 pH 的标准缓冲溶液进行定位校准，其值要可靠且愈接近被测值愈好。

(2) 取下 pH 电极套后，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。

(3) 测量前，取下电极套后观察敏感球泡内是否充满液体，如发现有气泡，应将电极向下轻轻甩一下，清除气泡，并将加液小孔在开通状态下测量，否则将影响测量精度。

(4) 测量后，使加液小孔处于封闭状态，防止外参比溶液外流。并及时将电极保护套套上，套内应放少量外参比补充液以保持电极球泡的湿润。

(5) pH 复合电极的外参比补充液为 $c(\text{KCl})=3\text{mol/L}$ 或 $c(\text{KCl})=3.3\text{mol/L}$ 的氯化钾溶液中的一种，补充液可以从电极上端小孔加入。

(6) 玻璃电极的保质期为一年，出厂一年以后，不管是否使用，其性能都会受到影响，应及时更换。

(7) 第一次使用或长期停用的 pH 电极，在使用前需在用作外参比的溶液中浸泡 24h。

(8) 电极的引出端必须保持清洁干燥，绝对防止输出两端短路，否则将导致测量失准或失效。

(9) 电极应与输入阻抗较高的 pH 计 ($\geq 10^{12}\Omega$) 配套，以使其保持良好的特性。

(10) 电极应避免长期浸在蒸馏水、蛋白质溶液和酸性氟化物溶液中。

(11) 电极应避免与有机硅油接触。

(12) 电极经长期使用后, 如发现斜率略有降低, 则可把电极下端浸泡在 $w(\text{HF})=4\%$ 的氢氟酸中 3~5s, 用蒸馏水洗净, 然后在 $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 的盐酸溶液中浸泡, 使之复新。

(13) 被测溶液中如含有易污染敏感球泡或堵塞液接界的物质, 会使电极钝化, 出现斜率降低、显示读数不准的现象。如发生该现象, 则应根据污染物质的性质, 用适当溶液清洗, 使电极复新。

注意:

选用清洗剂时, 不能用四氯化碳、三氯乙烯、四氢呋喃等能溶解聚碳酸酯的清洗液, 因为电极外壳是用聚碳酸酯制成的, 其溶解后极易污染敏感玻璃球泡, 从而使电极失效。也不能用复合电极去测上述溶液。

部分污染物质和清洗剂见表 1-1。

表 1-1 部分污染物质和清洗剂

污染物质	清 洗 剂	污染物质	清 洗 剂
无机金属氧化物	低于 1mol/L 的稀酸	蛋白质血球沉淀物	酸性酶溶液(如食母生)
有机油脂类物质	稀洗涤剂(弱碱性)	颜料类物质	稀漂白液、过氧化氢
树脂高分子物质	酒精、丙酮、乙醚		

(三) pF-1 型氟离子选择性电极

1. 用途

pF-1 型氟离子选择性电极是测定水溶液中 F^- 活度(浓度)或间接测定能与 F^- 形成稳定配合物的离子活度(浓度)的指示电极。

2. 技术数据

- (1) 测量范围: pF 为 1~5; 转换系数 $\geq 95\%$;
- (2) 被测溶液温度: 15~35℃;
- (3) 绝缘电阻: $\geq 10^{11}\Omega$;
- (4) 电极内阻: $\leq 10\text{M}\Omega$;
- (5) 与饱和甘汞电极建立零电位的 pF: 0~1。

3. 结构

pF-1 型氟离子选择性电极的下端是 LaF_3 晶片，内参比电极为 Ag-AgCl 电极，内参比溶液为 AgCl 饱和的 NaCl [$c(\text{NaCl}) = 0.1\text{mol/L}$]- NaF [$c(\text{NaF}) = 0.1\text{mol/L}$] 溶液。

4. 使用、维护及注意事项

(1) 电极在测定试样及标准溶液时应该用磁力搅拌器搅拌。

(2) 电极使用前，宜在 $c(\text{NaF}) = 10^{-3}\text{mol/L}$ 的 NaF 溶液中浸泡活化 1~2h，然后用去离子水清洗数次，直至在去离子水中与饱和甘汞电极组成电池的电动势达 -320mV 左右（此值对各支电极不同）才能使用。

(3) 电极在测定时，试样及标准溶液应在同一温度。

(4) 在测量之间用蒸馏水清洗电极后，应用滤纸擦干水分。

(5) 在测量试样较多、浓度相差较大时，建议用两支氟离子选择性电极，以免引起误差。

(6) 电极内装电解质溶液，为防止晶片内侧附着气泡而使电路不通，在电极第一次使用前或测量后，可让晶片朝下，轻击电极杆，以排除晶片上可能附着的气泡。

(7) 电极晶片勿与坚硬物碰擦。晶片上如沾有油污，用脱脂棉依次以酒精、丙酮轻擦，再用去离子水洗净。连续使用期间的间隙内，可浸泡在水中；长期不用，则风干后保存。

(四) 216 型银电极

1. 用途

216 型银电极是用来测量 Ag^+ 及卤族元素离子活度（浓度）的指示电极，它广泛应用于银量分析电位滴定。

2. 结构

216 型银电极是由银棒密封在玻璃管或塑料管中，上有引出导线，银棒直径约 2mm，银棒露出管外约 12mm，电极全长 120mm。

3. 使用、维护及注意事项

(1) 保持银棒表面的清洁，必要时可用细砂纸擦亮银棒表面，然后用蒸馏水洗净。

(2) 使用完毕后，电极用蒸馏水洗净擦干后保存。

(五) 213 型铂电极

1. 用途

213 型铂电极是测量氧化还原电势的指示电极，与钨电极或甘汞电极配套，可以用于氧化还原反应的电位滴定分析。

2. 结构

213 型铂电极是以光亮的铂片熔封在玻璃管中，上有引出接线柱，铂片的露出面积约为 $2\text{mm} \times 6\text{mm}$ ，电极全长 140mm。

3. 使用、维护及注意事项

(1) 电极使用前其铂片必须在铬酸洗液中清洗，然后用蒸馏水清洗干净。

(2) 若铂片表面沾有油污，应用丙酮清洗，然后再用铬酸洗液及蒸馏水清洗干净。

(六) 232 型甘汞电极

1. 用途

甘汞电极是酸度计、电位滴定计以及离子计中起参比作用的测量元件，它与离子选择性电极组成电极对，用以测量溶液中的离子活度（浓度）和电位滴定分析。

2. 技术数据

(1) 电极内阻： $\leq 10\text{k}\Omega$ ；

(2) 与标准甘汞电极比较电位差： $\pm 3\text{mV}$ ；

(3) 液接界部分流速：1 滴/10min；

(4) 盐桥溶液：饱和 KCl 溶液。

3. 结构

232 型甘汞电极是饱和 KCl 式，它的液接界部分由多孔性陶瓷做成，电极的上侧开有小孔，以便添加 KCl 溶液。

4. 使用、维护及注意事项

(1) 电极在使用时，应把电极上侧小孔的橡皮塞和下端橡皮套拔去。用完后将它们装回。

(2) 电极内 KCl 溶液中不能有气泡，如有可轻轻甩几下电极