

仪 器 分 析

• 主编 梁力丽



WUHAN UNIVERSITY PRESS

武汉大学出版社

仪 器 分 析

主 编 梁力丽
副主编 刘 琦
主 审 胡北川



WUHAN UNIVERSITY PRESS

武汉大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析/梁力丽主编. —武汉:武汉大学出版社, 2014. 6

ISBN 978-7-307-13214-6

I. 仪… II. 梁… III. 仪器分析—高等学校—教材 IV. O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 085680 号

责任编辑:余 梦

责任校对:方竞男

装帧设计:吴 极

出版发行:武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件:whu_publish@163.com 网址:www.stmpress.cn)

印刷:武汉市华东印务有限责任公司

开本:787×1092 1/16 印张:7.75 字数:156 千字

版次:2014 年 6 月第 1 版 2014 年 6 月第 1 次印刷

ISBN 978-7-307-13214-6 定价:20.00 元

版权所有, 不得翻印;凡购买我社的图书, 如有质量问题, 请与当地图书销售部门联系调换。

四川江油工业学校
国家中等职业教育改革发展示范学校建设系列教材

编写委员会

(按姓氏笔画排序)

主 任:郭汉祥

副 主 任:刘继文

委 员:王成林 王丽华 勾小均 邓 磊 史建军
任继明 刘 琦 刘晋江 李俊岑 肖 琼
陈 林 陈志伟 陈晓丽 陈晓波 庞 志
郑传斌 郑明继 赵 宏 赵小华 赵海全
胡北川 贾晓红 梁力丽 舒 安 谢嘉霖
蒲江涛 蔡琪琳 廖永昆

丛 书 序

国家中等职业教育改革发展示范学校建设是教育部、人力资源和社会保障部、财政部三部委共同组织实施的一项重大创新工程。三部委在教职成〔2010〕9号文中明确,由中央财政重点支持1000所中等职业学校进行改革试点,于2010年、2011年和2012年分三批分别遴选300所、400所、300所中职学校列入建设计划。我校是第二批入围的示范建设学校。根据三部委批准的我校上报的国家中等职业教育改革发展示范学校建设计划“项目建设方案”和“项目建设任务书”中要求完成的教材编写任务,我校与武汉大学出版社合作出版了22本示范校建设新教材。

本套教材的书目确定,是根据我校四个重点建设专业(工业分析与检验、机电技术应用、数控技术应用、电子与信息技术)和一个特色建设项目(职业技能鉴定)以及为提高学生综合素质等方面确定的。本次出版的教材有《水泥化学分析》《工业分析》《工业分析与检验专业专题讲座》《仪器分析》《定性分析》《水泥生产质量控制》《电工电子技术及应用》《电工基本技能实训》《电子技能训练》《单片机技术》《计算机应用基础》《计算机网络技术及实训》《机械设备安装与维修》《数控车削实训指导书》《数控编程及仿真加工》《机械制造生产实习指导书》《车削加工——理实一体化》《钳加工——理实一体化》《焊接加工——理实一体化》《安全教育》《就业指导》和《综合素质》共22本。本套系列教材的编写,编者付出了大量的时间和劳动,凝聚了编者大量的心血和智慧。

本套教材出版具有十分重要的意义。在编写过程中,编写人员在努力体现国家中职示范学校建设的指导思想、总体目标和重点任务的同时,还通过校企合作,进一步推动了理论与实践相结合;提高了服务地方经济和社会发展的能力,进一步满足了为地方、行业、企业培养所需人才对新教材的需要。

本套教材的编写,对改革办学模式、培养模式、教学模式、评价模式,创新教育教学内容,加强师资队伍建设和完善内部管理起到了积极的推动作用。这些目标的实现,正是国家中职示范学校建设要完成的重要任务之一。本套系列教材的编写在中等职业教育的改革创新、提高质量、办出特色等方面也起到了一定的引领、示范和辐射作用。

本套教材的编写,力求在教育功能上体现思想性特点,在语言表达上体现通俗性特点,在内容真伪上体现科学性特点,在内容体系上体现系统性特点,在案例上体现典范性特点,在内容上体现实用性特点。学校编审委员会要求,各参编人员在编写教材中尽力

通过体现这些特点,使教材在中等职业学校教与学的过程中起到桥梁作用。

在本套教材的编写中,尽管所有主编、副主编和参编人员尽了自己最大的努力,但因时间紧迫,任务繁重,水平有限,书中存在的缺点和错误在所难免,恳请使用师生和广大读者及时提出宝贵意见,以便再版时修改完善。

在本套教材的编审过程中,四川长虹电器集团、四川九洲电器集团有限责任公司、中国工程物理研究院、四川攀长钢集团有限责任公司、四川国大水泥有限公司、江油红狮水泥有限公司等校企合作企业、科研院所给予了大力支持;各级教育部门和武汉大学出版社给予了有力指导和帮助;有关编审专家在编审过程中付出了大量心血,在此,我们一并表示衷心的感谢和崇高的敬意。

四川江油工业学校

国家中等职业教育改革发展示范学校建设系列教材编审委员会

2014 年 3 月

前 言

国家中等职业教育改革发展示范学校建设是教育部、人力资源和社会保障部、财政部三部委共同组织实施的一项重大工程。根据三部委遴选条件中的要求,我校被列入第二批国家示范学校建设计划。根据三部委批准的我校上报的国家中等职业教育改革发展示范学校建设计划“项目建设方案”和“项目建设任务书”中规定完成的教材编写任务,《仪器分析》是我校重点建设专业——工业分析与检测专业中必须编写的教材,因此,编委会组织编写了本教材。

本书编写结合当前仪器分析发展的新方向和企业的实用性,共选择五个模块,分别为紫外—可见分光光度法、电位分析法、原子光谱法、色谱分析法和 X 荧光分析法。本书适用于工业分析与检验专业的学生使用。

本书编写结合生产实际应用,以各类仪器的使用方法为重点内容,将实训项目分任务、按流程展开,体现了本专业工作岗位活动的过程性,使教材更贴近学生,更贴近职业岗位需求。本书编写中所涉及的仪器型号较新、使用广泛,部分仪器的操作需使用相应的电脑软件。为帮助学生更好地掌握仪器的使用方法,实训课题进行了递进式任务分解,每个任务附有简明的流程图,每种仪器按操作程序详细讲解。为拓宽学生的知识面,培养学生的创新能力,课题中附有思考和拓展内容。为便于学生自测学习效果、教师检测学生的技能掌握情况,在每个课题后附有课题评价表以供参考。

本书按照国家中等职业教育改革的教学基本要求,根据新形势下教育改革的发展趋势和中等职业院校的教学特点,结合本校编写组教师的长期教学经验编写而成。本教材的编写充分考虑学生原有的专业知识基础,注重结合中等职业学生的学习特点,降低了理论知识的难度,使其仅为掌握操作技能服务。

本书由梁力丽担任主编,刘琦担任副主编。具体编写分工为:梁力丽编写模块一、模块四,刘琦编写模块二、模块三、模块五。专业组教师胡北川、史建军、蒲江涛、任继明、罗杨、夏津等均参与了教材的讨论和审定工作。

在本书的编写过程中参考了有关书籍和研究成果,并从中引用了部分资料,在此表示感谢。

由于时间仓促,编者水平有限,书中如有不妥之处,敬请读者批评指正。

编 者

2014 年 3 月

目 录

模块一 紫外-可见分光光度法	1
课题一 紫外-可见分光光度计测定水泥中 TiO_2 含量	2
课题二 紫外-可见分光光度计测定饮料中维生素 C(VC) 含量	12
模块二 电位分析法	17
课题 直接电位法测定自来水的 pH 值	18
模块三 原子光谱法	30
课题一 原子吸收分光光度法测定水中锰含量	31
课题二 火焰分光光度计测定水泥中氧化钠、氧化钾含量	55
模块四 色谱分析法	66
课题一 气相色谱法测定室内空气中 TVOC 的含量	67
课题二 高效液相色谱法测定饮料中咖啡因的含量	80
模块五 X 荧光分析法	93
课题 用 X 荧光分析仪测定水泥中二氧化硅、三氧化二铁、氧化钙、 三氧化二铝	94
参考文献	113

模块一 紫外-可见分光光度法



1. 知识目标

- (1) 认识紫外-可见分光光度计，熟悉仪器的基本构造和操作方法；
- (2) 掌握紫外-可见分光光度法基础知识及定量方法；
- (3) 掌握参比溶液、分析波长、显色剂和显色条件的选择方法等基本知识；
- (4) 掌握使用分光光度计对常见无机物和有机物的含量进行测定的基本原理和测定方法及相关知识。

2. 能力目标

- (1) 能熟练对紫外-可见分光光度计进行操作及使用；
- (2) 能对仪器进行保养和简单的维护；
- (3) 能根据给定方法使用分光光度计对常见的无机物和有机物的含量进行测定；
- (4) 能分析所测的数据，并给出结果。

3. 情感素质目标

- (1) 培养学生良好的实验习惯；
- (2) 培养学生的团队合作精神；
- (3) 培养学生分析问题、解决问题的能力。

课题一 紫外-可见分光光度计测定水泥中 TiO_2 含量

课题背景

紫外-可见分光光度计是一种应用很广的分析仪器。目前,它已成为全世界使用最多、应用面最广的分析仪器。它的应用涉及制药、医疗、卫生、化学、化工、石油、环保、地质、机械、冶金、食品、生物、材料、农业、林业、渔业等领域的科研、教学及生产中的质量控制、原材料及产品检验等各个方面,用来对一些常见金属离子、各种有机物进行定量分析、定性分析、纯度检验、结构分析等。

工业废水中含有大量对环境有害的化学元素,其中六价铬 $\text{Cr}(\text{VI})$ 容易导致人体皮肤过敏、遗传性基因变异,吸入还可以致癌。因此,准确测定工业废水中有害元素的含量具有重要的现实意义。

本课题依据《水质 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法》(GB 7467—1987),运用紫外-可见分光光度法对工业废水中的 Cr^{6+} 含量进行测定。

知识链接

物质呈现的颜色与光有着密切的关系,一种物质呈现何种颜色,是与光的组成和物质本身的结构有关的。不同的物质,其紫外-可见吸收光谱不同,而吸收强弱又与吸光物质的量有关。因此,可以由物质光谱的特异性对物质进行定性分析,并根据吸收强度对物质作定量测定。

1. 光的范围

紫外光波长: $200 \sim 400\text{nm}$ 。

可见光波长: $400 \sim 780\text{nm}$ 。

2. 常用术语

单色光:只具有一种波长的光。

复合光:由两种以上波长组成的光,如白光。

互补光:如果两种适当颜色的光按一定的强度比例混合可以得白光,这两种光就互为补色光。物质呈现的颜色和吸收的光颜色之间是互补关系。

不同颜色的可见光波长及其互补光如图 1-1 所示。



3. 紫外-可见分光光度法

紫外-可见分光光度法是基于不同物质分子对 200~780nm 区域内不同波长的单色光的吸收程度不同，而对物质进行定性分析和定量分析的方法。

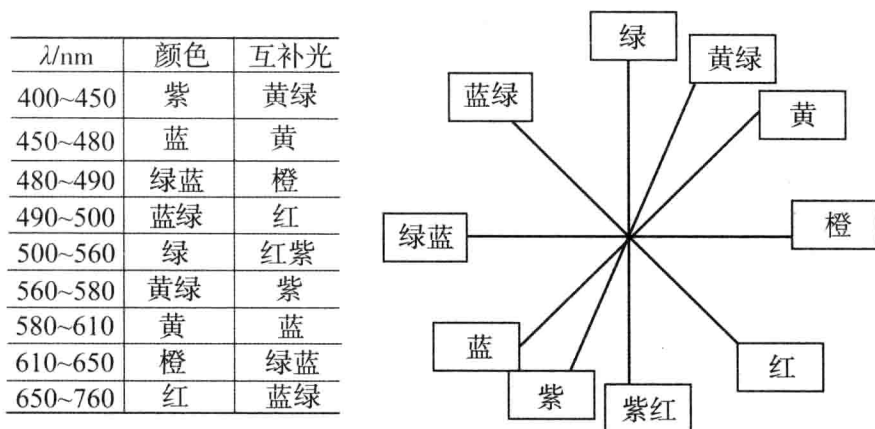


图 1-1 不同颜色的可见光波长及其互补光

4. 吸收曲线

(1) 定义：如图 1-2 所示，用不同波长的单色光依次通过某一固定浓度的有色溶液，分别测定其对不同波长的吸光度，以波长 λ 为横坐标，吸光度 A 为纵坐标作图，即为吸收光谱，或称吸收曲线。

(2) 其特点如下：

① 峰形曲线具有最大吸收波长 $\lambda_{\max}$ 。在此波长下，溶液吸光度最大。

② 浓度越大，吸收峰越高(A 越大)。

③ 同一物质不同浓度的溶液，吸收光谱基本形状相同。最大吸收波长 $\lambda_{\max}$ 位置不变。

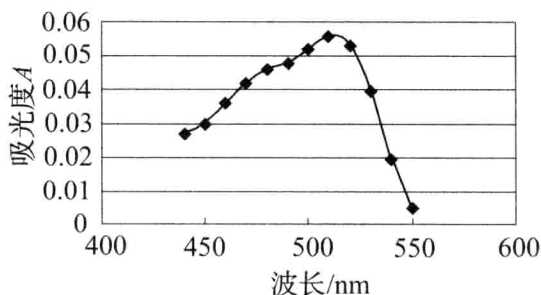


图 1-2 铁的吸收曲线

(3) 其用途如下：

① 同一物质在一定温度下的吸收光谱是一定的，因此物质的吸收光谱可以作为定性依据。

② 用光度法做定量分析时，利用吸收光谱确定最佳测定波长。

一般选用最大吸收波长，若有杂质组分干扰时，可根据待测组分和杂质组分的吸收光谱确定测定波长。



5. 最大吸收波长($\lambda_{\max}$)

- ①同一物质的同种溶液 $\lambda_{\max}$ 不随物质的浓度而变。
- ②不同物质, $\lambda_{\max}$ 不同, $\lambda_{\max}$ 是定性分析的依据(与吸光系数结合)。

6. 定量分析依据——朗伯-比尔定律

当一束平行的单色光照射到一定浓度的均匀溶液时, 吸收过程中吸光物质互相不发生作用的条件下, 吸光物质对单色光的吸收符合朗伯-比尔定律, 即:

$$A = \varepsilon bc \quad (1-1)$$

式中 A ——吸光度;

b ——光程长度(吸收池厚度), cm;

c ——吸光物质的物质的量浓度, mol/L;

ε ——摩尔吸光系数, L/(mol·cm)。

由式(1-1)可知, 当 b 、 ε 一定时, 吸光物质的吸光度与其浓度成正比关系。

7. 标准曲线

(1)定义: 配制系列浓度标准溶液; 测定系列标准溶液吸光度 A , 作吸光度 A 对溶液浓度 c 的图, 得过坐标原点的直线为标准曲线。如图 1-3 所示。

(2)作用: 在相同条件下, 测量被测溶液的吸光度, 在标准曲线上查得溶液浓度。

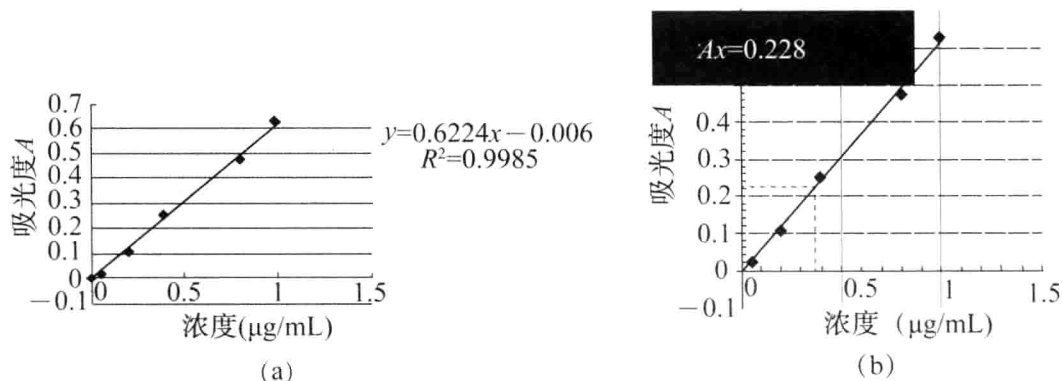


图 1-3 铬的标准曲线



课题任务分解及实施

任务一 认识紫外-可见分光光度计并熟悉仪器的基本构造

任务二 比色皿(吸收池)配套实验、波长校正

任务三 水泥中 TiO_2 含量的测定

任务一 认识紫外-可见分光光度计并熟悉仪器的基本构造

1. 仪器的基本组成

紫外-可见分光光度计如图 1-4 所示,按其光学系统可分为单光束和双光束分光光度计、单波长和双波长分光光度计。其基本结构由以下五个部分组成(图 1-5)。

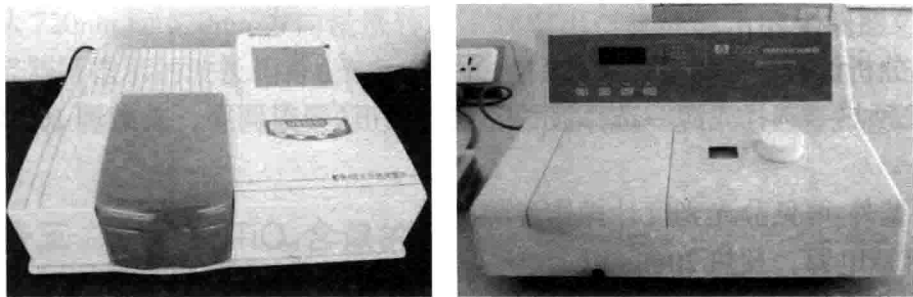


图 1-4 紫外-可见分光光度计



图 1-5 紫外-可见分光光度计基本结构

(1) 光源。

紫外: 氢、氘灯, 发射 185~400nm 的连续光谱。

可见: 钨灯, 辐射波长范围为 320~2500nm。

(2) 单色器。

单色器是指将光源发射的复合光分解成连续光谱并可从中选出任一波长单色光的光学系统。

单色器由入射狭缝、准光器、色散元件、聚焦元件和出射狭缝等几个部分组成。其核心部分是色散元件,起分光作用。起分光作用的色散元件主要是棱镜和光栅。

(3) 吸收池。

吸收池用于盛放分析试样,一般有石英和玻璃两种材料。石英池适用于可见光区及紫外光区,玻璃吸收池只能用于可见光区。为减少光的损失,吸收池的光学面必须完全垂直于光束方向。在高精度的分析测定中(紫外区尤其重要),吸



收池要挑选配对。因为吸收池材料的本身吸光特征以及吸收池的光程长度的精度等对分析结果都有影响,所以紫外光谱仪吸收池恰好安排在光电转换前。

(4) 检测器。

检测器的功能是检测信号、测量单色光透过溶液后光强度变化的一种装置。常用的检测器有光电池、光电管和光电倍增管等。

(5) 信号显示系统。

信号显示系统的作用是放大信号并以适当的方式指示或记录。

2. 仪器操作

(1) 分析流程。

开机预热→选择光源→选择波长→仪器校正(开盖调零,关盖调100%)→样品测试。

(2) 紫外-可见分光光度计操作步骤。

①打开电源,预热20min以上。

②调节波长。

③放入对照液,关好盖子。

④调节透光率按钮“100”,使指针指示“100”。

⑤打开盖子,调节“0”旋钮,使指针指示“0”。

⑥重复几次第④步和第⑤步,直至指针直接显示“100”和“0”。

⑦放入待测液进行测定,每拉一次液池槽,从指针读取一个读数。

⑧记录读数。

⑨取出比色皿。

⑩关机。

任务二 比色皿(吸收池)配套实验、波长校正

1. 比色皿配套实验

(1)用波长调节旋钮将波长调至600nm,用调“0”旋钮将电表指针调至“0”处(调节时应打开样品室盖)。

(2)检查吸收池透光面是否有划痕的斑点,吸收池各面是否有裂纹。如果有,则不应使用。

(3)在选定的吸收池毛面上口附近,用铅笔标上进光方向并编号。用蒸馏水冲洗2~3次[必要时可用HCl(1+1)溶液浸泡2~3min,再立即用水冲洗干净]。

(4)用拇指和食指捏住吸收池两侧毛面,分别在4个吸收池内注入蒸馏水到池高3/4,用滤纸吸净吸收池外壁的水滴(注意,不能擦),再用擦镜纸或丝绸巾轻轻擦拭光面至无痕迹。按池上所标箭头方向(进光方向)垂直放在吸收池架上,



并用吸收池夹固定好。

(5)用调“0”旋钮调 $\tau\% = 0$ ，盖上样品室盖，将在参比位置上的吸收池推入光路，用100%调节钮调 $\tau\% = 100$ ，反复调节几次，直至稳定。

(6)测定被测溶液的透射比或吸光度，若所测各吸收池透射比偏差小于0.5%，则吸收池可以配套使用，否则不行。

2. 波长校正

用调“0”旋钮(0T)调节 $\tau\% = 0$ ：在吸收池位置插入一块白色硬纸片，将波长调节器从720nm向420nm方向慢慢转动，观察出口狭缝射出的光线颜色是否与波长调节器所指示的波长相符(黄色光波长范围狭窄，将波长调节在580nm处应出现黄光)。若相符，说明该仪器分光系统基本正常；若相差太远，应调节灯泡位置。

任务三 水泥中 TiO_2 含量的测定

1. 实验原理

在酸性溶液中，钛氧基离子(TiO^{2+})与二安替比林甲烷生成黄色配合物，于波长420nm处测定溶液的吸光度，用抗坏血酸消除三价铁离子的干扰。

2. 实验准备

(1)清洗容量瓶等需要使用的玻璃仪器，晾干待用。

(2)检查仪器，开机预热20min，并调试至正常工作状态。

(3)所需试剂及仪器。

①HCl(1+2)。

②抗坏血酸溶液(5g/L)：将0.5g抗坏血酸溶于100mL水中，过滤后使用(用时临配)。

③乙醇(95%)。

④二安替比林甲烷溶液(30g/L)：将15g二安替比林甲烷溶于500mL HCl(1+11)中，过滤后使用。

⑤ TiO_2 标准储备溶液：称取0.1000g(精确至0.0001g)预先经800~950℃灼烧2h的 TiO_2 (二氧化钛)，置于铂(瓷)坩埚中，加入2g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ (焦硫酸钾)，在500~600℃下熔融至透明。熔块用 H_2SO_4 (1+9)浸出，并加热至50~60℃使熔融物完全溶解。将溶液冷却后，移入1000mL容量瓶中，再以 H_2SO_4 (1+9)稀释至标线，摇匀。此标准储备液每毫升含有0.1mg TiO_2 。

⑥ TiO_2 标准溶液：吸取100.00mL上述标准储备溶液放入500mL容量瓶中，用 H_2SO_4 (1+9)稀释至标线，摇匀。此标准溶液每毫升含0.02mg TiO_2 。

⑦722s可见分光光度计。



3. 任务流程图

任务流程如图 1-6 所示。

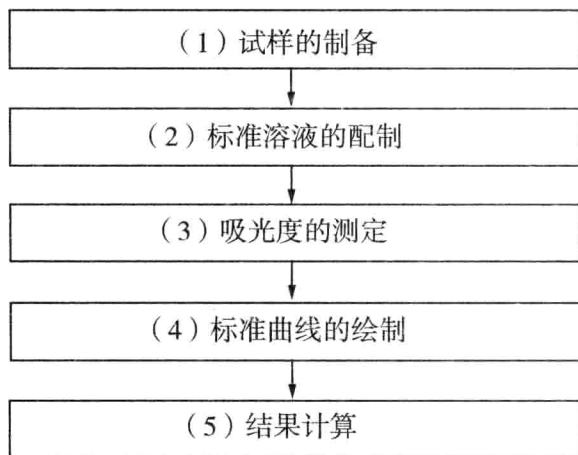


图 1-6 任务流程图

(1) 试样的制备。

称取约 0.5g 生料置于银坩埚中，精确至 0.0001g，记录质量为 m ；加入 6~7g 氢氧化钠，盖上坩埚盖（留有缝隙），放入高温炉中，从低温升起，在 650~700℃ 的高温下熔融 15~20min，期间取出摇动 1 次。取出冷却，将坩埚放入已盛有 100mL 沸水的烧杯（300mL）中，盖上表面皿，于电炉上加热。待熔块完全浸出后，取出坩埚，用热 HCl(1+5) 和水洗净坩埚和盖；在搅拌的同时一次加入 25~30mL 浓 HCl 及 1mL 浓 HNO_3 ，加热至沸，冷却移入 250mL 容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。

吸取 25.00mL 制备的试样溶液，放入 100mL 容量瓶中，加入 10mL HCl(1+2)、10mL 抗坏血酸溶液，放置 5min，加入 5mL 乙醇、20mL 二安替比林甲烷溶液。用水稀释至标线，摇匀，放置 40min。

(2) 标准溶液的配制。

标准溶液及空白溶液的配制：吸取每毫升含 0.02mg TiO_2 的标准溶液 0mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL、12.00mL、15.00mL 分别放入 100mL 容量瓶中，依次加入 10mL HCl(1+2)、10mL 抗坏血酸溶液、5mL 乙醇、20mL 二安替比林甲烷溶液，用水稀释至标线，摇匀。放置 40min。

算一算：将配制的系列标准溶液的浓度分别填入表 1-1 中。



表 1-1

记录表 1

移取的 TiO_2 标液的体积/mL	0	2	4	6	8	10	12	15
对应的 TiO_2 标液的浓度/(mg/L)								

(3) 吸光度的测定。

用 10mm 比色皿, 以水作为参比, 于波长 420nm 处测定溶液的吸光度, 分别测定系列标准溶液的吸光度和试样的吸光度, 并做好记录(表 1-2)。

表 1-2

记录表 2

移取的 TiO_2 标液的体积/mL	0	2	4	6	8	10	12	15
对应的 TiO_2 标液的浓度/(mg/L)								
测定的吸光度值								

测定结束, 关闭开关取下电源插头; 取出比色皿洗净、擦干后放好; 盖好比色皿暗箱, 盖好仪器; 清理台面, 填写仪器使用记录。

(4) 标准曲线的绘制。

以 TiO_2 的含量为横坐标, 测定的吸光度为纵坐标, 在坐标纸上绘制曲线。

在工作曲线上查出 TiO_2 的含量。为了保证测定准确度, 要求待测试液的 TiO_2 含量应在工作曲线线性范围内, 最好在工作曲线中部。

思考: 工作曲线上查出的 TiO_2 的含量是待测样品中 TiO_2 的实际含量吗?

(5) 结果计算。

二氧化钛的质量分数 ω_{TiO_2} 按下式计算:

$$\omega_{\text{TiO}_2} = \frac{m_x \times 10}{m \times 1000} \times 100\% = \frac{m_x}{m} \% \quad (1-2)$$

 课题评价

课题评价见表 1-3。

表 1-3

课题完成情况评价表

序号	考核项目	考核内容	分数/分	评分标准	扣分/分	得分/分
1	理论	实验原理	10	表述不正确扣 10 分		
	提问	测定方法	5	少一步扣 1 分		