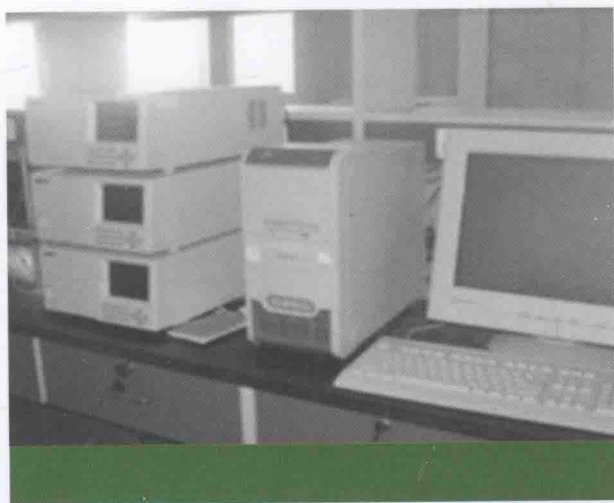


高等职业化学检验技能操作与实训

分析仪器操作技术与维护

第二版

黄一石 主编



Chemical Industry Press



化学工业出版社

高等职业化学检验技能操作与实训

分析仪器操作技术与维护

第二版

黄一石 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是依据劳动部(人力资源与社会保障部)颁发的分析检验工技术等级标准和职业技能鉴定规范的要求进行编写的,主要介绍了当前在生产企业、科研部门和学校中广泛使用的分析仪器,包括紫外-可见分光光度计、电化学分析仪器、原子吸收分光光度计、气相色谱仪、高效液相色谱仪、红外吸收光谱仪、等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)、气相色谱-质谱联用仪等。在介绍上述仪器性能、工作原理、基本结构、基本操作方法、使用注意事项、仪器维护和保养、故障分析和排除的基础上,通过对仪器中比较有代表性的型号的具体操作方法介绍,进一步强调了仪器操作的规范性,以提高读者的业务水平和分析、解决实际问题的能力。本书为了便于读者更好地掌握仪器的使用,还安排了一定数量具有代表性技能训练项目和相应的技能考核评分表以供读者自评。此外,为了提高本书的可借鉴性,书中还扩展介绍了上述分析仪器的新知识、新技术的进展。

本书可作为高职高专工业分析与检验、环境监测技术等专业的教材,也可作为企业和科研部门从事分析仪器操作人员的培训教材和工具参考书。

图书在版编目(CIP)数据

分析仪器操作技术与维护/黄一石主编. —2版. —北京:化学工业出版社, 2013.1

高等职业化学检验技能操作与实训

ISBN 978-7-122-15959-5

I. ①分… II. ①黄… III. ①分析仪器-操作-高等职业教育-教材②分析仪器-维修-高等职业教育-教材 IV. ①TH830.7

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第288660号

责任编辑:陈有华 蔡洪伟

文字编辑:林媛

责任校对:徐贞珍

装帧设计:张辉

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:三河市延风印装厂

850mm×1168mm 1/32 印张15½ 字数432千字

2013年3月北京第2版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:30.00元

版权所有 违者必究

前 言

近年来分析仪器的的发展异常迅速,它广泛地应用于国民经济的各个领域。快速、简便的仪器分析方法已成为现代分析测试的重要手段。

编写本书的目的旨在给企业和科研部门中操作和使用分析仪器的分析人员、大中专及本科院校工业分析与检验、环境监测技术、药物分析检测及品质管理与监督等专业的在校师生和自学人员提供一本实用的分析仪器实际操作技术和维护保养指导书籍。本书是依据劳动部(人力资源与社会保障部)颁发的分析检验工技术等级标准和职业技能鉴定规范的要求进行编写的,在范围和深度广度上与相应职业岗位群的要求紧密挂钩;注重各类仪器使用方法的介绍并配有相应的技能训练项目,以期对规范操作、提高仪器操作技能具有指导作用。

在遵循第一版编写原则的基础上,本书第二版作了如下更新和改动:

(1) 更新仪器型号。全书仪器型号更新率达50%,所引用的均是当前化学、化工、环保、生物、冶金等行业的生产企业、科研部门 and 高职高专及中职院校使用广泛且具有先进性的新型仪器。

(2) 增加新技术。本次修订加强了各类仪器软件使用方法的介绍,增加介绍仪器联用技术及仪器发展趋势。

(3) 更换技能训练项目和练习题。本次修订注重从工作实际出发,更换了部分技能训练项目并配合仪器分析技能对练习题作了适当改动。

(4) 增强实用性。对全书的内容进行了删繁就简的处理,进一步做到语言简练,系统性强,信息量大,并加强图解法的应用,通过大量的图示帮助读者在短时间的阅读中获取尽可能多的分析信息。

书中相关概念和所引用的资料准确，符合最新标准，全书使用法定计量单位。

本书第一章～第三章由黄一石修改，第四、五章由吴朝华修改，绪论和第六、七章由徐瑾修改。全书由徐瑾统稿。

本书在编写过程中得到化学工业出版社领导和本书责任编辑的大力支持。许多仪器生产厂家为本书提供了大量的参考资料，编者在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限，缺点不足之处在所难免，欢迎广大读者批评指正。

编者

2012 年 10 月

第一版前言

近年来,仪器分析的发展异常迅速,它广泛地应用于国民经济的各个领域。快速、简便的仪器分析方法已成为现代分析测试的重要手段。

编写本书的目的旨在给操作和使用分析仪器的分析人员及分析检验专业的在校师生提供一本实用的分析仪器实际操作技术和维护保养指导书籍。

本书在编写过程中,力求体现如下特色。

1. 涉及的仪器类型多,涵盖面较广。针对生产和科研部门的需求,本书介绍了当前广泛使用的分析仪器,内容包括紫外-可见分光光度计、红外分光光度计、原子吸收分光光度计、电化学分析仪器(酸度计、离子计、自动电位滴定仪、自动永停滴定仪、微库仑分析仪、水分测定仪)、气相色谱仪、高效液相色谱仪及 ICP 发射光谱仪等。

2. 选择介绍的仪器具有通用性、先进性和新颖性。本书在介绍每类仪器时,对该类仪器的型号和档次作了精心选择,既介绍了中、小企业中使用较为普遍的通用型仪器,也介绍新型的较高档次的仪器;既介绍国产仪器,也介绍部分在国内使用较广泛的国外产品。

3. 内容实用,对规范操作、提高仪器操作技能具有指导作用。本书依据国家劳动部颁发的分析工技术等级标准和职业技能鉴定规范的要求进行编写,比较全面地介绍了 19 种常用仪器的性能、工作原理、基本结构、操作方法、使用注意事项、仪器维护保养、故障分析和排除等,强调仪器操作规范化,注重仪器的维护保养,培养工作中排除故障的实际能力。为了使读者能更好地掌握常用仪器的使用,书中安排了一定数量的技能训练实验和自测实验,并配有技能考核评分表。

4. 书中概念和所引用的资料准确,符合最新标准。全书使用法定计量单位。

本书第一章~第五章由黄一石编写,绪论和第六章、第七章由徐瑾编写。全书由黄一石统稿。

本书在编写过程中得到了化学工业出版社的大力支持。许多仪器生产厂家为本书提供了大量的参考资料。江苏常州工程职业技术学院的黄金海老师为本书插图做了大量工作;沈吕星老师为本书搜集了大量的资料,编者在此表示衷心的感谢。

由于编者水平所限,缺点和不足之处在所难免,恳请广大读者批评指正。

编者

2005年1月

目 录

绪 论	1
一、仪器分析的特点	1
二、仪器分析方法简介	1
三、分析仪器的组成和分类	2
四、分析仪器的主要性能参数	4
五、分析仪器的的发展趋势	6
第一章 电化学分析仪的使用	9
第一节 酸度计和离子计的使用	10
一、仪器基本结构	10
二、仪器工作原理	11
三、常用仪器型号和特点	12
四、pHS-3F 型酸度计的使用	14
五、PXSJ-216 型离子计	20
第二节 电位滴定分析仪的使用	29
一、仪器基本结构	29
二、电位滴定仪工作原理和终点确定	30
三、常用仪器型号和特点	31
四、ZDJ-4A 自动电位滴定仪的使用	34
五、ZYD-1 型自动永停滴定仪的使用	44
第三节 WK-2D 型微库仑分析仪的使用	49
一、工作原理	50
二、主要技术参数	51
三、仪器的主要部件	51
四、仪器安装与调试	57
五、仪器操作方法	59
六、仪器维护、保养和常见故障的排除	65

第四节 WA-1C 型水分测定仪	67
一、工作原理	67
二、主要技术参数	67
三、仪器主要部件	67
四、仪器操作方法	70
五、仪器日常维护和常见故障排除	74
第五节 技能训练	76
训练 1-1 直接电位法测定溶液的 pH	76
训练 1-2 自动电位滴定法测定 I^- 和 Cl^- 的含量	80
训练 1-3 微库仑滴定法测定有机溶剂中的微量水	83
练习一	85
一、知识题	85
二、操作技能考核题	86
三、技能考核评分表	86
第二章 紫外-可见分光光度计的使用	91
第一节 概述	91
一、仪器工作原理	92
二、仪器的类型和基本组成部分	92
三、常用仪器型号和特点	95
第二节 722 型可见分光光度计的使用	98
一、仪器主要技术参数	98
二、仪器结构	99
三、仪器操作方法	102
四、仪器的调校方法	103
五、仪器的维护和保养	106
六、常见故障分析和排除方法	108
七、减除仪器因素误差的措施	109
第三节 754C 型紫外-可见分光光度计的使用	109
一、仪器主要技术参数	109
二、仪器结构	110
三、仪器操作方法	112

四、仪器的调校方法	114
五、仪器的维护和保养	117
六、常见故障分析和排除方法	117
第四节 UV-1801 型紫外-可见分光光度计的使用	118
一、仪器技术参数	118
二、仪器结构	119
三、仪器安装	119
四、仪器使用方法	121
五、光源灯的更换	131
六、仪器维护与保养	134
第五节 技能训练	136
训练 2-1 可见分光光度计仪器调校	136
训练 2-2 紫外分光光度法——有机物的定性与定量分析	137
练习二	140
一、知识题	140
二、操作技能考核题	141
三、技能考核评分表	142
第三章 原子吸收分光光度计的使用	145
第一节 概述	145
一、仪器工作原理	145
二、仪器基本结构	145
三、常用仪器型号和主要性能	152
第二节 AA320 型原子吸收分光光度计的使用	156
一、仪器主要技术参数	156
二、仪器结构	156
三、仪器的安装	158
四、仪器操作方法	167
五、仪器的调校方法	170
六、仪器的维护和保养	171
七、常见故障分析和排除方法	173
第三节 TAS990 型原子吸收分光光度计的使用	178

一、仪器主要技术参数	178
二、仪器主要部件的规格	179
三、仪器的安装	180
四、TAS990 型火焰原子吸收分光光度计操作方法	182
五、石墨炉原子吸收分光光度计操作方法	189
六、仪器的维护和保养	195
七、常见故障分析和排除方法	196
第四节 技能训练	199
训练 3-1 火焰原子吸收分光光度计基本操作和工作曲线法测定水中 微量镁	199
训练 3-2 火焰原子吸收法测钙的实验条件优化	204
训练 3-3 石墨炉原子吸收光谱法测定食品类样品中微量铅	208
训练 3-4 火焰原子化法测铜的检出限和重复性的检定	212
练习三	214
一、知识题	214
二、操作技能考核题	214
三、技能考核评分表	215
第四章 红外光谱仪的使用	220
第一节 概述	220
一、仪器工作原理和主要部件	220
二、常用仪器型号和特点	224
第二节 4010 型红外分光光度计的使用	226
一、仪器主要技术参数	226
二、仪器结构	226
三、仪器基本操作方法	228
四、红外光谱仪辅助设备的使用	230
五、仪器的调校方法	234
六、仪器的维护和保养	237
七、常见故障分析和排除方法	239
第三节 Spectrum RX I 型 FT-IR 光谱仪的使用	239
一、仪器主要技术参数	239

二、仪器结构	240
三、数据采集基本过程	241
四、仪器的操作	243
五、仪器的维护和保养	247
第四节 技能训练	250
训练 4-1 液体、固体薄膜样品透射谱的测定	250
训练 4-2 正丁醇-环己烷溶液中正丁醇含量的测定	253
练习四	255
一、知识题	255
二、操作技能考核题	256
第五章 气相色谱仪的使用	257
第一节 概述	257
一、仪器工作原理	257
二、仪器基本结构	259
三、气相色谱仪的使用规则	269
四、常用仪器型号、性能和主要技术指标	270
第二节 GC9790 型气相色谱仪的使用	276
一、仪器主要技术参数	276
二、仪器工作原理与结构	276
三、仪器的安装与气路的检漏	280
四、工作条件的设置	283
五、GC9790 型气相色谱仪的基本操作	289
六、色谱数据处理机的使用	291
七、仪器的维护和保养	300
八、常见故障分析和排除方法	305
第三节 GC7890A 型气相色谱仪的使用	311
一、仪器主要技术参数	311
二、仪器结构和操作盘	313
三、GC7890A 型气相色谱仪基本操作	316
四、仪器的安装	321
五、仪器维护和保养	324

六、常见故障分析和排除方法	326
第四节 技能训练	327
训练 5-1 气路系统的安装和检漏	327
训练 5-2 气相色谱填充柱的制备	330
训练 5-3 热导检测器灵敏度的测定	333
训练 5-4 氢火焰离子化检测器灵敏度的测试	335
训练 5-5 程序升温毛细管柱色谱法分析白酒主要成分	336
练习五	340
一、知识题	340
二、操作技能考核题	341
三、技能考核评分表	343
第六章 液相色谱仪的使用	345
第一节 概述	345
一、仪器工作原理	345
二、仪器基本结构	346
三、常用仪器型号和主要性能	357
四、液相色谱仪的发展趋势	359
第二节 P1201 型高效液相色谱仪的使用	364
一、仪器主要技术指标	364
二、仪器结构	365
三、仪器的安装	370
四、仪器的系统测试	372
五、仪器操作方法	375
六、EC2006 色谱工作站	382
七、仪器的维护和保养	389
八、常见故障分析和排除方法	393
第三节 PE200LC 型液相色谱仪的使用	404
一、仪器主要技术参数	404
二、仪器的主要组成部件	404
三、仪器操作方法	408
四、仪器的维护和保养	417

五、常见故障分析和排除方法	417
第四节 其他液相色谱仪使用方法简介	417
一、LC-20A 型高效液相色谱仪的使用方法简介	417
二、Agilent 1100 型高效液相色谱仪的使用方法简介	422
第五节 技能训练	425
训练 6-1 高效液相色谱柱性能的评价	425
训练 6-2 混合维生素 E 的反相 HPLC 分析条件的选择	429
练习六	431
一、知识题	431
二、操作技能考核题	432
三、技能考核评分表	433
第七章 原子发射光谱仪的使用简介	438
第一节 概述	438
一、仪器工作原理	438
二、仪器的基本组成部分	439
三、常用仪器型号和主要性能	441
四、原子发射光谱仪的发展趋势	446
第二节 WLD-2C 型 ICP 直读光谱仪的使用	448
一、仪器主要技术参数	448
二、仪器结构	449
三、仪器操作方法	455
四、自激稳定式 ICP 光源的使用	458
五、WLD-2C (7502C) ICP 直读光谱仪软件的使用	460
六、仪器性能测定	470
七、仪器的维护和保养	472
八、故障分析与处理	475
第三节 技能训练	475
训练 7-1 ICP 光源的观察和分析参数的研究	475
训练 7-2 ICP 发射光谱法测定饮用水中总硅	476
练习七	478
参考文献	479

仪器分析的特点	仪器分析的优点	仪器分析的缺点
灵敏度高	选择性好	仪器昂贵
测定速度快	试样用量少	易受干扰
自动化程度高	分析精度高	维护费用高
可进行微量、痕量分析	可进行在线分析	对操作人员要求高

绪 论

一、仪器分析的特点

仪器分析 (instrumental analysis) 是以物质的物理或物理化学性质为基础, 探求这些性质在分析过程中所产生的分析信号与被分析物质组成的内在关系和规律, 从而对其进行定性、定量, 进行形态、结构分析的一类测定方法。由于这类方法通常要使用比较特殊的仪器, 因而称为“仪器分析”。

与化学分析 (chemical analysis) 相比, 仪器分析具有取样量少、测定快速、灵敏、准确和自动化程度高的显著特点, 常用来测定相对含量低于 1% 的微量甚至痕量组分, 是目前分析化学的主要发展方向。

随着激光技术、微电子技术、智能化计算机技术等迅猛发展, 仪器分析正在进行着前所未有的深刻变革。在分析理论上与其他学科相互渗透、相互交叉、有机融合; 在分析技术上与各种技术扬长避短、相互联用、优化组合; 旧有的仪器分析方法不断更新、强化和改善, 灵敏准确、功能齐全的新型分析仪器不断涌现并日趋完善。在化学学科本身的发展上以及和化学相关的各类科学领域中, 仪器分析正起着越来越重要的作用。因此, 常用分析仪器的一些基本原理和使用技术是必须要掌握的基础知识和基本技能。一旦掌握了这些知识和技能, 将会迅速而精确地获得物质系统的各种信息, 并能充分利用这些信息作出科学的结论。

二、仪器分析方法简介

仪器分析法内容丰富, 种类繁多, 为了便于学习和掌握, 这里将部分常用的仪器分析法按其最后测量过程中所观测的性质进行分类并列表 (见表 0-1)。

表 0-1 常用仪器分析法的分类

方法的分类	被测物物理性质	相应的分析方法(部分)
光学分析法 (optical analysis)	辐射的发射	原子发射光谱法(AES)
	辐射的吸收	原子吸收光谱法(AAS), 红外吸收光谱法(IR), 紫外及可见吸收光谱法(UV-VIS), 核磁共振波谱法(NMR), 荧光光谱法(AFS)
	辐射的散射	浊度法, 拉曼光谱法
	辐射的衍射	X射线衍射法, 电子衍射法
电化学分析法 (electrochemical analysis)	电导	电导法
	电流	电流滴定法
	电位	电位分析法
	电量	库仑分析法
色谱分析法 (chromatography)	电流-电压特性	极谱分析法, 伏安法
	两相间的分配	气相色谱法(GC), 高效液相色谱法(HPLC), 离子色谱法(IC)
热分析法 (thermal analysis)	温度	差热分析法(DTA)
	热量	差示扫描量热法(DSC)
	质量	热重分析法(TGA)
其他分析法	质荷比	质谱法

三、分析仪器的组成和分类

分析仪器是一种向分析工作者提供准确、可靠信息的一种装置或设备, 作用是把通常不能由人直接检测或理解的信号转变成可以检测和被人理解的形式。

数十年来, 分析仪器得到迅猛发展, 使得现有分析仪器的型号、种类繁多, 根据原理一般可将分析仪器分为八类(见表 0-2)。

表 0-2 分析仪器的分类

仪器类别	仪器品种
电化学仪器	离子计、酸度计、电位滴定仪、库仑计、电导仪、极谱仪等
热学仪器	热导式分析仪(SO ₂ 测定仪、CO 测定仪等)、热化学式分析仪(酒精测定仪、CO 测定仪等)、差热分析仪等
磁式仪器	热磁分析仪、核磁共振波谱仪、电子顺磁共振波谱仪等
光学仪器	紫外-可见分光光度计、红外光谱仪、原子吸收分光光度计、原子发射光谱分析仪、荧光计、磷光计等
机械仪器	X射线分析仪、放射性同位素分析仪、电子探针等
离子和电子光学仪器	质谱仪、电子显微镜、电子能谱仪
色谱仪器	气相色谱仪、液相色谱仪
物理特性仪器	黏度计、密度计、水分测定仪、浊度仪、气敏式分析仪等

不同的分析方法对应不同的分析仪器，但是无论分析原理如何，仪器的复杂程度如何，分析仪器一般由信号发生器、检测器和信号工作站组成，而信号工作站包括信号处理器、信号读出装置及与其相关联的计算机工作软件，如图 0-1 所示。

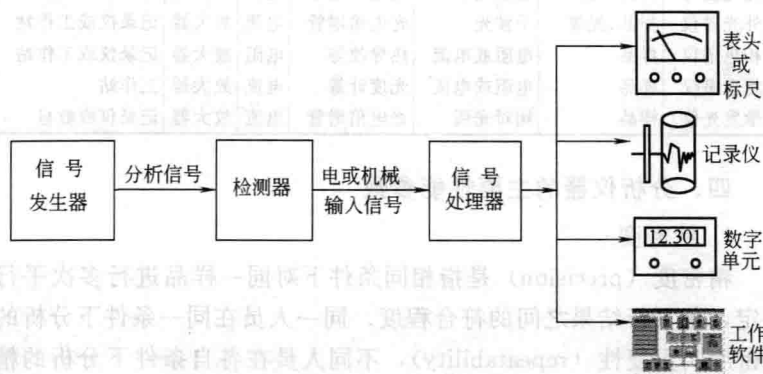


图 0-1 分析仪器的组成

信号发生器 (signal generator) 使样品产生分析信号，它可以是样品本身，如 pH 计的信号是溶液中氢离子的活度，但是大多数仪器的信号发生器比较复杂，如紫外分光光度计的信号发生器除了样品以外，还包括入射光源、单色器和切光器等。

检测器 (detector) 是将某种类型的信号转变为另一种类型的信号的装置，如分光光度计中的光电倍增管将光信号转变成易于测定的电流信号，红外光谱仪中的热电偶将热信号转变为电压信号，离子选择性膜电极则将离子活度信号转变成电位信号等。

读出装置 (readout device) 将信号处理器放大的信号显示出来，它可以是表针、记录仪、打印机、数显装置或计算机显示器。较高档的仪器通常备有功能齐全的全程工作站，通过计算机软件对整个分析过程进行程序控制操作和信号处理，自动化程度高。

常用分析仪器的基本组成见表 0-3。