

工业分析专业 CBE 教程

工业分析专业 CBE 教程编写委员会组织编写

仪器分析技术

黄一石 主编

化学工业出版社
教材出版中心



工业分析专业 CBE 教程

仪 器 分 析 技 术

工业分析专业 CBE 教程编委会组织编写

黄一石 主编

化学工业出版社
教材出版中心
·北 京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

工业分析专业 CBE 教程 / 工业分析专业 CBE 教程
编委会组织编写. —北京: 化学工业出版社, 2000
ISBN 7-5025-2698-6

I. 工… II. 编… III. 工业分析-专业-CBE-教材
IV. 0621

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 63846 号

工业分析专业 CBE 教程

仪 器 分 析 技 术

工业分析专业 CBE 教程编委会组织编写

黄一石 主编

责任编辑: 王文峡

责任校对: 顾淑云

封面设计: 田彦文

*

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)

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

*

新华书店北京发行所经销
化学工业出版社印刷厂印刷
三河市前程装订厂装订

开本 787×960 毫米 1/16 印张 20½ 字数 353 千字

2000 年 7 月第 1 版 2000 年 7 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-2698-6/G·712

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

序

无论是中职的学生还是高职的学生，无论是在校学习还是在岗培训，无论是初入工业分析专业领域还是已有多年的工作经验。只要具有中学的文化基础，又立志于在工业分析专业领域发展，这套教材及其配套的多媒体学习包，将有助于了解分析学科领域，熟悉工业分析专业，乃至掌握工业分析技术。

工业分析专业是中职和正在迅速发展的高职的主干专业之一，其涉及的工业分析技术在国民经济建设中具有特殊的地位和作用，素有工农业生产的“眼睛”、科学研究的“参谋”和环境保护的“卫士”之称。作为一种检测工作，其行业覆盖面宽，应用领域十分广泛。特别是在今天，知识经济已初现端倪，信息技术创导的分析测试仪器快速换代，分析方法和技术日新月异，培养掌握这些技术的人才，用传统的方法已不时适宜。

自1996年7月起，在全国化工中专教学指导委员会的领导下，经过对国际劳工组织创导的MES模式、德国的DYS（双元制）模式以及加拿大的CBE模式的比较分析，结合工业分析专业的特点，最终选择了用CBE模式对工业分析专业的课程体系进行改革。在上海化工学校、常州化工学校、徐州化工学校和新疆化工学校试点的基础上，逐步推向19所化工中专学校。1998年由全国化工中专教学指导委员会正式审定了《工业分析专业CBE模式教学文件》，同时确定了六门专业课程的教学大纲和相应六本教材的编审工作。其中包括《化学分析基本操作》、《无机物化学分析》、《有机化合物及其鉴别》、《工业分析技术》、《仪器分析技术》、《分析仪器维护》。与上述六本教材配套的多媒体学习包，其开发工作也予以部署，将在2000年内完成。

在这套教材的编写过程中，作者学习了CBE模式的指导思想，借鉴了加拿大职业技术培训教材的编写特色，在教学内容的安排上，力求三个基本统一，即

- (1) 系统阐述教学内容和专项能力模块化的统一；
- (2) 强化基础训练与引入近代技术的统一；
- (3) 照顾课堂教学与适应自定进度学习的统一。

在学习方法的引导上，力求传授知识、技能训练和端正态度的综合。以学习指南引路，以基础知识为铺垫，以技能训练为重点，通过阅读理解、练习测试、动手实践、自我评估等，养成良好的职业素质。教材的章节过渡引

用了美国教育心理学家布卢姆 (S.Bloom) 的思想, 即只有在掌握前述内容的前提下方可继续学习, 以便保障综合职业能力的形成。因此, 这套教材不仅适用于全日制学历教育, 也适用于各类培训和自学。

经过两年的辛勤工作, 这套教材终于和大家见面了。尽管编者想以此作为新世纪的礼物奉献给大家, 但 CBE 模式在工业分析专业中的应用毕竟是新生事物, 尚有许多不足之处, 恳请各位读者和教育同仁提出宝贵意见, 以便不断完善, 使其真正成为新世纪的硕果。

邬宪伟

1999 年 9 月 15 日

前 言

本教材是根据全国化工中专教学指导委员会审定的“工业分析专业 CBE 模式教学文件”和 1998 年 10 月在上海召开的 CBE 模式教材编写大纲审定会通过的编写大纲编写的。

本教材内容共分八部分,包括仪器分析中标准溶液的配制、电位分析法、紫外-可见分光光度法、原子吸收分光光度法、气相色谱法、其他仪器分析法简介、仪器分析附加设备和附录,涉及十类仪器分析法共 45 块专项能力。

本教材在编写过程中力图体现以能力培养为本位的 CBE 教育模式的特色。在内容编排上,为了便于自学,在每章开头写有学习指南,以明确各章的学习目的和学习方法。每节分基础知识、技能训练、小结三部分,并配以多种题型的练习题和方法的技能考核表,以便于学习者自我测试学习效果和掌握情况。在内容选材上,本教材从结合实际、深浅适度的角度出发,考虑仪器分析的发展,介绍了必要的理论知识、常用方法和新型仪器的使用,力图做到内容新颖、实用。技能训练以掌握基本操作为目的精选实验,采用最新国家标准和法定计量单位,以期达到对学习者应有素质和技能的培养。在文字叙述上,力求通俗易懂,语言活泼、亲切,贴近读者。并在相应内容和提示上配有图例标记,以加深阅读印象。

本教材由常州化工学校黄一石主编。编写过程中,常州化工学校沈吕星、丁敬敏参加了第 5、6 两章初稿的部分编写工作,孙丽亚对第 7 章提出了建设性意见。全书由新疆化工学校刘德生主审。参加审稿的还有顾明华、邬宪伟、梁述忠、陈兴利、吴筱南、李继睿、于淑萍、陈进荣、蔡宏斌等。他们对本教材内容编排提出了宝贵意见,化学工业出版社对本教材编审工作给予了充分重视和大力支持,在此表示衷心感谢。本教材所引用的内容和插图的原著均已一一列入参考文献,在此对原著作者致谢。

由于编者水平有限,编写时间紧,错误和疏漏之处在所难免,恳望广大读者批评指正。

编者

1999 年 9 月

目 录

绪论	1
0.1 仪器分析法及其特点	1
0.2 仪器分析的基本内容和分类	1
0.3 仪器分析的发展趋势	2
0.4 仪器分析学习指南	3
0.4.1 学习内容	3
0.4.2 学习要求	4
0.4.3 学习方法建议	5
1. 仪器分析中标准溶液的配制	6
1.1 测定杂质用标准溶液的配制	6
1.1.1 基础知识	6
1.1.2 技能训练	7
技能训练 1.1 水中微量铁测定用铁标准溶液 ($\rho_{(\text{Fe})} = 0.1\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$) 的配制 (D-31)	7
练习 1.1	8
小结	8
1.2 标准缓冲溶液的制备	8
1.2.1 基础知识	8
1.2.2 技能训练	9
技能训练 1.2 苯二甲酸盐标准缓冲溶液的制备 (D-18)	9
技能训练 1.3 磷酸盐标准缓冲溶液的制备 (D-19)	10
技能训练 1.4 硼酸盐标准缓冲溶液的制备 (D-20)	11
练习 1.2	12
小结	12
2. 电位分析法	13
2.1 溶液 pH 值的测定	13
2.1.1 基础知识	13
2.1.1.1 电极电位与溶液浓度的关系	13
练习 2.1-1	14
2.1.1.2 指示电极和参比电极	15

练习 2.1-2	18
2.1.1.3 测定 pH 值的工作电池	18
2.1.1.4 pH 值的操作定义	19
2.1.1.5 酸度计	20
练习 2.1-3	21
2.1.2 技能训练	22
技能训练 2.1 溶液 pH 值的测定 (H-15)	22
练习 2.1-4	25
小结	25
技能考核表 2.1	26
技能考核表 2.2	26
参考文献	27
2.2 电位滴定法电极的选择	27
2.2.1 电位滴定法基本原理	27
2.2.2 电位滴定电极的选择和预处理	27
练习 2.2	28
小结	28
2.3 电位滴定法的仪器和装置	29
2.3.1 基础知识	29
2.3.1.1 自行组装的电位滴定装置	29
2.3.1.2 自动电位滴定仪	29
练习 2.3-1	34
2.3.2 示范——电位滴定仪的组装和调试	34
2.3.3 技能训练	34
技能训练 2.2 ZD-2 型自动电位滴定仪的组装、调试和使用 (H-17、H-18)	34
练习 2.3-2	37
小结	37
2.4 电位滴定终点的确定方法	38
2.4.1 基础知识	38
2.4.1.1 E-V 曲线法	39
2.4.1.2 $\Delta E / \Delta V$ -V 曲线法	39
2.4.1.3 二级微分法	39
2.4.2 技能训练	40

技能训练 2.3 KMnO_4 标准滴定溶液滴定 Fe^{2+} 终点确定 (H-19)	40
练习 2.4	41
小结	42
技能考核表 2.3	42
技能考核表 2.4	43
参考文献	43
3. 紫外可见分光光度法	44
3.1 吸光光度法基本原理	44
3.1.1 基础知识	44
3.1.1.1 溶液颜色与光吸收的关系	44
练习 3.1-1	46
3.1.1.2 光的吸收定律	47
练习 3.1-2	49
3.1.1.3 显色反应和显色剂	49
练习 3.1-3	52
3.1.1.4 目视比色法	53
练习 3.1-4	55
3.1.2 技能训练	55
技能训练 3.1 目视比色法测定水中微量铬 (H-1)	55
技能训练 3.2 目视比色法测定邻苯二甲酸二丁酯色度 (H-2)	56
小结	58
3.2 紫外可见分光光度计	58
3.2.1 基础知识	58
3.2.1.1 紫外可见分光光度计主要部件	58
3.2.1.2 紫外可见分光光度计的类型	60
3.2.1.3 紫外可见分光光度计的型号及性能	61
3.2.1.4 常用紫外可见分光光度计	61
3.2.1.5 紫外可见分光光度计的波长校正	67
3.2.2 示范——721 型分光光度计调试和波长读数的校正	67
3.2.3 技能训练	68
技能训练 3.3 721 型分光光度计波长校正 (H-3)	68
练习 3.2	68
小结	69

3.3 光度测定条件的选择	69
3.3.1 基础知识	69
3.3.1.1 测定波长的选择	69
3.3.1.2 参比溶液的选择	70
3.3.1.3 吸光度测量范围的控制	71
3.3.1.4 吸收池的使用	71
3.3.2 示范——吸收池的成套性检查	72
3.3.3 技能训练	72
技能训练 3.4 吸收池成套性检查 (H-4)	72
练习 3.3	74
小结	74
3.4 显色条件的选择	74
3.4.1 基础知识	74
3.4.1.1 显色剂用量	74
3.4.1.2 溶液的酸度 (pH 值)	75
3.4.1.3 显色温度	76
3.4.1.4 显色时间	76
3.4.1.5 溶剂	76
3.4.1.6 共存离子的干扰及消除方法	76
3.4.2 技能训练	78
技能训练 3.5 邻二氮菲测定微量铁的显色条件的选择 (H-5)	78
练习 3.4	80
小结	81
3.5 分光光度分析的定量方法	81
3.5.1 基础知识	81
3.5.1.1 单组分定量方法	81
3.5.1.2 多组分定量方法	83
练习 3.5-1	84
3.5.2 技能训练	85
技能训练 3.6 吸收曲线的绘制和方法灵敏度的测试 (H-6、H-7)	85
练习 3.5-2	86
技能训练 3.7 工作曲线的绘制及水中微量铁的测定 (H-8)	86
练习 3.5-3	88

小结	88
3.6 紫外分光光度法测定蒽醌的含量	88
3.6.1 基础知识	89
3.6.1.1 紫外吸收光谱的产生	89
练习 3.6-1	92
3.6.1.2 有机化合物的紫外吸收光谱	92
3.6.1.3 溶剂对紫外吸收光谱的影响	94
练习 3.6-2	94
3.6.1.4 紫外吸收光谱的应用	95
3.6.2 技能训练	97
技能训练 3.8 蒽醌粗品中蒽醌含量的测定 (H-9)	97
练习 3.6-3	99
小结	99
技能考核表 3.1	99
技能考核表 3.2	100
参考文献	101
4. 原子吸收分光光度法	102
4.1 基本原理及仪器	102
4.1.1 基础知识	102
4.1.1.1 原子吸收光谱法基本原理	102
练习 4.1-1	107
4.1.1.2 原子吸收分光光度计	107
练习 4.1-2	109
练习 4.1-3	113
4.1.1.3 空心阴极灯的安装和调整 (以 AA320 型 原子吸收分光光度计为例)	113
4.1.2 示范——空心阴极灯的安装和调整	117
4.1.3 技能训练	117
技能训练 4.1 安装调试空心阴极灯 (H-10)	117
练习 4.1-4	119
小结	119
4.2 测量条件的选择	120
4.2.1 基础知识	120
4.2.1.1 测量条件的选择	120
4.2.1.2 原子吸收分光光度计测量操作方法 (以 AA320 型原子	

吸收分光光度计为例)	124
4.2.2 技能训练	126
技能训练 4.2 原子吸收测量条件的选择(以测定镁为例)	
(H-11)	126
练习 4.2	129
小结	130
4.3 原子吸收光谱法干扰因素的消除 (H-14)	130
4.3.1 基础知识	130
4.3.1.1 化学干扰及其消除	130
4.3.1.2 物理干扰及其消除	132
4.3.2 技能训练	133
技能训练 4.3 原子吸收干扰的消除 (H-14)	133
练习 4.3	136
小结	136
4.4 定量分析方法	136
4.4.1 基础知识	136
4.4.1.1 工作曲线法	136
4.4.1.2 标准加入法	137
4.4.1.3 内标法	138
4.4.1.4 灵敏度和检出限	139
4.4.2 技能训练	140
技能训练 4.4 工作曲线法测定水中钙镁含量 (H-12)	140
技能训练 4.5 标准加入法测定水中微量铜 (H-13)	141
练习 4.4	143
小结	143
技能考核表 4.1	144
技能考核表 4.2	144
参考文献	145
5. 气相色谱分析法	146
5.1 气相色谱仪	146
5.1.1 基础知识	146
5.1.1.1 色谱法及其分类	146
5.1.1.2 气相色谱法的特点和应用范围	147
练习 5.1-1	148
5.1.1.3 气相色谱仪	148

练习 5.1-2	158
5.1.1.4 色谱图及有关色谱术语	158
练习 5.1-3	161
5.1.2 示范——气路连接、安装和检漏	161
5.1.3 技能训练	162
技能训练 5.1 连接安装气路 (H-20)	162
练习 5.1-4	164
小结	164
5.2 气相色谱检测器	165
5.2.1 基础知识	165
5.2.1.1 检测器的类型及性能指标	165
练习 5.2-1	167
5.2.1.2 热导池检测器 (TCD)	167
练习 5.2-2	170
5.2.1.3 氢火焰离子化检测器 (FID)	171
练习 5.2-3	173
5.2.1.4 电子捕获检测器	173
5.2.1.5 火焰光度检测器	175
5.2.2 示范——热导池、氢焰检测器的使用	176
5.2.3 技能训练	176
技能训练 5.2 热导检测器的使用 (H-25)	176
技能训练 5.3 氢焰检测器的使用 (H-26)	178
练习 5.2-4	180
小结	180
5.3 气相色谱固定相的选择和制备	181
5.3.1 基础知识	181
5.3.1.1 固体固定相	181
5.3.1.2 液体固定相	182
5.3.1.3 合成固定相	188
练习 5.3-1	189
5.3.1.4 气-液色谱柱的制备	190
5.3.2 技能训练	192
技能训练 5.4 气相色谱填充柱的制备 (H-24)	192
练习 5.3-2	194
小结	194

5.4 气相色谱基本理论和分离操作条件的选择	195
5.4.1 基础知识	195
5.4.1.1 气相色谱的分离原理	195
5.4.1.2 气相色谱的基本理论	197
5.4.1.3 色谱柱的总分离效能指标——分离度	199
5.4.1.4 分离操作条件的选择	200
练习 5.4-1	203
5.4.2 技能训练	204
技能训练 5.5 操作条件的选择——气相色谱中色谱柱 $H-u$ 曲线的 绘制 (H-21)	204
练习 5.4-2	205
小结	205
5.5 气相色谱定性分析	206
5.5.1 基础知识	206
5.5.1.1 标样对照定性	206
5.5.1.2 利用相对保留值定性	207
5.5.1.3 利用保留指数定性	207
练习 5.5-1	208
5.5.2 技能训练	208
技能训练 5.6 用相对保留值定性分析未知试样 (H-27)	208
练习 5.5-2	210
小结	210
5.6 气相色谱定量分析	210
5.6.1 基础知识	211
5.6.1.1 峰面积的测量	211
5.6.1.2 定量校正因子	211
练习 5.6-1	213
5.6.1.3 定量分析方法	213
5.6.1.4 微机处理在色谱定量分析中的应用	216
练习 5.6-2	219
5.6.2 技能训练	220
技能训练 5.7 相对校正因子的测定 (H-28)	220
技能训练 5.8 丁醇异构体混合物的气相色谱分析 归一化 法定量 (H-29)	221
练习 5.6-3	223

技能训练 5.9 甲苯的气相色谱分析 内标法定量 (H-31)	223
练习 5.6-4	225
技能训练 5.10 乙醇中水分测定 外标法定量 (H-30)	225
练习 5.6-5	227
技能训练 5.11 丙酮中微量水分的测定 标准加入法定量 (H-32)	227
小结	228
技能考核表 5.1	229
技能考核表 5.2	230
参考文献	230
6. 其他仪器分析方法简介	231
6.1 微库仑法测定有机化合物中的硫含量	231
6.1.1 基础知识	231
6.1.1.1 微库仑分析法原理	232
练习 6.1-1	233
6.1.1.2 WKL—3 微库仑定硫仪构造	233
6.1.1.3 微库仑法测定有机化合物中硫含量的原理	234
练习 6.1-2	235
6.1.2 技能训练	235
技能训练 6.1 微库仑法测定噻吩中硫含量 (H-36)	235
练习 6.1-3	237
小结	237
6.2 使用光电浊度仪测定水的浊度	237
6.2.1 基础知识	238
6.2.1.1 浊度的单位和 Formazine 浊度标准液配制方法	238
练习 6.2-1	238
6.2.1.2 基本原理	239
练习 6.2-2	239
6.2.1.3 浊度仪的基本构造和工作原理	240
练习 6.2-3	241
6.2.2 技能训练	242
技能训练 6.2 使用光电浊度仪测定水的浊度 (H-37)	242
练习 6.2-4	243
小结	243
6.3 使用液相色谱仪测定废水中微量苯酚	244

6.3.1 基础知识	244
6.3.1.1 高效液相色谱法的特点	244
6.3.1.2 高效液相色谱的分类及基本原理	244
6.3.1.3 分离方法的选择	247
练习 6.3-1	248
6.3.1.4 高效液相色谱仪	249
练习 6.3-2	252
6.3.1.5 定量方法	253
练习 6.3-3	253
6.3.2 技能训练	253
技能训练 6.3 对氨基苯磺酸中苯胺的测定 (H-35)	253
练习 6.3-4	255
小结	255
6.4 红外吸收光谱的使用	256
6.4.1 基础知识	256
6.4.1.1 分子振动的类型	256
6.4.1.2 产生红外吸收的条件	257
练习 6.4-1	257
6.4.1.3 红外吸收峰类型	257
6.4.1.4 基团频率及频率位置	259
6.4.1.5 红外吸收光谱图	259
6.4.1.6 红外光谱区的划分	261
练习 6.4-2	263
6.4.2 红外吸收光谱仪	264
6.4.2.1 色散型红外分光光度计	264
6.4.2.2 干涉型红外分光光度计	266
练习 6.4-3	267
6.4.3 红外吸收光谱实验技术	267
6.4.3.1 红外吸收光谱分析试样的制备	267
6.4.3.2 红外吸收光谱仪的操作方法	268
练习 6.4-4	268
6.4.4 红外定性分析	269
6.4.4.1 定性分析的一般程序	269
6.4.4.2 红外光谱图解析要点	269
练习 6.4-5	270

6.4.5 技能训练	270
技能训练 6.4 红外光谱测定苯甲酸的结构 (H-39)	270
练习 6.4-6	271
小结	271
6.5 原子发射光谱仪的使用	272
6.5.1 基本原理	272
练习 6.5-1	274
6.5.2 原子发射光谱仪	274
6.5.2.1 原子发射光谱仪工作原理	274
6.5.2.2 原子发射光谱仪主要组成部件	274
练习 6.5-2	276
6.5.3 光谱的定性分析	276
练习 6.5-3	278
小结	278
参考文献	279
7. 仪器分析附加设备	280
7.1 空气压缩机的使用	280
7.1.1 基础知识	280
7.1.1.1 空气压缩机的种类	280
7.1.1.2 JKQ—10 型净化空气发生器	281
7.1.2 技能训练	282
技能训练 7.1 无油空气压缩机的使用 (B-10)	282
练习 7.1	282
小结	283
7.2 气体钢瓶的识别和使用	283
7.2.1 基础知识	283
7.2.1.1 气瓶结构	283
7.2.1.2 气体钢瓶的种类和标志	283
7.2.1.3 高压气瓶减压阀	285
7.2.1.4 高压气瓶的安全使用	286
7.2.2 技能训练	287
技能训练 7.2 识别和使用气体钢瓶 (B-15)	287
练习 7.2	288
小结	288
7.3 氢气发生器的使用	288