

国家中等职业教育改革发展示范学校
重点专业教材建设成果



仪器分析 检验基础

● 任 瑛 主 编
● 陈 勇 副主编
● 黄翠平 主 审

YIQI
FENXI
JIANYAN
JICHU



化学工业出版社

国家中等职业教育改革发展示范学校
重点专业教材建设成果

仪器分析检验基础

任 瑛	主 编
陈 勇	副主编
黄翠平	主 审



化学工业出版社

· 北 京 ·

本教材以分析工职业技能标准为依据,以职业技能培养为目标,以分析仪器为载体,以仪器操作过程为主线,介绍了目前仪器分析工作中最基础、使用最普遍的四种仪器分析方法。教材中将紫外-可见分光光度法、原子吸收光谱法、电位分析法和气相色谱分析法作为四个项目,在每个项目中设定相应的任务以及完成每个任务所要进行的活动,从认识仪器的基本结构入手,逐步学会使用和维护保养仪器,学会如何操作仪器以及选择仪器分析条件,从而进一步了解分析方法的基本概念、基本原理并能对未知样品进行定性和定量分析。每个项目之后有相应的知识目标、技能目标和情感目标的评价方法。

本书可以作为中等职业学校工业分析专业的教学用书,也可供从事分析检验的人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析检验基础/任瑛主编. —北京:化学工业出版社, 2015.8

国家中等职业教育改革发展示范学校重点专业教材建设成果

ISBN 978-7-122-24364-5

I. ①仪… II. ①任… III. ①仪器分析-中等专业学校-教材 IV. ①O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 135689 号

责任编辑:陈有华 刘心怡

装帧设计:刘丽华

责任校对:吴 静

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 刷:北京永鑫印刷有限公司

装 订:三河市宇新装订厂

710mm×1000mm 1/16 印张10½ 字数210千字 2015年9月北京第1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:28.00 元

版权所有 违者必究

国家中等职业教育改革发展示范学校 重点专业教材建设

编审委员会

主 任 王黎明

委 员 (按姓氏笔画排序)

王建平	孔令慧	师文辉	朱学伟	任成平	孙建明
李 舟	李水龙	李国宏	张日利	张旭华	陆善平
陈启文	苗林明	郑智宏	秦京菊	秦晋一	原 俊
柴琳洁	梁占禄	董树清	温鹏飞	薛利平	薛新科

特聘专家 (按姓氏笔画排序)

王晓东	王梅梅	李四峰	郎红旗	杨志东	赵建勇
赵海兰	温卫东	韩文斌	薛永兵		

前言

本教材是在山西省工贸学校全面推进示范校建设活动中，开展课程体系和教学内容改革的背景下，根据人才培养模式和行业企业对人才培养的需求，按照行业和职业岗位的任职要求，参照分析工职业技能标准，由教学一线的教师和实验室管理人员以及行业企业专家共同参与完成的理实一体化教材。

教材内容以分析工职业技能标准为依据，以职业技能培养为目标，以分析仪器为载体，以仪器操作过程为主线，按照理实一体化教学模式，将仪器分析中最基本和使用最广泛的四种分析方法——紫外-可见分光光度法、原子吸收光谱法、电位分析法和气相色谱分析法设计为四个项目，并在每个项目中设计了工作任务。针对每个任务，以活动形式将每种分析方法的基本概念、分析原理、仪器使用方法和仪器分析条件渗透在活动中，从而实现理实一体化的教学方式。每一个项目都设计了知识目标、技能目标和情感目标的评价内容，注重职业技能和基本素养的考核，这有利于培养学生成为一名真正的高素质技能型劳动者。

本教材由任瑛担任主编，陈勇担任副主编。其他参编人员有冯淑琴、智恒平、廉优芬、赵月琴、贾劼。编写过程中董树清、刘泽文、韩永利等给予了大力帮助，并得到了化学工业出版社和山西省工贸学校领导的大力支持。全书由黄翠平担任主审。在此一并感谢！

由于编者水平有限，教材中疏漏和不妥之处在所难免，敬请各位同仁提出宝贵意见。

编者

2015年3月

目录

绪论	1
一、仪器分析的任务与作用	1
二、仪器分析方法分类	1
三、常用仪器分析实验室	1
四、仪器分析的一般程序	3
五、仪器分析前的准备工作	4
项目一 紫外-可见分光光度法	5
任务一 学会使用分光光度计	5
活动一 认识分光光度计	7
活动二 使用分光光度计	11
活动三 分光光度计的波长校正	13
活动四 吸收池成套性检验	14
活动五 722S 型分光光度计的使用	15
任务二 学会选择测量波长	15
活动一 准备仪器与试剂	16
活动二 绘制吸收光谱曲线	16
任务三 可见分光光度法测定水中微量铁	18
活动一 准备试剂和仪器	18
活动二 选择测量波长	19
活动三 配制标准系列溶液及未知水样	20
活动四 吸光度测量及数据处理	21
任务四 目视比色法测定水中微量铬含量	22
活动一 准备仪器和试剂	23
活动二 目视比色	24
活动三 数据处理	25
任务五 紫外分光光度法	25
活动一 认识紫外吸收光谱	26
活动二 有机化合物定性和定量分析	26

项目二	原子吸收光谱法	32
任务一	原子吸收光谱法的认知	32
活动一	认识原子吸收分析过程	33
活动二	原子吸收光谱法与紫外-可见分光光度法的比较	33
任务二	认识原子吸收分光光度计	33
活动一	认识原子吸收分光光度计	34
活动二	使用原子吸收光谱仪	41
任务三	选择原子吸收仪器条件	47
活动一	准备工作	47
活动二	选择仪器工作条件	50
任务四	原子吸收法测定水中微量铜含量	52
活动一	准备仪器和试剂	52
活动二	选择测量条件并测定	53
活动三	数据处理	55

项目三	电位分析法	65
任务一	认识电化学装置	65
任务二	选择和处理电极	67
活动一	认识电极	67
活动二	选择和使用 pH 玻璃电极	72
任务三	用酸度计测量溶液 pH 和离子浓度	73
活动一	认识酸度计	73
活动二	使用酸度计	74
活动三	直接电位法测溶液的 pH	78
活动四	直接电位法测定溶液离子活(浓)度	79
任务四	电位滴定法分析未知样	82
活动一	组装电位滴定装置	82
活动二	认识自动电位滴定仪	84
活动三	使用自动电位滴定仪	87
任务五	学会滴定终点的确定方法	89
活动一	准备仪器和试剂	89
活动二	电位滴定实验	89
活动三	电位滴定终点的确定	90

项目四	气相色谱分析法	95
任务一	色谱分析法的认知	95

活动一	认识色谱法	95
活动二	叙述气相色谱法的分析流程	97
活动三	叙述色谱分离原理	98
活动四	认识色谱流出曲线	99
任务二	认识气相色谱仪	102
活动一	认识气相色谱仪	102
活动二	安装和使用气路系统及辅助设备	104
活动三	认识进样系统及进样器	108
活动四	认识色谱柱	111
活动五	认识检测器	113
活动六	认识数据处理和温度控制系统	119
活动七	使用气相色谱仪	120
任务三	选择气相色谱分离操作条件	121
活动一	选择载气	122
活动二	选择柱温、汽化室温度	122
活动三	选择进样量和进样时间	129
活动四	选择和处理色谱柱	129
活动五	选择检测器的检测条件	135
任务四	样品的定性定量分析	135
活动一	学会定量分析方法	139
活动二	气相色谱仿真练习	142

附录 154

附录 1 国际相对原子质量 154

附录 2 标准电极电位 (18~25℃) 155

参考文献 158

绪 论

一、仪器分析的任务与作用

仪器分析法是以测量物质的物理、物理化学性质为基础的分析方法。因为要用比较特殊的仪器而称之为仪器分析法。在社会生活的各个方面和环境科学、生命科学、能源科学、医学等各个领域的科学研究方面，仪器分析已成为化学分析不可替代的重要方法。仪器分析法不仅用于完成试样组分的定性和定量分析，还可以提供物质的结构、组分价态、元素在微区的空间分布等信息，并且利用这些信息做出科学的结论。

二、仪器分析方法分类

根据最后测量过程中所观测的性质进行分类，可分为表 0-1 所示的几种分析方法。

表 0-1 仪器分析方法分类

方法分类	被测物质的性质	相应的分析方法(部分)
光学分析法	辐射的发射	原子发射法(AES)
	辐射的吸收	UV-Vis、AAS、IR、NMR、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	电导	电导法
	电流	电流滴定法
	电位	电位分析法(直接电位法、电位滴定法)
	电量	库仑分析法
	电流-电压特性	极谱分析法、伏安法
色谱分析法	两相间的分配	GC、HPLC、离子色谱法(IC)
其他方法	质荷比	质谱法

三、常用仪器分析实验室

1. 紫外可见分光光度法实验室

该实验室主要用于紫外-可见分光光度法的分析实验，主要有各种类型紫外-可见分光光度计及配套设施，如图 0-1 所示。



图 0-1 紫外-可见分光光度法实验室

2. 原子吸收分光光度法实验室

该实验室主要用于原子吸收光谱分析，配备有气瓶、空气压缩机等配套设施，具体如图 0-2 所示。

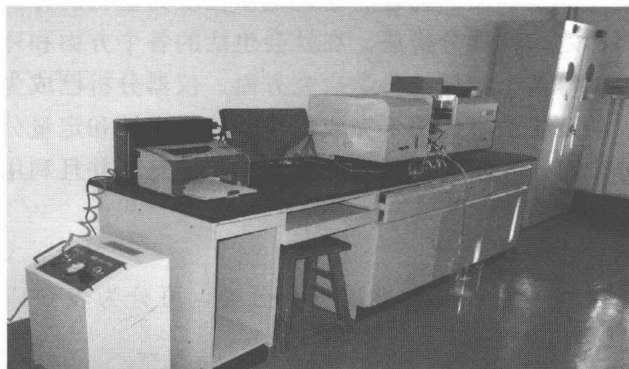


图 0-2 原子吸收光谱分析实验室

3. 气相色谱分析法实验室

该实验室主要用于物质的气相色谱分析，配备有氢气发生器、空气压缩机等配套设施，具体如图 0-3 所示。

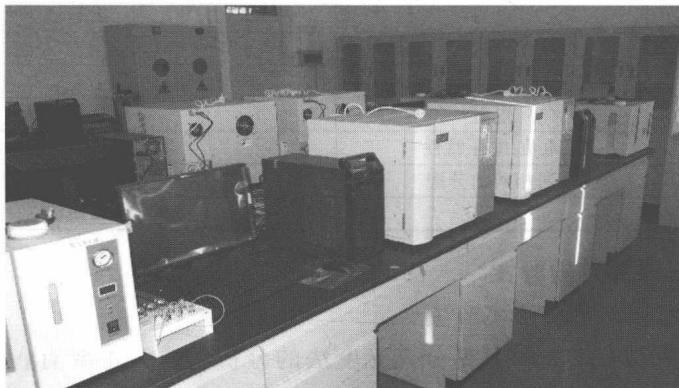


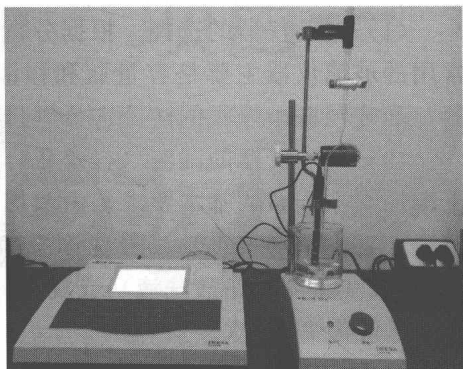
图 0-3 气相色谱分析实验室

4. 电化学实验室

该实验室主要有各种类型酸度计、电位滴定仪，配套有各种类型电极，用于物质的电位测定，具体见图 0-4。



(a) 酸度计及电极



(b) 自动电位滴定仪

图 0-4 电位分析法用仪器示意图

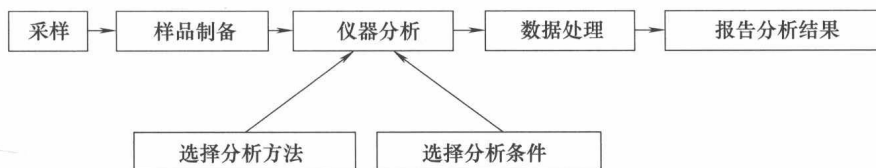
5. 仪器分析准备室

该实验室主要用于各类分析前的准备工作，包括试样制样和预处理、标准溶液配制等，具体见图 0-5。



图 0-5 仪器分析实验准备室

四、仪器分析的一般程序



五、仪器分析前的准备工作

1. 分析方法的选择

根据所要分析的样品的特征，选择适当的仪器分析方法。

2. 玻璃仪器的选择和洗涤

(1) 玻璃仪器的选择 根据分析方法的要求选择适当的玻璃仪器。仪器分析中常用的玻璃仪器主要是容量瓶和移液管、吸量管。例如，配制标准溶液选择容量瓶；准确吸取小体积的溶液选择吸量管。

(2) 玻璃仪器的洗涤 容量瓶、移液管和吸量管等玻璃仪器在使用前必须洗涤干净。洗涤干净的基本要求是内壁均匀地被水润湿而无任何条纹和水珠。洗涤的一种程序是先用自来水洗，若洗不干净，则根据污物的性质选用适当的洗涤液洗涤（如合成洗涤剂、铬酸洗液）或浸泡；洗干净后，再用自来水冲洗 3~5 次，最后用蒸馏水洗涤 2~3 次。

3. 仪器预热

仪器分析中所用的特殊仪器都需要经过预热，仪器运行稳定后才能保证分析结果的准确性。一般预热时间在 20~30min。

4. 样品制备

根据所选仪器分析方法，选择适当的溶剂或样品处理方法对样品进行制备。

项目一

紫外-可见分光光度法



项目描述

紫外-可见分光光度法是目前应用最广泛的一种分子吸收光谱法，英文缩写为 UV-Vis。它是利用待测物质对紫外线、可见光产生一定的吸光度而对试样中的微量组分进行测定。本项目介绍分光光度计的基本组成并利用分光光度计完成样品的测定，进而学会分光光度法测定原理，测量方法以及会选择实验条件。

任务一 学会使用分光光度计



任务目标

1. 知道常用紫外-可见分光光度计的类型；
2. 知道分光光度计的基本组成及其作用；
3. 会使用 UV1600 型分光光度计；
4. 会进行分光光度计波长校正；
5. 会进行吸收池配套性检验。



知识准备

一、光的基本特性

光是一种电磁波，具有波动性和粒子性，它们之间具有下列关系

$$E = h\nu = h \frac{c}{\lambda} \quad (1-1)$$

式中， E 为能量，eV（电子伏特）； h 为普朗克常数， $6.626 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$ ； c 为光速，真空中约为 $3 \times 10^{10} \text{ cm/s}$ ； λ 为波长，nm； ν 为频率，Hz。

从式（1-1）中可知，不同波长的光，能量不同。波长越长，能量越小；频率

越大，能量越大。

将各种电磁波（如光）按波长或频率的大小顺序进行排列，得到的图表称为电磁波谱。表 1-1 列出部分电磁波的有关参数。

表 1-1 部分电磁波谱的有关参数

波谱区名称	波长范围	频率/MHz	光子能量/eV
远紫外线	10~200nm	$3\times10^{10}\sim1.5\times10^9$	125~6
近紫外线	200~400nm	$1.5\times10^9\sim7.5\times10^8$	6~3.1
可见光	400~780nm	$7.5\times10^8\sim4.0\times10^8$	3.1~1.7
近红外线	0.75~2.5μm	$4.0\times10^8\sim1.2\times10^8$	1.7~0.5
中红外线	2.5~50μm	$1.2\times10^8\sim6.0\times10^6$	0.5~0.02
远红外线	50~1000μm	$6.0\times10^6\sim10^5$	$2\times10^{-2}\sim4\times10^{-4}$

二、各种不同的光

- ① 单色光，指具有同一波长的光。
- ② 复合光，指含有多种波长的光，例如，太阳光，白炽灯光等。
- ③ 可见光，指肉眼能感觉到的光，其波长范围 400~780nm。各种色光的近似波长见图 1-1。从红色光到紫色光，波长逐渐减小，但能量逐渐增大。
- ④ 紫外光，指波长范围在 200~400nm 的近紫外光。
- ⑤ 红外光，指波长范围在 0.75~2.5μm 的近红外光。
- ⑥ 互补色光，指将适当颜色的两种光按一定强度比例混合可成为白光，这两种颜色的光称为互补色光。图 1-2 是互补色光的示意图。

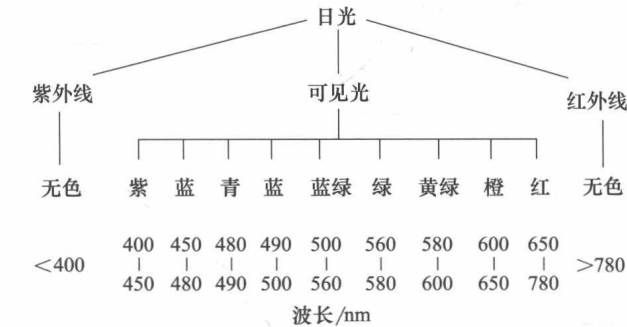


图 1-1 各种色光的近似波长示意图

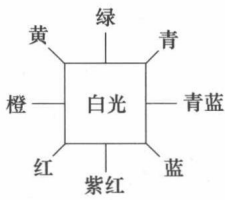


图 1-2 互补色光示意图

三、物质对光的选择性吸收

物质对光有吸收与颜色有关，假如一束白光通过一个无色透明的溶液，如果溶液将白光全部吸收，则溶液呈现黑色；若溶液使白光全部透过，则仍为无色透明溶液；若溶液对光产生部分吸收，则溶液呈现被吸收光的互补色光，见图 1-3 (a)。

以 KMnO_4 溶液和 K_2CrO_4 溶液为例，当白光分别通过 KMnO_4 溶液和 K_2CrO_4 溶液时， KMnO_4 吸收白光中的绿色光而呈紫红色， K_2CrO_4 吸收白光中的蓝色光而呈现黄色，白光中的其余色光则仍然呈两两互补透过溶液，见图 1-3 (b)。

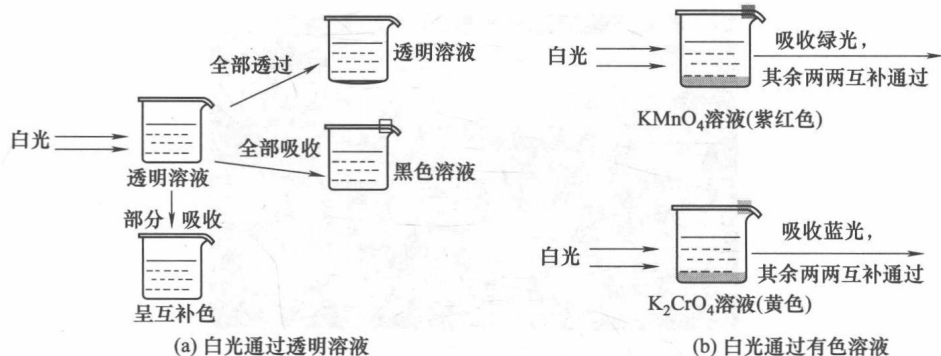


图 1-3 物质对光的选择性吸收示意图

活动一 认识分光光度计

分光光度计的型号有多种，其外观各不相同，常见的分光光度计见图 1-4～图 1-8。



图 1-4 721 型分光光度计图

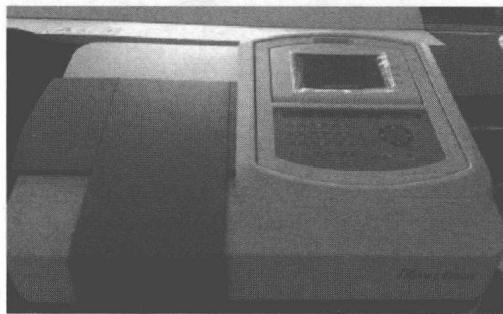
图 1-5 722S 型可见分光光度计
752 型紫外可见分光光度计

图 1-6 UV1801 型紫外可见分光光度计



图 1-7 UV-1600、1800 型紫外可见分光光度计

虽然分光光度计型号各不相同，但其工作原理相同，内部基本结构相似，都是由光源、单色器、吸收池、检测器和显示系统组成。分光光度计工作原理示意图见图 1-9。



图 1-8 UV7504 型紫外可见分光光度计

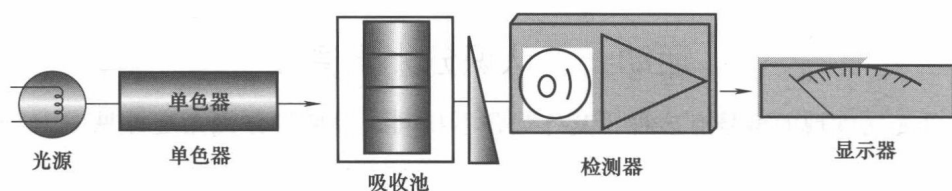


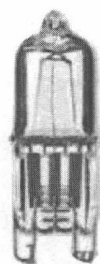
图 1-9 分光光度计的工作原理示意图

一、光源

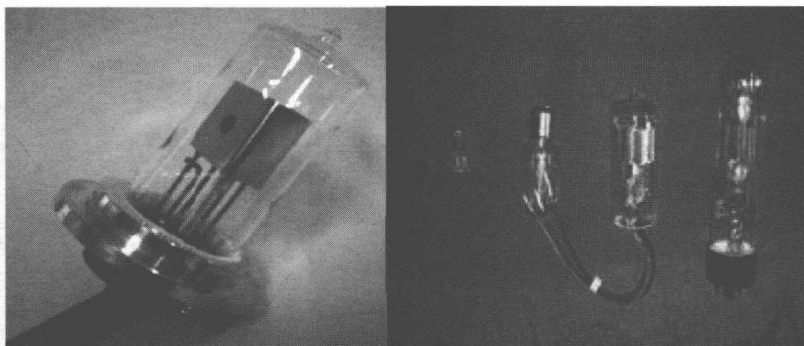
光源用于发射所需波长范围的光。对光源的要求是，在使用波长范围内提供连续的光谱，光强足够大，有良好的稳定性，使用寿命长。

(1) 可见光光源 钨灯是最常用的可见光光源，其最适宜的使用波长范围是 380~1000nm。目前有许多分光光度计用卤钨灯代替钨灯，见图 1-10 (a)。

(2) 紫外光光源 紫外光光源多为气体放电灯，应用最多的是氢灯或其同位素氘灯，使用波长范围是 185~375nm，见图 1-10 (b)。



(a) 钨灯



(b) 氢灯

图 1-10 不同类型的光源

二、单色器

单色器是把光源发出的连续光谱分解成单色光，并能准确方便地“取出”所需

波长的单色光。单色器包括狭缝、色散元件、透镜系统三个部分。根据色散元件的工作原理，单色器有棱镜和光栅两种。

1. 棱镜单色器

棱镜能使不同波长的光发生折射，从而从连续光谱中分解出测量需要的单色光。棱镜单色器的工作原理见图 1-11。

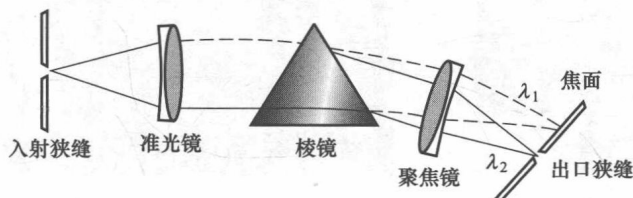


图 1-11 棱镜单色器工作原理示意图

常用的棱镜有玻璃和石英两种材质。由于玻璃吸收紫外线，因此可见分光光度计只能用玻璃棱镜。紫外-可见分光光度计用石英棱镜，它适用于紫外和可见整个光谱区。

2. 光栅单色器

光栅也称衍射光栅，是利用多缝衍射原理使光发生色散（分解为光谱）的光学元件。它是一块刻有大量平行等宽、等距狭缝（刻线）的平面玻璃或金属片。光栅的狭缝数量很大，一般每毫米几十至几千条。当复色光通过光栅后，不同波长的谱线在不同的位置出现而形成光谱。当光谱通过出射狭缝时得到所需的单色光。光栅的工作原理见图 1-12。

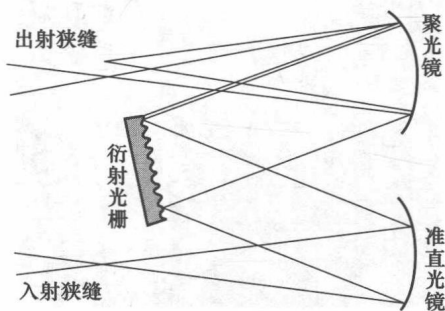


图 1-12 光栅工作原理

三、吸收池

吸收池又称比色皿，是用于盛放待测溶液和决定透光液层厚度的器件。

长方体形比色皿的两面为磨砂面（毛面），另两面为光学面，见图 1-13。两个光学面之间的距离决定光程长度。

根据光程长度将其分为多种规格，常见的有 0.5cm、1.0cm、2.0cm、3.0cm 和 5.0cm 几种，见图 1-14。

比色皿在出厂前是经过配对测试的，未经配对的比色皿将影响样品的测试精度。根据比色皿的材质将其分为玻璃比色皿和石英比色皿。玻璃比色皿一般 4 只一套，供可见光区使用。石英比色皿 2 只一套，供紫外光区使用。石英比色皿和玻璃比色皿不能混用，更不能和其他不经配对的比色皿混用。玻璃比色皿见图 1-15，石英比色皿见图 1-16。

比色皿使用注意事项如下。