

高职高专“十二五”规划教材

仪器分析实用技术

YIQI FENXI
SHIYONG JISHU

谷雪贤 黎春怡 柳滢春 主编



化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

仪器分析实用技术

谷雪贤 黎春怡 柳滢春 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书根据高职教育对仪器分析实用技术的基本要求和课程标准编写, 共分为七个项目, 具体内容包括电化学法, 紫外-可见分光光度法, 原子吸收分光光度法, 红外吸收光谱法, 气相色谱法, 高效液相色谱法, 其他仪器分析方法; 附录部分包括国际相对原子质量表, 标准电极电位法, 用于原子吸收分光光度分析的标准溶液, 常用分析仪器中英文名称及英文缩写和色谱术语。

本书可供高职高专“仪器分析实用技术”课程使用, 也可供相关技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实用技术/谷雪贤, 黎春怡, 柳滢春主编. —北京: 化学工业出版社, 2011.8 (2015.7 重印)

高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-11855-4

I. 仪… II. ①谷…②黎…③柳… III. 仪器分析-高等职业教育-教材 IV. 0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 139705 号

责任编辑: 旷英姿

文字编辑: 颜克俭

责任校对: 周梦华

装帧设计: 史利平

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: 三河市延风印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 20 字数 505 千字 2015 年 7 月北京第 1 版第 3 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: 36.00 元

版权所有 违者必究

前 言

本教材根据高等职业教育对“仪器分析实用技术”的基本要求和课程标准编写。全书共分七个项目,内容包括电位分析法、库仑分析法、紫外-可见分光光度法、红外光谱分析法、原子吸收分光光度法、气相色谱分析法、高效液相色谱分析法、其他仪器分析法简介(发射光谱法、质谱法、核磁共振波谱法、毛细管电泳法)以及仪器联用方法等。其内容涵盖了仪器选型、操作规程、操作技巧、维护保养、常见故障处理及应用案例等,书中涉及的仪器既有生产实际中的常用仪器,也有具有较大应用潜力的新型仪器,内容新颖、实用。书末附录和仪器中英文名称为学习提供了相关的资料。本书可作为高职精细化学、工业分析与检验专业及相关专业的教材,也可作为分析化验人员业务培训用书及参考资料。

本教材针对目前高职教育的特色和企业需求编写,与企业深度合作,邀请企业专家指导。注重学生操作技能培养。本教材适合“教学做一体化”和“目标教学法”教学模式,这正是目前高职教材一个重大突破,也可引导部分尚未具备上述教学模式的院校进行相应的改革,还可让自学人员易学易用。其主要特色如下。

(1) 与企业深度合作、基于工作过程,以项目为载体:注重理论与实际相结合,以具体产品或项目分析、检测为载体,力求贴近实际工作,更符合高职培养目标。

(2) 制定任务卡,教学做一体化:每个教学单元都设计了教学任务卡,该任务卡包含了操作规程、操作技巧及故障处理,可大大提高学生的学习主动性和目的性。

(3) 拓展训练和课后习题有机结合:在完成每一个项目的学习后设计了拓展项目,配备了课后习题,以巩固和检验所学知识和技能,增强学生的应用能力、提高技能的迁移能力。

(4) 操作能力、分析能力和解决问题的能力统一:将具有代表性的仪器操作规程、技巧、安全注意事项和常见故障处理融入教材,以培养学生的自主学习能力,提高学生分析问题和解决问题的能力。

(5) 相关实验内容依据国家和行业的最新标准编写。

项目设计讲求内在逻辑性,前一个任务的完成是后一个任务进行的前提;在项目完成过程中注重学生自主学习能力、团队合作意识以及表达能力的培养。教学过程中一组相互之间有内在逻辑关系的问题和任务的提出是项目化教学中实现实践与理论对接的有效方式。本教材在每个项目的实施过程中都提出了适当的问题和相关任务,对课堂活动进行了精心的组织,有助于教师的备课和授课。为方便教学,本书配有电子课件。

本教材由谷雪贤、黎春怡、柳滢春主编。中山火炬职业技术学院谷雪贤编写了绪论、项目一和项目六;项目二和项目四由宁波职业技术学院叶海亚编写;项目三由广东食品药品职业技术学院张培丽编写;项目五由茂名职业技术学院黎春怡编写;项目七由中山火炬职业技术学院柳滢春编写。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,欢迎专家和读者批评指正!

编者

2011年6月

目 录

绪 论	1
相关知识	1
1. 仪器分析法概述	1
2. 仪器分析的特点	2
3. 仪器分析的内容和分类	2
4. 仪器分析的发展趋势	2
项目一 电化学法	4
任务 1 认识电位分析法	4
相关知识	5
一、电化学分析概述	5
二、电位分析法的理论依据	7
三、指示电极	7
四、参比电极	14
知识应用与技能训练	16
任务 2 溶液 pH 的测定——直接电位法测定 pH	16
相关知识	18
一、酸度计的使用——学会阅读仪器说明书	18
二、pH 测定原理	19
三、pH 实用定义	19
四、仪器的校正	20
五、pH 标准缓冲溶液	20
六、酸度计常见的故障及排除方法	21
七、酸度计的维护保养	21
拓展任务	22
知识应用与技能训练	22
实验任务指导书	22
一、牙膏 pH 的测定	22
二、土壤 pH 酸碱度的测定	23
任务 3 测定氟离子含量——直接电位法测定离子活度	24
相关知识	27
一、溶液离子活度测定原理	27
二、定量方法	27
三、测量仪器及操作方法	29
拓展任务	31
知识应用与技能训练	31
实验任务指导书	32

牙膏中游离氟和可溶性氟含量的测定	32
任务4 利用电位滴定法测定溶液中氯化钠的含量	33
相关知识	35
一、基本原理	35
二、电位滴定法的基本装置	35
三、实验方法	36
四、滴定终点的确定	36
五、仪器操作	38
六、常见故障及其排除方法	40
七、电位滴定分析应用	40
八、永停滴定法	40
拓展任务	42
知识应用与技能训练	42
实验任务指导书	42
一、竹盐牙膏中氯化钠含量的检测	42
二、工业废水中钡离子含量的测定	43
三、电位滴定法测定硫酸亚铁的含量	45
项目二 紫外-可见分光光度法	47
任务1 认识紫外-可见分光光度法	47
相关知识	49
一、认识紫外-可见分光光度法	49
二、认识紫外-可见分光光度计	50
三、紫外-可见分光光度计的操作	53
四、分光光度计的校验	55
五、分光光度计的维护和保养	57
知识应用与技能训练	57
实验任务指导书	57
分光光度计的调校	57
任务2 利用可见分光光度法测定茶叶中茶多酚的含量	59
相关知识	63
一、紫外-可见分光光度法的基本原理	63
二、可见分光光度法	68
三、可见分光光度法的应用	76
拓展任务	77
知识应用与技能训练	77
实验任务指导书	77
一、茶叶中茶多酚含量的测定	77
二、邻二氮菲分光光度法测定微量铁	79
任务3 利用紫外分光光度法对茶叶中咖啡因含量进行检测	81
相关知识	84
一、认识紫外分光光度法	84
二、有机化合物紫外-可见光谱的产生	85

三、紫外吸收光谱的常用术语	86
四、常见有机化合物的紫外吸收光谱图及解析	88
五、紫外吸收光谱的应用	91
拓展任务	93
知识应用与技能训练	93
实验任务指导书	93
一、茶叶中咖啡碱含量测定	93
二、紫外分光光度法测定蒽醌含量	94
项目三 原子吸收分光光度法	97
任务1 认识原子吸收分光光度法	97
相关知识	98
一、原子吸收分光光度法的定义	98
二、原子吸收分光光度法的基本原理	98
三、原子吸收分光光度计的组成	99
四、原子吸收分光光度计常用辅助部件的使用	104
五、原子吸收实验室对环境、基本条件的要求及其管理	105
知识应用与技能训练	106
任务2 祛斑霜中重金属铅的含量的测定	106
相关知识	109
一、原子吸收分光光度计的使用	109
二、原子吸收分析法实验技术	112
三、原子吸收分光光度法的干扰效应及其消除方法	114
四、最佳实验条件的选择	117
五、定量分析方法	119
六、原子吸收分光光度计的维护保养	120
拓展任务	121
知识应用与技能训练	121
实验任务指导书	122
一、化妆品中重金属铅的含量的测定	122
二、化妆品中重金属镉的含量的测定	123
三、食品中铅的测定	125
项目四 红外吸收光谱法	127
任务1 认识红外吸收光谱法	127
相关知识	128
一、红外吸收光谱仪	128
二、红外光谱仪辅助设备的使用	133
三、红外吸收光谱法基本原理	133
拓展任务	137
知识应用与技能训练	137
任务2 苯甲酸的红外吸收光谱的测定及解析	138
相关知识	139
一、试样的处理和制备	139

二、红外吸收光谱与分子结构关系	141
三、常见官能团的特征吸收频率	144
四、红外光谱的应用	148
拓展任务	150
知识应用与技能训练	150
实验任务指导书	151
苯甲酸的红外吸收光谱测定(压片法)	151
项目五 气相色谱法	153
任务1 认识气相色谱法	153
相关知识	154
一、色谱分析法及其分类	154
二、气相色谱实验室的设置与管理	155
三、气相色谱仪	156
四、气相色谱仪基本操作流程	164
五、气相色谱操作注意事项	164
六、气相色谱分离原理	165
拓展任务	170
知识应用与技能训练	170
任务2 气相色谱条件的确定	171
相关知识	172
一、气相色谱分析的基本步骤	172
二、确定气相色谱仪的基本配置	173
拓展任务	179
知识应用与技能训练	179
任务3 祛斑霜中氢醌和苯酚的测定——气相色谱定性和定量分析	179
相关知识	182
一、色谱工作站的使用	182
二、气相色谱定性分析方法	185
三、定量分析的方法	186
四、定量分析方法的选择	187
五、色谱分析的实验记录和报告	189
拓展任务	190
知识应用与技能训练	190
实验任务指导书	191
一、祛斑霜中氢醌和苯酚的测定	191
二、工业用甲醇中乙醇的定性分析	192
三、水性涂料中水分含量测定	193
任务4 气相色谱仪的维护保养	195
相关知识	195
一、气相色谱的日常维护与保养	195
二、气相色谱分析常见异常情况及处理	197
项目六 高效液相色谱法	198

任务1 认识液相色谱实训室和高效液相色谱仪的操作	199
相关知识	200
一、认识高效液相色谱法	200
二、高效液相色谱仪	201
拓展任务	220
知识应用与技能训练	220
任务2 分离条件的选择与优化	220
相关知识	222
一、高效液相色谱分析方法建立的一般步骤	222
二、检测器的选择	232
三、高效液相色谱基本理论	232
四、梯度洗脱技术	233
拓展任务	235
知识应用与技能训练	235
实验任务指导书	235
苯系物 HPLC 分离条件的选择	235
任务3 对祛斑霜中苯甲酸、山梨酸等 11 种防腐剂进行定性和定量的分析方法	237
相关知识	239
一、实验技术	239
二、定性和定量方法	244
知识应用与技能训练	245
实验任务指导书	245
一、利用高效液相色谱法对祛斑霜中苯甲酸、山梨酸等 11 种防腐剂进行分析	245
二、布洛芬胶囊中主要成分含量的测定	247
三、婴幼儿奶粉中三聚氰胺的检测	248
项目七 其他仪器分析方法	251
任务1 原子发射光谱法	251
相关知识	252
一、原子发射光谱的定义	252
二、原子发射光谱的基本原理	253
三、原子发射光谱分析的特点	253
四、谱线的自吸和自蚀	254
五、原子发射光谱分析仪器	254
六、原子发射光谱分析仪器的操作	257
七、光谱定性分析	258
八、光谱定量分析	259
知识应用与技能训练	260
实验任务指导书	260
原子发射光谱法测定水中的钙、镁离子	260
任务2 毛细管电泳法	262
相关知识	263
一、毛细管电泳法的定义及特点	263

二、毛细管电泳的基本原理	263
三、毛细管电泳的仪器结构	265
四、毛细管电泳分析仪器的操作	267
五、毛细管电泳分类	267
六、实验技术	268
知识应用与技能训练	269
实验任务指导书	269
毛细管电泳分离核酸	269
任务3 质谱法	270
相关知识	271
一、质谱法的定义	271
二、质谱分析的优缺点	271
三、质谱仪的基本结构	271
四、质谱仪的工作过程及原理	273
五、质谱分析仪器的操作	273
六、质谱图	275
七、质谱中主要离子峰	275
八、质谱图的解析	276
知识应用与技能训练	277
任务4 气相色谱-质谱联用	278
相关知识	279
一、气质联用(GC-MS)系统的工作原理和构成	279
二、气质联用法和其他气相色谱法的区别	279
三、GC-MS联用中主要的技术问题	280
四、气质联用仪的接口技术	280
五、气质联用仪操作规程及数据处理	282
知识应用与技能训练	283
实验任务指导书	283
气质联用仪检测烟用香精香料	283
任务5 液相色谱-质谱联用	284
相关知识	285
一、液质联用仪的原理及构成	285
二、液质联用仪的接口	285
三、液质联用仪的应用领域及能解决的问题	288
四、液质联用仪常见故障排除	289
知识应用与技能训练	290
实验任务指导书	290
检测蔬菜中虫酰肼和甲氧虫酰肼	290
任务6 核磁共振波谱法	291
相关知识	292
一、认识核磁共振	292
二、核磁共振波谱仪的结构	297

三、核磁共振波谱仪的基本操作	298
四、图谱及解析	299
五、核磁共振波谱仪的应用及能解决的问题	300
知识应用与技能训练	301
附录	302
附录 1 国际相对原子质量表	302
附录 2 标准电极电位表	303
附录 3 用于原子吸收分光光度分析的标准溶液	304
附录 4 常用分析仪器中英文名称及英文缩写和色谱术语	305
参考文献	308

绪 论

【学习目标】

- (1) 熟悉仪器分析的基本内容和分类；
- (2) 掌握仪器分析和化学分析法的区别和联系；
- (3) 了解仪器分析的特点和发展趋势；
- (4) 熟悉本课程的主要内容，了解学习本课程的意义及对今后工作的帮助；
- (5) 激发学生学习兴趣。

子任务 1 认识仪器分析

课堂活动

1. 老师通过展示相关新闻、图片，提出问题，学生讨论回答。
 - (1) 对于化妆品中的违禁成分、蔬果农药残留量的测定可选择哪些方法？
 - (2) 测定汽油中各组分的含量可以用化学分析法完成吗？
 - (3) 对于量非常少且珍贵的样品的分析可选择哪些方法？
2. 结合学生讨论情况，重点介绍仪器分析法的特点、应用领域等。

子任务 2 归纳仪器分析和化学分析的联系和区别

课堂活动

1. 学生以小组为单位讨论，学生代表回答。
2. 结合学生讨论情况，重点介绍仪器分析与化学分析的联系和区别等内容。



相关知识

1. 仪器分析法概述

仪器分析是通过测定物质的物理性质和物理化学性质建立起来的方法，如吸光度、波长、折射率和结晶形状等与组分间的关系，如电位、电量、电导和热量等变化与组成间的关系进行鉴定或测定物质的分析方法。由于物理和物理化学分析法一般都需要较精密、特殊的仪器设备，因此人们统称其为仪器分析。它包括定性、定量、结构和形貌分析等。

分析化学是研究物质的化学组成（定性分析）、测定有关成分的含量（定量分析）以及鉴定物质化学结构的科学，分为化学分析和仪器分析。其中化学分析是以化学反应为基础的分析方法。

随着电子技术、计算机技术、激光和等离子体等新技术的发展，分析化学在方法和实验技术等方面都发生了深刻的变化，一些新的仪器分析方法不断出现，一些老的仪器分析方法不断更新，甚至经典的化学分析方法也正在不断仪器化。仪器分析在与化学有关的一切领域里的应用日益广泛，从而使它在分析化学中的比重不断增长，并成为现代分析化学的重要支柱，因此仪器分析的基本原理和实验技术已成为化学及物理工作者所必须掌握的基础知识和基本技能。

2. 仪器分析的特点

(1) 简单快速、可实现在线分析 仪器分析法的样品处理一般都比化学分析法简单,从而大大地提高了分析速度。例如冶金部门采用直读光谱法进行炉前分析时,在数分钟内可同时得出钢样中二三十个元素的分析结果。另外由于在仪器分析法中普遍采用了先进的电子技术和计算机技术,从而大大地提高了仪器操作的自动化程度和数据处理的速率。

(2) 灵敏度高 化学分析法通常适于常量分析,而仪器分析法适于微量、痕量分析。例如试样中含有 $10^{-4}\%$ (质量) 铁,用 0.01mol/L 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定时,所消耗的标准液体积只有 0.02mL (半滴),已知滴定管的滴定误差为 0.02mL ,这就无法用于容量分析测定此液中微量铁。但是用邻菲咯啉为显色剂可以很方便地对微量铁进行比色测定。

(3) 可同时测定多个元素 一些仪器分析可同时进行多元素分析,例如原子发射光谱分析可同时对一个试样中几十个元素进行分析。又如色谱分析可同时对一个样品中的数十个甚至更多组分同时进行分析。

(4) 样品量少、不破坏样品 一些仪器分析法的样品用量很少,例如红外光谱法的试样需数毫克,而质谱法的试样只需 10^{-12}g ,尤其是激光光谱法、电子探针法、离子探针法和电子显微镜法等可以进行表面、微区、无损分析。

(5) 准确度不高、相对误差较大 化学分析法的相对误差一般都可以控制在 0.2% 以内,有些仪器分析法,如示差光度法、电重量法、库仑滴定法等也可以达到化学分析的准确度,但多数仪器分析的相对误差较大,一般在 $\pm(1\%\sim 5\%)$,有时甚至大于 $\pm 10\%$,但对微量、痕量分析来说,还是基本符合要求的。多数仪器分析方法由于其相对误差较大而不适于常量分析。

(6) 仪器设备大型复杂不易普及 目前多数分析仪器及其附属设备都比较精密贵重,尤其是一些联用机,例如色谱仪是由色谱仪和质谱仪两种大型分析仪器连接使用。这些大型复杂精密仪器,每台需几十万元。各种分析仪器通常都需配备专业人员进行操作维护和管理等。因此有些大型分析仪器目前尚不能普及应用。

(7) 仪器分析法必须与化学分析法配合使用 多数仪器分析法需用化学纯品作标样,而化学纯品的成分多半要用化学分析法来确定。多数仪器分析方法中的样品处理(溶样、干扰分离、试液配制等)需用化学分析法中常用的基本操作技术。在建立新的仪器分析方法时,往往需用化学分析法来验证。尤其对一些复杂物质分析时,常常需用仪器分析法和化学分析法进行综合分析,例如主含量用化学分析法、微量杂质用仪器分析法测定。因此,化学分析法和仪器分析法是相辅相成的,在使用时可根据具体情况,取长补短,互相配合。

3. 仪器分析的内容和分类

仪器分析法内容丰富,种类繁多,我们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于表 0-1。

4. 仪器分析的发展趋势

随着科学技术的发展,对分析化学的水平提出了更高的要求,而仪器分析是现代工业生产中不可缺少的一部分,并且起着“指导者”和“把关者”的作用。为了适应科学发展,仪器分析也将随之发展,其发展趋势主要有以下几点。

(1) 分析仪器的微型化和智能化 随着计算机技术、微制造技术、纳米技术和新功能材料等高新技术的发展,分析仪器不但会具有越来越强大的“智能”,而且正沿着大型落地式→台式→移动式→便携式→手持式→芯片实验室的方向发展,越来越小型化、微型化、智能化,以至出现可穿戴式或甚至不需外界供电的植入式或埋入式智能仪器。

表 0-1 仪器分析法的分类

方法的分类	被测物性质	相应的分析方法(部分)
电化学分析法	电导	电导法
	电流	电流滴定法
电化学分析法	电位	电位分析法
	电量	库仑分析法
	电流	极谱分析法,伏安法
	电压特性	
光学分析法	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-可见吸收光谱法(UVVIS),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
色谱分析法	辐射的衍射	X射线衍射法,电子衍射法
	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
其他分析法	质荷比	质谱法

(2) 分析仪器的数字化和仿生化 随着计算机技术的迅速发展,带动了分析仪器的数字化和化学计量学的发展,通过化学计量学方法在解决光谱信息提取和背景干扰方面取得的良好效果,加之近红外光谱在测样技术上所独有的特点,使人们重新认识了近红外光谱的价值,近红外光谱在各领域中的应用研究陆续展开。

此外,分析仪器的核心是信号传感。例如:化学传感器逐渐向小型化、仿生化方向发展,诸如生物芯片,化学和物理芯片,嗅觉(电子鼻)、味觉(电子舌)、鲜度和食品检测传感器等。生物传感器正在各学科领域,如医学、临床、生物、化学、环境、农业、工业甚至机器人制造等方面得到广泛应用。生物传感器大体有5种:酶传感器、组织传感器、微生物传感器、免疫传感器、场效应(FET)生物传感器等。

(3) 分析仪器的专用化和自动化 随着环境科学的发展,为控制和治理环境污染,防止环境恶化,维护生态平衡,环境监测已成为掌握环境质量状况的重要手段,发展对化学毒物、噪声、电磁波、仿生性、热源污染进行监测的专用型分析仪器,已受到愈来愈多的关注,它可用于对污染现场进行实时监测,对人类居住环境进行定点、定时监测,对污染源头进行遥控监测。

常规分析仪器体积庞大,结构复杂,能源消耗大,维持仪器正常运转费用高。现在随着新材料、新器件、微电子技术的发展,已使仪器向制造小型化、性能价格比优异、自动化程度高的分析仪器方向发展。

项目一 电化学法

工作项目 分析测定几个牙膏产品的 pH、氟离子含量，判断是否符合相关标准要求。并利用电位滴定法测定竹盐牙膏中氯化钠的含量。

拓展项目 水样的 pH、亚铁离子含量、钙离子的测定。

任务 1 认识电位分析法

【知识目标】

- (1) 熟悉电位分析的基本原理、基本装置；
- (2) 熟悉酸度计、电位滴定仪的基本构造；
- (3) 掌握常用的指示电极和参比电极的种类、用途，使用方法。

【能力目标】

- (1) 能够正确选择电极、使用电极；
- (2) 能够对电位分析实验室进行规范的管理。

子任务 1 认识电位分析实验室

课堂活动

学生参观相关实验室或观看相关视频。

注意引导学生观察实验台的布局、实验仪器、装置以及实验室的相关管理制度（5S 管理），让学生在实验中严格按照相关要求操作，培养严谨的工作态度。

子任务 2 认识电位分析相关的仪器

课堂活动

结合实物或仪器的图片进行讲解。

重点介绍实验室现有的仪器：酸度计、离子计、电位滴定仪等，并拓展实验室目前没有其他型号仪器：如 PHSJ-3F 型 pH 计、PHS-2C 型 pH 计，要求学生按照仪器说明书，熟悉仪器的各部件并进行简单的操作。

子任务 3 认识电极

课堂活动

1. 将实验室的电极摆放在学生实验台上或课桌上，请学生阅读其说明书，并分组讨论其用途、构造、使用方法等。

2. 提出问题

- (1) 参比电极和指示电极在电化学分析中发挥什么作用？
- (2) 常用的参比电极有哪些？对参比电极有何要求？

(3) 常用的指示电极有哪些?

(4) 指示电极的选择原则是什么?

3. 结合学生回答情况,重点讲解指示电极和参比电极的种类、用途、构造和使用方法等内容。要求学生能够辨认不同的电极,熟悉常用的电极的构造,能够熟练地对电极进行预处理、选择、安装、使用。

【任务卡】

任 务		方案(答案)或相关数据、现象记录	点评	相应技能	相应知识点	自我评价
子任务1 认识电位分析实验室	实验室的布局					
	实验室的仪器装置					
	实验室的管理					
子任务2 认识电位分析相关的仪器	酸度计的基本构造					
	电位滴定仪的基本构造					
子任务3 认识电极	电极的种类					
	对离子选择性电极进行评价					
	选择合适的仪器和电极测定可口可乐等有颜色液体的 pH					
	对所选的电极进行预处理					
学会的技能						

相关知识

一、电化学分析概述

电化学分析是仪器分析的重要组成部分之一。它是根据溶液中物质的电化学性质及其变化规律,建立在以电极电位、电流、电导、电量等电学量与被测物质的某些量(如电解质溶液的化学组成、浓度、氧化态与还原态的比率等)之间的计量关系的基础之上,对组分进行定性和定量分析的仪器分析方法。

根据测量参数的不同,电化学分析法主要可分为电位分析法、库仑分析法、极谱分析法、电导分析法及电解分析法等。本教材重点介绍电位分析法。

这些电化学分析方法尽管在测量原理、测量对象及方式上都有很大差别,但它们都是在电化学电池中进行的。

1. 电化学电池

电化学分析法的基础是在电化学池中所发生的电化学反应。电化学电池是化学能和电能进行互相转化的电化学反应器,分为原电池和电解池两类。

原电池能自发地将本身的化学能转化为电能,而电解池则需要外部电源供给电能,然后将电能转变为化学能。电位分析法是在原电池中进行的,库仑分析、极谱分析和电解分析法是在电解池中完成的。

化学电池的基本构造：两个电极，分别浸入适当的电解质溶液中，用金属导线从外部将两个电极连接起来，同时使两个电解质溶液接触，构成电流通路。电子通过外电路导线从一个电极流到另一个电极，在溶液中带正负电荷的离子从一个区域移动到另一个区域以输送电荷，最后在金属-溶液界面处发生电极反应，即离子从电极上取得电子或将电子交给电极，发生氧化-还原反应。图 1-1(a) 是电解池示意图，图 1-1(b) 是原电池示意图。

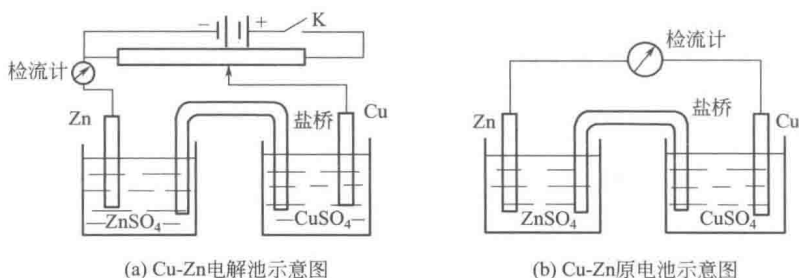


图 1-1 电化学装置示意图

2. 电位分析法的定义及分类

将一支电极电位与被测物质的活(浓)度有关的电极(称**指示电极**)和另一支电位已知且保持恒定的电极(称**参比电极**)插入待测溶液中组成一个化学电池，在零电流的条件下，通过测定电池电动势进而求得溶液中待测组分含量的方法。

目前电位分析法主要分为直接电位法和电位滴定法。

(1) **直接电位法** 直接电位法是通过测量电池电动势(图 1-2)来确定指示电极的电位，然后根据 Nernst 方程由所测得的电极电位值计算出被测物质的含量。常用于溶液 pH 和一些离子浓度的测定。可用于许多阴离子、阳离子、有机物离子的测定，尤其是一些其他方法较难测定的碱金属、碱土金属离子、一价阴离子及气体的测定。因为测定的是离子的活度，所以可以用于化学平衡、动力学、电化学理论的研究及热力学常数的测定。

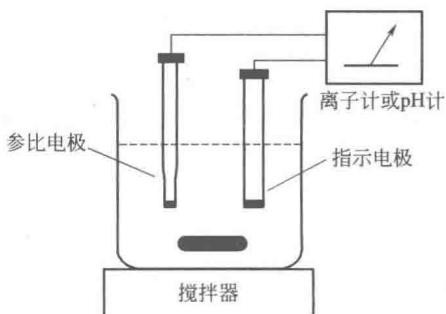


图 1-2 直接电位法测定装置示意

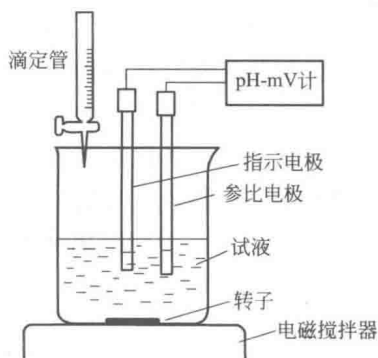


图 1-3 电位滴定法装置示意

(2) **电位滴定法** 电位滴定法的装置如图 1-3 所示。电位滴定法与直接电位法的不同在于：它是以测量滴定过程中指示电极的电极电位(或电池电动势)的变化为基础的一类滴定分析方法。滴定过程中，随着滴定剂的加入和化学反应的发生，待测离子或与之有关的离子活度(浓度)发生变化，则指示电极的电极电位(或电池电动势)也随着发生变化，在化学计量点附近，电位(或电动势)发生突跃，由此确定滴定的终点，不是由观察指示剂颜色的