

仪器分析新技术

吕静 主编

yiqifengxixinjishu

黑龙江人民出版社

仪器分析新技术

吕 静 主编

黑龙江人民出版社

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析新技术/吕静主编. —哈尔滨:黑龙江人民出版社,2007.7

ISBN 978 - 7 - 207 - 07433 - 1

I. 仪... II. 吕... III. 仪器分析 IV. 0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 112364 号

责任编辑:刘海滨

装帧设计:李 梅

仪器分析新技术

Yiqi Fenxi Xinjishu

吕 静 主编

出版发行 黑龙江人民出版社

通讯地址 哈尔滨市南岗区宣庆小区 1 号楼

网 址 www. longpress. com E - mail hljrmcbs @ yeah. net

印 刷 哈尔滨市石桥印务有限公司

开 本 787 × 1092 毫米 1/16 印张 17

字 数 380 000

版 次 2007 年 7 月第 1 版 2007 年 7 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978 - 7 - 207 - 07432 - 1/TH · 2

定价: 28.00 元

(如发现本书有印制质量问题,印刷厂负责调换)

《仪器分析新技术》编委会

主 编 吕 静

副主编 张天慧 李兰英 杨淑坤 殷爱琴

编 委 李春梅 倪唯唯 于国华 王庆茹

郑 园 杨广慧 陈丹娜

本书编写具体情况

作者	作者工作单位	所编章节与内容
吕 静	黑龙江省计量检定测试院	第十章 PS4.0 微机极谱溶出仪的研制
		第十一章 极谱溶出分析仪软件设计的 VB 控件使用方法
		第十二章 微机极谱溶出仪零部件设计图纸
张天慧	齐齐哈尔市疾病预防控制中心	第一章 极谱溶出分析概述
		第二章 极谱分析
		第三章 溶出分析
		第四章 重复测量、循环伏安法和谱图处理
		第三十一章 内标法定性定量
李兰英	黑龙江省讷河市疾病预防控制中心	第六章 用靶值文件标准文件定性定量
		第二十一章 食品中甲醛的极谱分析
		第二十二章 酒锰测定
		第二十八章 色谱工作站
杨淑坤	黑龙江省克山县疾病预防控制中心	第二十四章 酒铅分析方法
		第二十五章 流动注射分析
		第二十六章 流动注射分析测定生物和环境样品中氟化物
殷爱琴	哈尔滨市南岗区疾病预防控制中心	第二十章 食品中糖精钠的分析方法
		第二十三章 水铅测量
		第二十九章 色谱信号采样
		第三十章 谱图处理
		第三十二章 外标法定性定量
		第三十八章 高效液相色谱
李春梅	黑龙江省富裕县疾病预防控制中心	第十六章 食品和生物样品的预处理
		第十七章 化学试剂中的铅铜测定
		第十八章 食品中铜铅镉分析方法
		第十九章 溶出分析测量化妆品铅
于国华	黑龙江省富裕县医院	第七章 血铅临床检测指南
		第八章 血铅分析方法
王庆茹	黑龙江省克东县疾病预防控制中心	第十四章 络合物吸附催化波及其在水质和食品分析中的应用
郑 园	黑龙江省泰来县疾病预防控制中心	第十五章 平行催化波及其在水质和食品分析中的应用
		第三十三章 归一化法计算组分含量
杨广慧	黑龙江省齐齐哈尔市卫生监督所	第五章 食用合成色素的测量(工作曲线法)
		第十三章 氢催化波及其在水质和食品分析中的应用
倪唯唯	黑龙江省齐齐哈尔市疾病预防控制中心	第九章 尿铅测量
		第三十五章 样品文件报告
		第三十六章 生物电分析化学
		第三十七章 有机极谱分析在医药和生物样品分析中的应用
陈丹娜	黑龙江省齐齐哈尔市疾病预防控制中心	第二十七章 微量碘分析方法
		第三十四章 标准曲线法计算组分含量

内 容 提 要

本书分为三十八章,详细介绍了极谱分析,溶出分析,流动注射分析和色谱分析方面的新技术和新方法,详细介绍了微机技术和软件设计方面的最新进展。应用于食品、水质和生物样品中的成分分析,具有重要的指导作用。内容包括极谱分析概述、PS4.0 微机极谱仪和极谱分析法、平行测量和谱图处理、编辑工作曲线法、工作曲线法、标准加入法、标准组分表定性定量(单点多标准样定性定量)、内标法、测量性能实验数据和性能实验数据处理、溶出分析测量血铅、尿铅测定(标准加入法定量,溶出分析测量)、食品铅测定(标准加入法定量,溶出分析测量)、水铅测定(标准加入法定量,溶出分析测量)、极谱分析的样品处理、PS4.0 微机极谱仪软件变量定义、PS4.0 微机极谱仪软件模块子程序选、VB 控件程序集、制作 PS4.0 微机极谱仪发行光盘、催化波。CWS3.0 色谱工作站方面的内容,包括概述、安装、方法文件、采样、谱图处理、内标法定性定量、外标法定性定量、归一化法计算组分含量、标准曲线法计算组分含量、样品文件报告、。包括极谱分析在有机物分析中的应用。本书介绍了微机极谱溶出仪的设计的关键技术和软件编程方法,是极其宝贵的技术文件。

本书可作从事仪器分析工作的指导用书,也可作为各级检验机构从事相关工作的同志学习参考用书和培训教材。

作 者

2007 年 3 月 8 日

前 言

本书分为三十八章,详细介绍了极谱分析,溶出分析,流动注射分析和色谱分析方面的新技术和新方法,详细介绍了微机技术和软件设计方面的最新进展。应用于食品、水质和生物样品中的成分分析,具有重要的指导作用。

随着仪器检测技术的迅速发展,许多检测项目原来是常规化学分析,现在改用了仪器分析。而仪器分析的自动化和微机化是目前分析仪器的发展方向。P S 系列微机极谱仪,溶出分析仪,铅测定仪是对微型计算机的软件和硬件进行扩充,使其具有极谱扫描和极谱信号数据处理功能。

极谱学自 1920 年创立以来,历经了许多发展阶段。极谱分析因其检测限低、准确度高和分析速度快而广泛应用于各个检测部门。溶出分析是极谱分析的改进技术,用于微量样品中痕量组分的定性及定量分析,满足了人们在痕量组分分析方面的需要。

分析化学家在本专业所追求的就是分析仪器和分析方法的更低的检测限,如果突破了旧方法的检测限,其价值等同于创造一项人类认识物质世界的水平的记录,这种追求就是分析化学家盼望达到的一种境界和能力。给检测工件带来的好处就是可以使用更少的样品。PS4.0 溶出分析仪研制成功的最大性能指标就是突破旧方式的检测限。这些成就来源于分析化学工作者在仪器设计,软件设计和电化学研究等方面的辛勤工作。

本书中的全部谱图和实验数据由作者亲自实验获得,均属原始实验数据,由作者实验提供的大量谱图全部是原始谱图,不是示意图,这些谱图指导血铅测量、相关微量元素分析和微量有机成分分析具有重大价值。

本书以理论和实践相结合的方法系统地介绍微量仪器分析技术,也介绍了其它微量元素分析方法。概括微机极谱分析和溶出分析和色谱技术的主要理论成果,突出先进性和实用性,比较全面地介绍了微机极谱仪的基本原理、仪器结构和故障排除,并将近年来探索和研制的新方法进行汇编。本书编写力求实用,可作从事仪器分析工作的同仁学习检测技术的指导用书,也可作为各级检验机构从事相关工作的同志学习参考用书。

作 者

2007 年 3 月 8 日

目 录

第一章 极谱溶出分析概述	(1)
第二章 极谱分析	(9)
第三章 溶出分析	(16)
第四章 重复测量、循环伏安法和谱图处理	(21)
第五章 食用合成色素的测量(工作曲线法)	(23)
第六章 用靶值文件标准文件定性定量	(28)
第七章 血铅临床检测指南	(29)
第八章 血铅分析方法	(36)
第九章 尿铅测量	(50)
第十章 PS4.0 微机极谱溶出仪的研制	(57)
第十一章 极谱溶出分析仪软件设计的 VB 控件使用方法	(80)
第十二章 微机极谱溶出仪零部件设计图纸	(110)
第十三章 氢催化波及其在水质和食品分析中的应用	(134)
第十四章 络合物吸附催化波及其在水质和食品分析中的应用	(147)
第十五章 平行催化波及其在水质和食品分析中的应用	(167)
第十六章 食品和生物样品的预处理	(185)
第十七章 化学试剂中的铅铜测定	(191)
第十八章 食品中铜铅镉分析方法	(197)
第十九章 溶出分析测量化妆品铅	(201)
第二十章 食品中糖精钠的分析方法	(208)
第二十一章 食品中甲醛的极谱分析	(211)
第二十二章 酒锰测定	(213)
第二十三章 水铅测量	(215)
第二十四章 酒铅分析方法	(224)
第二十五章 流动注射分析	(232)
第二十六章 流动注射分析测定生物和环境样品中氟化物	(238)
第二十七章 微量碘分析方法	(241)
第二十八章 色谱工作站	(248)
第二十九章 色谱信号采样	(252)
第三十章 谱图处理	(257)
第三十一章 内标法定性定量	(263)
第三十二章 外标法定性定量	(271)
第三十三章 归一化法计算组分含量	(274)
第三十四章 标准曲线法计算组分含量	(277)
第三十五章 样品文件报告	(289)
第三十六章 生物电分析化学	(292)
第三十七章 有机极谱分析在医药和生物样品分析中的应用	(295)
第三十八章 高效液相色谱	(300)

第一章 极谱溶出分析概述

1922 年捷克科学家海洛夫斯基发现电极在含有还原性或氧化性离子或原子团的溶液中产生的电流会按等级地增加,这是分析化学中的一个重大发现。海洛夫斯基因此获得 1959 年诺贝尔化学奖。可分析元素周期表中 90%以上的元素和能在电极上得到电子或失去电子或能吸附于电极表面的离子,分子。因扫描方式不同分为三个里程碑:恒电位慢扫描极谱法(检测限 10^{-5}mol/L),单扫描极谱法(检测限 10^{-7}mol/L),脉冲极谱法(检测限 10^{-8}mol/L)。1958 年英国化学家 Bark 提出脉冲极谱法,在扫描时向电极施加脉冲,利用分时记录的方法消除产生干扰的充电电流,从而使检测限降低。在此基础上发现起来的伏安极谱分析法成为电化学分析中最重要的一种分析方法,在扫描前增加富集过程,在降低检测限。1976 年瑞典化学家 Daniel Jagnere 采用恒电位富集后记录电极电位与时间的关系曲线的方式创立了电位溶出分析。PS 系列极谱溶出仪在富集方式上设计的脉冲富集方案,其优点是保持了恒电位富集的高速富集的优点,克服了金属间化物的干扰和氢波干扰;背景扣除方法使检测限指标有了新突破。这两项技术赋予溶出分析技术新的生命。

PS4.0 微机极谱溶出分析仪主机是一个电化学式的分析仪多媒体,PS4.0 微机极谱溶出分析仪是一种采用通用微型计算机为控制系统的新型极谱溶出分析仪器,主机与微型计算机系统之间采用标准 RS232 串行接口进行通信。通过软件控制得到电化学扫描所需各种形式的极化电压,得到各种形式的自动操作的控制信号,自动采集数据、处理、显示和记录谱图文件。PS4.0 是一个高精度、多功能、自动化、智能化、汉字化的电化学分析仪器,是极谱技术发展的最新成果。该机主要由:微型计算机或笔记本电脑(WINDOWS 操作系统)、PS4.0 微机极谱溶出分析仪接口(包括电极系统)、PS4.0 微机极谱溶出分析仪软件(中英文两种版本的软件和使用说明书)、三部分组成。

1 用途

1.1 PS4.0 微机极谱溶出分析仪是通用分析仪器:应用非常广泛,不受使用行业和样品种类的限制,是由所要分析的项目决定,仅在样品处理和稀释度上有差异。

1.2 可测量的物质:能在电极上得到电子或失去电子或能吸附于电极表面的离子,分子都能够测量。可分析元素周期表中 90 %以上的元素。能够分析的有机物:糖精、食用色素、维生素等,能够分析的元素:铅、镉、铜、锌、砷、、铁、钴、镍、锰、硒、铂、镁、铝、硅、钒、铬、镓、锗、钼等六十余种金属离子。不能直接分析的离子有铵离子、钠离子、钾离子、硫酸根离子、磷酸根离子、氟离子。

1.3 应用部门与测试项目:

表 1.3 应用部门表

应用部门	测试项目
疾病预防控制中心理化分析室	食品分析,水分析,化妆品分析,生物样品分析
环境监测站理化分析室	食品分析,水分析,土壤分析,大气分析
产品质量监督检验所	食品分析,水分析,化妆品分析,生物样品分析
医院微量元素测量科室	血铅测定,生物样品中铁锌等微量元素分析

妇幼保健院(站) 检验科	血铅测定,生物样品中铁锌等微量元素分析
职业病防治院	生物样品中铁锌等微量元素分析,毒物分析
公安部门	毒物分析
海洋监测部门	微量元素分析
农业科研站理化分析室	微量元素分析,土壤分析
地质分析部门	微量元素分析
大学实验室和电化学分析与研究部门	微量元素分析
生物制药分析部门	微量元素分析,药物分析
饲料成分分析	微量元素分析

2 催化波

催化波是基于底液的改进来提高极谱分析灵敏度和选择性的极谱分析方法。国内外极谱分析工作者发现了许多极谱催化波,为建立极谱分析方法提供了原始性资料。金属离子与某些有机含氮或含硫化合物形成络合物,可产生灵敏度和选择性都很高的催化波。测定范围在0.00005~1.0 mg/L,共存元素干扰少,有较好的选择性。二价和三价离子均有催化波。催化反应增加的催化电流的数值要比单纯扩散电流大很多倍,有些甚至大3~4个数量级,对于痕量物质的分析具有重要意义。

3 极谱分析试剂盒

临床检验中普遍采用了试剂盒,优点是方便,有利于提高检验数据的质量,深受广大极谱分析工作者欢迎。为便于广泛应用,目前试剂盒已开始批量生产,并已商品化。极谱分析试剂盒由使用说明书、标准谱图、标识浓度值的标准试剂、底液、络合剂、缓冲液组成。开盒即用,十分方便。各种金属、非金属和许可多有机物都有商品化试剂盒。

4 特点

- 4.1 背景扣除:这一功能把溶出分析的检测限降低5倍以上。
- 4.2 脉冲富集技术:保持了恒电位富集的高速富集的优点,克服了金属间化物的干扰和氢波干扰。
- 4.3 软件:PS4.0微机极谱溶出分析仪软件是WINDOWS操作视窗的应用软件。自动对样品中的被测物质含量做定性定量分析。程序的设计过程灵活组合运用能够产生更多的新功能。
- 4.4 灵敏度高:溶出检测限<0.01 μg/L,极谱检测限<10 μg/L。测量铅和许多元素的灵敏度比火焰原子吸收法高1000倍。在性能和功能上PS4.0微机极谱溶出分析仪与火焰原子吸

元素和检测限(μg/L)	元素和检测限(μg/L)	元素和检测限(μg/L)	元素和检测限(μg/L)
砷 As:0.10	铁 Fe:0.2	铂 Pt:0.0001	钒 V:0.5
铋 Bi:0.50	汞 Hg:0.1	铼 Rh:0.0001	钨 W:0.2
镉 Cd:0.01	钼 Mo:0.05	铈 Sb:0.5	锌 Zn:0.05
钴 Co:0.05	镍 Ni:0.05	钛 Ti:0.05	
铜 Cu:0.01	铅 Pb:0.01	铀 U:0.025	

收光谱仪有互补性。

4.5 **准确度高,重现性好:**测量的变异系数小于2%。

4.6 **分析速度快:**极谱分析8秒钟测定一次谱图。

4.7 **自动化、智能化、易学易用:**微机极谱溶出分析仪软件设计不但注重窗口外表美观,更注重功能。力求使谱图数据处理自动化、智能化,尽量减少专业术语。

4.8 **功能齐全:**当您需要进行某种特殊的数据处理功能时总有可选择的方法。PS4.0既考虑到少数专家的指导性建议,又考虑到众多的极谱分析工作者的实际需要,甚至许多功能是首次接触微机极谱溶出分析的化验员提出来的,因此更具有实用性。

4.9 **使用成本极低:**极谱分析所使用试剂有铵盐,钠盐,钾盐,盐酸,硫酸,磷酸,氨水,氢氧化钠,氢氧化钾等常用的酸、碱、盐和络合剂。大部分分析方法可省去萃取分离步骤。

4.10 **PS4.0也是一个极谱分析方法查询系统:**现已提供了百余种样品的分析方法。今后将不断丰富这部分软件内容。提供部分分析方法供用户使用,食品分析方法,水质分析方法,生物样品分析方法,饲料分析方法,药物分析方法,化妆品分析方法。每年更新和扩充。

4.11 **高盐分无干扰:**如海水。

4.12 **型态分析:**如: $\text{Cr}^{6+}/\text{Cr}^{3+}$, $\text{As}^{5+}/\text{As}^{3+}$, $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 。

4.13 **金属的游离和络合物型态分析。**

4.14 **非金属和有机物分析。**

4.15 **非损伤分析。**

4.16 **多元素同时分析。**

4.17 **购置和运行费用极低。占据空间小。**

4.18 **波型:**直流、1阶导数、2阶导数和0.5次微分、1.5次微分、2.5次微分。

4.19 **扫描方式**

线性扫描极谱法	线性扫描溶出伏安法	微分脉冲极谱法	微分脉冲溶出伏安法
阶梯脉冲极谱法	阶梯脉冲溶出伏安法	经典极谱法	经典极谱溶出伏安法
循环伏安法	循环伏安溶出伏安法	重复测量	仪器性能实验视窗

4.20 **定量方法:**工作曲线法视窗,微机极谱溶出仪视窗,标准工作曲线法视窗,标准加入法视窗,内标法视窗,标准组分表定性定量法,多次标准加入法(本法是工作曲线法的特殊情况)。

4.21 **富集方式:**脉冲富集方式和恒电位富集方式。

4.22 **循环伏安法:**将三角波电位施加于工作电极上,判定电极反应的可逆性。

5 国内外标准分析方法

近年来,极谱分析方法测定食品中色素、糖精钠和铅、铜、砷、铁、硒、重金属等成分的标准工作取得了很大的进展。生活饮用水分析方法中大量采用了极谱催化波分析技术。中国疾病预防控制中心营养与食品安全所(原卫生部食品卫生监督检验所)制定了食品中色素、糖精钠测量的国家标准。原四川省卫生防疫站与中国疾病预防控制中心营养与食品安全所等单位制定了食品中铅测量的国家标准。各地的极谱分析工作者也研究了很多的分析方法。

5.1 中国标准方法

编号	标准号	标准方法
1	WS/T21-1996	血铅溶出分析方法
2	WS/T19-1996	尿铅溶出分析方法
3	WS/T33-1996	尿镉溶出分析方法
4	WS/T35-1996	尿中钒的催化极谱测定方法
5	GB/T 14962-94	食品中铬的测定方法

6	GB/T5009.33-2003	食品中亚硝酸盐测定
7	GB/T5009.35-2003	食品中食用色素测定
8	GB/T5009.28-2003	食品中糖精钠测定
9	GB/T5750-2006	催化极谱法测量水锌
10	GB/T5750-2006	催化极谱法测量水砷
11	GB/T5750-2006	催化极谱法测量水硒
12	GB/T5750-2006	催化极谱法测量水镉
13	GB/T5750-2006	催化极谱法测量水铅

5.2 ISO 标准

编号	标准号	标准方法
1	ISO 713,1054,2576	Zn,Pb,Cd
2	ISO 1389	邻苯二甲酸酐中的马来酸酐
3	ISO 3856	涂料中 Cd
4	ISO 6636	水果、蔬菜中 Zn

5.3 EPA 美国环境保护署

编号	标准号	标准方法
1	EPA 7472—ASV	测定水中 Hg
2	EPA 7063—ASV	测定水中 As
3	EPA 970.53	残余有机磷
4	EPA 7198	极谱法测定水中 Cr(VI)

5.4 英国环保署

编号	标准号	标准方法
1	HMSO	水中 Zn, Cd, Pb, Cu, V, Ni, Co, U, Al, Fe

5.5 ASTM 美国测试材料学会

编号	标准号	标准方法
1	ASTM D3557-95	水中 Cd
2	ASTM D3559-96	水中 Pb
3	ASTM D6447-99	航空涡轮机燃料中氢过氧化物数标准测试方法-伏安法分析
4	PS88-97	现场便携式电分析涂料、沉降尘埃、土壤和空气颗粒中的 Pb

5.6 DIN 德国标准

编号	标准号	标准方法
1	DIN 38 406	伏安极谱法测定 Zn, Cd, Pb, Cu, Ni,Co+Ti
2	DIN 38 413	水中 EDTA,NTA

5.7 AOAC 美国公职分析化学家学会

编号	标准号	标准方法
1	AOAC 968.16	食品中富马酸
2	AOAC 972.24	鱼中草药 Pb
3	AOAC 970.53	残留有机磷—单扫示波极谱法
4	AOAC 972.46	药中铋化合物
5	AOAC 974.13	奶中 Pb
6	AOAC 979.17	奶和果汁中 Pb
7	AOAC 974.40	药中愈创(水酚)甘油醚

5.8 LMB 瑞士食品检测标准方法

编号	标准方法
1	水中 Zn, Cd, Pb, Cu
2	果汁中 Mn
3	饮料中糖精钠
4	食品中草药金属型态

5.9 BAV 瑞士联邦兽医署

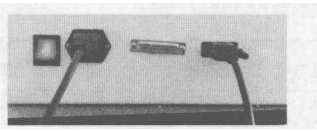
编号	标准方法
1	肉和肉制品中亚硫酸盐总量
2	肉和肉制品中草药亚硝酸盐和硝酸盐残留量

6 清单

6.1 微型计算机(用户可以自行订购)

名 称	数量
微型计算机主机(用户可以自行订购,或使用笔记本电脑)	1 台
显示器、打印机、鼠标、键盘	各 1 台

6.2 PS4.0 微机极谱溶出分析仪(清单)

代号	名 称	功能与用途	数量
201	PS4.0 微机极谱溶出分析仪主机	电极系统与控制系统	1 台
202	PS4.0 微机极谱溶出分析仪光盘软件	支持 PS4.0 微机极谱溶出分析仪工作	1 张
203	COM 通讯口线和 220V 电源线	主机与微计算机之间的通讯口联线	1 根
 图 6.2 主机后面板		开关 220V50Hz FIA 通讯口 RS232 通讯口	

6.3 极谱溶出电极备件(清单)

代号	名称	用途	数量
301	饱和氯化钾滴瓶(氯化钾试剂一瓶)	用于盛装饱和氯化溶液	1个
302	滴汞电极	极谱分析的工作电极	5个
303	232型饱和甘汞电极	用于做参比电极,提供参比电位	2个
304	微铂电极	做辅助参比电极,稳定饱和甘汞电极电位	3个
305	电解池	用于装被测量的溶液	10个
306	汞瓶架	用于支承汞瓶	1个
307	汞瓶盖(带微铂电极)	用于导出极谱电流	2个
308	汞瓶(附汞导管、滴汞电极)	用于装被滴汞电极的汞液	3个
309	0.5毫米尼龙绳	用于系紧滴汞电极与汞导管的结合部位	10根
310	限位环(套在参比电极和微铂电极上)	限制在电解池内的高度	20个
311	GC玻碳电极(直径4mm)	工作电极	1个
312	玻碳电极抛光片	用途:抛光玻碳电极	5片

6.4 工具清单(清单)

代号	名称	用途	数量
402	砂片	滴汞电极严重阻塞时切割10mm毛细管滴汞电极	1个
403	退管器	用于将汞导管从毛细管滴汞电极上缓缓退下	2个
404	洗瓶	用于测量结束后冲洗电极和电解池	1个
405	试机溶液	选择人工合成色素测试条件测量,显示2个峰	1瓶100ml

7 安装软件

在 Windows95(98)操作系统下,将 PS4.0 微机极谱溶出分析仪系统光盘软件插入光盘驱动器中,双击 PS2000 文件夹中的 INSTALL 文件,PS4 圆形彩色图标和说明书自动发送到桌面(中文版软件)。也可以从 <http://www.cdc343.com> 下载软件。

8 启动 PS4.0 微机极谱溶出分析仪系统

双击 WINDOWS 桌面的 PS4.0 圆形彩色图标立即进入 PS4.0 微机极谱溶出分析仪系统。

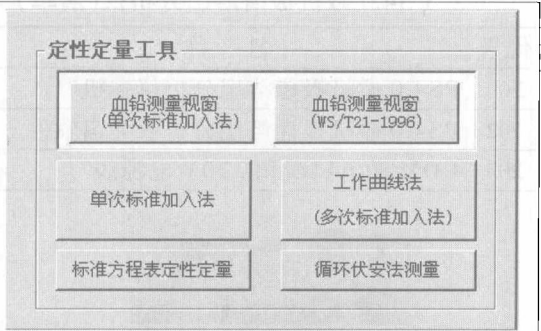
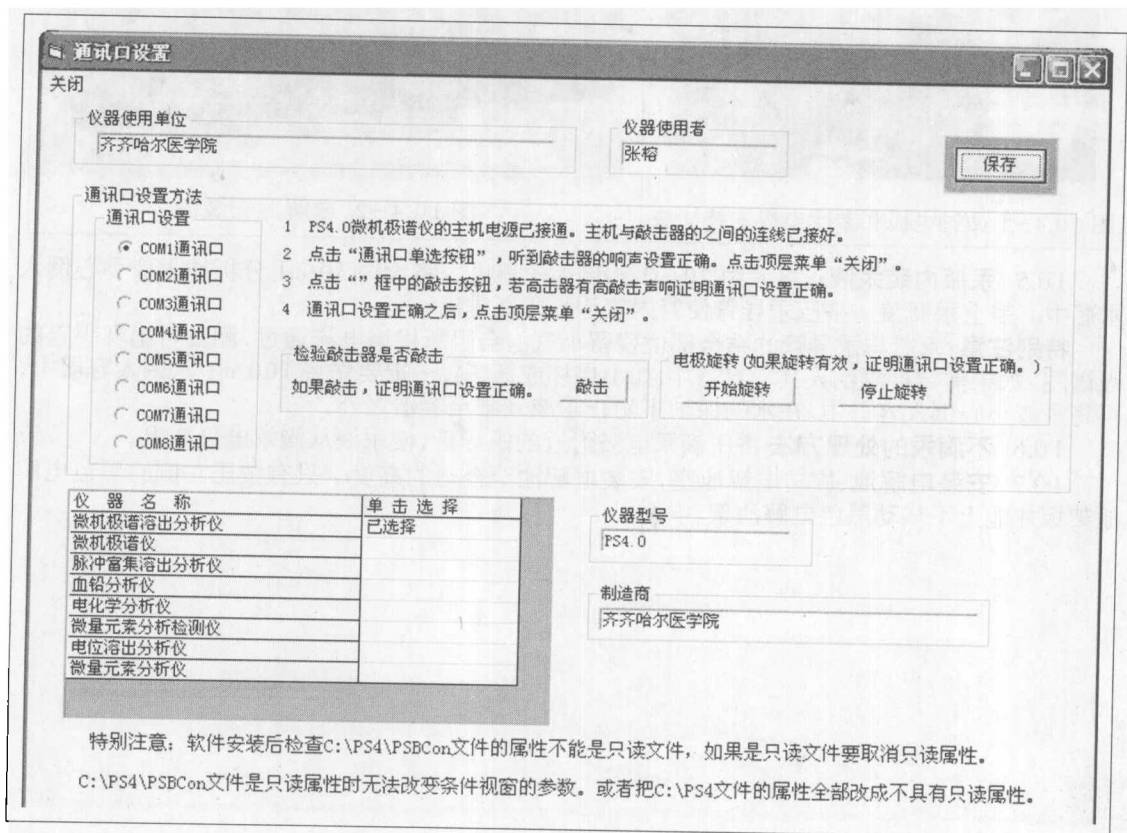


图 8 PS4.0 微机极谱溶出分析仪中文版首页

9 正常工作状态和通讯口设置

(特别注意 C:\PS4\PSBCon 文件的属性不能设置成只读属性)



10 电极系统安装

主机电源已接通。双击 WINDOWS 桌面的 PS4.0 圆形彩色图标立即进入 PS4.0 微机极谱溶出分析仪系统。如果不能正确采样或敲击,则默认通讯口的设置有不正确。点击首页顶层菜单通讯口设置出现通讯口设置视窗。点击其它 COM 通讯口单选按钮重新选择通讯口。单击【敲击】按钮听到敲击器响声说明 COM 通讯口设置正确。单击【开始旋转】按钮旋转电极旋转说明 COM 通讯口设置正确。单击【停止旋转】按钮旋转电极停止旋转说明 COM 通讯口设置正确。

10.1 立柱安装汞瓶支架:在汞瓶上安装汞导管(长度为 55 厘米),在汞导管的另一端插入滴汞电极,深度约 15mm,一定要用 $\Phi 0.5$ 毫米尼龙丝系紧汞导管与滴汞电极的联接处采用牛蹄扣的方法系紧。

10.2 安装滴汞电极:滴汞电极固定在滴汞电极架上。

10.3 安装微铂电极:将限位环安装在微铂电极上,微铂电极插入参比电极架上的微铂电极孔中,进入电解池合适的高度。图 10.1 中左侧黄插头是旋转电极的微铂电极,右侧黄插头是极谱滴汞电极的微铂电极。

10.4 使用时安装参比电极:将限位环安装在参比电极上,参比电极插入参比电极架上的参比电极孔中,进入极谱电解池至合适的高度。注意:三个电极的下平面应该用限位环限制在同一个平面上。图 1.11.1 中红插头是 232 参比电极。



图 10.4-1 微铂电极和参比电极安装插头

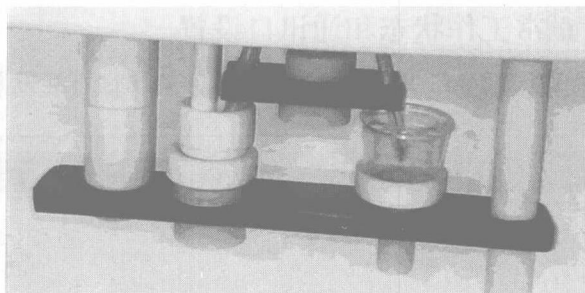


图 10.4-2 电解池安装图

10.5 汞瓶内装汞液: 将大约 20 ml 水倒入汞瓶中, 将大约 30 ml 分析纯汞液小心倒入汞瓶中。盖上汞瓶盖。挤压汞导管使管内气泡从汞瓶排出。

特别注意: 汞瓶与汞导管的结合部位残留小气泡会阻断极谱电流通过, 测量时出现平直的极谱图。如果需要把汞倒入其它容器中(如小烧杯或瓶子), 一定要先将 100 ml 水倒入容器中, 再将汞液小心倒入容器中, 在水的保护下防止汞液飞溅至容器之外。

10.6 不滴汞的处理方法: 挤压滴汞电极附近的汞导管, 使汞液从滴汞电极流出。

10.7 安装电解池: 旋转电解池座, 安装电解池至合适的高度。只有按压左侧的黑色电解池架板才能上下移动黑色电解池架。

第二章 极谱分析

1 极谱分析法基本理论

1.1 术语

定性:检测某组分的含量是否达到分析方法的检测限以上。
定量:检测某组分含量达到某一检测限以上的数值。
浓度:是指单位容积内的组分质量。
含量:是指单位容积或单位重量内的组分质量。
底液:被测物以外的成分称为底液。
单扫描极谱法:在一滴汞形成过程中的几秒内快速线性扫描(250 mV/s),获得的极谱波的分析方法。
三电极制:甘汞电极、微铂电极和滴汞电极组成三电极制,微铂电极为辅助参比电极,主要作用是让电流通过,以免电流通过甘汞参比电极而引起甘汞参比电极电位的变化,在电路中有反馈扫描电位的功能。
微机极谱法:采用微型计算机控制极谱扫描过程,显示器显示极谱图,打印机打印谱图和极谱分析数据,具有编辑、存储、计算、识别和样品自动定性定量等功能的极谱法分析法,称为微型机极谱法。

1.2 极谱分析的定义:极谱分析法是使用滴汞电极做为工作电极的电解分析方法,根据伏安曲线对电活性的物质进行定量。不同的电活性物质在不同的电位范围内产生波高,波高由浓度决定。

1.3 极谱峰电流是扩散电流:

以铅离子为例说明扩散电流。见图 1.3。

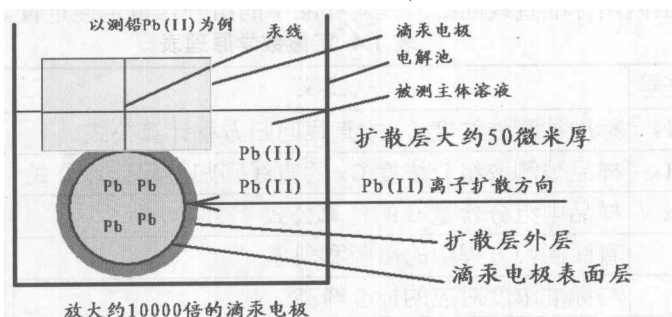


图 1.3 扩散电流图

1.3.1 铅离子是去极化剂,也称为去极剂。

1.3.2 在电极表面,扫描电位达到去极剂的分解电位时发生电解反应,其电解速度 V_e 很快,电极表面层的去极剂浓度=0,扩散层以外,去极剂浓度 > 0 ,这种现象称电极的浓差极化。

1.3.3 在滴汞小球的直径方向上,从电极表面至扩散层外,去极剂浓度从 0 增大至溶液的主