



高等学校“十三五”规划教材

仪器分析实验

王淑华 李红英 主编

YIQI FENXI SHIYAN



化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

仪器分析实验

王淑华 李红英 主编

RFID



化学工业出版社

· 北京 ·

《仪器分析实验》共五章,包括仪器分析设备及操作方法、光学分析法实验、电化学分析法实验、色谱分析法实验、综合性及设计性实验。仪器分析基础实验 42 个,综合性实验 8 个,设计性实验题目 18 个,实验之后大都附有思考题。

《仪器分析实验》可作为高等院校化学及相关专业本科生的仪器分析实验教材,亦可供各高等院校教师、实验技术人员和研究生参考使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验/王淑华,李红英主编. —北京:化学工业出版社,2019.9
高等学校“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-34723-7

I. ①仪… II. ①王…②李… III. ①仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2019) 第 121926 号

责任编辑:李 琰

装帧设计:关 飞

责任校对:王鹏飞

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:三河市航远印刷有限公司

装 订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 8½ 字数 206 千字 2019 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888

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

前言

仪器分析实验在化学、化工及相关专业教学中占有重要地位,通过实验教学,不仅可以使学生加深对各种仪器分析方法基本原理的理解,巩固课堂教学的知识,更重要的是通过实验课程学习,使学生掌握各类分析仪器的使用方法,学习正确处理实验数据和表达实验结果的方法,了解先进的分析技术,培养严格的实事求是的科学作风和解决问题的能力。

《仪器分析实验》是在总结多年实验教学实践的基础上编写而成,主要包括仪器分析设备及操作方法,光学分析法实验,电化学分析法实验,色谱分析法实验,综合性及设计性实验,共编选仪器分析基础实验42个,综合性实验8个,设计性实验题目18个。仪器分析基础实验密切配合仪器分析理论课教学,主要目的是通过实验,验证课堂上所学理论知识,加深对仪器分析基本原理的理解。综合实验一般涉及两种以上实验技术,通过此类实验训练,培养学生综合运用所学知识解决实际问题的能力。设计性实验是在学生已基本掌握了各种仪器分析方法的原理和仪器操作的基础上,依据实验题目,通过查阅文献,自己设计出实验方案,与指导教师讨论修订后实施完成,目的在于提高学生学习的主动性和学习兴趣。

《仪器分析实验》由王淑华和李红英主编,色谱分析法实验十一由孟哲编写,原子光谱法实验五及原子荧光光度计操作方法由李吉光编写,设计性实验选题由戴小军编写,文稿其余部分由王淑华和李红英编写。本教材的出版得到了宁夏“化学工程与技术”国内一流学科建设项目(项目号:CET-JX-2017B06)资助,同时得到宁夏大学“化学一流专业建设”及化学国家级实验教学示范中心(宁夏大学)的支持,谨致谢意。

由于编者水平所限,难免有不妥之处,恳请读者批评指正。

编者

2019年1月

目 录

1 仪器分析及操作方法	1
1.1 光学分析法仪器及操作方法	1
1.1.1 紫外-可见分光光度法仪器及操作方法	1
1.1.2 红外光谱法仪器及操作方法	5
1.1.3 原子吸收光谱法仪器及操作方法	7
1.1.4 原子荧光光谱法仪器及操作方法	10
1.1.5 分子荧光光谱法仪器及操作方法	12
1.1.6 核磁共振波谱法仪器及操作方法	14
1.2 色谱分析法仪器及操作方法	17
1.2.1 色谱分析法概述	17
1.2.2 气相色谱法仪器及操作方法	20
1.2.3 液相色谱法仪器及操作方法	22
1.3 电化学分析法仪器及操作方法	24
1.3.1 电位分析法仪器及操作方法	24
1.3.2 库仑分析法仪器及操作方法	29
1.3.3 循环伏安法仪器及操作方法	31
2 光学分析法实验	35
2.1 分子光谱法实验	35
实验一 邻二氮菲分光光度法测定铁的条件实验和试样中铁含量的测定	35
实验二 分光光度法测定混合液中 MnO_4^- 和 Cr^{6+} 的含量	38
实验三 过硫酸铵氧化分光光度法测定黄铜中的微量锰	39
实验四 分光光度法测定食物中的磷	41
实验五 鉴定和识别有机化合物中的电子跃迁类型	43
实验六 维生素 B_{12} 针剂的定性鉴别与定量检测	44
实验七 紫外分光光度法测定水中硝酸盐氮	46
实验八 紫外分光光度法测定络合物的化学式和稳定常数	48

实验九	紫外分光光度法测定复方新诺明的主成分	50
实验十	紫外差值光谱法测定废水中的微量酚	52
实验十一	红外光谱法测定简单有机化合物的结构	53
实验十二	红外光谱法测定苯甲酸、水杨酸、苯甲酸乙酯和未知物	54
实验十三	红外光谱法鉴定邻苯二甲酸氢钾和正丁醇	57
实验十四	荧光分析法测定水杨酸含量	58
实验十五	食品中维生素 C 的荧光分析法测定	60
实验十六	核磁共振氢谱-碳谱实验	62

2.2 原子光谱法实验 63

实验一	原子吸收分光光度法测定自来水中钙、镁的含量	63
实验二	原子吸收分光光度法测定黄酒中的铜和镉的含量	65
实验三	原子吸收分光光度法测定毛发中的 Zn	68
实验四	原子吸收分光光度法测定大米中铜、锌、铅、镉	70
实验五	氢化物发生——原子荧光光谱法测定面粉中的硒	72
实验六	原子荧光光谱法测定地表水中的微量汞	74

3 电化学分析法实验 76

实验一	电导法测定水质纯度	76
实验二	直接电位法测定废水的 pH 值	77
实验三	酸牛乳中总酸度的测定	79
实验四	氟离子选择性电极测定含氟牙膏中氟含量	80
实验五	电位滴定法测定混合碱	82
实验六	酱油中氯离子的电位滴定法测定	83
实验七	库仑滴定法测定维生素 C	85
实验八	恒电流库仑法测定微量砷	87
实验九	$K_3Fe(CN)_6/K_4Fe(CN)_6$ 的循环伏安法	88

4 色谱分析法实验 91

实验一	气相色谱法分析苯系物	91
实验二	气相色谱法测定白酒中甲醇的含量	93
实验三	白酒中乙酸乙酯的气相色谱分析	94
实验四	酒精饮料中各成分的分离和分析	96
实验五	高效液相色谱法测定甲硝唑含量	97
实验六	保健食品中番茄红素的测定	99
实验七	饮料中添加剂苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠的测定	100

实验八	液相色谱外标法测定蔬菜中维生素 C 含量	102
实验九	饮用水中 Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 及 Mg^{2+} 的测定	104
实验十	天然矿泉水中 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 的测定	106
实验十一	气相色谱-质谱联用法测定环境激素酞酸酯	108
5	综合性及设计性实验	111
5.1	综合性实验	111
实验一	石墨炉原子吸收法测定土壤中铅、镉	111
实验二	双波长 K 值求解法测定氯麻滴鼻剂中氯霉素、盐酸麻黄碱的含量	113
实验三	分子荧光法测定茶叶中的硒	115
实验四	气相色谱法测定面粉中过氧化苯甲酰(增白剂)含量	117
实验五	高效液相色谱法测定液态奶中三聚氰胺的含量	118
实验六	离子色谱法测定蔬菜中亚硝酸盐与硝酸盐含量	120
实验七	GC-MS 测定动物组织中莱克多巴胺残留量	123
实验八	LC-MS 测定饲料中沙丁胺醇、莱克多巴胺和盐酸克伦特罗的含量	125
5.2	设计性实验	127
5.2.1	实验目的	127
5.2.2	设计性实验要求	127
5.2.3	设计性实验报告要求	127
5.2.4	设计性实验题目	128
参考文献		129

仪器分析及操作方法

1.1 光学分析法仪器及操作方法

1.1.1 紫外-可见分光光度法仪器及操作方法

1.1.1.1 紫外-可见分光光度法

紫外-可见分光光度法是根据物质分子对紫外及可见光谱区光辐射的吸收特征和吸收程度进行定性、定量的分析方法,其研究对象大多在 $200 \sim 380\text{nm}$ 的近紫外光区或 $380 \sim 780\text{nm}$ 的可见光区有吸收。通常可见分光光度法主要用于定量分析,其定量依据是朗伯-比尔(Lambert-Beer)定律。紫外分光光度法除用于定量分析外,在确定有机化合物结构方面也发挥了重要作用。紫外-可见分光光度法仪器设备简单,因此被广泛用于地矿、环境、材料、临床和食品分析等领域。在化学研究中,如平衡常数的测定、配位化合物的组成测定等都离不开紫外-可见分光光度法。

1.1.1.2 紫外-可见分光光度法所用仪器及操作方法

(1) 722N 型分光光度计

① 722N 型分光光度计结构及性能 722N 型分光光度计(图 1-1)为单光束分光光度计,主要由五部分组成。

- 光源:钨卤素灯,参数为 12V 、 20W 。
- 分光系统:光栅自准式色散系统。
- 吸收池。
- 检测系统:硅光电池。
- 信号显示系统。

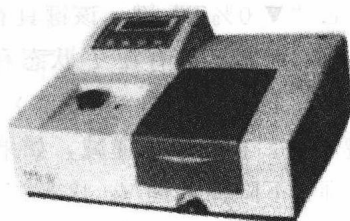


图 1-1 722N 型分光光度计外形

仪器的主要部分光路系统结构如图 1-2 所示,光源发出的连续辐射光经滤色片选择后,由聚光镜聚光后投向单色器入射狭缝,此狭缝正好在聚光镜及单色器内准直镜的焦平面上,因此进入单色器的复合光通过平面反射镜反射及准直镜准直变成平行光射向色散元件光栅,

光栅将入射的复合光通过衍射作用，采用光栅自准式色散系统和单光束结构光路，形成按照一定顺序均匀排列的连续的单色光谱，此单色光谱重新回到准直镜上，由于仪器出射狭缝设置在准直镜的焦平面上，这样，从光栅色散出来的光谱经准直镜后利用聚光原理成像在出射狭缝上，出射狭缝选出指定带宽的单色光通过聚光镜落在样品室被测样品中心，样品吸收后透射的光经光门射向光电池接收。

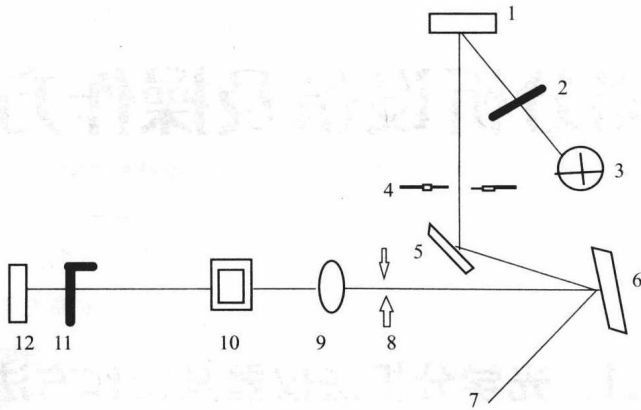


图 1-2 722N 型分光光度计光路系统结构

1—聚光镜；2—滤色片；3—钨卤素灯；4—入射狭缝；5—平面反射镜；6—准直镜；7—光栅；8—出射狭缝；9—聚光镜；10—样品架；11—光门；12—光电池

722N 型分光光度计工作波长范围为 325~1000nm；波长最大允许误差 $\leq 2\text{nm}$ ；波长重复性 $\leq 1\text{nm}$ ；光谱带宽为 $4\text{nm} \pm 0.8\text{nm}$ 。

② 722N 型分光光度计键盘及功能键 722N 型分光

光度计键盘如图 1-3 所示。

a. “T/A/C/F” 键 按此键可转换显示模式，重复按此键显示数据在透过率 T 、吸光度 A 、浓度 c 和浓度因子 F 之间转换。

b. “Enter/Print” 键 该键具有两个功能，当处于 F 状态时，具有确认输入和修改浓度因子的功能，即确认当前的 F 值，并自动计算刷新当前的 F 值；当处于 c 状态

时，具有确认输入和修改标样浓度的功能，即确认当前的 c 值，并自动计算刷新当前的 c 值；

c. “▼ 0%T” 键 该键具有三个功能。

i. 调零 只有在 T 状态有效，打开样品室盖，按键后应显示 000.0。

ii. 下降输入键（ F 状态） 在 F 状态时有效，按该键 F 值会自动以 0.1 递减，如按住本键不放，自动以 1 递减，如果 F 值为 0，再按键会自动变为 1999，重新递减。

iii. 下降输入键（ c 状态） 在 c 状态时有效，按该键 c 值会自动以 0.1 递减，如按住本键不放，自动以 1 递减，直至 c 值为 0000。

d. “100%T/0A▲” 键 该键具有三个功能。

i. 调满度/吸光度零 只有在 T 、 A 状态有效，关闭样品室盖，按键后应显示 100.0 和 000.0。

ii. 上升输入键（ F 状态） 在 F 状态时有效，按该键 F 值会自动以 0.1 递减，如按住

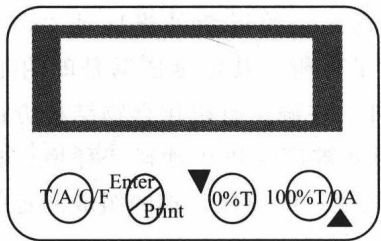


图 1-3 722N 型分光光度计键盘

本键不放，自动以 1 递减，如果 F 值为 1999，再按键会自动变为 0000，重新递增。

iii. 上升输入键 (c 状态) 在 c 状态时有效，按该键 c 值会自动以 0.1 递增，如按住本键不放，自动以 1 递增，直至 c 值为 $1999 \times A$ 。

③ 722N 型分光光度计操作步骤

a. 开机预热 接通电源，系统自检，LCD 显示窗口显示相应的产品型号后，仪器进入工作状态。此时显示窗口在默认的工作模式 T (预热时间不小于 30min)。

b. 改变波长 通过旋转波长手轮可以改变波长，并在波长观察窗的刻度选择所需的波长。

c. 放置参比溶液与待测溶液 选择测试用的比色皿，把盛放参比溶液和待测溶液的比色皿放入样品架内，通过拉杆选择样品位置。

d. 调“ $\nabla 0\%T$ ”、调“ $100\%T/0A$ ” 为保证仪器进入正确的测试状态，在改变波长和测试一段时间后可通过“ $\nabla 0\%T$ ”键和“ $100\%T/0A$ ”键对仪器调零和调满度、吸光度零。

e. 选择显示方式 本仪器有四种显示方式，可通过按“ $T/A/C/F$ ”键实现转换 (开机的初始状态为 T)。

(2) TU-1750 紫外-可见分光光度计

① TU-1750 紫外-可见分光光度计结构及性能

UV-1750 紫外-可见分光光度计 (图 1-4) 是一类高通量、双光束光度计。光源为氘灯和卤素灯，单色器采用切尼耳-特纳装置全息光栅，检测器为光电倍增管。仪器的光学系统如图 1-5 所示。

它的工作波长范围 190~1100nm；波长准确度 $\pm 0.1\text{nm}$ (D2656.1nm)， $\pm 0.3\text{nm}$ (全区域)；波长重复性为 0.1nm；光谱带宽为 0.5nm，1nm，2nm，4nm，5nm，共五挡可调；分辨率高达 0.5nm。

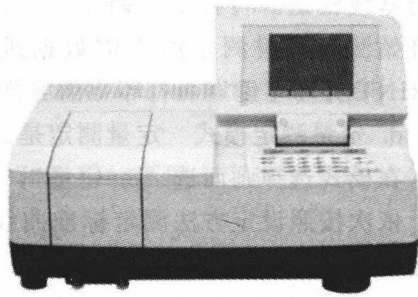


图 1-4 TU-1750 紫外-可见分光光度计

② TU-1750 紫外-可见分光光度计操作步骤 仪器的操作板面如图 1-6 所示，使用方法如下。

a. 打开仪器电源，仪器自检。

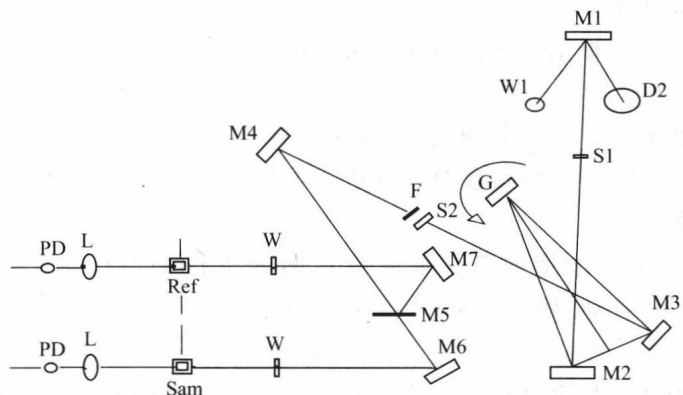


图 1-5 UV-1750 紫外-可见分光光度计光学系统

D2—氘灯；W—窗口；W1—卤素灯；M1~M7—反射镜 (M5 为半透反射镜)；F—滤光片；L—透镜；G—衍射光栅；Sam—样品池；S1—入射狭缝 (5 挡转换)；Ref—参比池；S2—出射狭缝 (5 挡转换)；PD—光电二极管

b. 光度测定 在固定波长下测量样品的吸光度或透过率。

在模式选择中选择“1. 光度”进入光度测定模式。在光度测定中按键盘的“GOTO WL 波长”键，输入测定波长。打开样品室，将装有同样空白溶剂的两个比色皿放入样品架，然后按“AUTO ZERO 调零”。取出样品光路中的比色皿，置换待测样品液，按“START/STOP 启动/停止”键进行测定，进入光度测定画面。

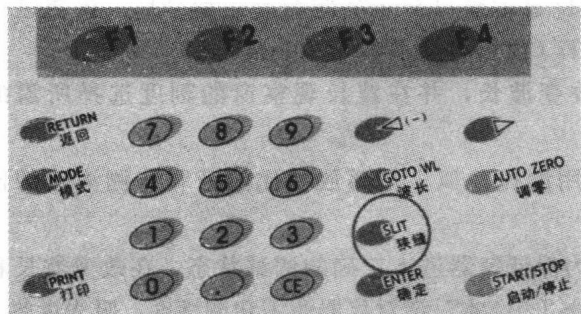


图 1-6 TU-1750 紫外-可见分光光度计操作板面

数据打印：如果连接打印机，按键盘上的“PRINT 打印”键可打印当前屏幕。

c. 光谱扫描 光谱扫描就是在扫描波长范围测量随波长变化的样品吸光度、透过率或能量谱图。在模式选择中选“2. 光谱”，进入光谱扫描模式参数设定画面。设置测量方式和波长范围等参数后，在参比侧与样品侧均放入空白样品，按“F1”

进行基线校正。将样品光路中的空白样置换为待测样品，按“START/STOP 启动/停止”键开始测定。对测定的光谱数据进行必要的数据处理和保存，如需打印只需按键盘的“PRINT 打印”键即可打印当前屏幕。

d. 定量测定模式 定量测定是以标准样品（标样）制作标准曲线而定量测定未知样品。

在模式选择画面选“3. 定量”，进入定量模式参数设定画面。根据需要设定各方法参数，依次按照设定方法测定标准曲线和未知样品。测定完毕根据需要选择是否打印和保存数据。

e. 动力学测定模式 测量酶反应过程中吸光度 A 随反应时间的变化，并可以从测定结果得出酶的活性值。

在模式选择画面选“4. 动力学”，显示动力学测量方法选择屏幕，根据需要选择不同的方法进行参数设定和测量。

f. 时间扫描模式 用于任意波长下测量吸光度 A 、透过率 T 或能量 E 随时间的变化。在模式选择画面选“5. 时间扫描”，显示时间扫描测量方法选择屏幕，根据需要选择不同的方法进行参数设定和测量。

g. 多组分定量模式 根据纯标样或多组分标样混合样品的吸收光谱，求出每个样品组分的浓度。

在模式选择画面选“6. 多组分测定”，将显示载入已存取的参数和标准样品数据屏幕。当载入参数或选择重新设定新的参数时，将进入参数配置屏幕，根据需要设定标准样品数据、扫描范围等参数。

按“F4”键进入组分浓度屏幕。放入空白溶液进行基线校正，再放入待测未知样品按“START/STOP 启动/停止”键进行未知样测定。测量完毕根据需要进行数据保存和打印。

h. 多波长测量模式 最多可指定 8 个波长，然后在这些波长处测量样品的吸光度和透过率。

在模式选择画面选“7. 多波长测定”，将显示多波长测定参数配置屏幕，根据需要设置各个参数。用空白溶液进行基线校正。将样品光路的空白溶液置换为待测样品，按“F3”

切换至测量屏幕。按“START/STOP 启动/停止”键进行样品测量。测量完毕后结果会显示在屏幕上，然后打印输出。

③ 注意事项

a. 测量完毕记得拿出样品架中的比色皿，并在样品室中放入干燥剂。

b. 仪器如果长期没有测定任务，要每月定期打开仪器电源热机半小时左右防止仪器受潮。

c. D2 灯和 WI 灯的使用寿命均为 800h，在模式选择画面按“F3”可以查看灯的使用时间，如果使用时间已经超过规定时间或者仪器出现测量结果不稳定、基线有噪声和漂移大等现象时必须更换相应的光源。

1.1.2 红外光谱法仪器及操作方法

1.1.2.1 红外光谱法

红外吸收光谱是物质的分子吸收了红外辐射后，引起分子的振动-转动能级的跃迁而形成的光谱。利用红外光谱进行定性、定量分析的方法称为红外吸收光谱法。红外吸收光谱法（也称红外光谱法）主要用于研究在振动中伴随有偶极矩变化的化合物，只有偶极矩发生变化的振动才能引起可观测的红外吸收，这种振动称为红外活性振动。偶极矩等于零的分子振动不能产生红外吸收，称为红外非活性振动。

红外辐射波长范围约 $0.78 \sim 1000 \mu\text{m}$ ，根据仪器技术和应用的不同，习惯上又将其分为三个区：

近红外区： $0.78 \sim 2.5 \mu\text{m}$ ($13300 \sim 4000 \text{cm}^{-1}$)。

中红外区： $2.5 \sim 25 \mu\text{m}$ ($4000 \sim 400 \text{cm}^{-1}$)。

远红外区： $25 \sim 1000 \mu\text{m}$ ($400 \sim 10 \text{cm}^{-1}$)。

应用最广泛的是中红外区，近年来近红外光谱的分析应用迅速崛起。红外光谱图一般以波长 λ (nm) 或波数 σ (cm^{-1}) 为横坐标，以透过率 T (%) 或吸光度 A 为纵坐标。波长与波数的换算关系为：

$$\sigma = \frac{10^4}{\lambda}$$

红外吸收带的波长位置与吸收谱带的强度反映了分子结构上的特点，可用于鉴定未知物的结构或确定其所具有的基团，吸收谱带的强度与分子组成或基团的含量有关，可用于定量分析和纯度鉴定。

红外光谱可直接测定气体、液体和固体样品，并且具有用量少、分析速度快、不破坏样品等特点，是鉴定化合物结构最有效的方法之一。

1.1.2.2 FTIR-8400S 傅里叶变换红外光谱仪结构及性能

(1) FTIR-8400S 傅里叶变换红外光谱仪的部位与性能指标

FTIR-8400S 傅里叶变换红外光谱仪（图 1-7）主要部件包括光源、迈克尔逊干涉仪、试样插入装置、检测器、计算机和记录仪等，结构如图 1-8 所示。光源发出的光被分束器分为两束，一束经反射到达动镜，另一束经透射到达定镜。两束光分别经定镜和动镜反射再回到分束器。动镜以一恒定速度 v_m 做直线运动，因而经分束器分束后的两束光形成光程差 d ，产生干涉。干涉光在分束器汇合后通过样品池，然后被检测。

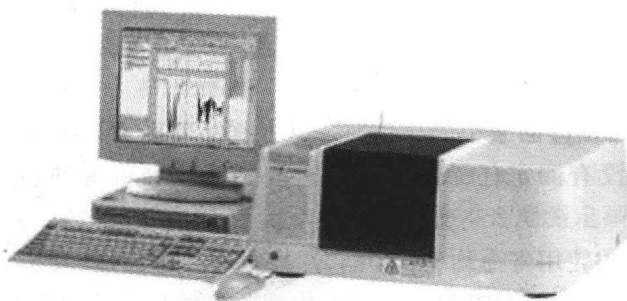


图 1-7 FTIR-8400S 傅里叶变换红外光谱仪

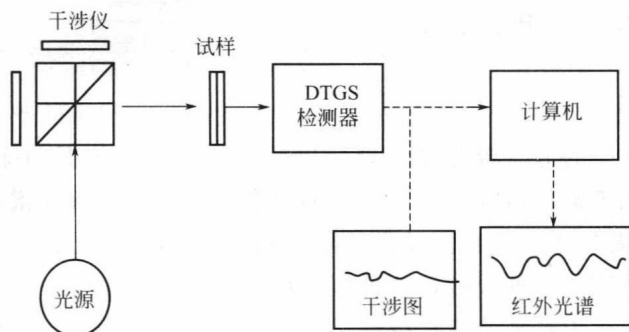


图 1-8 FTIR-8400S 傅里叶变换红外光谱仪结构框图

仪器主要性能指标：

- ① S/N 比 20000 : 1。
- ② 干涉仪 迈克尔逊型、内置动态准直功能。
- ③ 检测器 可温度调节的 DLTGS 检测器。

(2) 测量时基本操作步骤

① 准备 先打开傅里叶变换红外光谱仪，再打开计算机。当 Windows 运行以后，运行 IRsolution。选择“测量”——“初始化”命令进行光谱仪和计算机之间的联机，成功联机之后，准备进行测量。

② 设置扫描参数 可以设置扫描参数的扫描窗口包括“数据”“更多”“文件”和“高级”。

a. 数据栏-测量模式 设置测量光谱的显示方式是透过率 (T) 或吸光度 (A)，定性分析时可以选择其中一种显示方式，但是定量测定时选择吸光度比较恰当。

b. 数据栏-去卷积 去卷积功能可以影响光谱的分辨率和信噪比，分辨率越高，基线的噪声越大。在正常测量中，选择“Happ-Genzel”。在高分辨率的测量中，例如气体测量，选择更高分辨率的“Sqr-Tringle”。在超微量分析中需要更好的信噪比，因此选择“Box-Car”。

c. 数据栏-扫描次数 (1~400) 设置扫描次数，在正常测量中，一般将扫描次数设为“10”，如果光谱需要较好的信噪比，扫描次数可适当增大。

d. 数据栏-分辨率 打开下拉式菜单，设置测量中需要的分辨率。分析低浓度气体时，选择 0.85cm^{-1} 可以准确测量微小的峰。因为固体和液体没有像气体一样的峰，所以测量固

体和液体时选择 4cm^{-1} 或者 8cm^{-1} 就足够了。如果分辨率高于要求值, 测量时间增加, 信噪比降低。

e. 数据栏-范围 根据测量方法键入需要的波数范围。最小值为 400, 最大值为 4000。

③ 背景测量 FTIR-8400S 傅里叶变换红外光谱仪采用单光束光学系统, 在单光束光学系统中, 首先进行背景扫描 (BKG)。点击“BKG”按钮, 然后给出一个对话框, 给出这样的一则信息: “确认参比扫描的光束是空的”。在样品室中确认没有样品在样品架中, 然后点击“OK”, 背景测量将会开始。在屏幕的左下角的状态栏会显示测量进程, 然后当时间窗口更新时, 会显示能量光谱。

在测量过程中, 测量文件中除了“停止”以外的其他选项都突出显示。测量完成时, 活动状态恢复。

④ 测量样品 背景测量完成后, 放置样品, 点击“样品”按钮, 样品测量就可以开始了, 在屏幕的左下角的状态栏会显示测量进程, 同背景测量一样。在测量过程中, 测量文件中除了“停止”以外的其他选项都突出显示。然后当时间窗口更新时, 光谱会以选择的“透过率”表示。

⑤ 样品扫描完成时 出现光谱, 程序自动进行峰检测, 此时, 可在峰检测屏幕右侧对话框中的“噪声”“阈值”和“最小面积”录入处分别输入相应的数值, 点击“计算”按钮, 显示吸收峰检测结果。要增加或者减少检测吸收峰数目, 则改变各个参数的输入数值并点击“计算”。

⑥ 将图谱打印或者存盘。

(3) 测量注意事项

① 每星期检查干燥剂两次, 干燥剂中指示硅胶变色 (蓝色变为浅蓝色) 时, 需要更换干燥剂, 每次六包。

② 保证机房湿度控制在 $50\% \sim 70\%$ 之间, 每星期保证开机预热 2h 以上。

③ 仪器尽可能远离振动源、远离腐蚀性气体。

④ 测试期间尽量减少房间空气流动。

1.1.3 原子吸收光谱法仪器及操作方法

1.1.3.1 原子吸收光谱法

原子吸收是指呈气态的原子对由同类原子辐射出的特征谱线所具有的吸收现象。每一种元素的原子不仅可以发射一系列特征谱线, 也可以吸收与发射线波长相同的特征谱线。当光源发射的某一特征波长的光通过原子蒸气时, 即入射辐射的频率等于原子中的电子由基态跃迁到较高能态 (一般情况下指第一激发态) 所需要的能量频率时, 原子中的外层电子将选择性地吸收其同种元素所发射的特征谱线, 产生吸收光谱。特征谱线因吸收而减弱的程度称为吸光度 A , 在线性范围内与被测元素的含量成正比:

$$A = Kc$$

式中, K 为与实验条件有关的常数; c 为试样浓度。此式是原子吸收光谱法进行定量分析的理论基础。

由于原子能级是量子化的, 在所有的情况下, 原子对辐射的吸收都是有选择性的。由于各元素的原子结构和外层电子的排布不同, 元素从基态跃迁至第一激发态时吸收的能量不

同，因而各元素的共振吸收线具有不同的特征。

1.1.3.2 Z-2000 偏振塞曼原子吸收光谱仪结构及性能

(1) 仪器的组成

Z-2000 偏振塞曼原子吸收光谱仪（图 1-9）主要由光源、原子化系统、双检测器系统、安全检测系统组成。

① 光源 光源采用空心阴极灯。

② 原子化系统 原子化系统由火焰原子化系统与石墨炉原子化系统串联组成。

a. 火焰原子化系统 火焰原子化系统是由化学火焰产生的热能提供能量，使被测元素原子化。其结构如图 1-10 所示。

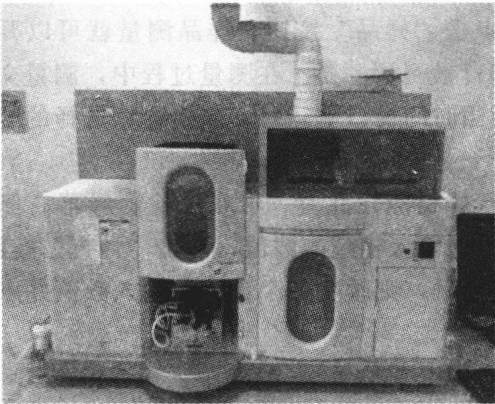


图 1-9 Z-2000 偏振塞曼原子吸收光谱仪

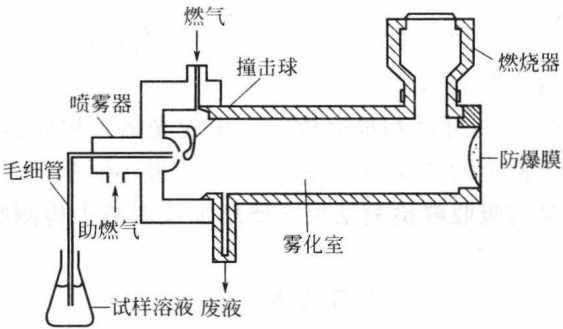


图 1-10 火焰原子化系统结构

火焰原子化系统主要由喷雾器、雾化室、燃烧器三部分组成。试样溶液在火焰原子化系统中经过喷雾、粉碎、干燥、挥发、原子化等一系列物理化学历程。

b. 石墨炉原子化系统 石墨炉原子化系统是常用的非火焰原子化系统，是用电热能提供能量以实现元素的原子化，由电源、保护气系统、石墨管炉等三部分组成，如图 1-11 所示。石墨炉原子化系统的升温程序如图 1-12 所示。原子化程序分为干燥、灰化、原子化、除残，升温过程是由微机控制的，进样后原子化过程按给予的指令程序自动进行。

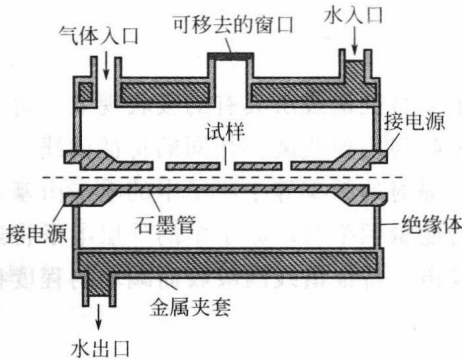


图 1-11 石墨炉原子化系统

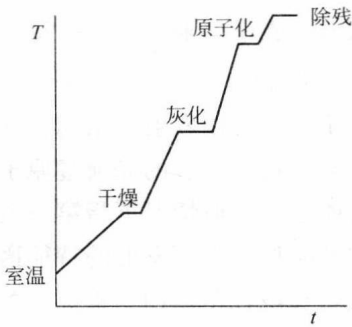


图 1-12 石墨炉原子化系统的升温程序示意图

③ 双检测器系统 偏振塞曼原子吸收光谱仪中，平行偏振成分和垂偏振成分的光，由各自的检测器在同一时间进行背景校正。塞曼（Zeeman）效应背景校正装置如图 1-13 所示。

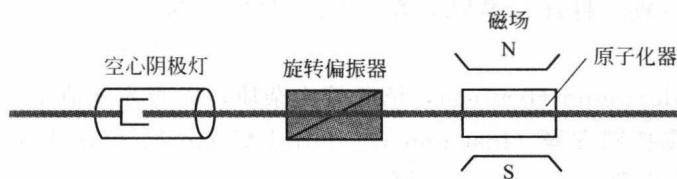


图 1-13 赛曼效应背景校正装置

使用空心阴极灯作为光源时，直流偏振塞曼法和双检测器实现了在同一波长同一时刻进行背景校正，适用全波长的 72 种元素；应用鼠标简单地选择原子化方式，无须更换原子化系统和重新设定光学系统；大型灯架可安装八个空心阴极灯，灯位设定、微调 and 灯电流选择可依待测元素的顺序全自动执行；随机进样器能够按使用者指定的位置测量，测量完成后，燃烧头清洗和火焰切断都自动进行。

④ 安全检测系统 紫外火焰监测系统；光学温度传感器错误检测系统；燃气/助燃器压力检测系统；乙炔气流速稳定性检测系统；废水液面检测和冷却水量检测系统；防回火装置系统；断电火焰安全熄灭系统；火焰开启、闭合时气体泄露检测系统；恢复供电时防止气体自开启功能； N_2O 安全切换系统。

(2) 仪器主要性能指标

- ① 波长范围 190~900nm。
- ② 基线漂移和噪声 漂移 $\leq 0.001A/min$ ，噪声 $\leq 0.001A/min$ 。
- ③ 火焰吸收灵敏度和重现性 $0.0303A/10^{-6}Cu$ ， $RSD=0.66\%$ 。
- ④ 石墨炉吸收灵敏度和重现性 $0.2334A/(20 \times 10^{-9}Cu)$ ， $RSD=1.97$ 。
- ⑤ 石墨炉分析时最低检出限 $Cd, Cr, Mn, K, Na, Zn: \leq 0.02 \times 10^{-9}$ ； $As, Ba, Ni, Sb, Pb, Cu: \leq 0.5 \times 10^{-9}$ 。

1.1.3.3 仪器基本操作步骤

(1) 石墨炉法操作步骤

① 开机步骤

- a. 检查仪器，准备空心阴极灯、石墨管。
- b. 打开电脑电源，至少 15s 后打开光谱仪主机和排风机。
- c. 启动 AAS 程序。待仪器自检通过后，设定测量条件，执行“Verify”。
- d. 执行“Set Conditions”。
- e. 供应冷却水、氩气（压力为 0.5MPa），放置样品。
- f. 检查进样针位置，清洗进样器，检查进样器管路是否有气泡。
- g. 如有必要，执行空烧，以清除上次实验残留物。
- h. 点击开始，测试自动开始。

② 关机步骤

- a. 停止冷却水、氩气的供应。
- b. 通过软件关灯，退出 AAS 程序。
- c. 关闭光谱仪和 PC 机电源，关闭排风。

③ 更换石墨管步骤

- a. 在菜单“Tools-Instrument Logs”中设置石墨管更换时间和已燃烧次数。

- b. 调节进样针位置（打开石墨炉上盖，点击“Move Nozzle”，手动调节完成，盖上石墨炉上盖）。
- c. 执行空烧（Maximum Heating），清除管内杂质，以吸光度值小于 0.008 为标准。
- d. 执行记忆光温控制方程（Instrument Control-Memorize Opt. Temp. Cont. Equation）。

(2) 火焰法操作步骤

① 开机步骤

- a. 操作与石墨炉法 a~d 步骤相一致。
- b. 供应冷却水、乙炔气、空气。乙炔压力为 0.09MPa，空气为 5bar（1bar=10⁵ Pa）。
- c. 点火，吸入纯水 5min，再吸入空白样，执行自动调零。
- d. 执行“Ready”，按软件提示测量标准样、未知样。

② 关机步骤

- a. 吸入纯水 5min，不吸样空烧 20~30s，熄火。
- b. 停止冷却水、乙炔气、空气的供应。
- c. 其余操作同石墨炉法。

③ 注意事项

- a. 空压机待总压力达到 10bar 时，再调节二次压力阀，输出压力为 5bar。空压机使用结束后，需关闭总电源开关，打开排气阀排油水。
- b. 按表 1-1 来设定每种气体的二次压力。

表 1-1 各类气体二次压力

气体类型	二次(供气)压力	气体类型	二次(供气)压力
乙炔	0.09MPa(0.9kgf/cm ² ,13psi)	氩气	0.5MPa(5kgf/cm ² ,70psi)
笑气	0.4MPa(4kgf/cm ² ,60psi)	空气	0.5MPa(5kgf/cm ² ,70psi)

注：1kgf/cm²=98.0665kPa，1psi=6894.76Pa。

- c. 循环水机设定温度为（室温±2℃），不可过高或过低。冷却水只在仪器主机处在开机状态下供应。

1.1.4 原子荧光光谱法仪器及操作方法

1.1.4.1 原子荧光光谱法

原子荧光光谱法（Atomic Fluorescence Spectrometry，AFS）是原子光谱法中的一个重要分支。它的基本原理是气态自由原子吸收特征频率的辐射后，原子的外层电子从基态或低能态跃迁至高能态，在瞬间又跃迁回基态或较低的能态。若跃迁过程以光辐射的形式发射出与所吸收的特征频率相同或不同的光，即产生原子荧光。各种元素都有其特定的原子荧光光谱，在一定条件下，原子荧光的强度与待测元素的含量呈正比：

$I_f = Kc$

式中，K 为与实验条件有关的常数；c 为试样的浓度。此式是原子荧光定量的基础。

1.1.4.2 AFS-933 型原子荧光光度计仪器结构及性能

(1) 仪器结构

AFS-933 型原子荧光光度计（图 1-14）主要由荧光光度计主机、自动进样器、数据处