

# 化 验 员 读 本

下 册

仪 器 分 析

北京化工学院 刘珍 主编

化 学 工 业 出 版 社

## 内 容 提 要

本书是一本供化验人员学习参考的普及读本。全书分上、下两册：上册“化学分析”，下册“仪器分析”。

本册共六章：第十一章电工基础知识及常用电器；第十二章电化学分析法；第十三章比色及分光光度法；第十四章原子吸收光谱分析；第十五章气相色谱法；第十六章物理常数的测定方法。书末附有供复习参考用的习题和常用电工单位的符号及换算关系表。

本书介绍了一般工厂化验室中应用较多的几种仪器分析方法。对这些分析方法的原理、操作及仪器构造，均做了简明、通俗、由浅入深的介绍。内容具体实用。本书可供化工分析工及化验员自学，也可供有关厂矿技校分析专业作教材及作化验人员的培训教材，还可供石油、冶金、地质、水电、医药卫生、食品、环境保护等部门化验员、分析工自学参考。

### 化 验 员 读 本

下 册

### 仪 器 分 析

北京化工学院 刘珍 主编

化学工业出版社出版

(北京和平里七区十六号楼)

人民交通出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

开本787×1092<sup>1</sup>/<sub>32</sub>印张10字数221千字印数1—95,110

1983年9月北京第1版1983年9月北京第1次印刷

统一书号15063·3499定价1.05元

## 前 言

分析化学是一门实践性很强的基础技术学科，它和国民经济各个部门都有密切的联系，因此化验分析工作常被称为是生产中的眼睛，科研中的尖兵。

随着我国社会主义建设事业的蓬勃发展，化验分析战线上增加了一大批新生力量。他们不仅需要在各自的岗位上掌握实际的操作技能，而且随着科研和生产水平的不断提高，也迫切需要从基础理论和现代化分析技术上迅速地得到提高，以适应四个现代化建设的需要。本书正是为了适应这一需要而编写的。

本书既考虑初参加化验工作人员所需要的基本知识和基本技能，也考虑已参加化验工作人员所需要的基本理论和现代分析技术的要求。通过本书的学习，可使化验工作人员既掌握化验分析的操作技能，又掌握一定的基本原理；既懂化学分析法的要点，又懂一般化验室中常用仪器分析的操作过程。通过实践和学习，可达到触类旁通的目的，举一反三的效果，为进一步深入学习打下初步基础。本书分上下两册出版。

上册从最基本最常用的玻璃仪器的规格和使用方法写起，继而介绍常用的台秤和分析天平，然后介绍实验室所用纯水的制备，分析时取样和制样的常识，溶液的配制和计算，重量分析和容量分析的基本操作。为了进一步提高化验人员的水平，还系统的介绍了化学分析法的基本理论，最后还介绍了化验工作中的安全与防护及化验室的管理。书末附有参考书目，复习

思考题及常用数据表。

下册首先介绍化验人员所需要的电工基础知识，目的为使用常用的电器和分析仪器打下初步基础。然后介绍目前化验室中常用的一些仪器分析方法，如比色及分光光度法，原子吸收法，电位分析法及气相色谱法。对这些方法原理，本书仅做概念性的介绍，但对操作方法和仪器的维护知识做较详尽的叙述。最后介绍有机物物性常数测定方法，以适应石油化工发展的需要。下册书末亦附有参考书目，复习思考题及常用的数据表。

本书可供初中以上文化水平从事化验工作人员的自学参考书，也可供分析短训班教学和参考用。

本书由北京化工学院化工分析教研室刘珍，黄沛成，于世林，陈美智同志编写，全书由刘珍同志主编并审阅。

由于我们的水平有限，对生产实际了解得不够全面，缺点和错误在所难免，衷心希望读者批评指正。

编 者

一九八一年十二月于北京化工学院

## 目 录

<b>第十一章 电工基础知识及常用电器</b> .....	1
<b>第一节 电工基础知识</b> .....	1
一、电的产生 .....	1
二、导体和绝缘体 .....	2
三、电流、电阻和电压 .....	3
1. 电流 .....	3
2. 电阻 .....	4
3. 电压 .....	5
4. 欧姆定律 .....	5
四、电功和电功率 .....	6
五、直流电和交流电 .....	7
六、电路和电路图 .....	9
七、串联和并联 .....	11
八、短路和保险丝 .....	13
九、变压器 .....	14
1. 铁心 .....	14
2. 绕组(线圈) .....	15
十、验电笔 .....	17
<b>十一、安全用电常识</b> .....	18
<b>第二节 量电仪表</b> .....	19
一、安培表和伏特表 .....	19
1. 简单构造 .....	19
2. 使用方法 .....	20
二、兆欧表 .....	22

三、万用表 .....	24
1. 表头 .....	24
2. 测量直流电流 .....	25
3. 测量直流电压 .....	25
4. 测量交流电压 .....	25
5. 测量电阻 .....	26
6. 使用万用表的注意事项 .....	28
四、电表符号 .....	28
第三节 电热设备 .....	31
一、电炉 .....	31
二、高温电炉 .....	34
三、电热恒温干燥箱 .....	37
四、电热恒温水浴锅 .....	42
第四节 制冷设备——电冰箱 .....	44
一、电冰箱的构造和作用原理 .....	44
1. 箱体 .....	44
2. 制冷系统 .....	44
3. 电气系统 .....	45
4. 附件 .....	48
二、电冰箱使用说明 .....	49
第五节 电动离心设备 .....	49
<b>第十二章 电化学分析法</b> .....	<b>51</b>
第一节 电化学基础知识 .....	51
一、电化学和电化学分析法 .....	51
二、原电池 .....	52
三、电极电位 .....	54
1. 电极电位产生的机理 .....	54
2. 能斯特电极电位方程式 .....	56
3. 标准电极电位 .....	57

第二节 电位法测定pH值	59
一、指示电极	59
1. 玻璃电极	59
2. 铈电极	61
二、参比电极	62
1. 甘汞电极	62
2. 银-氯化银电极	63
三、测定pH的工作电池	63
四、pH <sub>s-2</sub> 型酸度计	64
1. 简单构造原理	64
2. 测定pH的操作法	66
3. 注意事项	67
4. 标准缓冲溶液的配制	67
第三节 离子选择性电极	68
一、离子选择性电极的响应机理	69
二、离子选择性电极的类型	69
1. 玻璃电极	70
2. 固体膜电极	70
3. 液膜电极	72
4. 气敏电极	72
三、离子选择性电极的特性	73
四、离子选择性电极测定离子活(浓)度的方法	75
1. 电池电动势和离子活度之间的关系	75
2. 测定离子浓度的方法	76
第四节 电位滴定法	78
一、基本原理	78
二、电位滴定终点的确定	78
三、电位滴定中指示电极的选择	81
第五节 电导分析法	81

一、电导和电导率 .....	81
二、DDS-11型电导仪的操作法 .....	84
三、电导分析法的应用 .....	85
1. 直接电导法的应用 .....	85
2. 电导滴定法的应用 .....	86
第六节 电解分析法 .....	87
一、电解池和电解分析法 .....	87
二、分解电压和超电压 .....	89
三、普通电解分析法 .....	90
<b>第十三章 比色及分光光度法</b> .....	<b>92</b>
第一节 概述 .....	92
第二节 基本原理 .....	93
一、溶液颜色与光吸收的关系 .....	93
二、光的吸收定律 .....	96
三、吸光系数、摩尔吸光系数 .....	97
四、光吸收定律的适用范围 .....	98
第三节 目视比色法 .....	99
一、工作原理 .....	99
二、标准系列 .....	100
第四节 光电比色法 .....	101
一、工作原理 .....	101
二、光电比色计的构造 .....	101
1. 光源 .....	101
2. 滤光片 .....	101
3. 比色皿 .....	102
4. 光电池 .....	102
5. 检流计 .....	103
三、581-G型光电比色计 .....	105
1. 基本构造及工作原理 .....	105



2. 操作方法 .....	106
第五节 分光光度法 .....	107
一、分光光度法测定原理 .....	107
二、72型分光光度计 .....	108
1. 72型分光光度计工作原理 .....	108
2. 72型分光光度计的使用 .....	108
3. 注意事项 .....	110
三、72-1型分光光度计 .....	111
1. 72-1型分光光度计构造特点 .....	111
2. 72-1型分光光度计的操作法 .....	112
四、75-1型可见紫外分光光度计 .....	112
1. 75-1型分光光度计的工作原理 .....	112
2. 75-1型分光光度计的构造 .....	114
3. 75-1型分光光度计的操作法 .....	115
五、吸光度测定方法 .....	116
六、比色仪器的简易检验和维护 .....	118
1. 比色仪器检验 .....	118
2. 比色仪器的维护 .....	119
第六节 比色条件的选择和误差来源 .....	119
一、显色反应 .....	119
二、显色条件的选择 .....	120
1. 显色剂的用量 .....	120
2. 溶液酸度 .....	121
3. 显色时间 .....	122
4. 显色温度 .....	122
三、比色条件的选择 .....	123
1. 溶液最大吸收波长的选择 .....	123
2. 控制适当的吸光度数值 .....	123
四、误差来源 .....	124

1. 方法误差 .....	124
2. 仪器误差 .....	124
<b>第十四章 原子吸收光谱分析 .....</b>	<b>125</b>
<b>第一节 原子吸收光谱仪及其使用维护 .....</b>	<b>126</b>
一、空心阴极灯 .....	126
二、火焰原子化器 .....	129
1. 雾化器 .....	129
2. 雾化室 .....	129
3. 燃烧器 .....	131
4. 气源 .....	131
三、光学系统 .....	132
四、检测系统 .....	133
<b>第二节 实验技术 .....</b>	<b>134</b>
一、标准溶液的配制 .....	134
二、分析方法 .....	136
1. 标准曲线法 .....	136
2. 标准加入法 .....	137
3. 浓度直读法 .....	139
三、原子吸收分析的灵敏度和检出限 .....	139
四、提高或降低灵敏度的措施 .....	141
五、实验条件的选择 .....	141
1. 灯电流 .....	141
2. 测定谱线 .....	145
3. 光谱通带 .....	145
4. 火焰及燃烧器与光轴的距离（燃烧器高度） .....	148
六、消除干扰 .....	151
七、样品处理 .....	153
1. 溶解 .....	153
2. 灰化 .....	153

3. 分离富集 .....	154
<b>第十五章 气相色谱法 .....</b>	<b>157</b>
<b>第一节 气相色谱法简介 .....</b>	<b>157</b>
一、方法特点及应用范围 .....	157
二、气相色谱法的流程及设备 .....	159
1. 载气流速控制及测量装置 .....	160
2. 进样器和汽化室 .....	169
3. 色谱柱及柱温控制 .....	174
4. 检测器 .....	177
5. 记录仪 .....	178
6. 国产气相色谱仪简介 .....	179
三、气相色谱流出曲线的特点 .....	180
1. 色谱峰的位置 .....	181
2. 色谱峰的峰高或峰面积 .....	181
3. 色谱峰的宽窄 .....	181
<b>第二节 气相色谱固定相 .....</b>	<b>182</b>
一、气固色谱的固定相 .....	182
二、气液色谱的固定相 .....	186
1. 常用担体的性质及处理方法 .....	186
2. 常用固定液的分类及选择固定液的原则 .....	189
三、色谱柱的制备 .....	195
<b>第三节 气相色谱检测器 .....</b>	<b>198</b>
一、检测器的性能指标 .....	198
1. 灵敏度 .....	198
2. 敏感度 .....	200
3. 响应时间 .....	201
4. 线性范围 .....	201
二、热导池检测器 .....	202
1. 检测原理 .....	202

2. 热导池的结构 .....	202
3. 影响热导池灵敏度的因素 .....	205
4. 使用注意事项 .....	205
三、氢火焰离子化检测器 .....	206
1. 检测原理 .....	206
2. 检测器的结构 .....	207
3. 测量电路 .....	207
4. 影响灵敏度的因素 .....	208
5. 使用注意事项 .....	209
四、电子捕获检测器 .....	209
1. 检测原理 .....	210
2. 检测器的结构 .....	210
3. 操作条件 .....	211
五、火焰光度检测器 .....	212
1. 检测原理 .....	212
2. 检测器的结构 .....	213
3. 操作条件 .....	214
第四节 气相色谱的定性及定量方法 .....	215
一、定性分析 .....	215
1. 常用的保留值简介 .....	215
2. 常用的定性方法 .....	218
二、定量分析 .....	220
1. 峰高、峰面积定量法——检量线法 .....	220
2. 定量校正因子 .....	222
3. 定量校正因子与检测器相对响应值的关系 .....	227
4. 内标法 .....	228
5. 外标法 .....	228
6. 归一化法 .....	229
第五节 气相色谱法基本原理 .....	230

一、塔板理论 .....	231
二、速率理论 .....	232
三、操作条件的选择 .....	234
<b>第十六章 物理常数的测定方法 .....</b>	<b>240</b>
<b>第一节 比重的测定 .....</b>	<b>240</b>
一、比重计法 .....	240
1. 仪器 .....	240
2. 测定方法 .....	241
二、韦氏比重天平法 .....	243
1. 原理 .....	243
2. 仪器 .....	244
3. 测定方法 .....	245
三、比重瓶法 .....	248
<b>第二节 熔点和凝固点的测定 .....</b>	<b>250</b>
一、温度计的校正 .....	250
二、熔点的测定 .....	251
1. 仪器 .....	251
2. 测定方法 .....	252
三、凝固点的测定 .....	253
1. 仪器 .....	253
2. 测定方法 .....	254
<b>第三节 沸点和沸程的测定 .....</b>	<b>254</b>
一、沸点的测定 .....	254
1. 少量液体样品沸点的测定 .....	255
2. 毛细管法 .....	255
二、沸程（馏程）的测定 .....	256
1. 仪器 .....	257
2. 测定方法 .....	257
<b>第四节 粘度的测定 .....</b>	<b>259</b>

一、石油产品运动粘度的测定 .....	260
二、特性粘度法测定高聚物的平均分子量 .....	262
三、条件粘度的测定 .....	267
第五节 折光率（折射率）的测定 .....	269
一、仪器 .....	269
1. 望远系统 .....	269
2. 读数系统 .....	270
二、测定方法 .....	271
第六节 旋光度的测定 .....	272
第七节 分子量的测定 .....	278
一、冰点降低法 .....	278
二、蒸气压渗透法 .....	282
三、膜渗透法 .....	286
复习思考题及习题 .....	292
电工常用计量单位和符号 .....	300
参考文献 .....	301

## 第十一章 电工基础知识及常用电器

化验分析中，总要用到一般的电器和分析仪器。使用这些电器和仪器，都离不开电，因此，化验员除了要具备分析化学的基础知识外，还必须具备基本的电工知识。本章首先介绍电工基础知识和量电仪表，然后对常用电器（如电炉、烘箱、冰箱等）从一般的工作原理到维护保养作简要的介绍。

### 第一节 电工基础知识

#### 一、电的产生

电到底是什么？它是怎样产生的？

根据近代电子学说的解释，自然界的一切物质都是由许多叫做分子的微粒组成的，分子又由原子组成，而原子是由一个原子核和以很高速率在它周围旋转着的电子所组成，原子核带正电荷，电子带负电荷。电荷具有同性相斥异性相吸的特性，因此，电子与原子核相互吸引，而电子与电子之间相互排斥。在正常状态下，原子中原子核所带正电荷量与核外电子所带负电荷的总和相等，所以，原子不显示电性，故物体不带电。但若使物体中某些原子的外层电子（外层电子与原子核间吸引力较内层电子弱）失去几个，这时，正负电荷量就不相等了，正电荷多于负电荷，因而物体就带正电。相反，如果设法使物体中某些原子增加几个电子，这时由于负电荷多于正电荷，因而物体就带负电。由此可见，物体带电，实际上是构成物体的原

子中正负电荷量不相等所引起的。电是由正负电荷的分离、转移所产生的。

一个带电物体所带电荷的多少可以用电子数目来计量，不过实用上这个单位太小，所以常用“库仑”做电量的单位。1库仑电量等于 $6.25 \times 10^{18}$ 个电子电荷。

摩擦生电是很早以前被人们发觉的现象，例如我们用胶木笔杆与头发相摩擦后，胶木笔杆就能吸引微小的纸屑，这是因为头发上的某些电子转移到胶木笔杆上，从而使胶木笔杆带上了电，产生了吸力。除摩擦起电外，还可以用其它方法使物体带电。我们常用的干电池，是利用电池内的化学作用，使锌原子的正负电荷分离，结果使锌皮（负极）上带负电荷，炭棒（正极）上带正电荷。发电机则是运用电磁力来使导体中的正负电荷分离而产生电的。

## 二、导体和绝缘体

前面提到，在原子中，电子受到原子核的吸引，电子被束缚着，但是，电子一直是以高速围绕原子核旋转着的，所以也有摆脱原子核束缚的倾向。在金属物体的原子中，一部分电子受核的束缚力较弱，有可能摆脱原子核的吸引而逃离出去。在金属中自由游荡，我们称这些电子为自由电子。通常情况下，自由电子是没有一定目标地游荡着的，不会形成有规律的电流。如果我们将金属接通电源，由于电子是带负电荷的，这些电子将受到电源正极上正电荷的吸引和电源负极上负电荷的推挤。在电源的作用下电子就排成队向正极方向移动，从而形成了电流。物体中有电流通过的现象叫做导电，金属是可以导电的，导电的物体叫做“导体”。

除了金属、大地、人体、石墨以及自来水等能导电外，



酸、碱、盐类的溶液也能导电。有些物体，如橡胶、塑料、玻璃、陶瓷、胶木、云母和木材等，其原子核对核外电子束缚很紧，电子很难逃逸，因而这些物体中没有自由电子或者只有很少自由电子，难以形成电流，因此这类物体不能导电或导电能力很差。我们称这类物体为“绝缘体”。例如，电线外表的塑料或橡胶包皮，电灯开关的胶木外壳，漆包线表面的漆膜，螺丝刀的木柄等都是良好的绝缘体。人手碰到这些绝缘体不会触电。当然，导体与绝缘体的区分是相对的，不是绝对的，例如，螺丝刀的木柄，干燥时是绝缘的，受潮了绝缘作用就不好了。有些物体碰到低电压时是绝缘体，碰到高电压时就不再是绝缘体了。

### 三、电流、电阻和电压

#### 1. 电流

水在河里流动叫做水流，同样，电子在导体中流动就叫做电流，用“ $I$ ”表示。例如，把一节干电池用导线和一个小电珠连接起来（如图11-1），由于电池负极上积聚了大量电子，互相排斥，而电池正极上积聚了大量正电荷，对电子有很强的吸引力，因此，电路中的自由电子就沿着导线从电池负极向电池正极方向移动，形成电流。当电流流过小电珠时电珠发出亮光。我们称干电池为电源，称小电珠为负载，而连接电源和负载的导线叫做导线。但是，电流的方向习惯上规定由电源的正极经过负载流

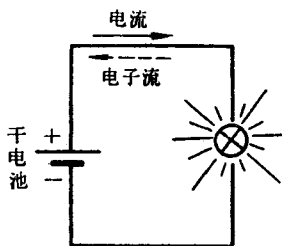


图 11-1 电流的方向