



化工技工学校试用教材

仪器分析实验

江西省化工技工学校

刘小珍 编

7-33

化学工业出版社

化工技工学校试用教材

仪 器 分 析 实 验

江西省化工技工学校

刘小珍 编

化学工业出版社

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验/刘小珍编. —北京: 化学工业出版社, 1988.6
技工学校教材
ISBN 7-5025-0032-4

I. 仪… II. 刘… III. 仪器分析-化学实验-技工学校-教材 IV. 0657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (95) 第 03152 号

化工技工学校试用教材

仪器分析实验

刘小珍 编

责任编辑: 潘小平

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

中国纺织出版社印刷厂印刷

三河市宇新装订厂装订

开本 787 毫米×1092 毫米 1/32 印张 6 $\frac{3}{4}$ 字数 147 千字

1988 年 6 月第 1 版 2003 年 7 月北京第 8 次印刷

ISBN 7-5025-0032-4/G·33

定 价: 11.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

本书是根据一九八六年四月化学工业部化工技工学校分析专业教材编审委员会审定的“仪器分析实验教学大纲”和“仪器分析实验编写大纲”，为配合化工技工学校试用教材《仪器分析》而编写的实验教材。

技工学校分析专业开设的“仪器分析”是一门以实验为主的课程，实验课在“仪器分析”教学中占有非常重要的位置，通过实验课的教学使学生具备一定的用仪器分析方法从事实际分析工作的能力，因此，本书详细的介绍了分析仪器的操作、维护保养和“实验”两方面的内容。对分析仪器的介绍，着重于目前工厂常用的分析仪器；所选定的实验内容，根据技工教育的特点，大多来自于目前工厂生产实际中典型的分析项目。教材内容的针对性较强。另外，考虑到目前各技工学校实验条件不一，所选实验内容较多，以便各校结合实际情况，按教学大纲要求自行选做。为了方便教学，实验后布置了思考题。

本书也可供其它各类技工学校分析专业参考；可作分析工人的培训教材；还可作为分析、检验人员的参考书；有些实验对大中专化学专业的学生也有一定的参考价值。

本书在化工部技工学校分析专业教材编审委员会领导下，由江西化工技工学校刘小珍编写。江西大学化学系分析化学教研室主任黄坚锋副教授主审，贵州平坝化肥厂技工学校张智顺、陕西西安市化工技工学校熊开元、山东淄博化工

技工学校于乃臣、江苏无锡市化工技工学校范巧明等同志对本书进行了审议。

编写过程中，曾得到化工部教育司任保有、化工出版社任惠敏、江西化工学校陈志超等同志的热情支持与帮助；许多工厂的科技、分析人员为本书的编写提供了有关资料，在此一并表示衷心地感谢！

限于编者的水平，书中的错误在所难免，恳切希望读者批评指正。

编者

内 容 提 要

本书是根据一九八六年四月化学工业部化工技工学校分析专业教材编审委员会审定的“仪器分析实验教学大纲”和“仪器分析实验编写大纲”，为配合化工技工学校试用教材《仪器分析》而编写的实验教材。

内容包括常用分析仪器的操作技术、维护保养知识以及常用仪器分析实验 25 个。对分析仪器的介绍，着重于目前工厂常用的分析仪器；所选定的实验内容，根据技工教育的特点，大多来自于目前工厂生产实际中典型的分析项目。

本书也可作分析工人的培训教材；可供其它各类技工学校有关专业师生及厂矿化验人员参考；有部分实验对大中专化学专业学生也有一定的参考价值。

目 录

第一章 电位分析法	1
第一节 电位分析法中常用仪器的操作技术与维护保养知识	2
一、PHS-2 型酸度计	2
二、PXS-201 型离子活度计	9
三、25 型酸度计	13
四、常用离子选择电极的用途、结构、 使用维护及注意事项	21
第二节 电位分析法实验	27
实验一 水的 pH 值的测定	27
实验二 氟离子选择电极测定水中氟含量	31
实验三 电位滴定法测定废水中氯化物的含量	38
实验四 电位滴定法测定醋酸的含量	42
实验五 电位滴定法测定绿矾的含量	46
第二章 电导分析法	49
第一节 电导分析法中常用仪器的操作技术与维护保养知识	49
一、DDS-11 A 型电导率仪	49
二、DD-10 型微量 CO、CO ₂ 自动分析器	54
第二节 电导分析法实验	71
实验六 电导法分析水质的纯度	71
实验七 蔗糖中灰分的测定	75
实验八 合成氨精炼气中微量 CO、CO ₂ 含量的测定	77
第三章 气相色谱分析法	80
第一节 气相色谱分析法中常用仪器的操作技术 与维护保养知识	81

一、102 G 型气相色谱仪	81
二、SP-2305 E 型气相色谱仪	95
三、高压气瓶	108
第二节 气相色谱分析法实验	112
实验九 填充柱的制备	112
实验十 气相色谱仪的启动、调试	116
一、气路系统的检漏、载气流速的测量与校正	116
二、控温单元的启动与调试	120
三、热导检测器的调试和进样练习	124
四、氢火焰离子化检测器的调试和进样练习	130
实验十一 乙醇中少量水分的测定	135
实验十二 半水煤气的色谱分析	138
实验十三 苯、甲苯、乙苯混合物的分析	142
实验十四 氯苯中杂质含量的测定	145
实验十五 桉叶油中微量黄樟油素的测定	149
实验十六 氯乙烯单体中有机杂质含量的测定	153
实验十七 车间空气中氯乙烯含量的测定	157
第四章 比色分析和分光光度法	161
第一节 比色分析中常用仪器的操作技术与维护保养知识	162
一、比色管	162
二、72 型分光光度计	162
三、721 型分光光度计	170
第二节 比色分析和分光光度法实验	180
实验十八 工业盐酸中铁的测定(目视比色法)	180
实验十九 波长读数的校正	181
实验二十 锅炉给水中铁的测定(邻菲罗啉法)	184
实验二十一 尿素中铁含量的测定(磷基水杨酸法)	188
实验二十二 锅炉给水中磷酸盐的测定	190
一、磷钼钼黄法	190

二、磷钼蓝比色法	193
实验二十三 混合液中重铬酸钾和高锰酸钾的测定	195
实验二十四 合金钢中微量铜的萃取比色分析	199
附录	203
表一 实验报告	203
表二 原子量表 (1979 年)	205
表三 常用化合物式量表	206

第一章 电位分析法

电位分析法是测定原电池两个电极间的电位差（即原电池的电动势），进行分析测定的方法。它包括直接电位法和电位滴定法（间接电位法）。

直接电位法是根据测得电位的数值来确定被测离子的活度。

因为单个电极电位的绝对值无法直接测量，只能测量其相对电位，所以在电位分析中，由一个指示电极和另一个参比电极与试液组成电池，用一个高输入阻抗的毫伏计（或 pH 计）测量其电池电动势，然后由已知电极的电位计算被测定电极的电位，从而就可算出欲测离子的活度（或浓度）。

应用最多的直接电位法是测定溶液的 pH 值。近年来由于离子选择电极的迅速发展，大大扩展了直接电位法的运用范围，使某些阳离子和阴离子的测定象测量 pH 值一样简单快速。

测定离子活（浓）度的方法常有标准曲线法和标准加入法。

电位滴定法是向试液中滴加能与待测物质进行化学反应的一定浓度的试剂，并在滴定过程中监测指示电极的电位变化，根据反应达到等当点时指示电极的电位“突跃”来确定滴定终点。因此，电位滴定法实质上就是容量分析。采用电位法确定的终点，其准确度与一般容量分析法相同。它还可以用于有色溶液、浑浊溶液和无合适指示剂的滴定中。由于

终点以电信号来指示，故易于实现自动化分析。

第一节 电位分析法中常用仪器的 操作技术与维护保养知识

一、PHS-2型酸度计

PHS-2型酸度计是测量水溶液酸碱度（即 pH 值）的一种测量仪器。仪器除了测量酸碱度之外也可测量电极电位，使用寿命长而且方便。

PHS-2型酸度计是由转换放大器和指示电极（玻璃电极）、参比电极（甘汞电极）组成。

（一）仪器主要性能指标

1. 测量范围 pH 值：0~14；电位：-1400 mV（毫伏）~+1400 mV。

2. 最小分度 pH 值：0.02 pH 单位；电位：2 mV。

3. 精度 pH 值： $\pm 0.02/3$ pH 单位；电位： ± 2 mV/200 mV。

4. 仪器读数重现性 pH 值：0.01 pH 单位；电位：1 mV。

5. 仪器使用环境条件

（1）环境温度：0~40℃；

（2）环境湿度： $\leq 85\%$ ；

（3）电源电压：220 V（伏） $\pm 10\%$ ；频率：50~60 Hz（赫兹）。

6. 被测溶液温度范围 0~60℃。

7. 仪器输入阻抗 $> 10^{12} \Omega$ （欧姆）。

8. 耗电量 2 W（瓦）。

(二) 仪器面板结构

仪器面板结构如图 1-1 所示。

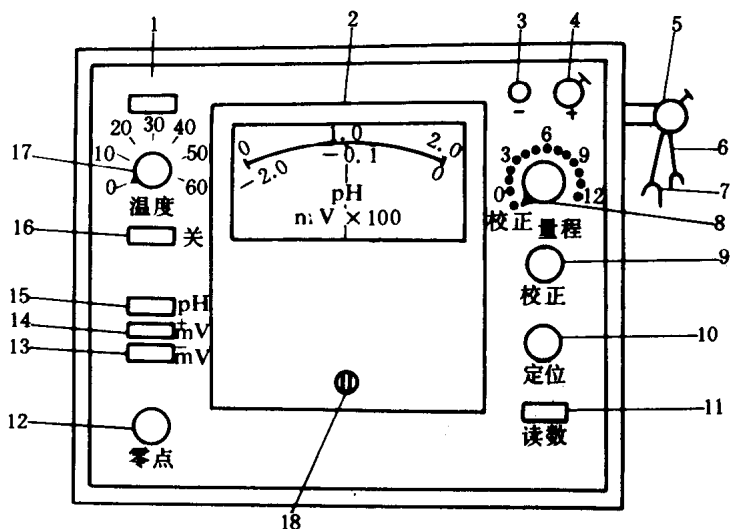


图 1-1 PHS-2 型酸度计面板结构

1—指示灯；2—读数电表；3—甘汞电极接线柱；4—玻璃电极插孔；5—电极夹
固紧螺钉；6—玻璃电极夹；7—甘汞电极夹；8—量程选择及校正开关；9—校正
旋钮；10—定位旋钮；11—读数开关；12—零点调节旋钮；13— $-mV$ 按键；
14— $+mV$ 按键；15—pH 按键；16—电源开关按键；17—温度补偿旋钮；
18—电表调零螺丝

(三) 仪器的使用方法

1. 测量溶液的 pH 值的操作

(1) 检查读数电表 2 的指针是否指在“1.0”处，若不是，则应调节电表上的零点调节螺丝 18 使指针指在“1.0”处。

(2) 按下电源开关按键 16 (注意: 按下时, 电源被断开), 插上电源插头, 注意接好地线。

(3) 将玻璃电极插头全部插入玻璃电极插孔 4 中, 并用插孔上的螺丝钉紧固, 将电极夹在玻璃电极夹 6 中。

将甘汞电极夹在甘汞电极夹 7 中, 下端应比玻璃电极下端低约 1 ~ 2 cm (厘米), 将电极导线紧固在甘汞电极接线柱 3 上。

(4) 按下 pH 按键 15, 此时电源开关按键 16 弹起, 电源接通, 指示灯 1 亮, 一般短时间测量, 只需预热数分钟即可, 如果要保持仪表零点稳定, 必须预热半小时或一小时以上。

(5) 将标准缓冲溶液注入烧杯中, 将电极浸入, 并轻轻摇动烧杯数次。

(6) 用温度计测量溶液的温度, 然后将温度补偿旋钮 17 旋至溶液的温度值。

(7) 将量程选择及校正开关 8 拨至“6”位置, 调节零点调节旋钮 12, 使指针指在 pH 为“1.0”的刻度线上。

(8) 将量程选择及校正开关 8 拨至“校正”位置, 调节校正旋钮 9, 使指针指在满度 (即 pH 为“2.0”、或 mV 为“0”) 的刻度线上。

(9) 重复 (7)、(8) 的操作, 每次调节应保持指针稳定半分钟后, 再进行下一步的调节。

(10) 根据缓冲溶液 pH 值的大小, 将量程选择及校正开关 8 拨至适当位置。例如缓冲溶液的 $\text{pH} = 6.88$, 则量程选择及校正开关 8 拨至“6”档; 若 $\text{pH} = 9.22$, 则应拨至“8”档上。

(11) 按下读数开关 11, 调节定位调节旋钮 10 使指针指

在标准缓冲溶液 pH 值的数值（即量程选择及校正开关 8 所示数值加上电表读数值）。放开读数开关 11。至此完成校正工作，不得再转动定位调节旋钮 10，否则应重新进行校正工作。

(12) 如果待测溶液与标准缓冲溶液的温度相同，测量的操作如下：

升上电极取出装标准溶液的烧杯，用蒸馏水冲洗电极，并用滤纸吸干，再用待测溶液洗涤电极。然后将电极浸入到待测溶液中，轻摇烧杯数次。按下读数开关 11，调节量程选择及校正开关 8，使电表指针停在刻度线范围内。如果指针摆出刻度线左端，则应减小量程选择及校正开关 8 的示值；如果指针摆出刻度线的右端，则应增大量程选择及校正开关 8 的示值。待指针稳定后，读出电表上的读数，然后放开读数开关 11。电表读数（假设为 1.32）加上量程选择及校正开关 8 的示值（假设为 8），即为待测溶液的 pH 值（9.32）。

(13) 如果待测溶液与标准缓冲溶液的温度不同，测量的操作如下：

升上电极取出装标准溶液的烧杯，用蒸馏水冲洗电极，并用滤纸吸干，再用待测溶液洗涤电极。

测量待测溶液的温度。将温度补偿旋钮 17 调至试液的温度值。

将量程选择及校正开关 8 拨至“校正”位置，调节校正旋钮 9 至指针指在满度（pH 为“2.0”）处，然后将量程选择及校正开关 8 拨至适当的位置，按下读数开关 11，读出电表指针指示值，然后放开读数开关 11。

(14) 测量完毕后，按下电源按键 16，切断电源。取下电极并清洗，存放好。拔出电源插头，盖好仪器。

2. 测量电动势的操作

+mV 的测量:

(1) 按仪器标志的极性接好待测电池。

(2) 按下 +mV 按键 14, 将量程选择及校正开关 8 拨至“0”位置, 检查电表指针是否指在 pH 为“1.0”处, 如有偏离, 可用零点调节旋钮 12 调好。

(3) 将量程选择及校正开关 8 拨至“校正”位置, 调节校正旋钮 9, 使指针指在满度 (pH 为“2.0”) 处, 再将量程选择及校正开关 8 拨至“0”位置。

(4) 拔出负极插头, 按下读数开关 11, 调节定位旋钮 10 使指针指在刻度左边“0”位置 (+mV 由上行刻度读数, 零点在左端)。

(5) 插入负极插头, 调节量程选择及校正开关 8, 使电表指针在刻度线范围内。待指针停稳后, 读出电表读数, 放开读数开关 11。(量程选择及校正开关 8 的示值 + 电表指针读数) $\times 100$ 即为所测电动势值。

-mV 的测量:

待测电池与仪器的接法同上述 +mV 的测量。按下 -mV 按键 13, 如上述 +mV 测量的操作, 但拔出负极插头后, 调节定位旋钮 10 使电表指针指在刻度线右端“0”位置 (-mV 在下行刻度读数, 零点在右端)。按下读数开关 11, 依法读数, 所测得结果为 -mV 值。

(四) 仪器的使用问答

问: 零点调节旋钮 12 有什么功能和作用?

答: 零点调节旋钮 12 是用来调节仪器的电气零点的, 是在仪器接通电源后, 未接上被测电池时进行调零点的装置。测量 pH 值时, 应调至电表指针指在 pH 为 1.0 的位置; 测

量 mV 值时, 应调至电表指针指在 mV 为 -1.0×100 的位置。零点调节旋钮 12 应在读数开关 11 放开时使用。

问: 量程选择及校正开关 8 有何功能和作用?

答: 量程选择及校正开关 8 共分八档。“校正”档表示接通仪器内的标准电压, 配合使用校正旋钮 9 用来校准标准电压。只有在标准电压校好后, 量程选择开关所在位置的数值才是准确的。其余七档分别为: “0”、“2”、“4”、“6”、“8”、“10”及“12”, 这些数值为仪器内所抵消的 pH 值, 或所抵消的“ $\times 100$ mV”的值。此项数值与读数电表 2 的读数之和为测量结果。

(五) 仪器的维护及注意事项

(1) 酸度计应放置于清洁、干燥的室内, 严防灰尘及腐蚀性气体侵入。所以一般不要放在化学实验室内使用。

(2) 仪器的输入端(即玻璃电极插口), 必须保持清洁, 不用时要将接续器插入, 以防灰尘及湿汽侵入。在环境湿度较高的场所使用时, 应把电极插头用干净布擦干。

(3) 仪器在按下读数开关时发现指针打针时, 应放开读数开关, 检查量程选择及校正开关位置及其它调节器是否适当, 电极头是否浸入溶液。

(4) 在使用过程中, 切不可太用力拨动旋钮或猛按开关, 以免损坏零件, 温度调节旋钮转动时更应轻轻转动, 以防止移动紧固螺丝的位置, 影响 pH 测定准确度。

(5) 当被测讯号较大, 使指针超出表头刻度时, 应转动量程选择及校正开关使指针指示在表头刻度范围内, 并需等待一分钟左右, 使指针稳定后才能读数。

(6) 测定时若发现读数经常缓慢变化时, 可以拆开底板用电吹风等工具加热读数开关, 使读数开关干燥, 但温度

不得超过 60°C 。

(7) 为了保持仪器内部干燥, 如果长时间不使用时, 每隔一段时间要通电预热一次, 以防止仪器零件因潮湿霉变或漏电, 影响仪器性能。

(六) 仪器常见故障、可能原因与排除方法

仪器常见故障、可能原因与排除方法列于表 1-1。

表 1-1 常见故障、可能原因及排除方法

常见故障	可能原因	排除方法
指示灯不亮	电源插头坏, 电源线断; 保险丝熔断; 指示灯损坏	检查断线, 更换插头; 更换保险丝; 更换指示灯
零点调不到	零点调节电位器损坏; 电桥不平衡	更换电位器; 打开酸度计的外壳, 调节零点 粗调调节器
定位时, 电表指针无法调至与缓冲	定位调节电位器损坏; 玻璃电极敏感膜球泡老化或有裂纹	更换电位器; 更换新电极;
溶液相同的数值	玻璃电极沾污; 玻璃电极不对称电位太大; 标准缓冲溶液 pH 值不正确; 酸度计漏电; 仪器作其它离子测量时定位调不到	用 $0.1\text{ mol (摩尔) / L (升)}$ HCl 溶液清洗电极球泡; 更换电极; 重新配制缓冲溶液; 用红外灯烘烤, 使酸度计干燥; 可在甘汞电极线端, 串接一个 电位计使用
电表指针不动	电表损坏; 温度调节器损坏	送厂修理或更换同类电表 更换温度调节器
电表指针颤动	仪器没有接地; 电极输入系统开路; 电极导线绝缘电阻太小; 量程开关选择不适当	接上地线; 检查电极接线是否接通, 电极是否浸入待测溶液中, 给予必要调整; 更换电极屏蔽导线; 重新选择量程开关