

实用分析仪器 操作与维护

SHIYONG FENXI YIQI
CAOZUO YU WEIHU

吴朝华 徐瑾 主 编
左银虎 俞建君 副主编



化学工业出版社

实用分析仪器操作与维护

吴朝华 徐 瑾 主编
左银虎 俞建君 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书主要介绍了常见仪器分析方法(电化学分析法、紫外-可见分光光度法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、气相色谱法、高效液相色谱法与红外吸收光谱法)的工作原理、定性定量分析方法、测试条件的选择与优化等内容,以及14种常见分析仪器的基本结构、操作方法、使用注意事项、仪器的安装与验收、仪器的检定、仪器日常维护保养、简单故障分析和排除方法等。同时以问答的形式,结合实例,精选了112个仪器分析方法开发中出现的典型问题和126个分析仪器使用中出现的典型问题,对每个问题均作了详细解答。本书不论对刚刚入门的仪器分析工作者,还是对专门从事仪器分析检测工作的企事业单位员工,以及大、中专院校分析检验专业的师生,均有一定的帮助。

本书可供企事业单位从事仪器分析操作的初、中、高级技术人员和大、中专院校分析检验专业的师生学习参考,也可作为化学检验工职业技能鉴定的培训教材。

图书在版编目(CIP)数据

实用分析仪器操作与维护/吴朝华,徐瑾主编. —北京:化学工业出版社,2015.1

ISBN 978-7-122-22140-7

I. ①实… II. ①吴… ②徐… III. ①分析仪器-操作②分析仪器-维修 IV. ①TH830.7

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第248319号

责任编辑:陈有华
责任校对:蒋宇

文字编辑:向东
装帧设计:王晓宇

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:北京永鑫印刷有限责任公司
装订:三河市宇新装订厂
850mm×1168mm 1/32 印张14 字数424千字
2015年3月北京第1版第1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:49.00元

版权所有 违者必究

前言

Foreword

仪器分析方法是现代分析测试的一种重要手段,广泛地应用于国民经济的各个领域。本书的面向对象是操作和使用分析仪器的企事业单位分析人员及分析检验专业的师生,其主旨是为他们提供一本在分析仪器实用操作技术、仪器安装与检定、维护保养和简单故障排除等方面的指导书籍。

本书在编写过程中,力求体现以下特色。

(1) 涉及的仪器类型多,涵盖面较广。针对生产和科研部门的需求,本书介绍了当前广泛使用的分析仪器,其中包括:电化学分析仪器(含酸度计、离子计、自动电位滴定仪、永停仪、微库仑分析仪、水分测定仪等)、紫外-可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子发射光谱仪(含 ICP-AES)、气相色谱仪、高效液相色谱仪、红外吸收光谱仪等。

(2) 选择介绍的仪器具有通用性、先进性和新颖性。本书在介绍每类仪器时,对该类仪器的型号和档次作了精心选择,既介绍了中小企业中使用较为普遍的通用型仪器,也介绍了新型的较高档次的仪器;既介绍了国产仪器,也介绍了部分在国内使用较为广泛的进口仪器。

(3) 内容实用,对提高仪器操作技能和熟练应用仪器分析方法解决实际问题具有指导作用。本书依据国家劳动部颁发的分析工技术等级标准和职业技能鉴定规范的要求进行编写,比较全面地介绍了 7 种典型仪器分析方法的工作原理、特点及应用范围、定性定量分析方法、测试条件的优化和选择等,同时全面介绍了 14 种常用分析仪器的工作原理、基本结构、操作方法、使用注意事项、仪器的安装与验收、仪器的检定、仪器日常维护保养、简单故障分析和排除等,强调仪器操作规范化,注重仪器的维护保养,兼顾仪器的安装与检定,同时培养日常工作中排除简单故障的实际能力。

(4) 以问答的形式解决分析工作者面临的典型分析问题。本书在编写时精选了 112 个分析方法开发中出现的典型问题和 126 个分析仪器使用中出现的典型问题，并对每个问题作了细致的解答，有利于读者迅速找到解决问题的方法。由于编者多来自企业和从事仪器分析教学一线，对所使用的分析仪器有 20 年左右的操作经验，因此所列出的问题具有很强的实用性与针对性，可以在短期内明显提高分析工作者解决实际分析问题的水平和能力。

(5) 书中概念和所引用的资料准确，符合最新标准。全书使用法定计量单位。

本书第 1、2 章由徐瑾编写，第 3、4 章由左银虎编写，第 5、7 章由吴朝华编写，第 6 章由俞建君编写；全书由吴朝华整理与统稿。

本书在编写过程中得到化学工业出版社的大力支持；许多仪器生产厂家为本书提供了参考资料；本书在编写过程中还得到了江苏省常州制药厂有限公司的顾保明、常州食品药品监督管理局的丁建、常州白蚁防治中心的王秀梅，以及常州工程职业技术学院的黄一石、丁敬敏、谢婷、贺琼、叶爱英、徐景峰、赵欢迎、李智利、黄一波等的帮助与支持；在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限，不足之处在所难免，欢迎广大读者批评指正。

编者

2014 年 10 月

目 录

CONTENTS

1 电化学分析法	001
1.1 电位分析法	001
1.1.1 方法简介	001
1.1.1.1 参比电极	001
1.1.1.2 指示电极	004
1.1.1.3 直接电位法	005
1.1.1.4 电位滴定法	009
1.1.2 仪器基本结构	013
1.1.2.1 酸度计和离子计的基本结构	013
1.1.2.2 电位滴定仪的基本结构	014
1.1.3 常用仪器型号及使用维护方法	015
1.1.3.1 常用仪器型号和特点	015
1.1.3.2 酸度计和离子计的使用和维护	019
1.1.3.3 电位滴定仪的使用和维护	030
1.1.4 仪器的检定	037
1.1.4.1 仪器示值误差的检定	037
1.1.4.2 仪器示值重复性的检定	038
1.2 库仑分析法	038
1.2.1 方法简介	038
1.2.1.1 法拉第电解定律	038
1.2.1.2 影响电流效率的因素及消除方法	039
1.2.2 方法分类	040
1.2.2.1 恒电流库仑分析法	040
1.2.2.2 控制电位库仑分析法	043
1.2.2.3 动态库仑分析法	044
1.2.3 常用仪器型号及操作方法	046
1.2.3.1 常见库仑分析仪器	046

1.2.3.2	WK-2D 型微库仑分析仪的使用与维护	048
1.2.3.3	WA-1C 型水分测定仪的使用与维护	060
1.3	分析中常见问题及解决措施	066
1.3.1	分析方法开发中常见问题及解决措施	066
1.3.2	分析仪器使用中常见问题及解决措施	076
1.3.2.1	电极常见问题及解决措施	076
1.3.2.2	酸度计(离子计)常见故障及排除方法	078
1.3.2.3	电位滴定仪常见故障及排除方法	079
1.3.2.4	库仑仪常见故障及排除方法	081

2 紫外-可见分光光度法 083

2.1	方法简介	083
2.1.1	方法分类	083
2.1.2	基本原理	083
2.1.2.1	物质对光的选择性吸收	083
2.1.2.2	定性和定量原理	085
2.1.3	分析条件的选择	086
2.1.3.1	仪器测量条件的选择	086
2.1.3.2	显色反应条件的选择	087
2.1.3.3	参比溶液的选择	088
2.1.4	定性定量方法	089
2.1.4.1	单组分定量方法	089
2.1.4.2	多组分定量方法	091
2.1.4.3	定性分析	092
2.2	仪器	093
2.2.1	分类	093
2.2.2	组成部件及功能	094
2.2.2.1	光源	094
2.2.2.2	单色器	095
2.2.2.3	吸收池	095
2.2.2.4	检测器	095
2.2.2.5	信号显示器	096
2.2.3	常用仪器型号及操作方法	096

2.2.3.1	常用仪器型号及特点	096
2.2.3.2	UV-7504C 型可见分光光度计的操作方法	098
2.2.3.3	UV-1801 型紫外-可见分光光度计的操作方法 ...	101
2.2.4	仪器的检定	111
2.2.4.1	波长最大允许误差与重复性	111
2.2.4.2	透射比最大允许误差和重复性	113
2.2.4.3	吸收池的配套性检验	113
2.2.5	日常维护保养	114
2.2.5.1	仪器的工作环境	114
2.2.5.2	仪器的保养和维护方法	114
2.3	分析中常见问题及解决措施	116
2.3.1	分析方法开发中常见问题及解决措施	116
2.3.2	分析仪器使用中常见问题及解决措施	130
2.3.2.1	紫外可见分光光度计使用过程中的常见问题	130
2.3.2.2	紫外可见分光光度计常见故障及排除方法	134
3	原子吸收光谱法	137
3.1	方法简介	137
3.1.1	原子吸收光谱的特点及应用	137
3.1.2	基本原理	138
3.1.2.1	原子吸收光谱的产生	138
3.1.2.2	原子吸收光谱的轮廓	139
3.1.2.3	原子吸收值与待测元素浓度的定量关系	140
3.1.2.4	测量条件的选择	141
3.1.2.5	干扰及消除	146
3.1.2.6	样品预处理	149
3.1.3	原子吸收光谱定量方法	152
3.1.3.1	标准曲线法	152
3.1.3.2	标准加入法	153
3.2	仪器	154
3.2.1	分类	154
3.2.2	组成部件及功能	155
3.2.2.1	光源	155

3.2.2.2	原子化器	157
3.2.2.3	分光系统	159
3.2.2.4	检测器	159
3.2.3	仪器性能检定	160
3.2.3.1	波长准确度与重复性	160
3.2.3.2	分辨力	161
3.2.3.3	基线稳定性	161
3.2.3.4	边缘能量	162
3.2.4	常用仪器型号及操作方法	163
3.2.4.1	常用仪器型号	163
3.2.4.2	火焰原子吸收分光光度计的操作方法 (以 TAS-990 型为例)	167
3.2.4.3	石墨炉原子吸收分光光度计操作方法 (以 TAS-990G 测铅为例)	172
3.2.5	日常维护保养	176
3.2.5.1	实验室条件和安全	176
3.2.5.2	日常维护保养	177
3.3	分析中常见问题及解决措施	178
3.3.1	分析方法开发中常见问题及解决措施	178
3.3.2	分析仪器使用中常见问题及解决措施	184
4	原子发射光谱法	190
4.1	方法简介	190
4.1.1	原子发射光谱法的特点及应用	190
4.1.2	基本原理	191
4.1.2.1	原子结构	191
4.1.2.2	谱线强度与试样浓度的关系	192
4.1.3	定性定量分析	192
4.1.3.1	定性分析	192
4.1.3.2	定量分析	193
4.2	仪器	194
4.2.1	分类	194
4.2.2	组成部件及功能	194

4.2.2.1	激发光源	194
4.2.2.2	分光系统	196
4.2.2.3	检测器——光电转换器件	197
4.2.3	常用仪器型号及操作方法	198
4.2.3.1	常用仪器型号及特点	198
4.2.3.2	美国热电 ARL3460 光电直读光谱仪操作方法	205
4.2.4	日常维护保养	208
4.2.4.1	直读光谱设备的日常维护	208
4.2.4.2	ICP-AES 的维护保养	209
4.3	分析中常见问题及解决措施	212
4.3.1	分析方法开发中常见问题及解决措施	212
4.3.2	分析仪器使用中常见问题及解决措施	216
5	气相色谱法	220
5.1	方法简介	220
5.1.1	方法由来及分类	220
5.1.1.1	色谱法由来	220
5.1.1.2	色谱法分类	221
5.1.2	基本原理	222
5.1.2.1	色谱分离过程	222
5.1.2.2	色谱图及常见名词术语	223
5.1.3	分析流程	226
5.1.4	适用范围与方法特点	228
5.1.5	定性分析与定量分析	228
5.1.5.1	定性分析	228
5.1.5.2	定量分析	231
5.2	仪器	235
5.2.1	组成部件及功能	235
5.2.1.1	气路系统	235
5.2.1.2	进样系统	236
5.2.1.3	分离系统	237
5.2.1.4	检测系统	239
5.2.1.5	数据处理系统	243

5.2.1.6	温度控制系统	243
5.2.2	常用仪器型号及操作方法	244
5.2.2.1	常用仪器型号及特点	244
5.2.2.2	GC9790 型气相色谱仪的操作方法	252
5.2.2.3	GC7890 型气相色谱仪的操作方法	266
5.2.3	仪器的检定	277
5.2.3.1	技术指标	277
5.2.3.2	检定条件	279
5.2.3.3	检定项目和检定方法	279
5.2.4	日常维护保养	283
5.2.4.1	气路系统的维护	284
5.2.4.2	进样系统的维护	284
5.2.4.3	分离系统的维护	285
5.2.4.4	检测系统的维护	287
5.3	分析中常见问题及解决措施	289
5.3.1	分析方法开发中常见问题及解决措施	289
5.3.2	分析仪器使用中常见问题及解决措施	305
6	高效液相色谱法	318
6.1	高效液相色谱法介绍	318
6.1.1	高效液相色谱法分析流程	318
6.1.2	高效液相色谱法的分类	318
6.1.2.1	吸附色谱	319
6.1.2.2	分配色谱	320
6.1.2.3	键合相色谱法	321
6.1.3	高效液相色谱法的定性与定量方法	324
6.1.3.1	定性方法	324
6.1.3.2	定量方法	325
6.2	高效液相色谱仪	326
6.2.1	组成部件及功能	327
6.2.1.1	高压输液系统	327
6.2.1.2	进样系统	327
6.2.1.3	分离系统	329

6.2.1.4	检测系统	330
6.2.1.5	馏分收集器	332
6.2.1.6	数据处理系统(色谱工作站)	333
6.2.2	高效液相色谱仪常用型号及使用方法	333
6.2.2.1	高效液相色谱仪常用型号	333
6.2.2.2	Agilent 1200 型高效液相色谱仪操作方法	335
6.2.3	仪器的检定	339
6.2.3.1	检定条件	339
6.2.3.2	检定项目和检定方法	339
6.2.4	高效液相色谱仪的日常维护保养	341
6.2.4.1	样品的准备	341
6.2.4.2	贮液器	341
6.2.4.3	高压输液泵	342
6.2.4.4	进样器	342
6.2.4.5	色谱柱	343
6.2.4.6	检测器	343
6.3	分析中常见问题及解决措施	344
6.3.1	分析方法开发中常见问题及解决措施	344
6.3.2	分析仪器使用中常见问题及解决措施	353
7	红外吸收光谱法	361
7.1	方法简介	361
7.1.1	基本原理	361
7.1.1.1	红外光谱的表示与分类	361
7.1.1.2	产生红外光谱的原因和条件	362
7.1.1.3	红外光谱与分子结构的关系	365
7.1.2	特点与适用范围	371
7.1.3	定性与定量方法	371
7.1.3.1	定性分析	371
7.1.3.2	定量分析	375
7.2	仪器	375
7.2.1	组成部件及功能	375
7.2.2	常用仪器型号及操作方法	378

7.2.2.1 常用仪器型号及特点	378
7.2.2.2 PE SpectrumRX I 型 FT-IR 的操作方法	380
7.2.2.3 红外光谱仪辅助设备的使用	386
7.2.3 仪器的安装与验收	391
7.2.3.1 仪器的安装条件	391
7.2.3.2 仪器的验收	392
7.2.4 日常维护保养	396
7.2.4.1 工作环境	396
7.2.4.2 日常维护和保养	396
7.2.4.3 主要部件的维护和保养	397
7.3 分析中常见问题及解决措施	398
7.3.1 分析方法开发中常见问题及解决措施	398
7.3.2 分析仪器使用中常见问题及解决措施	402
附录	406
附录 1 标准电极电位表 (25℃)	406
附录 2 石墨炉原子吸收测定的标准条件	411
附录 3 部分有机化合物在 TCD 和 FID 上的相对质量 校正因子 (基准物: 苯)	415
附录 4 常见官能团红外吸收特征频率表	425
参考文献	435

电化学分析是利用被分析物质在电化学电池中的电化学特性而建立起来的分析方法，是仪器分析的一个重要分支。它通常是使待测对象组成一个化学电池，通过测量电池的电位、电流、电导等物理量，从而实现对待测物质的分析。根据测定物理量的不同，电化学分析法又分为电位分析法（potentiometry）、库仑分析法（coulometry）、极谱分析法（polarographic analysis）、电导分析法（conductometry）及电解分析法（electroanalysis）等（本书只介绍电位分析法和电导分析法）。电化学分析法的灵敏度、选择性和准确度都很高，测定范围也广；电化学分析的仪器设备较简单，价格低廉，仪器的调试和操作都较简单。

1.1 电位分析法

以测量化学电池两电极的电位差或电位差变化为基础的化学分析方法称为电位分析法。用作电位分析的仪器称为电位分析仪。电位分析仪主要有电位差计、酸度计（pH计）、离子计（pX计）、电位滴定仪（potentiometric titrator）等。

1.1.1 方法简介

在电位分析法中，为了测定未知离子的浓度，由两个性质不同的电极与被测溶液组成工作电池，在零电流的条件下，通过测量两电极间的电位差（即所构成的原电池的电动势）来计算溶液中待测离子含量。电位分析法的定量依据是能斯特（Nernst）方程式。

1.1.1.1 参比电极

参比电极是一个辅助电极，是测量电池电动势和计算电极电位的基准，是决定指示电极电位的重要因素。作为一个理想的参比电极，除了要具备电极的电位值已知且恒定、重现性好、结构简单、容易制作和使用寿命长等特点外，还应具备以下条件：①能迅速建

立热力学平衡电位，这就要求电极反应是可逆的；②电极电位稳定，能允许仪器进行测量；③温度和浓度变化时能按照能斯特公式响应而没有滞后现象。

标准氢电极是最精确的参比电极，是参比电极的一级标准，1953年国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）建议，采用标准氢电极作为标准电极，并人为地规定标准氢电极的电极电位为零。但标准氢电极的制备和操作难度较高，电极中的铂黑易中毒而失活，因此在实际工作中采用的参比电极通常是甘汞电极和银-氯化银电极，它们的电极电位值是相对于标准氢电极测得的，称为二级标准。

（1）甘汞电极 甘汞电极由纯汞、 Hg_2Cl_2 -Hg 混合物和一定浓度的 KCl 溶液组成。其结构如图 1-1 所示。甘汞电极通过其尾端的烧结陶瓷塞或多孔玻璃与指示电极相连，这种接口具有较高的阻抗和一定的电流负载能力。在一定温度下，甘汞电极的电位取决于 KCl 溶液的浓度，当 Cl^- 活度恒定时，其电位值也恒定。表 1-1 列出了 25°C 时不同浓度 KCl 溶液下甘汞电极的电极电位值。当 KCl 溶液为饱和溶液时称为饱和甘汞电极（saturated calomel electrode, SCE），因为其 Cl^- 活度较易控制，所以是最常用的参比电极。

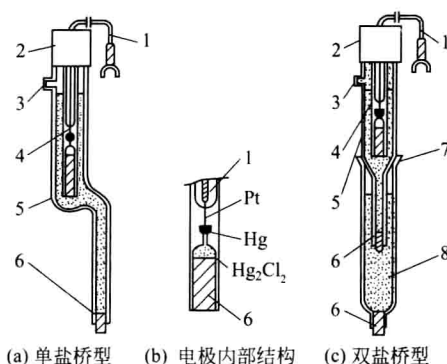


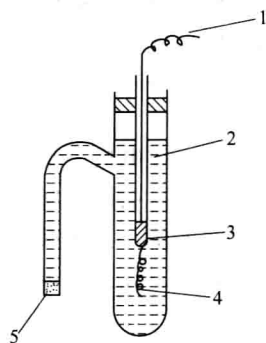
图 1-1 甘汞电极的结构示意图

1—导线；2—绝缘帽；3—加液口；4—内参比电极；5—饱和氯化钾溶液；
6—多孔性物质；7—可卸盐桥套管；8—盐桥内充液

表 1-1 不同浓度 KCl 溶液下甘汞电极的电极电位 (25℃)

名称	KCl 溶液浓度/ (mol/L)	电极电位/V
饱和甘汞电极 (SCE)	饱和溶液	0.2438
标准甘汞电极 (NCE)	1.0	0.2828
0.1mol/L 甘汞电极	0.10	0.3365

(2) 银-氯化银电极 银-氯化银电极也是一种广泛应用的参比电极,它是将表面镀有 AgCl 层的金属银丝,浸入一定浓度的 KCl 溶液所组成的,其结构如图 1-2 所示。在一定温度下银-氯化银电极的电极电位同样也取决于 KCl 溶液中 Cl^- 的活度。25℃ 时,不同浓度 KCl 溶液的银-氯化银电极的电极电位如表 1-2 所示。

**图 1-2** 银-氯化银电极结构示意图

1—导线；2—KCl 溶液；3—Hg；
4—镀 AgCl 的 Ag 丝；5—多孔性物质

银-氯化银电极常在 pH 玻璃电极和其他各种离子选择性电极中用作内参比电极。银-氯化银电

极不像甘汞电极那样有较大的温度滞后效应,在高达 275℃ 左右的温度下仍能使用,而且有足够稳定性,因此可在高温下替代甘汞电极。在非水溶液中进行滴定时,银-氯化银电极比甘汞电极要优越。虽然甘汞电极可以而且也确实被用于几乎所有类型的溶剂系统,但它在含水溶剂较多的混合物中测定的再现性为 $\pm(10\sim20)\text{mV}$,而在无水介质中则为 $\pm50\text{mV}$,并且时常需要配备特殊的盐桥。

表 1-2 不同 KCl 浓度下银-氯化银电极的电极电位 (25℃)

名称	KCl 溶液的浓度/ (mol/L)	电极电位/V
饱和银-氯化银电极	饱和溶液	0.2000
标准银-氯化银电极	1.0	0.2223
0.1mol/L 银-氯化银电极	0.10	0.2880

1.1.1.2 指示电极

(1) 第一类电极 这类电极又称活性金属电极或金属-金属离子电极。它是由能发生可逆氧化反应的金属插入含有该金属离子的溶液中构成的。例如, Ag-AgNO_3 电极、 Zn-ZnSO_4 电极等。其电极电位的变化与金属离子的活度有关, 因此这种电极不但可用于测定金属离子的活度, 而且可用于滴定过程中, 如由于沉淀或配位等反应而引起金属离子活度变化的电位滴定。组成这类电极的金属有银、铜、镉、锌、汞等。较活泼的金属如钾、钠、钙等在溶液中容易被腐蚀; 硬金属如铁、钨、镍等电势不稳定, 不宜直接用作这类电极。

(2) 第二类电极 这类电极又称金属-金属难溶盐电极。在金属电极上覆盖一层该金属的难溶盐, 并将该电极插入含有该难溶盐阴离子的溶液中, 其电极电位随所在溶液中的难溶盐阴离子活度变化而变化, 所以此类电极可用于测定金属难溶盐的阴离子, 甘汞电极和银-氯化银电极就属于这类电极。

(3) 第三类电极 金属与具有相同阴离子的两种难溶盐(或配合物)的溶液相平衡。例如银电极上覆盖 Ag_2S 并放入 Ag_2S 和 CdS 的饱和溶液中。此电极在溶液中响应 Cd^{2+} 的活度。以 EDTA 配位金属离子的第三类电极, 在电位滴定中是很有用的指示电极。这种电极的结构是把汞电极插入含有微量 Hg^{2+} -EDTA 配合物(其限量为 $1 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$) 及另一能被 EDTA 配位的金属离子 M^{n+} 的水溶液中。电极响应双离子, 可作为配位滴定的指示电极。

(4) 第四类电极 这类电极又称惰性金属电极。它是由铂、金等惰性金属(或石墨)插入含有氧化还原电对(如 $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Ce}^{4+}/\text{Ce}^{3+}$ 等)物质的溶液中构成的。这类电极的电位能指示出溶液中氧化态和还原态离子活度之比。但是, 惰性金属本身并不参与电极反应, 它仅提供了交换电子的场所。

(5) 第五类电极 这类电极为离子选择性电极等膜电极, 这类电极是以固态膜或液态膜为传感器, 对某指定离子有选择性响应, 膜电位与指定离子活度的关系符合能斯特方程。但膜电位产生的机理不同于上述各类电极, 电极上没有电子的转移, 电位的产生是离子交换和扩散的结果。最早的离子选择性电极是 pH 玻璃电极, 后