

第5版  
The Fifth Edition

下册

# 化验员读本 仪器分析

于世林 杜振霞 编著



化学工业出版社

下册

# 化验员读本 仪器分析

于世林 杜振霞 编著

第5版

The Fifth Edition



化学工业出版社

·北京·

《化验员读本》分为上下两册，上册“化学分析”，下册“仪器分析”。

本册（下册“仪器分析”）共十一章，主要介绍用于无机物分析的电化学分析法、原子发射光谱法、原子吸收和原子荧光光谱法、可见光吸收光谱法，以及用于有机物分析的紫外吸收光谱法、红外吸收光谱法、气相色谱法、高效液相色谱法、核磁共振波谱法和质谱法。这些方法可用于样品的成分分析和结构分析，是化验员必须掌握的仪器分析方法。每一种方法都详细介绍了方法原理、仪器构成、测定条件的选择、定性和定量分析方法、实验技术及测定实例等。

本次修订仍遵循《化验员读本》各版的编写原则与编写风格，结合近年化验室仪器装备更新、化验员知识素质提高的现状，在内容选材上保持与时俱进，注重科学性、先进性、实用性和标准化。本版新增原子发射光谱法、核磁共振波谱法和质谱法三章，删去了物理常数测定方法一章，其它各章均根据技术现状有不同程度的更新，同时增加了测定实例和习题数量。

本书主要作为化验员的培训教材与自修读本，也可作为相关院校工业分析与检验专业的教材，同时可供有关部门分析检验人员在工作中参考和使用。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

化验员读本. 下册, 仪器分析/于世林, 杜振霞编  
著. —5 版. —北京: 化学工业出版社, 2017. 7 (2017. 11 重印)  
ISBN 978-7-122-29661-0

I. ①化… II. ①于…②杜… III. ①化验员-基本知识  
②仪器分析-基本知识 IV. ①TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 100729 号

责任编辑: 傅聪智 任惠敏  
责任校对: 吴 静

文字编辑: 陈 雨 孙凤英  
装帧设计: 刘丽华

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: 三河市延风印装有限公司  
装 订: 三河市宇新装订厂  
850mm×1168mm 1/32 印张 21 字数 660 千字  
2017 年 11 月北京第 5 版第 2 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

本书从2004年第四版面世以来,承蒙广大读者对本书的厚爱 and 关注,使其总发行量已超过100万册,它为从事分析、检测的化验员提供了掌握分析化学、仪器分析基本理论和专业实验技能的有用工具,也增强了化验员在实践工作中的质量管理和质量保证的信念,本书为不断提高我国在分析、测试领域的专业水平做出了微薄的贡献。

鉴于当代分析、检测技术的快速发展,尤其在仪器分析领域新方法、新技术的不断涌现,促使作者对本书(下册)仪器分析部分重新进行了修订。

在本次修订中,仪器分析部分增加了第三章原子发射光谱法、第十章核磁共振波谱法、第十一章质谱法。重写了第一章仪器分析方法概述。在第四章原子吸收光谱法中,增强了原子荧光光谱法。在第九章高效液相色谱法中,增加了超高效液相色谱简介。重新撰写、充实了第五章可见光吸收光谱法、第六章紫外吸收光谱法、第八章气相色谱法和第九章高效液相色谱法。由于篇幅所限本次修订删除了高效液相色谱法中的离子(交换)色谱法和体积排阻色谱法,以及物理常数测定方法。

本书十一章内容,阐述了当代使用仪器分析方法进行成分分析和有机结构分析的最基本、最核心的内容,各章阐述了每种分析方法的基本原理、分析仪器的组成、定性和定量分析方法、关键的实验技术和实验方法及测定实例。每章后附有学习要求和复习题。

面对分析测试技术发生的巨大变化,作者希望进入仪器分析领域的新一代化验员不仅要学习仪器分析方法的基本原理,还要掌握仪器分析的实验技能,使自己具有坚实的专业知识基础,利于今后的提高和深造,并且当面对日益复杂的分析、检测工作时,能够从容面对挑战,有效地完成实际的分析任务。

本次修订仍遵循各版的编写原则,在第四版的前言中已作详述,此处不再重复。

本书第十章、第十一章由杜振霞撰写;其余各章由于世林撰写。

本书汇总后，由责任编辑审理出版，责任编辑对文稿的文字处理做了大量组织工作，也对文稿内容提出中肯的修改意见，在此表示衷心的感谢。

由于作者水平所限，对不足之处欢迎广大读者提出宝贵意见。

于世林 杜振霞

2017年3月于北京化工大学

## 第一版前言

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，还系统地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，以便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。最后介绍物理常数测定方法。下册书末亦附有参考书目，复习思考题及常用的数据表。

本书可作为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工业分析教研室周心如（第一、二、四章和第五章部分），黄沛成（第三、十一、十二章和第九章部分），刘珍（第五章部分和第六、七、八、十三章）、朱雪贞（第九章部分和第十章）、陈美智（第十四章）、于世林（第十五、十六章）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

1981年12月于北京化工学院

## 第二版前言

本书第一版自 1983 年出版以来已 10 余年，广大读者对本书的热情关注与支持实在令我们感动。

在当前正值改革开放的大好形势下，科技腾飞日进万里，市场经济迅速发展，为适应经济发展的要求，增强竞争意识提高产品质量，必然要加强化验分析工作。为此我们对本书第一版进行修订。修订工作是在第一版的基础上进行的，调整更新的主要内容如下：

一、全面贯彻国务院发布的《关于在我国统一实行法定计量单位的命令》及《中华人民共和国法定计量单位》。废止当量、克当量、毫克当量等名词，代之以物质的量的概念，并引用物质的量的规则和以基本单元作为滴定分析计算的依据，使计算既有规可循又能规范化，并且还可以利用以前分析数据和资料。

二、保留符合初学者所需的和符合初学者认识规律的基础分析方法和三基要求（基本原理、基本知识、基本操作）。并将所涉及的基准溶液和标准溶液的配制、浓度的计算及分析结果的计算都根据法定计量单位的要求进行了修订，重新计算数据。为巩固三基要求和提高运用法定计量单位进行计算的熟练程度，每章后都附有学习要求和复习题。

三、增设了“化验室建设”一章。化验分析工作历来被称为科研中的尖兵，生产中的眼睛。为使初参加化工分析战线上的新生力量，对化验分析实验室的建设和所要求的技术条件，通风设备和合理的布局等基础知识有一定了解，对各类药品、仪器等的科学管理，以及对化验分析实验室的防火防爆和防毒等的安全知识有一定程度的了解和掌握，我们改编增设了这一章。

四、删除目前不再生产的测试仪器和作为实例的分析规程，选用目前广泛应用于科研单位、高等院校和生产部门的测试方法。并且尽量选用国产测试仪器及国家标准（G. B）和部颁标准（H. G）中的分析规程为例。

五、补充科研实验所需的超纯水的制备方法、毛细管色谱法及生产



部门广泛应用的电位分析法和气相色谱分析法测定微量水分含量的分析方法，用离子选择电极分析法测定微量氟或某些微量阴离子的含量。增加在化验分析前对复杂物质中的干扰离子进行分离的基础知识。

第二版修订工作由北京化工学院有关同志担任：周心如（第一、二、四、十章、第五章与第十章部分）、黄沛成（第三、十一、十二章、第五及第十章部分）、刘珍（第六、七、八、九、十三章、第五章部分）、陈美智（第十四章）、于世林（第十五、十六章）。全书由刘珍同志主编，由刘珍和黄沛成同志审阅。承蒙本书责任编辑同志对书的结构与内容提出许多宝贵的建议，在此表示衷心的感谢。

由于我们的水平有限，缺点和不足之处在所难免，欢迎广大读者提出宝贵意见。

编者

1993年6月北京化工学院

## 第三版前言

本书第一版(1983年)和第二版(1994年)发行以来,受到广大读者的关注和好评,在培养基层分析工作者,使之获得必要的分析化学专业技能方面,发挥了一定的积极作用。

在21世纪即将到来之际,我国国民经济高速发展,产品质量已成为企业生存与发展的关键,其中产品的质量监控是质量管理的主要手段及发展商品市场的重要因素之一,因此分析监测技术正在不断更新。在新形势下,每个分析工作者在掌握化学分析基础知识的基础上,进一步拓宽仪器分析的专业知识,掌握现代分析仪器的使用方法,是不断提高业务素质和技术水平的必由之路。为了对基层分析工作者提供切实的帮助,在化学工业出版社领导和本书责任编辑的大力支持下,编者对本书进行了第三版的修订工作。本次修订在保持第一版、第二版主要特点的基础上,对部分章节进行了调整更新,适当增加了新的章节。

在上册中增加了电子天平的使用方法;分析实验室用水国标规定的检验方法、高纯水的各种制备方法;更新了溶液浓度表示方法、引入按国标规定的标准溶液的配制和标定方法;加强了偶然误差理论的介绍、格鲁布斯法检验分析结果和回归分析法在标准曲线上的应用;增加了柱色谱和薄层色谱分离方法介绍。

下册删去了“电工基础知识”一章,增加了红外吸收光谱法、高效液相色谱法两章;在电化学分析部分增加了库仑分析法、阳极溶出伏安法和电位溶出法;在光度分析法部分增加了对紫外分光光度法原理、仪器、定性定量方法的介绍;在原子吸收光谱法部分增加了石墨炉原子化器、最佳实验操作条件、干扰及消除方法的介绍;在气相色谱法部分加强了对毛细管色谱法和范第姆特方程式的介绍;在物理常数测定方法部分增加了闪点与燃点的测定方法。在全书最后增加的“分析化学展望”一章简述了分析方法及分析仪器的发展趋势,利于读者对分析化学全貌及未来发展的综合了解。

本次修订工作遵循以下原则:

① 针对初学者的特点和循序渐进的学习规律，各章阐述由浅入深，从感性认识深化到理性认识，以使读者易于掌握各章的重点和难点。

② 全书各章节内容安排保持科学性、系统性和一定的深广度，使读者既能掌握基础内容又明了进一步深造的方向。

③ 全书注重对基本原理、基本知识和基本技能的介绍。各章均以对基本概念、仪器构成、定性和定量分析方法、操作条件选择的介绍为主，并对测定实例作了简明扼要的介绍，提出各章的学习要求并配备了复习题。

④ 针对生产和科研部门的需求，本次修订增强了对现在广泛使用的仪器分析方法（紫外和红外吸收光谱法、原子吸收光谱法、气相色谱法和高效液相色谱法）的介绍。

主编刘珍同志负责本次修订的组织工作，在刘珍同志编写的第六、七、八、九、十三章第二版原稿的基础上，下列同志分担了本次修订工作。

周心如：第一、二、四、九、十、十三章及第五章第一、二节。

黄沛成：第三、六、七、八、十一、十二章及第五章第三、四、五、六节。

于世林：第十四、十五、十六、十七、十八、十九章。

本书上册由黄沛成，下册由于世林分别负责统稿、整理工作。本书责任编辑在为本次修订工作的总体规划、编写大纲、提供参考资料等方面给予了大力协助，并提出不少宝贵意见，在此表示衷心感谢。

由于编者水平所限，本次修订工作仍有不足之处，欢迎广大读者提出宝贵意见。

编者

1998年2月于北京化工大学

## 第四版前言

本书自1983年面世以来，这已是第三次修订再版，20多年来承蒙广大读者对本书的厚爱与关注，使其总发行量达近百万册，在提高化验员的分析化学基本理论和专业实验技能，增强质量管理和质量保证意识方面，发挥了一定的积极促进作用。

进入21世纪后，我国国民经济的高速发展，尤其在加入世界贸易组织之后，面临世界经济全球化的新局面，我国工、农业产品质量的全面提升，在世界贸易中的比重日益增加，生产高质量的产品，进一步提高我国的声誉，已成为产业部门的共识。面对国际贸易中不公平的单方制裁，更表明产品质量已成为企业生存与发展的关键，对产品的质量监控已成为评价企业信誉的标志。

当前分析检测技术已发生了重大变化，传统的手工或化学分析操作方法已逐渐让位给快速的、操作简便的仪器分析方法。新一代的化验员应在掌握基础化学分析知识的基础上，努力学习常用的仪器分析方法，以适应生产技术已发生的巨大变化。为适应新形势、并对基层分析工作者提供切实、有效的帮助，在化学工业出版社领导和本书责任编辑的大力鼓舞和支持下，编者对本书进行了第三次的修订。本次修订在第三版的基础上，调整、更新并增加了新的章节。

本书上册删除了双盘摇摆天平，精简了离子交换法制无离子水，增加了膜分离制纯水；在酸、碱滴定法中引入质子理论，比较系统地介绍了酸、碱度的计算和缓冲溶液的概念；加强了四大平衡理论，以提高化验员必须掌握的基本理论和基础知识；密切结合当前生产实际，精心选择各种分析方法的实例；在分离、富集方法中增加了膜分离、固相萃取和固相微萃取技术的介绍；在化验室建设中，加强了分析测试的质量管理和质量保证的阐述。

本书下册电化学分析介绍了新型仪器和应用实例；光度分析中增加了双波长和导数分光光度法；红外吸收光谱法中增加了傅里叶变换红外吸收光谱仪简介，加强了红外吸收谱图解析方法和实例的介绍；在原子

吸收光谱法中增加了原子荧光光谱法；在气相色谱法中增加了热离子化和光离子化检测器，保留时间锁定技术，增强对毛细管气相色谱原理、进样方法以及程序升温技术的阐述；在高效液相色谱法中增加了对流动相特性参数、选择流动相的一般原则、改善分离选择性的方法介绍及梯度洗脱技术。

本次修订仍遵循第三版的编写原则：

(1) 针对初学者的特点和循序渐进的学习规律，各章阐述由浅入深，从感性认识深化到理性认识，以使读者易于掌握各章的重点和难点。

(2) 全书各章节内容安排保持科学性、系统性和一定的深、广度，使读者既能掌握基础内容又明确进一步深造的方向。

(3) 全书注重对基本原理、基本知识和基本技能的介绍。各章均以对基本概念、仪器构成、定性和定量分析方法、操作条件选择的介绍为主，并对测定实例作了简明扼要的介绍，提出各章的学习要求并配备了复习题。

(4) 为使初学者切实掌握仪器分析的实验技能，在仪器分析各章都突出了实验技术的介绍，以利于初学者提高实际操作的能力。

本书主编刘珍同志对本次修订原则予以肯定。在刘珍同志编写的第六、七、八、九、十三章的基础上，几位执笔人分担本次修订工作。

周心如：第一、二、四、九、十、十三章及第五章第一、二节。

黄沛成：第三、六、七、八、十一、十二及第五章第三、四、五、六、七、八节。

于世林：第十四、十五、十六、十七、十八、十九章。

全书经汇总后，由责任编辑审理出版。

本书在第四版修订中，责任编辑在策划编写大纲，文稿文字处理方面，做了大量组织工作，对文稿提出了中肯的修改意见，在此编者表示衷心感谢。

由于编者水平所限，对不足之处欢迎广大读者提出宝贵意见。

编者

2003年10月于北京化工大学

# 目 录

第一章 仪器分析方法概述 .....	1
一、当代分析化学面临的任务 .....	1
二、当代分析化学方法的分类 .....	2
三、现代分析仪器的分类 .....	4
四、分析仪器的发展趋向 .....	9
五、分析工作者的责任和培养 .....	14
第二章 电化学分析法 .....	16
第一节 电化学基础知识 .....	16
一、电化学电池 .....	16
(一) 原电池 .....	16
(二) 电解池 .....	17
二、电极电位与能斯特方程式 .....	18
三、标准电极电位 .....	18
第二节 各种测量用电极 .....	19
一、参比电极 .....	20
二、指示电极 .....	21
三、离子选择性电极 .....	24
第三节 电位分析法及其应用 .....	28
一、电位分析法测定溶液的 pH 值 .....	28
二、电位分析法测定离子活度 .....	34
三、电位滴定法 .....	37
四、死停终点法 .....	41
第四节 库仑分析法 .....	42
一、基本原理 .....	42
二、控制电位库仑分析法 .....	45
三、恒电流库仑分析法 .....	45
四、动态库仑分析法 .....	48
第五节 溶出伏安法 .....	51
一、方法原理 .....	51
二、实验装置 .....	52

三、影响溶出峰的因素	53
四、应用实例——阳极溶出伏安法在有色轻金属分析中的应用	55
第六节 商品仪器简介	55
学习要求	57
复习题	57
<b>第三章 原子发射光谱法</b>	60
第一节 基本原理	60
一、光谱的产生	60
二、原子发射光谱	63
第二节 原子发射光谱仪	65
一、光源	65
二、分光系统	75
三、检测系统	80
四、数据处理系统	84
五、原子发射光谱仪的类型	85
六、原子发射光谱仪的分析性能参数	90
第三节 定性分析和定量分析	91
一、定性分析	91
二、半定量分析	93
三、定量分析	94
第四节 原子发射光谱的实验技术	97
一、固体试样专用进样装置和技术	97
二、氩气源及其使用	100
三、ICP 光谱分析中操作参数的正确选择	102
第五节 原子发射光谱分析中的干扰效应及其校正	105
一、光谱干扰	105
二、非光谱干扰	107
三、基体效应	109
第六节 原子发射光谱分析的应用	109
一、火花光源原子发射光谱仪测定碳素钢和中低合金钢中的多种元素含量	110
二、电感耦合等离子体发射光谱仪测定钛白粉中 14 种微量元素	112
三、辉光放电原子发射光谱仪对金属板材表面镀层的深度分析	114
学习要求	115
复习题	116

第四章 原子吸收光谱法与原子荧光光谱法 .....	117
第一节 原子吸收光谱法基本原理 .....	117
一、方法原理 .....	117
(一) 电子跃迁 .....	117
(二) 原子吸收光谱的几个重要概念 .....	118
二、方法特点和应用范围 .....	123
第二节 原子吸收光谱仪 .....	124
一、光源 .....	125
(一) 空心阴极灯 .....	125
(二) 无极放电灯 .....	128
(三) 高聚焦短弧氙灯 .....	128
二、原子化系统 .....	129
(一) 火焰原子化器 .....	129
(二) 无火焰原子化装置 .....	132
(三) 化学原子化 .....	133
三、分光系统 .....	134
四、检测系统 .....	136
五、数据处理系统 .....	137
六、常用商品仪器 .....	137
第三节 原子吸收光谱法测定条件的选择 .....	141
一、最佳实验操作条件的选择 .....	141
(一) 吸收波长(共振线)的选择 .....	141
(二) 原子化工作条件的选择 .....	144
(三) 光谱通带的选择 .....	147
(四) 检测器光电倍增管工作条件的选择 .....	148
二、干扰因素及消除方法 .....	148
(一) 化学干扰及消除 .....	148
(二) 物理干扰及消除 .....	150
第四节 原子吸收光谱法定量分析 .....	152
一、灵敏度、检测限和回收率 .....	152
(一) 灵敏度 .....	152
(二) 检测限 .....	153
(三) 回收率 .....	153
二、定量分析方法 .....	154
(一) 标准工作曲线法 .....	154
(二) 标准加入法 .....	155



(三) 稀释法 .....	156
(四) 内标法 (内标工作曲线法) .....	156
第五节 原子吸收光谱法的实验技术 .....	157
一、分析试样的制备 .....	157
二、标准储备溶液的配制 .....	158
三、火焰原子化使用的气源 .....	159
四、空心阴极灯的安装调试 .....	160
五、原子吸收光谱仪的使用和维护 .....	161
(一) 原子吸收光谱仪的主要技术参数 .....	161
(二) 原子吸收光谱仪的一般操作规程 .....	162
(三) 原子吸收光谱仪的维护 .....	163
第六节 原子荧光光谱法 .....	164
一、方法原理 .....	164
二、原子荧光光谱仪 .....	166
三、测定条件的选择 .....	172
四、干扰因素及消除方法 .....	174
第七节 测定实例 .....	175
一、化学试剂氯化锌中钠、钾、镁、钙含量的测定 .....	175
二、铂重整催化剂中痕量硅、铁、钠、铜含量的分析 .....	176
三、废水中钴和镍的测定 .....	177
四、地表水或废水中铍的测定 .....	177
五、人发中锌含量的测定 .....	178
六、废水中痕量汞的测定 .....	178
七、化妆品中汞 (或砷) 的原子荧光光谱法测定 .....	179
学习要求 .....	179
复习题 .....	180
第五章 可见光吸收光谱法 .....	182
第一节 基本原理 .....	182
一、分子吸收光谱产生的机理 .....	182
二、溶液颜色与光吸收的关系 .....	184
三、光吸收曲线 .....	184
四、光的吸收定律 .....	186
五、分光光度法灵敏度 .....	187
六、可见分光光度法的特点 .....	188
第二节 显色反应及显色条件的选择 .....	189