

北京化工大学 刘珍 主编



第四版 下册

化验员读本

仪器分析



化学工业出版社

化验员读本

下 册

仪 器 分 析

第 四 版

北京化工大学 刘 珍 主编

黄沛成

于世林 编著

周心如

化学工业出版社

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

化验员读本. 下册: 仪器分析/刘珍主编; 黄沛成, 于世林, 周心如编著. —4 版. 北京: 化学工业出版社, 2003. 12
ISBN 7-5025-4977-3

I. 化… II. ①刘…②黄…③于…④周… III. ①化验员-基本知识②仪器分析-基本知识 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 117952 号

化 验 员 读 本

下 册

仪 器 分 析

第 四 版

北京化工大学 刘 珍 主编
黄沛成 于世林 周心如 编著

责任编辑: 任惠敏

责任校对: 李 林

封面设计: 于 兵

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)

购书咨询: (010)64982530*

(010)64918013

购书传真: (010)64982630

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

*

新华书店北京发行所经销

北京云浩印刷有限责任公司印刷

三河市延风装订厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 19 插页 1 字数 500 千字

1983 年 9 月第 1 版 1994 年 5 月第 2 版 1998 年 7 月第 3 版

2004 年 1 月第 4 版 2005 年 7 月北京第 20 次印刷

ISBN 7-5025-4977-3/TQ·1877

定 价: 34.00 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

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,比较系统的介绍了酸、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，以利于初学者提高解决实际操作的能力。

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，作了大量组织工作，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

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、定性与定量方法的介绍;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。在本书最后增加的“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确定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做为实例的分析规程，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，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

一九八一年十二月于北京化工学院

目 录

第十一章 化验室常用电器设备	1
第一节 电热设备	1
一、电炉、电热板和电加热套	1
(一) 电炉	1
(二) 电热板和电加热套	3
(三) 电炉、电热板和电加热套使用注意事项	3
二、高温电炉	3
三、电热恒温干燥箱	6
(一) 结构	6
(二) 使用及注意事项	9
四、电热恒温水浴锅	9
(一) 构造和性能	10
(二) 使用方法及注意事项	10
第二节 其它电器设备	11
一、电冰箱	11
(一) 构造和作用原理	11
(二) 使用注意事项	12
二、真空泵	13
(一) 结构与原理	13
(二) 使用与注意事项	14
三、电动离心机	15
四、电磁搅拌器	16
学习要求	16
复习题	16
第十二章 电化学分析法	18
第一节 电化学基础知识	18

一、电化学电池	18
(一) 原电池	18
(二) 电解池	20
二、电极电位与能斯特方程式	20
三、标准电极电位	21
第二节 电位法测定 pH 值	22
一、指示电极	22
二、参比电极	25
(一) 甘汞电极	25
(二) 银-氯化银电极	26
三、测定 pH 值的工作电池	26
四、pH 标准缓冲溶液	28
五、酸度计	29
(一) pHs-3F 型酸度计的外部结构	29
(二) pHs-3F 型酸度计的使用方法	31
(三) 测定 pH 值注意事项	32
第三节 离子选择性电极	32
一、离子选择性电极的定义及分类	32
二、离子选择性电极的基本特性	33
三、离子选择性电极的结构和应用	36
(一) 原电极	36
(二) 敏化电极	39
四、定量分析方法	41
(一) 浓度直读法	41
(二) 标准曲线法	41
(三) 标准加入法	42
(四) 格兰 (Gran) 作图法	43
第四节 电位滴定法	44
一、基本原理	44
二、电位滴定终点的确定	45
三、指示电极的选择	47
第五节 死停终点法	47
一、基本原理	48

二、应用示例——卡尔·费休法测水分含量	48
第六节 库仑分析法	50
一、基本原理	50
(一) 法拉第电解定律	51
(二) 库仑分析中的关键问题	52
二、库仑分析法的分类	52
三、恒电流库仑分析法	52
四、动态库仑分析法	55
(一) 方法原理	55
(二) 微库仑仪的构造	56
(三) 应用	58
第七节 阳极溶出伏安法	59
一、概述	59
二、方法原理	59
三、影响溶出峰的因素	60
四、定量方法	62
五、应用实例——阳极溶出伏安法在有色轻金属分析中的应用	63
第八节 电位溶出分析法	64
一、概述	64
二、主要类型	65
(一) 经典电位溶出分析	65
(二) 微分电位溶出分析	66
(三) 计时电位溶出分析	66
(四) 其它	67
三、分析条件的选择与定量分析方法	67
四、应用实例	68
(一) 过氧化氢试剂中痕量铅和铜的测定	68
(二) 超细氧化锑中痕量砷的测定	69
学习要求	70
复习题	70
第十三章 紫外可见分光光度法	72
第一节 概述	72

第二节 分光光度法基本原理	73
一、吸收光谱的分类	73
二、溶液颜色与光吸收的关系	74
三、光的吸收定律	76
四、摩尔吸收系数	77
五、吸光度的加和性	78
六、光吸收定律的适用范围	78
第三节 目视比色法	80
一、工作原理	80
二、测定方法	80
第四节 紫外可见分光光度仪器	82
一、紫外可见分光光度计的主要部件	82
二、紫外可见分光光度计的结构	85
(一) 单波长单光束分光光度计	85
(二) 单波长双光束分光光度计	87
(三) 双波长分光光度计	88
三、紫外可见分光光度计的型号及性能	88
四、紫外可见分光光度计的使用	89
(一) 721、722 型可见分光光度计	89
(二) 752 型紫外可见分光光度计	92
五、分光光度计的检验和维护	93
(一) 分光光度计的检验	93
(二) 分光光度计的保养和维护	97
第五节 可见分光光度法	98
一、显色反应	98
二、显色剂	99
三、多元配合物显色体系	101
四、反应条件的选择	102
(一) 显色剂用量	102
(二) 溶液酸度	103
(三) 温度的影响	104
(四) 显色时间	104
(五) 溶剂	105