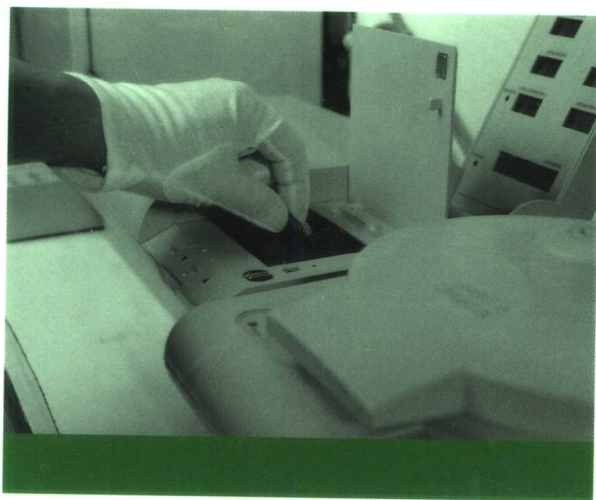


高等职业化学检验技能操作与实训

分析仪器操作技术与维护

黄一石 主编



Chemical Industry Press



化学工业出版社
教材出版中心

高等职业化学检验技能操作与实训

分析仪器操作技术与维护

黄一石 主编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

分析仪器操作技术与维护/黄一石主编. —北京: 化学工业出版社, 2005. 3

(高等职业化学检验技能操作与实训)

ISBN 7-5025-6785-2

I. 分… II. 黄… III. ①分析仪器-操作-高等学校: 技术学校-教学参考资料②分析仪器-维护-高等学校: 技术学院-教学参考资料 IV. TH830.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 020919 号

高等职业化学检验技能操作与实训

分析仪器操作技术与维护

黄一石 主编

责任编辑: 陈有华 蔡洪伟

文字编辑: 徐卿华

责任校对: 王素芹

封面设计: 潘 峰

化学工业出版社
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话 (010) 64982630

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

新华书店北京发行所经销

北京市彩桥印刷厂印刷

三河市海波装订厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 14 $\frac{3}{4}$ 字数 381 千字

2005 年 5 月第 1 版 2005 年 5 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-6785-2/O·109

定 价: 28.00 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

近年来，仪器分析的发展异常迅速，它广泛地应用于国民经济的各个领域。快速、简便的仪器分析方法已成为现代分析测试的重要手段。

编写本书的目的旨在给操作和使用分析仪器的分析人员及分析检验专业的在校师生提供一本实用的分析仪器实际操作技术和维护保养指导书籍。

本书在编写过程中，力求体现如下特色。

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，内容包括紫外-可见分光光度计、红外分光光度计、原子吸收分光光度计、电化学分析仪器（酸度计、离子计、自动电位滴定仪、自动永停滴定仪、微库仑分析仪、水分测定仪）、气相色谱仪、高效液相色谱仪及 ICP 发射光谱仪等。

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，也介绍新型的较高档次的仪器；既介绍国产仪器，也介绍部分在国内使用较广泛的国外产品。

3. 内容实用，对规范操作、提高仪器操作技能具有指导作用。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 19 种常用仪器的性能、工作原理、基本结构、操作方法、使用注意事项、仪器维护保养、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,培养工作中排除故障的实际能力。为了使读者能更好地掌握常用仪器的使用,书中安排了一定数量的技能训练实验和自测实验,并配有技能考核评分表。

4. 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。

本书第一章~第五章由黄一石编写,绪论和第六章、第七章由徐瑾编写。全书由黄一石统稿。

本书在编写过程中得到了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大量的参考资料。江苏常州工程职业技术学院的黄金海老师为本书插图做了大量工作;沈吕星老师为本书搜集了大量的资料,编者在此表示衷心的感谢。

由于编者水平所限,缺点和不足之处在所难免,恳请广大读者批评指正。

编者

2005年1月

目 录

绪论	1
一、仪器分析的特点	1
二、仪器分析方法简介	1
三、分析仪器的组成和分类	2
四、分析仪器的主要性能参数	4
五、分析仪器的的发展趋势	6
第一章 电化学分析仪的使用	8
第一节 酸度计和离子计的使用	9
一、仪器基本结构	9
二、仪器工作原理	10
三、常用仪器型号和特点	10
四、pHS-3F 型酸度计的使用	13
五、WL-15A 型微处理机离子计	18
第二节 电位滴定分析仪的使用	26
一、仪器基本结构	27
二、电位滴定仪工作原理和终点确定	27
三、常用仪器型号和特点	29
四、ZD-2 型自动电位滴定仪的使用	30
五、ZYD-1 型自动永停滴定仪的使用	39
第三节 WK-2D 型微库仑分析仪的使用	44
一、工作原理	44
二、主要技术参数	45
三、仪器的主要部件	45
四、仪器安装与调试	51
五、仪器操作方法	54
六、仪器维护、保养和常见故障的排除	60

第四节 WA-1C 型水分测定仪	62
一、工作原理	62
二、主要技术参数	62
三、仪器主要部件	62
四、仪器操作方法	65
五、仪器日常维护和常见故障排除	69
第五节 技能训练	71
训练 1-1 直接电位法测定溶液的 pH	71
训练 1-2 自动电位滴定法测定 I^- 和 Cl^- 的含量	76
训练 1-3 微库仑滴定法测定有机溶剂中的微量水	78
练习一	80
一、知识题	80
二、操作技能考核题	82
三、技能考核评分表	83
第二章 紫外-可见分光光度计的使用	87
第一节 概述	87
一、仪器工作原理	87
二、仪器的类型和基本组成部分	88
三、常用仪器型号和特点	90
第二节 722 型可见分光光度计的使用	91
一、仪器主要技术参数	91
二、仪器结构	91
三、仪器操作方法	94
四、仪器的调校方法	96
五、仪器的维护和保养	99
六、常见故障分析和排除方法	101
七、减除仪器因素误差的措施	102
第三节 754C 型紫外-可见分光光度计的使用	103
一、仪器主要技术参数	103
二、仪器结构	104
三、仪器操作方法	105
四、仪器的调校方法	108

五、仪器的维护和保养	111
六、常见故障分析和排除方法	111
第四节 756MC 型紫外-可见分光光度计的使用	112
一、仪器主要技术参数	112
二、仪器结构	113
三、仪器操作方法	114
四、常见故障分析和排除方法	118
第五节 技能训练	119
训练 2-1 紫外-可见分光光度计仪器调校	119
训练 2-2 有机化合物紫外吸收曲线的测绘和应用	121
练习二	123
一、知识题	123
二、操作技能考核题	125
三、技能考核评分表	126
第三章 原子吸收分光光度计的使用	129
第一节 概述	129
一、仪器工作原理	129
二、仪器基本结构	129
三、常用仪器型号和主要性能	134
第二节 AA320 型原子吸收分光光度计的使用	136
一、仪器主要技术参数	137
二、仪器结构	137
三、仪器的安装	143
四、仪器操作方法	148
五、仪器的调校方法	152
六、仪器的维护和保养	154
七、常见故障分析和排除方法	156
第三节 3200 型原子吸收分光光度计的使用	160
一、仪器主要技术参数	160
二、仪器各种控制钮的名称和功能	162
三、仪器操作方法	162
四、仪器的维护和保养	164

第四节 技能训练	165
训练 3-1 原子吸收最佳实验条件的选择	165
训练 3-2 石墨炉原子吸收光谱法测定血清中的铬	168
训练 3-3 火焰原子化法测铜的检出限和精密度的检定	170
练习三	172
一、知识题	172
二、操作技能考核题	173
三、技能考核评分表	174
第四章 红外光谱仪的使用	180
第一节 概述	180
一、仪器工作原理和主要部件	180
二、常用仪器型号和特点	184
第二节 4010 型红外分光光度计的使用	186
一、仪器主要技术参数	186
二、仪器结构	186
三、仪器基本操作方法	188
四、红外光谱仪辅助设备的使用	191
五、仪器的调校方法	195
六、仪器的维护和保养	198
七、常见故障分析和排除方法	200
第三节 WQF-310 型 FT-IR 光谱仪的使用	201
一、仪器主要技术参数	201
二、仪器结构	201
三、数据采集基本过程	204
四、仪器的操作	207
五、仪器的维护和保养	216
第四节 技能训练	218
训练 4-1 液体、固体薄膜样品透射谱的测定	218
训练 4-2 正丁醇-环己烷溶液中正丁醇含量的测定	221
练习四	223
一、知识题	223
二、操作技能考核题	224

第五章 气相色谱仪的使用	225
第一节 概述	225
一、仪器工作原理	225
二、仪器基本结构	227
三、气相色谱仪的使用规则	237
四、常用仪器型号、性能和主要技术指标	238
第二节 1490 型气相色谱仪的使用	242
一、仪器主要技术参数	242
二、仪器工作原理与结构	243
三、仪器的安装与气路的检漏	248
四、工作条件的设置	253
五、1490 型气相色谱仪的基本操作	257
六、色谱数据处理机的使用	260
七、仪器的维护和保养	268
八、常见故障分析和排除方法	274
第三节 GC900A 型气相色谱仪的使用	281
一、仪器主要技术参数	281
二、仪器的结构及主要部件	283
三、微机控制系统操作	291
四、仪器的安装	297
五、仪器的维护和保养	301
六、常见故障分析和排除方法	304
第四节 技能训练	304
训练 5-1 气路系统的安装和检漏	304
训练 5-2 气相色谱填充柱的制备	306
训练 5-3 热导检测器灵敏度的测定	310
训练 5-4 氢火焰离子化检测器灵敏度的测试	312
训练 5-5 程序升温毛细管柱色谱法分析白酒主要成分	313
练习五	317
一、知识题	317
二、操作技能考核题	319
三、技能考核评分表	320

第六章 液相色谱仪的使用	323
第一节 概述	323
一、仪器工作原理	323
二、仪器基本结构	324
三、常用仪器型号和主要性能	336
第二节 P230 型高效液相色谱仪的使用	336
一、仪器主要技术指标	336
二、仪器结构	338
三、仪器的安装	343
四、仪器的系统测试	345
五、仪器操作方法	347
六、EC2000 色谱工作站	353
七、仪器的维护和保养	360
八、常见故障分析和排除方法	364
第三节 PE200LC 型液相色谱仪的使用	377
一、仪器主要技术参数	377
二、仪器的主要组成部件	377
三、仪器操作方法	381
四、仪器的维护和保养	390
五、常见故障分析和排除方法	390
第四节 其他液相色谱仪使用方法简介	391
一、LC-10A 型高效液相色谱仪的使用方法简介	391
二、Agilent 1100 型高效液相色谱仪的使用方法简介	394
第五节 技能训练	397
训练 6-1 高效液相色谱柱性能的评价	397
训练 6-2 混合维生素 E 和反相 HPLC 分析条件的选择	401
练习六	403
一、知识题	403
二、操作技能考核题	404
三、技能考核评分表	406
第七章 原子发射光谱仪的使用简介	411
第一节 概述	411

一、仪器工作原理	411
二、仪器的基本组成部分	412
三、常用仪器型号和主要性能	414
第二节 WLD-2C 型 ICP 直读光谱仪的使用	418
一、仪器主要技术参数	419
二、仪器结构	420
三、仪器操作方法	426
四、自激稳定式 ICP 光源的使用	430
五、WLD-2C (7502C) ICP 直读光谱仪软件的使用	431
六、仪器性能测定	442
七、仪器的维护和保养	444
八、故障分析与处理	447
第三节 技能训练	447
训练 7-1 ICP 光源的观察和分析参数的研究	447
训练 7-2 ICP 发射光谱法测定饮用水中总硅	449
练习七	451
参考文献	452

绪 论

一、仪器分析的特点

仪器分析 (instrumental analysis) 是以物质的物理或物理化学性质为基础, 探求这些性质在分析过程中所产生的分析信号与被分析物质组成的内在关系和规律, 从而对其进行定性、定量, 进行形态、结构分析的一类测定方法。由于这类方法通常要使用比较特殊的仪器, 因而称为“仪器分析”。

与化学分析 (chemical analysis) 相比, 仪器分析具有取样量少、测定快速、灵敏、准确和自动化程度高的显著特点, 常用来测定相对含量低于 1% 的微量甚至痕量组分, 是目前分析化学的主要发展方向。

随着激光技术、微电子技术、智能化计算机技术等迅猛发展, 仪器分析正在进行着前所未有的深刻变革。在分析理论上与其他学科相互渗透、相互交叉、有机融合; 在分析技术上与各种技术扬长避短、相互联用、优化组合; 旧有的仪器分析方法不断更新、强化和改善, 灵敏准确、功能齐全的新型分析仪器不断涌现并日趋完善。在化学学科本身的发展上以及和化学相关的各类科学领域中, 仪器分析正起着越来越重要的作用。因此, 常用分析仪器的一些基本原理和使用技术是必须要掌握的基础知识和基本技能。一旦掌握了这些知识和技能, 将会迅速而精确地获得物质系统的各种信息, 并能充分利用这些信息作出科学的结论。

二、仪器分析方法简介

仪器分析法内容丰富, 种类繁多, 为了便于学习和掌握, 这里将部分常用的仪器分析法按其最后测量过程中所观测的性质进行分类并列表 (见表 0-1)。

表 0-1 常用仪器分析法的分类

方法的分类	被测物理性质	相应的分析方法(部分)
光学分析法 (optical analysis)	辐射的发射	原子发射光谱法(AES)
	辐射的吸收	原子吸收光谱法(AAS), 红外吸收光谱法(IR), 紫外及可见吸收光谱法(UV-VIS), 核磁共振波谱法(NMR), 荧光光谱法(AFS)
	辐射的散射	浊度法, 拉曼光谱法
	辐射的衍射	X射线衍射法, 电子衍射法
电化学分析法 (electrochemical analysis)	电导	电导法
	电流	电流滴定法
	电位	电位分析法
	电量	库仑分析法
	电流-电压特性	极谱分析法, 伏安法
色谱分析法 (chromatography)	两相间的分配	气相色谱法(GC), 高效液相色谱法(HPLC), 离子色谱法(IC)
其他分析法	质荷比	质谱法

三、分析仪器的组成和分类

分析仪器是一种向分析工作者提供准确、可靠信息的一种装置或设备, 作用是把通常不能由人直接检测或理解的信号转变成可以检测和被人理解的形式。

数十年来, 分析仪器得到迅猛发展, 使得现有分析仪器的型号、种类繁多, 根据原理一般可将分析仪器分为八类(见表 0-2)。

表 0-2 分析仪器的分类

仪器类别	仪器品种
电化学仪器	离子计、酸度计、电位滴定仪、库仑计、电导仪、极谱仪等
热学仪器	热导式分析仪(SO_2 测定仪、CO测定仪等)、热化学式分析仪(酒精测定仪、CO测定仪等)、差热分析仪等
磁式仪器	热磁分析仪、核磁共振波谱仪、电子顺磁共振波谱仪等
光学仪器	紫外-可见分光光度计、红外光谱仪、原子吸收分光光度计、原子发射光谱分析仪、荧光计、磷光计等
机械仪器	X射线分析仪、放射性同位素分析仪、电子探针等
离子和电子光学仪器	质谱仪、电子显微镜、电子能谱仪
色谱仪器	气相色谱仪、液相色谱仪
物理特性仪器	黏度计、密度计、水分测定仪、浊度仪、气敏式分析仪等

不同的分析方法对应不同的分析仪器，但是无论分析原理如何，仪器的复杂程度如何，分析仪器一般由信号发生器、检测器和信号工作站组成，而信号工作站包括信号处理器、信号读出装置及与其相关联的计算机工作软件，如图 0-1 所示。

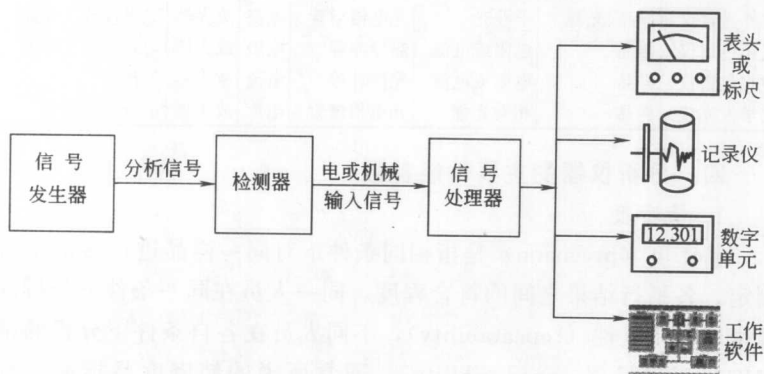


图 0-1 分析仪器的组成

信号发生器 (signal generator) 使样品产生分析信号，它可以是样品本身，如 pH 计的信号是溶液中氢离子的活度，但是大多数仪器的信号发生器比较复杂，如紫外分光光度计的信号发生器除了样品以外，还包括入射光源、单色器和切光器等。

检测器 (detector) 是将某种类型的信号转变为另一种类型的信号的装置，如分光光度计中的光电倍增管将光信号转变成易于测定的电流信号，红外光谱仪中的热电偶将热信号转变为电压信号，离子选择性膜电极则将离子活度信号转变成电位信号等。

读出装置 (readout device) 将信号处理器放大的信号显示出来，它可以是表针、记录仪、打印机、数显装置或计算机显示器。较高档的仪器通常备有功能齐全的全程工作站，通过计算机软件对整个分析过程进行程序控制操作和信号处理，自动化程度高。

常用分析仪器的基本组成见表 0-3。

表 0-3 常用分析仪器的基本组成

仪器名称	信号发生器	分析信号	检测器	输入信号	信号处理器	读出装置
离子计	样品	离子活度	选择性电极	电位	放大器	数显
库仑计	样品、电源	电量	电极	电流	放大器	记录仪或数显
分光光度计	样品、光源	衰减光束	光电倍增管	电流	放大器	记录仪或数显
红外光谱仪	样品、光源	干涉光	光电倍增管	电流	放大器	记录仪或工作站
气相色谱仪	样品	电阻或电流	热导池等	电阻	放大器	记录仪或工作站
液相色谱仪	样品	电阻或电流	光度计等	电流	放大器	工作站
化学发光仪	样品	相对光强	光电倍增管	电流	放大器	记录仪或数显

四、分析仪器的主要性能参数

1. 精密性

精密性 (precision) 是指相同条件下对同一样品进行多次平行测定, 各平行结果之间的符合程度。同一人员在同一条件下分析的精密性叫重复性 (repeatability), 不同人员在各自条件下分析的精密性叫再现性 (reproducibility)。通常所说的精密性是指前一种情况。

精密性一般用标准偏差 S (对有限次数测定) 或相对标准偏差 RSD (%) 表示, 其值越小, 平行测定的精密性越高。

标准偏差 S 的计算公式如下。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

式中 n ——测定次数;

x_i ——个别测定值;

$\bar{x}$ ——平行测定的平均值;

$n-1$ ——自由度。

相对标准偏差 RSD 的计算公式如下。

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

2. 灵敏度

仪器或方法的灵敏度 (sensitivity) 是指被测组分在低浓度区, 当浓度改变一个单位时所引起的测定信号的改变量, 它受校正曲线 (calibration curve) 的斜率和仪器设备本身精密度的限制。两种方法的精密度相同时, 校正曲线斜率较大的方法灵敏度较高, 两种方法的校正曲线的斜率相等时, 精密度好的灵敏度高。

根据国际纯粹与应用化学联合会 (IUPAC) 的规定, 灵敏度的定义是指在浓度线性范围内校正曲线的斜率, 各种方法的灵敏度可以通过测量一系列的标准溶液来求得。

3. 线性范围

校正曲线的线性范围 (linear range) 是指定量测定的最低浓度到遵循线性响应的最高浓度间的范围。在实际应用中, 分析方法的线性范围至少应有两个数量级, 有些方法的线性范围可达 5~6 个数量级。线性范围越宽, 样品测定的浓度适用性越强。

4. 检出限

检测下限简称检出限 (detection limit), 是指能以适当的置信度被检出的组分的最低浓度或最小质量 (或最小物质的量)。它是由最小检测信号值推导出的。设测定的仪器噪声的平均值为 $\bar{A}_0$ (空白值信号), 在与样品相同的条件下对空白样进行足够多次的平行测定 (通常 $n=10\sim20$) 的标准偏差为 S_0 , 在检出限水平时测得的信号平均值为 $\bar{A}_L$, 则最小检测信号值为 $\bar{A}_L - \bar{A}_0 = 3S_0$ 。

最小检出量 (q_L) 或最低检出浓度 (c_L) 计算如下。

$$q_L = \frac{3S_0}{m}$$

$$c_L = \frac{3S_0}{m}$$

式中, m 为灵敏度, 即校正曲线的斜率。检出限和灵敏度是密切相关的, 但含义不同。灵敏度是指分析信号随组分含量的变化率, 与检测器的放大倍数有直接关系, 并没有考虑噪声的影响。因