

全国轻化工类高等学校  
工业分析专业系列教材  
**分析仪器**

# 实验与维修

齐齐哈尔轻工学院 北京化工学院 成都大学 大连轻工学院

重庆大学出版社

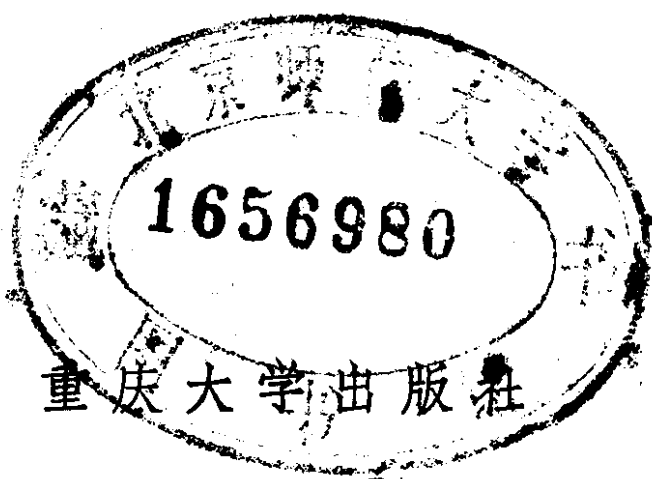
全国轻化工类高等学校工业分析专业系列教材

# 分析仪器实验与维修

主 编 张达英

副主编 刘颐荣 王儒富

JY1129/13



重庆大学出版社

1994年2月23日

## 内 容 提 要

分析仪器实验与维修是全国轻化工类高等学校工业分析专业系列教材之一。按照该系列教材的编写大纲和编写原则规定的内容,编写了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、摄谱仪、气相色谱分析仪器、液相色谱分析仪器和电化学分析仪器等多种仪器的性能检查实验、常见故障现象、分析检查和排除方法。全书包括实验和维修两部分,可供轻化工类高等学校工业分析专业及相关专业作试用教材,供化工类专业、食品专业、冶金地质专业、环保专业、医药专业等作为教学参考书,也可供分析仪器维修人员参考。

### 分析仪器实验与维修

主 编 张达英

副 主 编 刘颐荣  
王儒富

责任编辑 陈晓阳

重庆大学出版社出版发行  
新华书店经销  
重庆大学印刷厂印刷

开本: 850×1168 1/32 印张: 8.5 字数: 228千  
1993年9月第1版 1993年9月第1次印刷  
印数: 1—6000

标准书号: ISBN 7-5624-0577-3 定价: 5.80元  
TQ·45

(川)新登字020号

## 编写说明

齐齐哈尔轻工学院发起并组织全国11所轻化工类高等学校共同编写的“全国轻化工类高等学校工业分析专业系列教材”，自1990年3月陆续出版以来，已使用2年，受到了全国轻化工类高等学校、专业相关的高等学校、科研单位及企事业相关专业的科技工作者的欢迎。为全面培养人才，为使读者获得本专业较全面的技能，能在社会实践中发挥独立分析问题和解决问题的能力，现出版相应于主系列教材的配套系列教材——《色谱分析法实验与习题》、《波谱分析法实验与习题》、《光谱分析法实验与习题》、《电化学分析法实验与习题》及《分析仪器实验与维护》。该系列教材属建国以来本专业创编教材，已列入轻工业部高等学校“八五”教材规划。

齐齐哈尔轻工学院、北京化工学院、郑州轻工业学院、北京轻工业学院、大连轻工学院、沈阳化工学院、杭州大学、浙江工学院、上海工程技术大学纺织学院、华东冶金学院、成都大学参加该系列教材编写工作的同志，于1991年5月在齐齐哈尔轻工学院召开了第一次全体会议，讨论了该系列教材编写大纲、编写内容、编写计划以及编写分工；并经民主协商确定了编委会及各门教材主编、副主编；重庆大学出版社编辑在会上讲述了有关出版教材的要求。

该系列教材编委会组成如下：

主任委员	史景江			
副主任委员	于世林	张绍衡	郭德济	
委员	张达英	刘颐荣	李寅蔚	杨国樑
	刘汉成	朱艳云	王儒富	蒋孔颐
	高文秦	李国童	刘瑞华	

会议经过充分讨论，确立该系列教材要贯彻与主系列配套精神，以主教材内容为纲、以补充新内容为方向，突出新实验题

目、新技术及新方法；每册字数限在15~20万范围内，实验课题覆盖面要宽，突出代表性，必选及任选题目由各院校根据本校实际情况酌定。

此后，1992年1月在北京化工学院又召开了主编会议，对全系列教材初稿进行了认真的审查和讨论，提出了修改意见，明确了统一编写格式和出版要求，并返还作者重修。后经主编统稿审定稿，是年下半年陆续送交出版社出版。

参加本系列教材编写者，都是具有丰富教学经验的专业教师，他们绝大多数为教授、副教授。但是，由于任务较重，合作院校较多，错误和不足在所难免，恳请读者提出批评、指正。

※※※※※

分析仪器是工业分析专业必修课之一，是一门实践性很强的学科。通过分析仪器实验课的教学，可使学生对分析仪器的工作原理有较深的理解，掌握其结构、性能、应用范围和使用方法，为以后从事仪器分析的教学、生产、科研打下一定的基础。

参加本书编写工作的有齐齐哈尔轻工学院张达英（一章、八章、维修及附录）、吴晓辉（四章）、北京化工学院刘颐荣（五章、七章、维修八）、成都大学王儒富（三章）、大连轻工学院王云翘和刘莉萍（二章）、王云翘和张秀玲（六章）。

# 实 验

# 目 录

## 实 验

第一章 紫外-可见分光光度计·····	( 1 )
实验一 721型分光光度计的简单分解·····	( 1 )
实验二 751G型分光光度计性能检查·····	( 11 )
实验三 730型分光光度计整机工作状态检查·····	( 24 )
实验四 730型分光光度计的性能指标检查·····	( 30 )
第二章 红外分光光度计·····	( 35 )
实验五 7650型红外分光光度计的简单分解·····	( 35 )
实验六 7650型红外分光光度计性能检查·····	( 45 )
第三章 原子吸收分光光度计·····	( 50 )
实验七 310型原子吸收分光光度计的操作与原理·····	( 50 )
实验八 原子吸收分光光度计性能指标检验·····	( 66 )
第四章 发射光谱分析仪器·····	( 71 )
实验九 WPG—100型平面光栅摄谱仪的调试及操作·····	( 71 )
第五章 气相色谱分析仪器·····	( 81 )
实验十 气路系统·····	( 81 )
实验十一 温控单元的启动与调试·····	( 87 )
实验十二 热导检测器的调试及灵敏度测定·····	( 90 )
实验十三 氢焰检测器的调试, 敏感度的测定·····	( 95 )
第六章 液相色谱分析仪器·····	( 100 )
实验十四 SYZ-211型液相色谱仪的使用和维护·····	( 100 )
实验十五 SYZ-211型液相色谱仪性能测试·····	( 105 )
实验十六 检测器的特性·····	( 107 )
第七章 离子选择性电极测量仪器·····	( 111 )
实验十七 实验室 pH(酸度)计的性能检定·····	( 111 )
第八章 极谱仪·····	( 122 )
实验十八 883型直流(经典)极谱仪的安装、操作及校正·····	( 122 )
实验十九 JP-1A示波极谱仪的安装、操作及调节·····	( 127 )
实验二十 AD-3型极谱仪的安装、操作及调试·····	( 134 )

实验二十一 F-78型脉冲极谱仪的安装、调试及使用方法… (143)

## 维 修

第九章 维修	(151)
维修一 721型分光光度计	(151)
维修二 751型分光光度计	(155)
维修三 WFD-8B型分光光度计	(159)
维修四 WFD-Y <sub>2</sub> 型原子吸收分光光度计	(161)
维修五 WFX- $\frac{1C}{1D}$ 型原子吸收分光光度计	(166)
维修六 液相色谱仪	(171)
维修七 气相色谱仪常见故障及排除方法	(178)
维修八 根据色谱图进行故障分析和检修	(187)
维修九 2305型气相色谱仪	(199)
维修十 103型气相色谱仪	(211)
维修十一 pH5-2型酸度计	(219)
维修十二 JP-1A型示波极谱仪	(223)
附录 读图练习	(238)
参考文献	(253)



# 第一章 紫外-可见分光光度计

## 实验一 721型分光光度计的简单分解

### 一、目的要求

1. 通过对仪器的简单分解，了解仪器的基本组成单元及结构。
2. 学会根据仪器使用说明书及有关图纸，在仪器上查找各组成单元，调整机构及检测点的位置。

### 二、基本原理

#### 1. 仪器设计依据

(一) 物质吸收单色光对波长(或频率)有选择性。

(2) 单色光通过被测物质后总能量要减小，减小程度用吸光度 $A$ 或透光率 $T$ 描述

$$A = \log \frac{P_0}{P} = \log \frac{1}{T} = \epsilon b c \quad 1-1-1$$

式中： $P_0$ 为入射光总能量； $P$ 为通过物质后透光的总能量； $b$ 为溶液的光程； $C$ 为溶液中溶质的浓度(mol/l)； $\epsilon$ 为波长 $\lambda$ 的单色光的摩尔吸收系数； $T = P/P_0$ 。

2. 为完成 $A$ 和 $T$ 的测量，721分光光度计应由下述各单元组成：

(1) 光源 用稳压电源供电(输出电压连续可调)的钨灯作光源。它能发射紫外-可见光谱区内的连续光谱。并且灯在光源室中的位置可调节。

(2) 单色器 具有波长显示和调节机构的棱镜式单色器。

(3) 样品室 室中设有能把参比吸收池(比色皿)和样品吸收池准确置入光路的样品架及架后的光量调节器。

(4) 光电管 它把光信号转变为电信号。为了消除杂散光干

扰，光电管被置于暗盒中。暗盒有单色光入射光门。在进行暗电流补偿时，关闭光门，测量时打开光门。

(5)微电流放大器 它对光电管输出的光电流进行放大，其输出带动显示表头。当没有单色光照射光电管时，放大器的输出为零。若不为零（光电管暗电流的作用），用放大器的暗电流补偿调节电位器，调至输出为零。表头显示  $T=0$ 。当把参比吸收池置于光路，有单色光照到光电管时，光电流被放大后能推动表头显示  $T=100\%$ （满偏）。若不能使  $T=100\%$ ，可以改变灵敏度使  $T=100\%$ 。

(6)显示表头 用  $\mu\text{A}$ 表。表盘上刻划有两种刻度：线性刻度  $0 \sim 100$ 显示  $T$ ；反向的对数刻度显示  $A$ 。

### 三、仪器

- 1.721型分光光度计 1台。
- 2.数字显示的万能表 1只。

### 四、实验步骤

- 1.取下仪器上盖面板和后面板，观察仪器内部组成单元分布结构。见图1-1-1、图1-1-2、图1-1-3。
- 2.按照结构示意图的部件排列，分别进行观察。

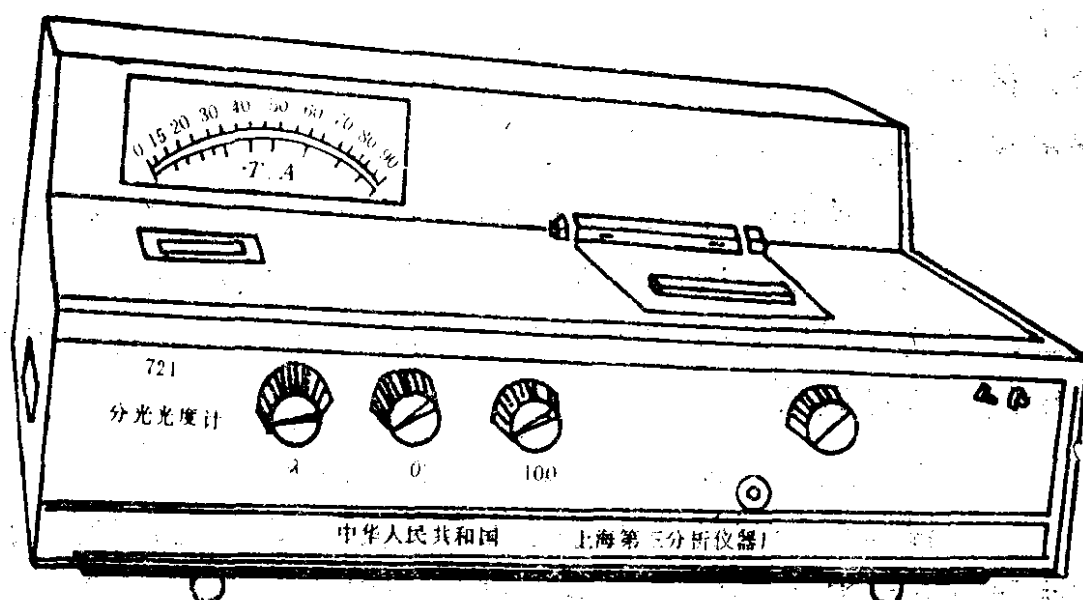


图1-1-1 721分光光度计

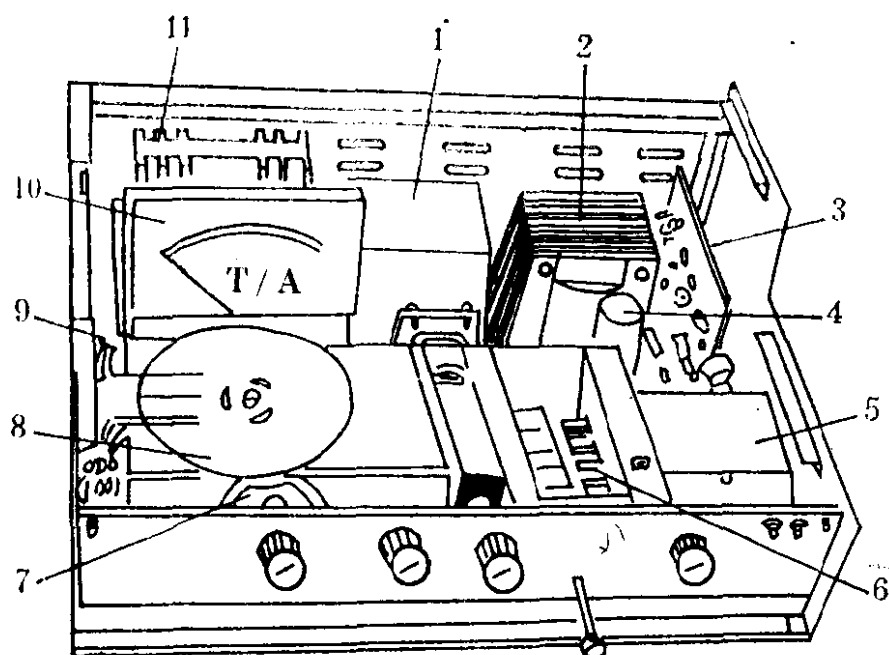


图1-1-2 721分光光度计内部结构示意图

1—光源灯室；2—电源变压器；3—稳压电源控制板；4—滤波电容；5—光电管盒；6—比色皿；7—波长选择摩擦轮机构；8—单色器；9—“0”粗调电位器；10—表；11—稳压电源功率管。

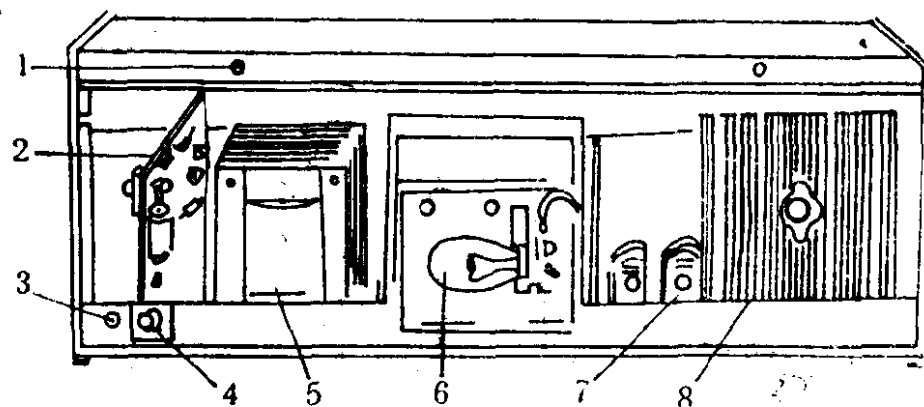


图1-1-3 721分光光度计后盖板内部结构示意图

1—上盖螺钉；2—稳压电源板；3—保险丝座；4—电源输入插座；5—变压器；6—光源灯；7—稳压电源整流管(2CZ5A)；8—稳压电源大功率调整管(3DD15)。

### (1) 光源灯部分

沿光路进程光源灯安装在单色器进光孔前的一个固定灯架上，松动固定螺丝，可以上、下、左、右移动，以使光准确射入单色器内，灯泡为12V25W白炽钨丝灯。如图1-1-4。

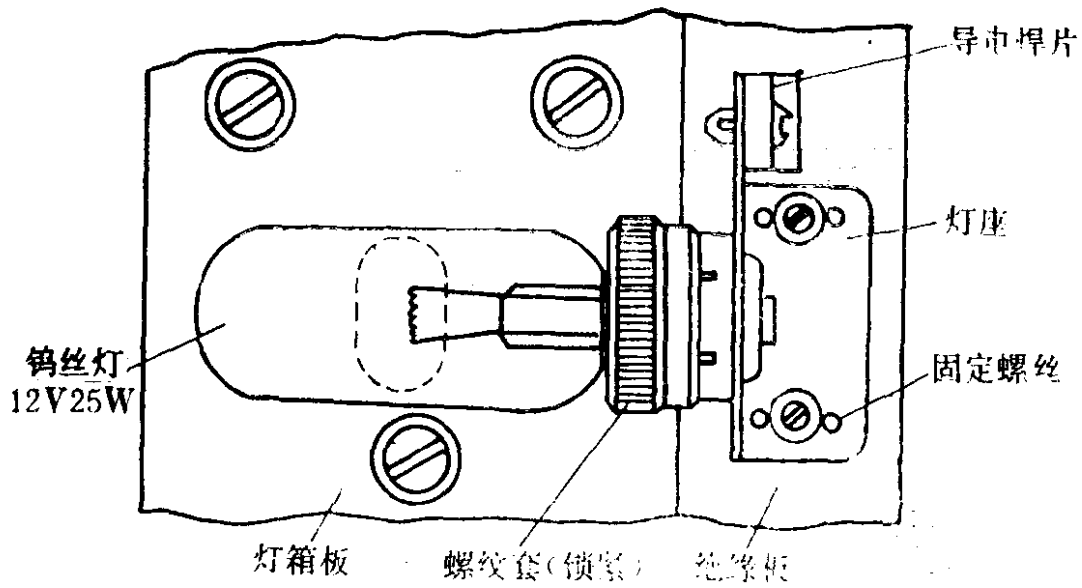


图1-1-4 光源灯安装示意图

(2) 光路与单色器

721型分光光度计采用自准式光路。单光束，其波长范围自360~800nm。光路如图1-1-5所示。

由光源灯发出的连续辐射光线，射到聚光透镜上，会聚后再经过平面镜转角90°反射至入射狭缝，由此入射到单色器内。狭缝正好位于球面准直物镜的焦面上。当入射光线经准直镜反射

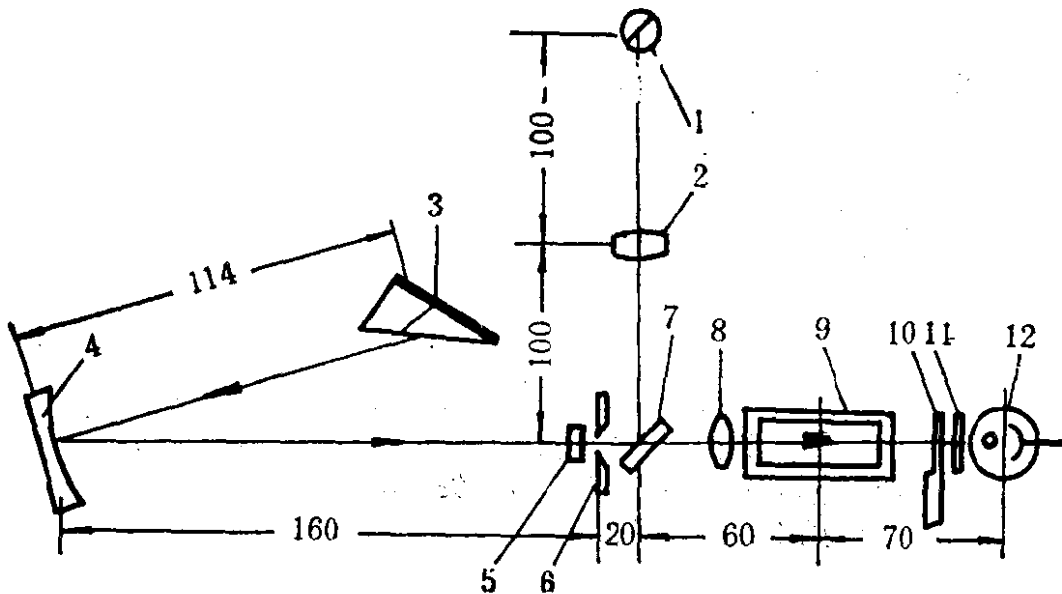


图1-1-5 721型分光光度计光路

1—光源灯12V25W；2—聚光透镜；3—色散棱镜；4—准直镜；5—保护玻璃；6—狭缝；7—反射镜；8—聚光透镜；9—比色皿；10—光门；11—保护玻璃；12—光电管。

后就以一束平行光射向棱镜（该棱镜的背面镀铝）。光进入棱镜后就在其中色散，入射角在最小偏向角，入射光在铝面上反射后是沿原路反射回来。这样从棱镜色散后出来的光线再经过物镜反射后会聚在出射狭缝上。出射狭缝和入射狭缝是一体的。为了减少谱线通过棱镜后呈弯曲形状的影响，狭缝的两片刀口也做成弧形的与谱线形状吻合。

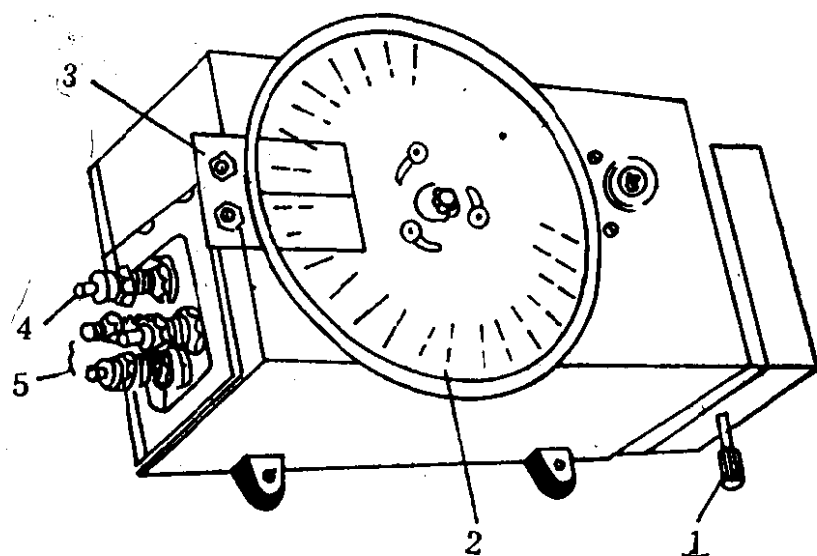


图1-1-6 单色器部件

1—进光反射镜调节杆；2—波长刻度盘；3—刻度指示；4—波长校准调节螺杆；5—用于调整出射光聚焦于狭缝的三个细牙螺纹调节螺钉。

单色器部件的内部结构及其调节校准系统示于图1-1-6、图1-1-7、图1-1-8。此部件由狭缝部分、棱镜转动部分、准直镜、凸轮与波长盘等组成。狭缝的形状和安装见图1-1-8。刀片的弧度为 $R=175\text{mm}$ 。棱镜安装在一个圆形活动板上，转轴由上下两个滚珠轴承定位、转动。活动板固定一个杠杆，前端有一只小的滚珠轴承，紧紧靠在凸轮边缘上。凸轮轴的上端连装一块波长盘。波长盘转动，凸轮也跟随转动，凸轮的边缘就推动了杠杆带动活动板使棱镜转动。棱镜转动使光谱在狭缝面上移动，因而使输出单色光波长改变。根据输出单色光波长和对应波长盘位置在波长盘上进行刻度，作为输出单色光的波长指示。

准直镜是一块长方的凹球面镜。装在镜座上，后部装有用于调整出射光聚焦于狭缝的三个细牙螺纹调节螺钉。也用于调整出

射光波长，与波长盘上所指示的相对应。

入射光和出射光统调用反射角调节螺杆(见图1-1-8)调节。

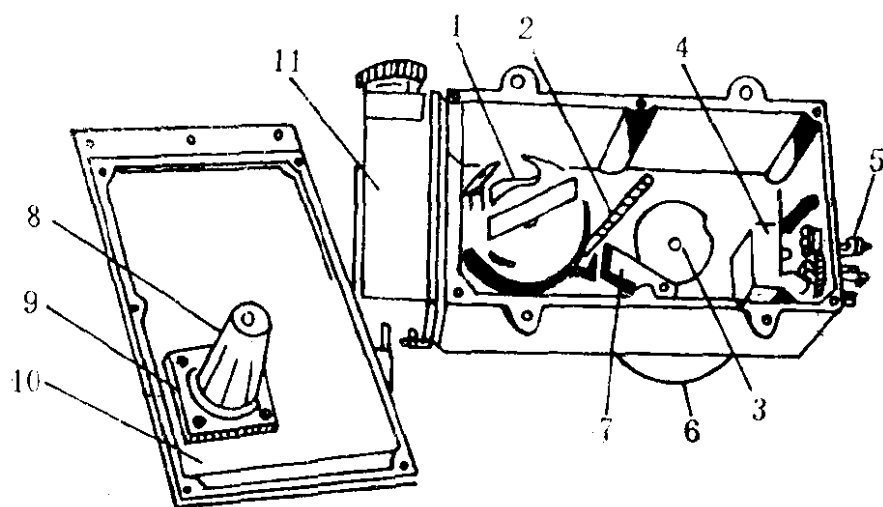


图1-1-7 单色器结构示意图

1—色散棱镜；2—拉长弹簧；3—波长凸轮；4—反射镜部件(准直镜) 5—波长校准调节螺杆；6—波长读数盘；7—杠杆部件；8—干燥剂筒；9—密封圈；10—盖板；11—入射光出射光调节部件。

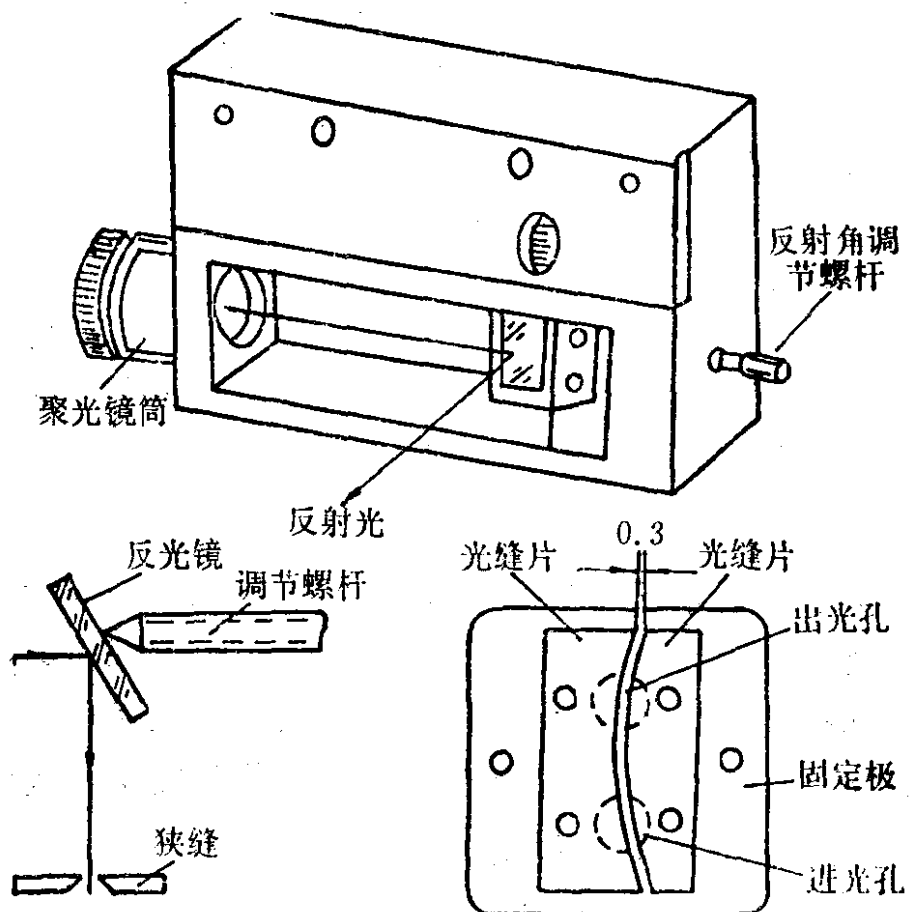


图1-1-8 入射光与出射光调节部件

### (3) 比色皿座架部分

整个比色皿座连同滑动架全部装在暗盒里，并置于光路中。滑动座架下装有弹性定位装置，能正确地使滑动座架带动四档比色皿正确处于光路中心。比色皿座采用胶木塑压成形，其中有四档空位，可同时放入四只比色皿进行比色。比色皿的规格共分为0.5、1、2、3、5cm 五种。仪器备有一只弹性夹子，可以安放中性滤光片，便于高含量

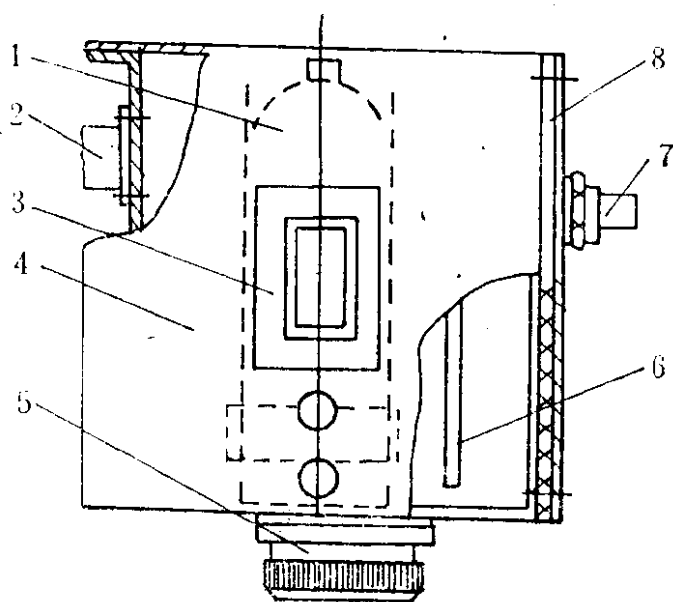


图1-1-9 光电管暗盒部件

1—光电管；2—七芯插座；3—光孔；4—暗盒；5—干燥器筒；6—电路板；7—灵敏度开关；8—暗盒盖板。

性滤光片，便于高含量样品的测定。上部还附有一只定位夹，用以保证每次测量样品都能准确地放在同一位置上，减少测定中的误差。比色皿放入座中时，统一以靠坐在单色器出光孔的一侧为基准。

(4) 光电管暗盒部件如图1-1-9所示。

GD-7型光电管和放大电路板都安装在暗

盒内。单色光由光孔处光门引进。

光门部件安装在比色皿盒的右侧，其顶杆露出盒右小孔。光门挡板依靠自身重量及弹簧作用力向下垂落，遮住透光孔光束就射不到光电管阴极面。当顶杆向下运动时顶住光门挡板上端。由于固定转轴限制和自身杠杆作用使光门挡板在光孔处向上抬起打开光门。参看图1-1-10。当打开仪器比色皿盒上的翻盖时，光路遮断，仪器可以进行零位调节。翻盖放下时，可调100%，进行测样工作。

光电管暗盒的内部结构见图1-1-11。

(5) 电路 在电路中除体积大的元件外，其余元件均分别安装在稳压电源电路板和放大器电路板上，参照电路图1-1-12、图1-1-13。

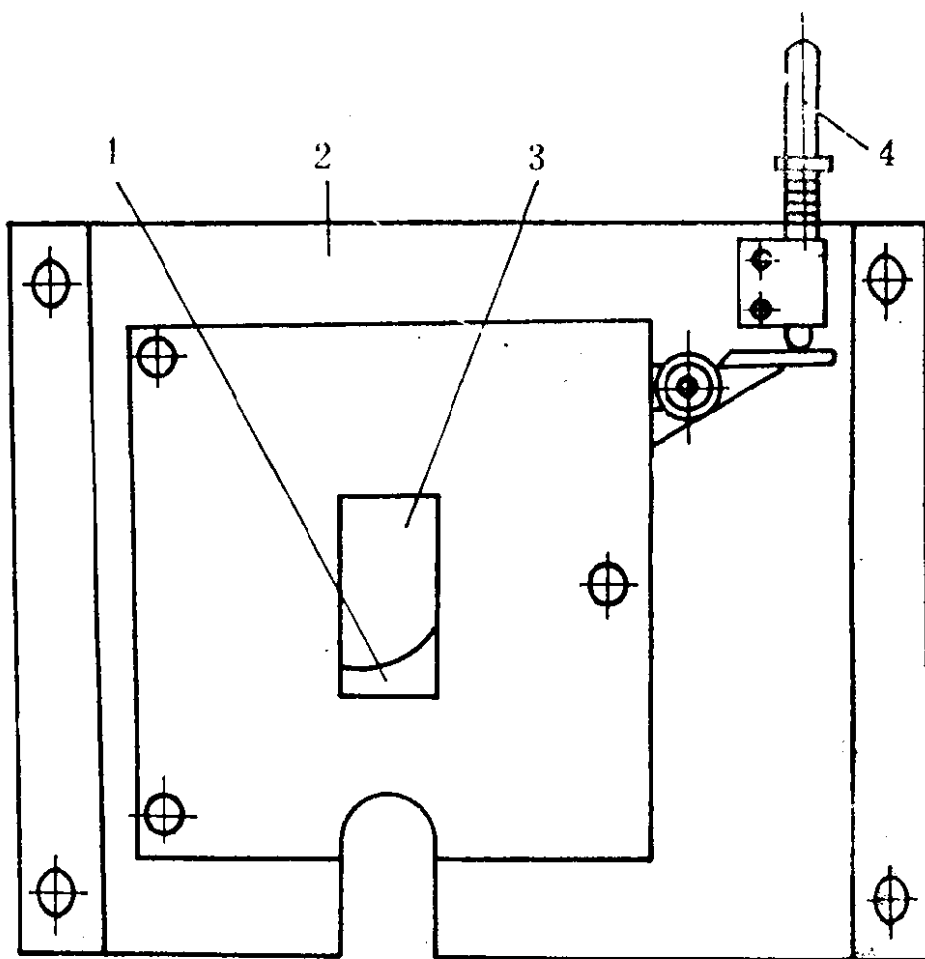


图1-1-10 光门部件

1—光孔；2—安装板；3—光门挡板；4—杠杆。

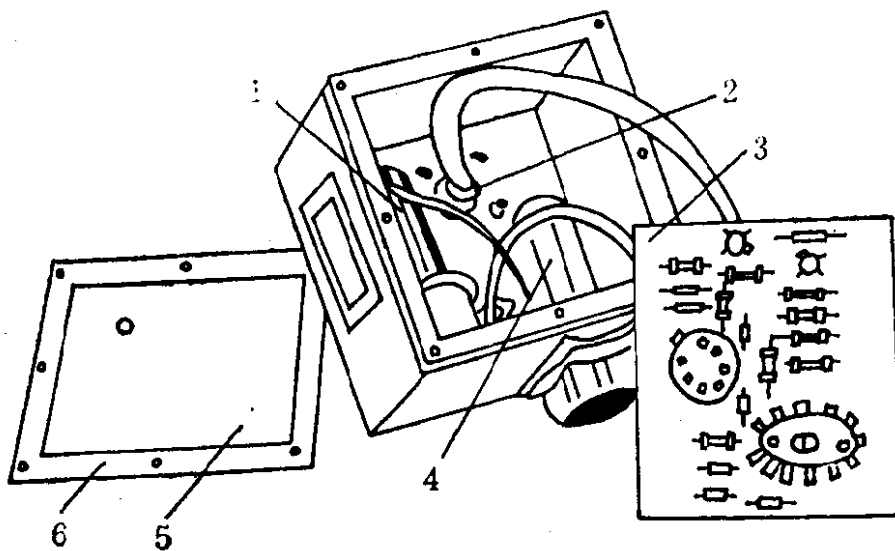


图1-1-11 光电管暗盒内部结构

1—光电管(GD-7)；2—电路系统连接插座；3—放大器电路板；4—干燥器筒部件；5—盖板；6—密封圈。



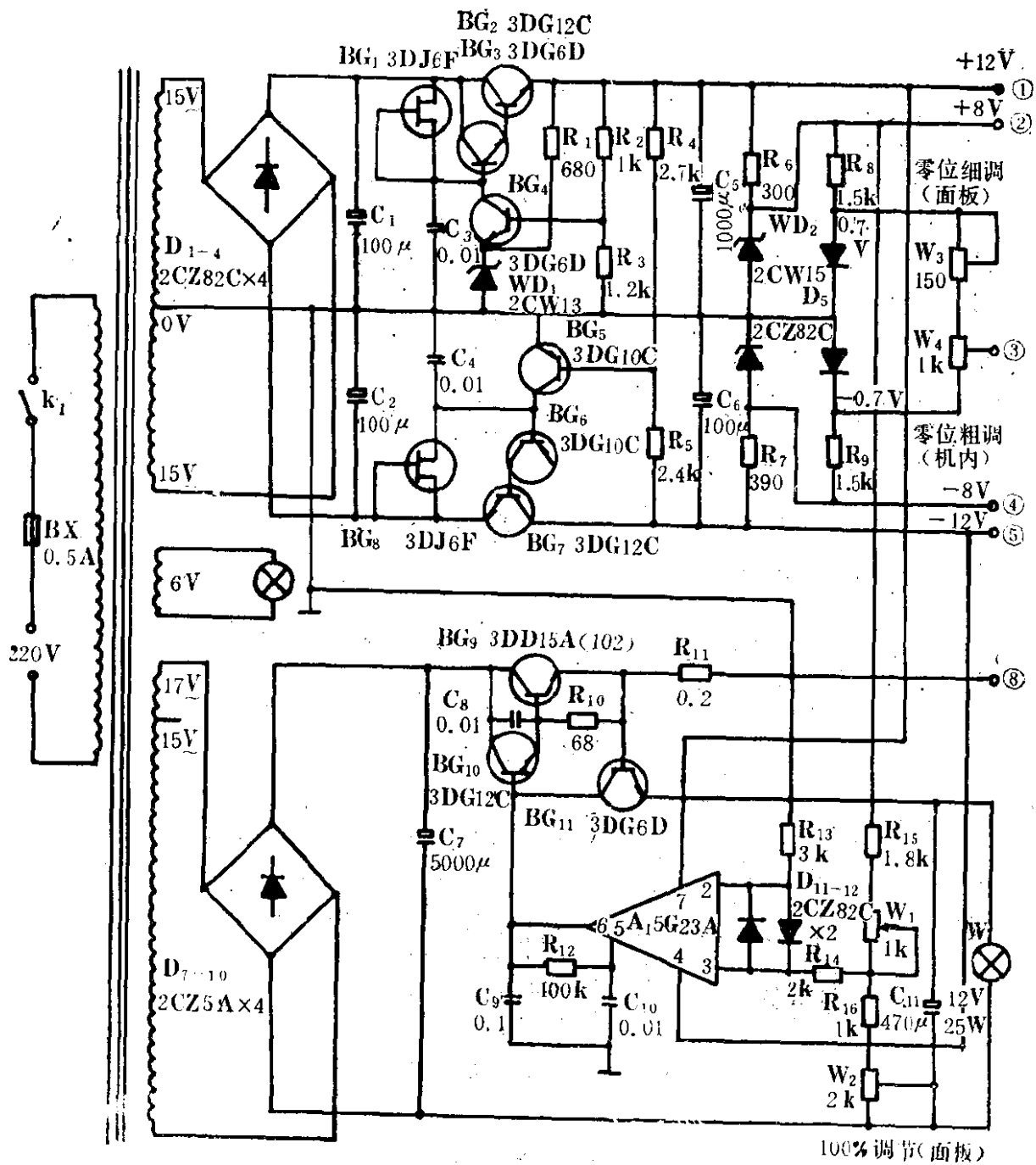


图1-1-12 721分光光度计稳压电源电路