

北京化工学院 刘珍 主编



(第二版) 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 二 版

北京化工学院 刘珍 主编

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.—2版.—北京:  
化学工业出版社, 1995

ISBN 7-5025-1252-7

I. 化… II. 刘… III. ①化学工业-化学实验-化验员-  
教材②仪器分析-检验室 IV. TQ016.1

中国版本图书馆CIP数据核字 (95) 第05663号

---

**出版发行:** 化学工业出版社 (北京市朝阳区惠新里3号)

社长: 佟培宗 总编辑: 蔡剑秋

**经 销:** 新华书店北京发行所

**印 刷:** 北京东华印刷厂

**装 订:** 大兴县祥华装订厂装订

**版 次:** 1994年5月第2版

**印 次:** 1995年7月第2次印刷

**开 本:** 787×1092<sup>1/32</sup>

**印 张:** 10<sup>1/2</sup>

**字 数:** 232千字

**印 数:** 21,001—41,200

**定 价:** 10.00元

## 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

# 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

## 内 容 提 要

本书是供分析化验人员学习的普及读本。全书分为上、下两册，上册“化学分析”，下册“仪器分析”。

本册(下册)共6章，包括：电位分析法、比色及吸光光度分析法、原子吸收光谱法、气相色谱法、物理常数测定方法等化验室常用的仪器分析方法及学习掌握这些仪器分析方法必备的电工基础知识与常用电器介绍。

本书第二版注意贯彻了《中华人民共和国法定计量单位》的有关规定，对书中介绍的仪器及分析方法注意了推陈出新、调整、增删。在各章末增编了对该章的学习要求及复习题。

本书内容具体实用，文字内容通俗易懂、由浅入深。可供化工化验员自学，也可供有关厂矿技校分析专业作教材及作化验人员的培训教材。还可供石油、冶金、地质、水电、医药卫生、食品检验、环境保护等部门的化验员学习参考。



# 目 录

<b>第十一章 电工基础知识及常用电器</b> .....	1
<b>第一节 电工基础知识</b> .....	1
一、电的产生 .....	1
二、导体和绝缘体 .....	2
三、电流、电阻和电压 .....	3
1. 电流 .....	3
2. 电阻 .....	4
3. 电压 .....	5
4. 欧姆定律 .....	5
四、电功和电功率 .....	5
五、直流电和交流电 .....	6
六、电路和电路图 .....	9
七、串联和并联 .....	10
八、短路和保险丝 .....	12
九、变压器 .....	13
1. 铁心 .....	13
2. 绕组(线圈) .....	14
十、验电笔 .....	16
十一、电烙铁 .....	17
十二、安全用电常识 .....	19
<b>第二节 量电仪表</b> .....	20
一、安培表和伏特表 .....	20
1. 简单构造 .....	20
2. 使用方法 .....	21
二、兆欧表 .....	23

三、万用表 .....	25
1. 表头 .....	25
2. 测量直流电流 .....	25
3. 测量直流电压 .....	25
4. 测量交流电压 .....	26
5. 测量电阻 .....	27
6. 使用万用表的注意事项 .....	28
四、电表符号 .....	29
第三节 电热设备 .....	32
一、电炉 .....	32
二、高温电炉 .....	34
三、电热恒温干燥箱 .....	37
1. 干燥箱的结构 .....	37
2. 干燥箱的使用及注意事项 .....	42
四、电热恒温水浴锅 .....	43
1. 构造 .....	43
2. 性能(以 HH·S11·2 型水浴锅为例) .....	43
3. 使用方法 .....	43
4. 注意事项 .....	44
第四节 制冷设备——电冰箱 .....	44
一、电冰箱的构造和作用原理 .....	44
1. 箱体 .....	45
2. 制冷系统 .....	45
3. 电气系统 .....	46
4. 附件 .....	49
二、电冰箱使用注意事项 .....	49
第五节 电动离心设备 .....	50
学习要求 .....	51
复习题 .....	51
第十二章 电位分析法 .....	54

第一节 电化学基础知识 .....	54
一、原电池 .....	54
二、电解池 .....	56
三、电极电位 .....	56
1. 电极电位产生的机理 .....	56
2. 能斯特电极电位方程式 .....	59
3. 标准电极电位 .....	59
第二节 电位法测定 pH 值 .....	61
一、指示电极 .....	62
二、参比电极 .....	65
1. 甘汞电极 .....	65
2. 银-氯化银电极 .....	66
三、测定 pH 的工作电池 .....	66
四、pH <sub>s-2</sub> 型酸度计 .....	68
1. 简单构造原理 .....	68
2. 测定 pH 的操作法 .....	68
3. 注意事项 .....	70
4. 标准缓冲溶液的配制 .....	70
第三节 离子选择电极 .....	71
一、离子选择电极的定义及分类 .....	71
二、离子选择电极的基本特性 .....	73
1. 能斯特响应 .....	73
2. 离子强度调节剂 .....	73
3. 选择性系数 .....	74
4. 稳定性 .....	75
5. 响应速度 .....	75
6. 温度和 pH 值范围 .....	75
7. 电极的寿命 .....	76
三、离子选择电极的结构和应用 .....	76
1. 刚性基质的非晶膜电极 .....	76

2. 均相晶膜电极 .....	76
3. 非均相晶膜电极 .....	78
4. 液膜电极 .....	78
5. 气敏电极 .....	79
6. 酶电极 .....	80
<b>四、离子选择电极的定量分析方法 .....</b>	<b>81</b>
1. 浓度直读法 .....	81
2. 标准曲线法 .....	81
3. 标准加入法 .....	82
4. 格兰(Gran)作图法 .....	83
<b>第四节 电位滴定法 .....</b>	<b>84</b>
一、基本原理 .....	84
二、电位滴定终点的确定 .....	85
三、电位滴定中指示电极的选择 .....	87
<b>第五节 死停终点法 .....</b>	<b>88</b>
一、基本原理 .....	88
二、应用实例——卡尔·费休法测水分含量 .....	89
1. 方法原理 .....	89
2. 仪器装置 .....	91
<b>学习要求 .....</b>	<b>92</b>
<b>复习题 .....</b>	<b>92</b>
<b>第十三章 比色及吸光光度分析法 .....</b>	<b>94</b>
<b>第一节 概述 .....</b>	<b>94</b>
<b>第二节 基本原理 .....</b>	<b>95</b>
一、溶液颜色与光吸收的关系 .....	95
二、光的吸收定律 .....	98
三、吸光系数、摩尔吸光系数 .....	99
四、光吸收定律的适用范围 .....	101
<b>第三节 目视比色法 .....</b>	<b>102</b>
一、工作原理 .....	102

二、标准系列 .....	102
第四节 光电比色法 .....	104
一、工作原理 .....	104
二、光电比色计的构造 .....	104
1. 光源 .....	104
2. 滤光片 .....	104
3. 比色皿 .....	105
4. 光电池 .....	105
5. 检流计 .....	106
第五节 吸光光度法 .....	108
一、吸光光度法工作原理 .....	108
二、721 型分光光度计 .....	108
1. 721 型分光光度计的构造 .....	108
2. 721 型分光光度计的光学系统 .....	110
3. 721 型分光光度计的操作法 .....	111
三、可见紫外分光光度计 .....	113
1. 751 型分光光度计的工作原理 .....	113
2. 751 型分光光度计的构造 .....	114
3. 751 型分光光度计的操作法 .....	115
四、吸光光度测定方法 .....	117
五、比色仪器的简易检验和维护 .....	118
1. 比色仪器检验 .....	118
2. 比色仪器的维护 .....	119
第六节 比色条件的选择 .....	120
一、显色反应 .....	120
二、显色条件的选择 .....	120
1. 显色剂的用量 .....	120
2. 溶液酸度 .....	121
3. 显色时间 .....	122
4. 显色温度 .....	123

三、比色条件的选择 .....	123
1. 溶液最大吸收波长的选择 .....	123
2. 控制适当的吸光度数值 .....	124
第七节 比色分析和吸光光度法的误差 .....	125
一、方法误差 .....	125
二、仪器误差 .....	125
学习要求 .....	125
复习题 .....	126
<b>第十四章 原子吸收光谱分析</b> .....	<b>128</b>
第一节 原子吸收光谱仪及其使用维护 .....	129
一、空心阴极灯 .....	129
二、火焰原子化器 .....	131
1. 雾化器 .....	132
2. 雾化室 .....	132
3. 燃烧器 .....	134
4. 气源 .....	134
三、光学系统 .....	135
四、检测系统 .....	136
第二节 实验技术 .....	136
一、标准溶液的配制 .....	137
二、分析方法 .....	137
1. 标准曲线法 .....	137
2. 标准加入法 .....	140
3. 浓度直读法 .....	142
三、原子吸收分析的灵敏度和检出限 .....	142
四、提高或降低灵敏度的措施 .....	143
五、实验条件的选择 .....	144
1. 灯电流 .....	144
2. 测定谱线 .....	145
3. 光谱通带 .....	145

4. 火焰及燃烧器与光轴的距离(燃烧器高度) .....	152
六、消除干扰 .....	154
七、样品处理 .....	156
1. 溶解 .....	156
2. 灰化 .....	156
3. 分离富集 .....	157
学习要求 .....	159
复习题 .....	159
<b>第十五章 气相色谱法</b> .....	<b>161</b>
<b>第一节 气相色谱法简介</b> .....	<b>162</b>
一、方法特点及应用范围 .....	162
二、气相色谱法的流程及设备 .....	164
1. 载气流速控制及测量装置 .....	166
2. 进样器和汽化室 .....	175
3. 色谱柱及柱温控制 .....	181
4. 检测器 .....	184
5. 记录仪 .....	185
6. 国产气相色谱仪简介 .....	186
三、气相色谱流出曲线的特点 .....	188
1. 色谱峰的位置 .....	188
2. 色谱峰的峰高或峰面积 .....	189
3. 色谱峰的宽窄 .....	189
<b>第二节 气相色谱固定相</b> .....	<b>190</b>
一、气固色谱的固定相 .....	190
1. 活性炭 .....	190
2. 氧化铝 .....	191
3. 硅胶 .....	191
4. 分子筛 .....	192
5. 高分子多孔小球 .....	193
二、气液色谱的固定相 .....	194

1. 常用担体的性质及处理方法 .....	194
2. 常用固定液的分类及选择固定液的原则 .....	198
三、填充色谱柱的制备 .....	203
1. 色谱柱管的预处理 .....	203
2. 固体吸附剂或担体的预处理 .....	204
3. 担体的涂渍 .....	204
4. 色谱柱的装填 .....	205
5. 色谱柱的老化 .....	205
四、毛细管色谱柱的制备 .....	206
第三节 气相色谱检测器 .....	208
一、检测器的性能指标 .....	208
1. 灵敏度(绝对响应值) .....	208
2. 敏感度(或检测度) .....	210
3. 响应时间(或应答时间) .....	211
4. 线性范围 .....	211
二、热导池检测器 .....	212
1. 检测原理 .....	212
2. 热导池的结构 .....	212
3. 影响热导池灵敏度的因素 .....	215
4. 使用注意事项 .....	216
三、氢火焰离子化检测器 .....	216
1. 检测原理 .....	216
2. 检测器的结构 .....	217
3. 测量电路 .....	218
4. 影响灵敏度的因素 .....	218
5. 使用注意事项 .....	219
四、电子捕获检测器 .....	219
1. 检测原理 .....	220
2. 检测器的结构 .....	220
3. 操作条件 .....	221



五、火焰光度检测器 .....	222
1. 检测原理 .....	222
2. 检测器的结构 .....	223
3. 操作条件 .....	224
第四节 气相色谱的定性及定量方法 .....	225
一、定性分析 .....	225
1. 常用的保留值简介 .....	225
2. 常用的定性方法 .....	228
二、定量分析 .....	229
1. 峰高、峰面积定量法——检量线法(工作曲线法) .....	230
2. 定量校正因子 .....	231
3. 定量校正因子与检测器相对响应值的关系 .....	236
4. 内标法 .....	237
5. 外标法 .....	237
6. 归一化法 .....	238
第五节 气相色谱法基本原理 .....	239
一、塔板理论 .....	239
二、速率理论 .....	241
三、操作条件的选择 .....	242
第六节 气相色谱法测定实例 .....	248
一、永久性气体的分析 .....	248
二、低级烃类的全分析 .....	249
三、有机溶剂中微量水的分析 .....	251
四、碳六至碳八芳烃的分析 .....	252
五、酚类化合物的毛细管柱色谱分析 .....	253
学习要求 .....	255
复习题 .....	255
<b>第十六章 物理常数的测定方法 .....</b>	<b>260</b>
<b>第一节 密度的测定 .....</b>	<b>260</b>
一、密度计法 .....	260