

YIQI FENXI JISHU

仪器分析技术

主编◎李媛 马萍 路静



天津出版传媒集团

天津科学技术出版社

山东省示范校建设丛书

YIQI FENXI JISHU

仪器分析技术

主 编 马 萍 李 媛 路 静
副主编 张 艳 李秀玲 李冬梅
参 编 朱 萍 王文霞 刘东菊

天津出版传媒集团

 天津科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析技术 / 李媛, 马萍, 路静主编. —天津:

天津科学技术出版社, 2018.2

ISBN 978-7-5576-4708-7

I. ①仪… II. ①李… ②马… ③路… III. ①仪器分
析—中等专业学校—教材 IV. ①O657

中国版本图书馆CIP数据核字 (2019) 第039239号

责任编辑: 石 崑

责任印制: 兰 毅

天津出版传媒集团

 天津科学技术出版社

出版人: 蔡 颢

天津市西康路35号 邮编300051

电话 (022) 23332369 (编辑室)

网址: www.tjkjcs.com.cn

新华书店经销

日照梓名印务有限公司印刷

开本787×1092 1/16 印张12.25 字数220 000

2019年10月第1版第1次印刷

定价: 38.00 元

前 言

仪器分析作为分析化学分支学科，具有高精度、高自动化等特点，广泛应用于生产和科研领域。中职仪器分析教学不仅可培养和提高学生的创新能力、科学思维能力、分析和解决问题的能力，还能为工作实践打下坚实的基础。

本书是根据教育部最新批准的《中等职业学校工业分析与检验专业教学标准》教学大纲要求，结合中职教学需要，并根据编者多年的仪器分析教学实践而编写的。按照“任务引领、做学一体”的设计思路，所选用的仪器分析方法是化学检验工作中常用的紫外分光光度法、原子吸收光谱法、气相色谱法、液相色谱法、电位分析法，以认识仪器、操作仪器、样品检测、形成报告等工作任务流程为主线编排内容，并且增加了大型仪器仿真实训环节。力求通过仿真实训提高学生对仪器分析技术的理解能力，使学生初步形成仪器分析能力和岗位技能，为学生未来更好地适应工作岗位打下良好的基础。

本书力求结合中职教育的特点，少理论，多实践，重实用，深入浅出，易学易懂，并突出培养学生的动手能力和创新思维。在编写过程中，突出以学生为主体的教学思想，以拓宽学生知识面、激发学生求知欲、培养学生创新思维为己任，增强内容的科学性和趣味性；适用于三年制中职工业分析与检验专业、化学工艺专业、食品专业及其他相关专业。

北京欧倍尔软件技术有限公司提供了部分插图，在此表示衷心感谢。

限于编者水平和经验，书中难免存在缺点和错误，恳请专家和读者批评指正。

编 者

目 录

模块一 走近仪器分析殿堂	1
模块二 紫外可见分光光度法	4
项目一 紫外分光光度计的认识和使用	5
实训任务1 可见分光光度计波长的校正	16
实训任务2 比色皿成套性检查	17
实训任务3 紫外分光光度法测定苯甲酸含量	19
项目二 紫外可见分光光度法仿真技术的应用	21
模块三 原子吸收光谱法	34
项目一 原子吸收光谱法的分析方法	36
项目二 原子吸收分光光度计的使用	45
实训任务 自来水中镁离子含量的测定	53
项目三 原子吸收分光光度法仿真技术的应用	56
模块四 气相色谱法	69
项目一 气相色谱仪的认识和使用	72
实训任务1 GC-14B型气相色谱仪的使用技能训练	82
实训任务2 气相色谱法测定米酒中乙酸乙酯的含量	84
项目二 气相色谱法仿真技术的应用	86
模块五 高效液相色谱分析法	109
项目一 高效液相色谱仪的认识与基本操作	110
实训任务1 高效液相色谱仪的基本操作	120
实训任务2 高效液相色谱仪的保养与维护	122
项目二 高效液相色谱法的分析实验技术	125
实训任务1 高效液相色谱仪的定性定量分析	135
实训任务2 高效液相色谱法测定VE胶囊中 α -VE的定量分析	137
项目三 高效液相色谱法的仿真操作	141

模块六 电位分析法	163
项目一 直接电位法测定水溶液pH	163
项目二 直接电位法测氟离子含量	172
实训任务 直接电位法测定水溶液的pH	179
项目三 电位滴定法	182
实训任务1 电位滴定法测定盐酸的浓度	186
实训任务2 自动电位滴定法测定NaOH	188

模块一

走近仪器分析殿堂

仪器分析法概述

分析化学是研究检测物质的结构、组成的科学，它包括化学分析和仪器分析两部分，化学分析是根据物质的化学性质，通过化学反应来测定物质组成及相对含量的，如滴定分析、称量分析等；而仪器分析则是根据物质的物理性质或物理化学性质，通过精密仪器的测定来确定物质组成、结构及含量的，因此化学分析和仪器分析是分析化学的两种手段，化学分析是基础，仪器分析是发展方向。

随着科学技术的发展，分析化学的分析方法和实验技术都在发生着日新月异的变化，特别是仪器分析法吸收了科学技术的新成就，不仅改善了原有仪器的性能，而且推出了很多高、精、新的分析测试仪器，同时也提高了分析的灵敏度、准确度、分析速度和自动化程度，使仪器分析逐步成为现代科研、生产中分析检验的重要支柱。

现代的仪器分析法具有快速、灵敏、准确等优点，如气相色谱法几分钟内就可以将白酒样品中的所有成分分离检测出来，原子吸收法可以测定出 10^{-14} 数量级的组分含量，红外光谱法可以判断出有机化合物的细微结构差异等，各仪器分析方法广泛应用于石油、化工、冶金、食品、制药、卫生、环境保护、国防及生命科学领域。

（一）仪器分析法的基本内容和分类

仪器分析法的内容丰富，种类繁多，为了便于学习和掌握，可根据最终测定的方法原理不同将仪器分析分为光学分析法、电化学分析法、色谱法及其他分析法四类。

1. 光学分析法

光学分析法是基于物质的光学性质，即物质对光的选择性吸收或被测物质受激发而发射出一定波长谱线的性质来进行定性、定量分析的。它又分为吸收光谱分析和发射光谱分析两类。

其中吸收光谱分析是根据物质对光的选择性吸收来确定物质组成与含量的，它又分为：

(1) 比色分析法：通过比较溶液颜色深浅来确定物质含量的分析方法，如目视比色法；

(2) 分光光度法：通过测定物质对光的选择性吸收及吸收程度来确定物质组成及含量的分析方法，它包括紫外可见分光光度法、红外分光光度法、原子吸收分光光度法。

2. 电化学分析法

电化学分析法是基于物质的电化学性质，即在电的作用下发生化学反应（电解池）或由于化学作用产生电（原电池）的性质来进行定性、定量分析的，根据测定的物理量与被测物浓度之间的关系不同，又可分为：电位分析法、电导分析法、库仑分析法和极谱分析法等。

3. 色谱分析法

基于物质在两相间分配系数的不同而将混合物分离，然后利用检测器测定各组份含量的分析方法。目前应用较多的主要有气相色谱法、高效液相色谱法、薄层层析法、纸色谱法四种。

4. 其他分析法

仪器分析方法发展迅速，新方法不断涌现，如核磁共振波谱法、质谱法、放射分析法、荧光分析法、差热分析法等。

（二）仪器分析的作用

仪器分析在各个领域中的应用日趋广泛，在各条战线上都发挥着重要作用。

1. 环境保护

环境问题是当今世界的首要问题，环境保护和环境研究已受到世界各国的普遍重视。通过环境监测分析可以发现引起环境改变及对人类生活产生影响的因素，如经分析研究，饮用软水区域的居民的心血管病死亡率比饮用硬水区域的居民高约50%；土质中缺乏钼、镁元素，食道癌发病率增高；缺锂、钒地区的冠心病发病率增高；缺锌、铜易引起高血脂进而引起心血管疾病等，以及空气中有毒有害物质、农药残毒、香烟烟雾中有害物质等的分析测定，都是由仪器分析来完成的。

2. 食品工业及制药业

食品是人类生存、社会发展的物质基础，人们膳食结构的好坏，不仅影响当代人的健康，还关系着子孙后代的生长发育和智力发展。对食品中有益和有害成分的检测是现代食品工业的重要课题，如用原子吸收分析测定食品中微量元素的含量、用气相色谱测

定蔬菜、水果等的农药残毒、用氨基酸测定仪测定食品中氨基酸含量等。

药物分析在当今社会也受到极大重视，它直接关系到人的生命安全，药物的结构分析、成分分析等都广泛采用仪器分析技术，如用红外光谱法鉴定药物的结构，用液相色谱法对药物进行分离分析等。

3. 其他领域

在各个科学领域中，其生产与研究都必须与现代分析手段相配合，仪器分析是科学的眼睛。如1953年在生物学上，通过分析研究，发现了核糖核酸，从而揭示了遗传之谜；近期国外科学家通过分析发现了一种物质，可以延长有机物的活性并在真菌上获得实验成功，人们活到800岁也许已不是梦想。地质勘探、冶金工业、化工生产、国防科研等也都离不开仪器分析。

（三）仪器分析的发展趋势

科学技术的发展、生产的需要和人民生活水平的提高对分析化学不断提出新的课题和要求：从常量到微量到痕量；从定性定量分析到微观结构分析；从静态到动态追踪分析等，这鞭策着仪器分析不断向前进步，其总体趋势体现在以下几点：

1. 新的仪器、新的分析方法和技术手段不断涌现；
2. 分析仪器的自动化、智能化程度越来越高；
3. 多种分析方法联合使用，取长补短；
4. 动态分析检测和非破坏性分析检测；
5. 多维信息共享。

总之，仪器分析正在向快速、准确、自动、灵敏等的方向迅速发展，已进入科学技术的先进领域，对于我们来讲，要不断地学习新知识，掌握新技术，为祖国效力。

课后习题



1. 何为仪器分析？它有什么作用？
2. 仪器分析和化学分析有什么关系？
3. 仪器分析的基本内容有哪些？是如何进行分类的？
4. 何为吸收光谱分析？它又包含哪些分析方法？
5. 简述仪器分析的发展趋势。

模块二

紫外可见分光光度法

在仪器分析中，紫外可见分光光度法是历史悠久、应用最为广泛的一种光学分析方法。它是利用物质的分子或离子对某一波长范围光的吸收作用，对物质进行定性分析、定量分析及结构分析，所依据的光谱是分子或离子吸收入射光中特定波长的光而产生的吸收光谱。

作为仪器分析中应用最广的分析方法之一，紫外可见分光光度法具有以下特点：

1. 灵敏度高

滴定分析和称量分析一般只适用于常量组分的测定，不能测定微量组分，而紫外可见分光光度法可测 $10^{-5} \sim 10^{-6} \text{ mol/L}$ ，相当于含量为 $0.001\% \sim 0.0001\%$ 的物质。

2. 准确度高

一般比色分析的相对误差为 $5\% \sim 20\%$ ，分光光度法的相对误差为 $2\% \sim 5\%$ ，如某样品中某组分的真实含量为 $10 \mu\text{g/ml}$ ，用紫外可见分析测得结果为 $9 \mu\text{g/ml}$ ，虽相对误差为 10% ，其结果还是满意的，用化学分析法是无法完成测定的。

3. 操作简便，分析速度快

分光光度法的仪器操作十分简单，容易掌握。试样制成溶液后，一般经显色、测定就可以直接求出结果。在生产控制分析中，有的几分钟甚至数十秒就可以报出测定结果。

4. 仪器价格低廉，自动化程度高

现代的紫外可见分光光度计一般都是数字显示，并且配备有工作站，可以直接对测定数据进行处理并报告出分析结果。

5. 应用广泛

大部分的无机离子和有机物，都可以直接或间接地用紫外可见分光光度法进行测定，凡有分析任务的部门，紫外可见分光光度计都是必不可少的。随着灵敏度、选择性更好的显色剂、掩蔽剂的研究，紫外可见分光光度法的前景更加诱人。

项目一 紫外分光光度计的认识和使用

学习目标



技能目标：熟悉可见分光光度计的使用；

掌握吸收曲线的绘制；

掌握标准工作曲线的绘制及应用。

知识目标：掌握光吸收定律；

了解可见分光光度计的各组成部分及作用；

理解分光光度法测定条件选择的原理。

实训任务



1. 可见分光光度计波长的校正

2. 比色皿配套性检查

项目内容



在夏天参加户外活动时，如果天气晴朗，就应该注意保护皮肤，否则，暴露在火辣辣太阳光之下的皮肤，数小时后会红肿、瘙痒、发热、刺痛症状，甚至出现脱皮现象。这表明太阳光中有一种光线能伤害生物细胞。科学研究证实，这种光线就是紫外线。

光在与物质作用时，物质可对光产生不同程度的吸收。光被吸收后，其能量通常以热的形式释放出来，这种能量很微小，一般察觉不到。我们可以测量物质对某种波长的光的吸收来了解物质的特性。这就是吸收光谱法的基础。

那么物质在光吸收时究竟遵循什么规律呢？那我们就要对光的基本性质有一定的理解。

相关知识



一、光的吸收基本知识

1. 光的基本性质

光本质上是一种电磁波（电磁辐射）。实验证实，电磁波是一种以极高速度传播的光量子流。它既有粒子性，也具有波动性。与声音不同，光的传播不需要任何物质作为传播媒介。

光的波动性特征是每个光子具有一定的波长，可以用波的参数如波长（ λ ）、频率（ ν ）、周期（ T ）及振幅（ A ）等来描述。光还有单色光和复合光之分。白光就是有红橙黄绿青靛紫等各种光组成的复合光。而单一波长的光叫作单色光。事实上，我们见到的光大多数是复合光。平时所说的单色光只是相对而言。

利用一些色散元件可以将一束白光变成一系列不同颜色的光。比如棱镜、光栅等。另一方面，若将各种不同颜色的光按照一定的比例混合后也能得到白光。事实上，将两种适当颜色的光按照一定强度比混合后可以得到白光。这就是光的互补性。

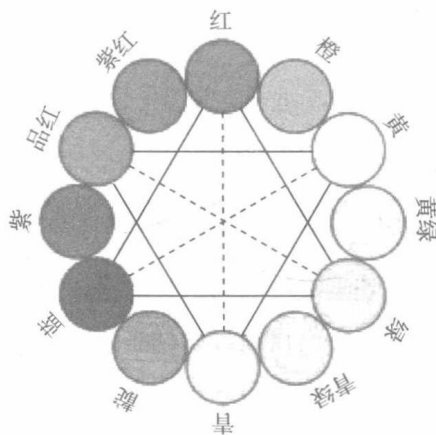


图2-1 光的互补色

物体的颜色决定于它对光线的吸收和反射，实质上决定于物质的结构，不同的物质结构对不同波长的光吸收能力不同。当太阳光照射某物体时，某波长的光被物体吸取了，则物体显示的颜色（反射光）为该色光的补色。如太阳光照射到物体上时，若物体吸取了波长为400~435 nm的紫光，则物体呈现黄绿色。这里应该注意：有人说物体的颜色是物体吸收了其他色光，反射了这种颜色的光。这种说法是不对的。比如黄绿色的树叶，实际只吸收了波长为400~435 nm的紫光，显示出的黄绿色是反射的其他色光的混合效果，而不只反射黄绿色光。

表2-1

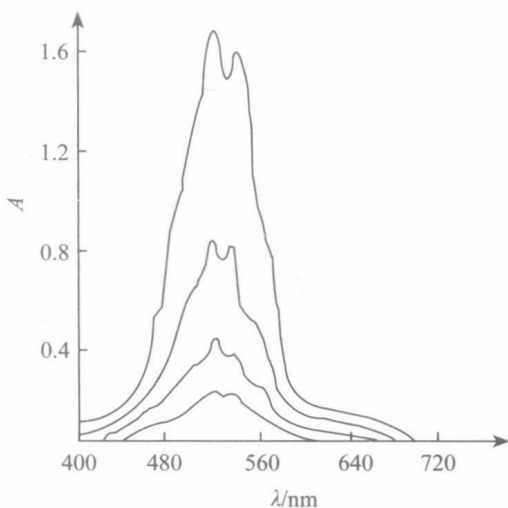
物质的颜色与吸收光颜色的关系

物质的颜色	吸收光		物质的颜色	吸收光	
	颜色	λ / nm		颜色	λ / nm
黄绿	紫	400 ~ 450	紫	黄绿	560 ~ 580
黄	蓝	450 ~ 480	蓝	黄	580 ~ 600
橙	绿蓝	480 ~ 490	绿蓝	橙	600 ~ 650
红	蓝绿	490 ~ 500	蓝绿	红	650 ~ 760
紫红	绿	500 ~ 560			

2. 吸收曲线

如果将不同波长的光通过一定浓度的某一溶液, 分别测定溶液对各种波长的光的吸光度。以入射光的波长 λ 为横坐标, 相应的吸光度 A 为纵坐标作图, 可得到一条吸光度随波长变化的曲线, 称为吸收曲线或吸收光谱。

吸收曲线中吸光度最大时所对应的波长称为最大吸收波长 $\lambda_{\max}$ 。当溶液的浓度不同时, 其吸收曲线的形状和 $\lambda_{\max}$ 的位置不变, 只是同一波长下的吸光度随溶液浓度的变化而发生变化。吸收曲线是吸光度法选择测定波长的重要依据。

图2-2 KMnO_4 的吸收曲线

二、光吸收定律

1. 朗伯比尔定律

1760年, 朗伯指出: 一束平行单色光通过有色溶液后, 光的吸收程度与溶液液层的厚度成正比。即 $A = k_1 \cdot d$

1982年, 比尔指出: 一束平行单色光通过有色溶液后, 光的吸收程度与溶液的浓度成正比。即 $A = k_2 \cdot c_B$

将朗伯定律和比尔定律合并起来, 就得到下面的朗伯比尔定律。

当一束平行的单色光通过均匀的吸光物质的稀溶液时, 溶液对光的吸收程度 (A)

与溶液的浓度 (c) 及液层厚度 (d) 的乘积成正比, 用数学公式表示即:

$$A = k_2 \cdot c_B \cdot d$$

其中 K 为比例常数, 它与入射光的波长、物质的性质和溶液的温度等因素有关, 其物理意义为单位浓度的溶液, 单位厚度时在一定波长下测得的吸光度。由于浓度的表示方式不同, 吸收系数也有不同的表示方式, 常用的有以下三种:

(1) 摩尔吸光系数 ϵ

当溶液的浓度用物质的量浓度 (mol/L) 表示, 液层厚度用厘米 (cm) 表示时, 比例系数 K 称为摩尔吸光系数, 用 ϵ 表示, 它的物理意义是: 浓度为 1 mol/L 的溶液, 在 1 cm 的吸收池中, 一定波长下测得的吸光度值。摩尔吸光系数是物质在一定波长下的特征常数, 它表示了物质对相应波长光的吸收能力; ϵ 值越大, 表明物质对某波长光的吸收能力越强, 用该波长光测定时的灵敏度就越高。因此常选用最大吸收波长处进行定量分析。

摩尔吸收系数可由实验测定稀浓度溶液的吸光度后, 再经计算求出。

[例2-1] 用邻菲罗啉显色测定铁, 已知试液中的铁 (Fe^{2+}) 含量为 $50 \mu\text{g}/100 \text{ ml}$, 吸收池厚度为 1 cm , 在波长 510 nm 处测得吸光度 $A=0.099$, 计算邻菲罗啉亚铁配合物的摩尔吸光系数。

解: 已知铁原子的摩尔质量为 55.85 g/mol ,

则溶液中铁的摩尔浓度为

$$C_{\text{Fe}} = \frac{5 \times 10^{-5}}{55.85} \times \frac{1000}{100} = 8.9 \times 10^{-6} (\text{mol/L})$$

邻菲罗啉与铁 $1:1$ 配合, 故邻菲罗啉-亚铁的浓度等于亚铁的浓度, 即 $C[\text{邻菲罗啉亚铁}] = 8.9 \times 10^{-6} (\text{mol/L})$

由朗伯—比尔定律, 得

$$\epsilon = \frac{A}{C \cdot L} = \frac{0.099}{8.9 \times 10^{-6} \times 1} = 1.1 \times 10^4 (\text{L/mol} \cdot \text{cm})$$

(2) 吸光系数 K

当溶液的浓度用 mg/L 表示, 液层厚度用厘米 (cm) 表示时, 比例常数 K 称为吸光系数, 仍用 K 表示, 其物理意义是: 浓度为 1 mg/L 的溶液, 液层厚度为 1 cm 时, 一定波长下测得的吸光度值。

(3) 比吸光系数 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$:

当溶液浓度以 100 ml 溶液中所含物质的质量 (g), 即质量体积浓度 (m/V) 表示, 液层厚度用厘米表示, 则此时吸光系数称为比吸光系数, 以 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 表示。其物理意义为含

有1%浓度的溶液，在1 cm的吸收池中测得的吸光度。

2. 吸光度的加和性

当溶液中有多种物质对光产生吸收时，溶液的吸光度等于溶液中所有物质吸光度的和，这个性质称为吸光度的加和性，用式子表示即：

$$A = A_1 + A_2 + A_3 + \cdots A_i$$

3. 偏离朗伯比尔定律

根据Lambert-Beer定律，以 A 为纵坐标，以 c_B 或 ρ_B 为横坐标作图，应得到一条通过原点的直线。

但在实际测定中，常会出现标准曲线偏离直线的现象，曲线向上或向下发生弯曲，这种现象称为偏离朗伯比尔定律。

引起偏离朗伯比尔定律的原因有物理因素和化学因素两大类。

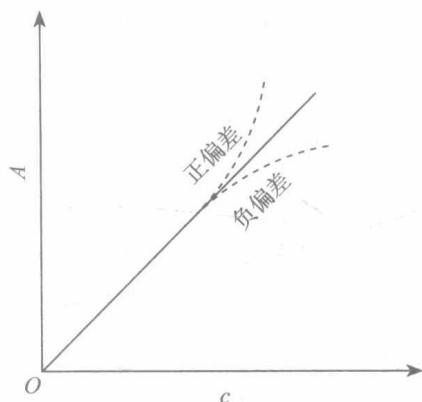


图2-3 标准曲线的偏离

(1) 物理因素引起的偏离

a. 非单色光引起的偏离

朗伯比尔定律的重要前提是“单色光”，即只有一种波长的光；实际上，真正的单色光却难以得到。由于吸光物质对不同 λ 的光的吸收能力不同（ ε 不同），就导致对的偏离。“单色光”仅是一种理想情况，即使用棱镜或光栅等所得到的“单色光”实际上是有有一定波长范围的光谱带，“单色光”的纯度与狭缝宽度有关，狭缝越窄，他所包含的波长范围也越窄。

b. 非平行入射光引起的偏离

若入射光束为非平行光，就不能保证光束全部垂直通过吸收池，可能导致光束通过吸收池的实际平均光程大于吸收池的厚度，使实际测得的吸光度大于理论值，从而导致与朗伯比尔定律产生正偏离。

c. 介质不均匀引起的偏离

若溶液中生成溶胶或发生浑浊，当入射光通过该溶液时，除一部分被吸光物质吸收外，还有一部分被溶胶粒子和粗分散粒子散射而损失，使透光率减小，实测的吸光度偏高，从而对Lambert-Beer定律产生正偏离。

(2) 化学因素引起的偏离

a. 溶液浓度过高引起的偏离

若吸光物质溶液的浓度较高时，吸光粒子之间的相互作用较强，改变了吸光粒子对

光的吸收能力,使溶液的吸光度与溶液浓度之间的线性关系发生了偏离。

b. 化学反应引起的偏离

朗伯比尔定律中的浓度是指吸光物质的平衡浓度,而在实际工作中常用吸光物质的分析浓度来代替。当吸光物质的平衡浓度等于其分析浓度或与分析浓度成正比时, A 与 c_B 的关系服从朗伯比尔定律。

被测吸光物质在溶液中常发生缔合、解离、互变异构、逐级配位等反应,形成新的化合物而改变了其平衡浓度与分析浓度之间的正比关系,从而导致偏离朗伯比尔定律。

三、分光光度法分析条件的选择

1. 显色反应及其条件

可见光区的吸光光度法只能用于测定有色溶液。对无色溶液和颜色较浅的溶液进行测定时,必须加入一种能与被测组分反应生成颜色较深的有色化合物的试剂,然后再进行测定。将被测组分转变成有色化合物的化学反应称为显色反应,能与被测组分反应使之生成有色化合物的试剂称为显色剂。

显色剂必须满足下述条件:

(1) 灵敏度要高:可见吸光光度法一般用于微量组分的测定,因此要求选择的显色剂能与待测组分生成摩尔吸收系数较大的有色化合物。生成的有色化合物的摩尔吸收系数越大,对入射光的吸收程度越大,测定的灵敏度就越高。

(2) 选择性要好:选用的显色剂最好只与待测组分发生显色反应,而与溶液中共存的其他干扰离子不显色,或者显色剂与被测组分所生成的有色化合物的颜色和显色剂与干扰离子所生成有色化合物的颜色有明显的不同。

(3) 显色剂与被测组分生成的有色化合物要有足够的稳定性,不易受外界条件的影响而发生变化。

(4) 显色剂与被测组分生成的有色化合物的组成要恒定,符合一定的化学式,否则测定的再现性就较差。

(5) 有色化合物与显色剂的最大吸收波长的差别要足够大,一般要求相差60 nm以上。

2. 显色条件的选择

(1) 显色剂的用量

显色剂的适宜用量常通过实验确定,其方法

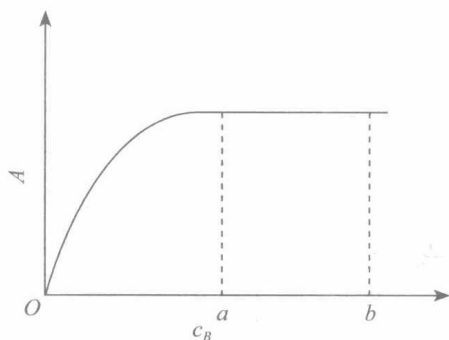


图2-4 吸光度与显色剂用量的关系

是取7~10个相同浓度的被测组分的溶液,并固定其他条件,然后分别在溶液中加入不同量的显色剂,逐一测定吸光度,绘制吸光度 A 与显色剂浓度 c_B 的关系曲线。

(2) 溶液的酸度

溶液的酸度对显色反应的影响主要表现在以下三个方面:

a. 溶液的酸度对被测组分存在状态的影响:大多数被测金属离子易水解,当溶液pH增大时,可能生成各种类型的氢氧基配合物,甚至生成氢氧化物沉淀,使显色反应不能进行完全。

b. 溶液的酸度对显色剂的平衡浓度和颜色的影响:大多数显色剂是有机弱酸或有机弱碱,当溶液的pH变化时,将影响显色剂的平衡浓度,并影响显色反应的完全程度。另外,有一些显色剂本身就是酸碱指示剂,它们在不同pH的溶液中具有不同的结构,而产生不同的颜色,所以对显色反应也有影响。

溶液酸度对有色化合物组成的影响:

在不同pH的溶液中,显色剂与待测离子形成的有色化合物的组成往往不同,其颜色也不同。必须控制合适的pH,才能获得好的分析结果。

不同的显色反应的适宜pH是通过实验确定的。具体方法是:固定溶液中被测组分和显色剂的浓度,改变浓度的pH,测定此pH下溶液的吸光度,以pH为横坐标,以吸光度为纵坐标,做出pH与吸光度的关系曲线,从中可找出适宜的pH范围。

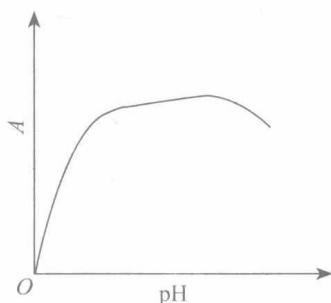


图2-5 pH与吸光度的关系曲线

c. 显色温度

显色反应一般在室温下进行,但有些显色反应需要加热到一定温度时才能完成,而有些化合物当温度较高时又容易发生分解。对不同的显色反应,应通过实验找出各自的最佳温度范围。

d. 显色时间

通过实验来确定合适的测定时间。实验的方法是配制一份待测溶液,从加入显色剂起计算时间,每隔几分钟测定一次吸光度,绘制 $A-t$ 关系曲线,根据曲线选择合适的测定时间。

3. 测定波长的选择

选择溶液具有最大吸收的波长 $\lambda_{\max}$ 作为入射波长。在 $\lambda_{\max}$ 处最大,使测定具有较高的灵敏度;同时,在 $\lambda_{\max}$ 处的一个较小范围内,吸光度变化较小,不会偏离Lambert-