职业院校工业分析专业规划教材

仪器分析技术

主　审：杜宏伟　万美春
主　编：龚　锋　孙建华　李　平
副主编：李文静　王　坤
参　编：万　堡　陈德晋　江孟莲

YIQI FENXI JISHU

西南师范大学出版社
国家一级出版社　全国百佳图书出版单位

需要全本请访问 www.ertongbook.com

前言
PREFACE

仪器分析近年来发展非常迅速，新方法、新技术、新仪器不断出现，仪器分析方法应用日益普遍。仪器分析逐渐向工业分析、环境监测、药学、医学、生物学等领域渗透，特别在工业分析与环境检测、新药研究、药物分析、临床检验、病因研究等方面都大量使用了仪器分析方法。仪器分析在分析专业中的重要地位日渐突出。

本教材主要供职业院校分析及相关专业的学生使用。教材内容的选取充分考虑职业院校学生对相关理论知识的需求和认知水平，并融入化学分析工(四级)职业资格鉴定的相关要求。内容包括色谱分析、光谱分析以及电化学分析，在选材上紧密结合工业分析实际需要。考虑到仪器分析近年来的发展以及在分析各专业中的重要性，本教材加强了色谱分析的比重，包括气相色谱法、高效液相色谱法等内容，光谱分析也是本教材的重点之一，分紫外-可见分光光度法、原子吸收分光光度法等内容。本教材的编写以国家标准为依托，各种产品检验为主线介绍仪器分析方法的基本知识、基础理论与基本技术，以具体产品检验为一个项目，围绕每个项目设置相关任务，通过多个活动完成任务，对相应的任务设置任务评价以及自测题，以供学生自学参考。本书由龚锋(重庆市工业学校)、孙建华(重庆市工业学校)、李平[重庆科瑞制药(集团)有限责任公司]担任主编，李文静(重庆市工业学校)、王坤(重庆市工业学校)任副主编，全书由李平统稿，杜宏伟(重庆市工业学校)、万美春(重庆市工业学校)主审。

参加编写的人员：孙建华(项目一、二、三、四、五、六、七)，李文静(项目八)，龚锋(项目九、十、十一、十二、十三)，李平(项目十四)，万堡(万州区上海中学，项目十六)，王坤(项目十五)。

本书在编写过程中，重庆市工业学校陈德晋、江孟莲对资料的收集给予了很大帮助，多家企业的技术人员也给予了关心和支持，在此谨向所有朋友致以衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中错漏难免，恳请读者批评指正。

目录

CONTENTS

项目一 步入仪器分析殿堂 …… 1

任务 认识与使用仪器分析实验室设备 …… 1

项目二 分光光度法测定生活饮用水中的总铁 …… 9

任务一 选择配套吸收池 …… 10

任务二 绘制吸收光谱曲线 …… 21

任务三 测定方法灵敏度 …… 34

任务四 解读生活饮用水中总铁检测的国家标准 …… 40

任务五 样品检测与数据采集 …… 45

任务六 撰写检测报告 …… 53

项目三 分光光度法测定乙酰水杨酸肠溶片中乙酰水杨酸的含量 …… 59

任务一 解读乙酰水杨酸肠溶片中乙酰水杨酸含量检测药典方法 …… 60

任务二 样品检测与数据采集 …… 64

任务三 撰写检测报告 …… 68

项目四 目视比色法测定工业废水中氟化物 …… 71
任务一 解读工业废水中氟化物检测国家标准 …… 72
任务二 样品检测与数据采集 …… 77
任务三 撰写检测报告 …… 83

项目五 散射法测定生活饮用水的浑浊度 …… 87
任务一 解读生活饮用水浑浊度检测的国家标准 …… 88
任务二 样品检测与数据采集 …… 92
任务三 撰写检测报告 …… 97

项目六 火焰原子吸收分光光度法测定头发中的锌 …… 99
任务一 原子吸收分光光度计的验收 …… 100
任务二 选择分析条件 …… 115
任务三 解读头发中锌的检测国家标准 …… 127
任务四 样品检测与数据采集 …… 131
任务五 撰写检测报告 …… 142

项目七 火焰原子吸收分光光度法测定化学试剂无水乙酸钠中的镁 …… 149
任务一 解读化学试剂无水乙酸钠中镁的检测国家标准 …… 150
任务二 样品检测与数据处理 …… 154
任务三 撰写检测报告 …… 161

项目八 石墨炉原子吸收分光光度法测定生活饮用水中的铅 …… 165
任务一 解读生活饮用水中铅检测国家标准 …… 166
任务二 样品检测与数据采集 …… 170
任务三 撰写检测报告 …… 178

项目九 直接电位法测定生活饮用水的 pH …… 181
任务一 解读测定生活饮用水 pH 的国家标准 …… 182
任务二 选择电极安装仪器 …… 188
任务三 样品检测与数据采集 …… 198
任务四 撰写检测报告 …… 207

项目十 直接电位法测定生活饮用水中的氟 …… 209
任务一 解读生活饮用水中氟检测的国家标准 …… 210
任务二 样品检测与数据采集 …… 216
任务三 撰写检测报告 …… 223

项目十一 电位滴定法测定工业硫酸中氯含量 …… 227
任务一 解读测定工业硫酸中氯含量的国家标准 …… 228
任务二 样品检测与数据采集 …… 232
任务三 撰写检测报告 …… 241

需要全本请访问 www.ertongbook.com

项目十二 气相色谱法测定丙酮中水、甲醇、乙醇含量 …… 245
任务一 解读化学试剂丙酮测定的国家标准 …… 246
任务二 安装色谱柱 …… 251
任务三 测定柱效能 …… 261
任务四 色谱条件的选择 …… 281
任务五 样品检测 …… 290
任务六 撰写检测报告 …… 302
项目十三 气相色谱法测定工业酒精中甲醇含量 …… 305
任务一 解读工业酒精中甲醇测定的国家标准 …… 306
任务二 样品检测与数据采集 …… 313
任务三 撰写检测报告 …… 320
项目十四 气相色谱法测定藿香正气水中乙醇含量 …… 325
任务一 解读藿香正气水中乙醇含量测定的国家标准 …… 326
任务二 样品检测与数据采集 …… 329
任务三 撰写检测报告 …… 336
项目十五 气相色谱法标准加入法测定丙酮中微量水 …… 339
任务一 解读标准加入法测定丙酮中微量水实验方案的国家标准 …… 340
任务二 样品检测与数据采集 …… 344
任务三 撰写检测报告 …… 348

项目十六 高效液相色谱法测定阿莫西林含量 …… 351
任务一 解读阿莫西林含量测定的国家标准 …… 352
任务二 安装色谱柱 …… 360
任务三 系统适用性试验 …… 367
任务四 样品检测 …… 378
任务五 撰写检测报告 …… 383
参考文献 …… 386

项目一 步入仪器分析殿堂

项目导入

分析化学包括化学分析和仪器分析两部分。化学分析法是利用化学反应及其定量关系进行分析的一类分析方法；仪器分析法则是以物质的物理性质或物理化学性质为基础，通过精密仪器测定的物理性质或物理化学性质而分析出待测物质的化学组成、成分含量及化学结构等信息的一类分析方法。

仪器分析是分析化学的一个重要组成部分，本项目从走进仪器分析实验室开始，介绍仪器分析实验室中相关设备，概述仪器分析技术课程包括的工作任务——认识与使用仪器分析实验室设备。

任务 认识与使用仪器分析实验室设备

任务目标

(1)会绘制仪器分析实验室平面图。

(2)会安全使用实验室的水、电、气。

(3)能正确使用洗眼器和紧急冲淋装置。

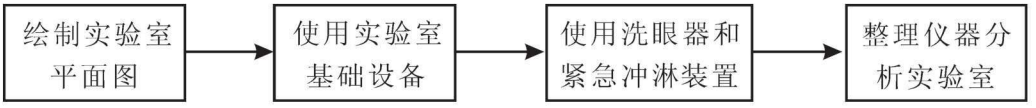
(4)会整理仪器分析实验室。

(5)能说出仪器分析法的分类。

(6)能说出实验室“7S”管理内涵。

任务分析

1.明晰任务流程



2.任务难点分析

(1)仪器分析实验室平面图的绘制。

(2)整理仪器分析实验室。

3.条件需求与准备

(1)洗眼器和紧急冲淋装置。

(2)相关仪器。

相关知识

一、仪器分析技术的发展趋势

现代科学技术的进步、生产的需要和人民生活水平的提高对分析化学提出了新的要求。特别是近几年来,随着环境科学、资源调查、医药卫生、生命科学和材料科学的发展和深入研究,人们对分析化学提出了更为苛刻的要求。为了适应科学发展,仪器分析随之也出现以下发展趋势。

(1)方法的创新。进一步提高仪器分析方法的灵敏度、选择性和准确度。各种选择性检测技术和多组分同时分析技术等是当前仪器分析研究的重要课题。

(2)分析仪器智能化。微机在仪器分析法中不仅能运算分析结果,而且还可以贮存分析方法和标准数据,控制仪器的全部操作,实现分析操作自动化和智能化。

(3)新型动态分析检测和非破坏性检测。离线的分析检测不能瞬时、直接、准确地反映生产实际和生命环境的情景实况,不能及时控制生产、生态和生物过程。运用先进的技术和分析原理,研究建立有效而实用的实时、在线和高灵敏度、高选择性的新型动态分析检测和非破坏性检测是21世纪仪器分析发展的主流。目前,生物传感器如酶传感器、免疫传感器、DNA传感器、细胞传感器等不断涌现,纳米传感器的出现也为活体分析带来了机遇。

(4)多种方法的联合使用。仪器分析多种方法的联合使用可以使每种方法的优点得以发挥,每种方法的缺点得以补救。联合使用分析技术已成为当前仪器分析的重要发展方向。

(5)扩展时空多维信息。随着环境科学、宇宙科学、能源科学、生命科学、临床医学、生物医学等学科的兴起,现代仪器分析已不再局限于将待测组分分离出来进行表征和测量,而是成为一门为物质提供尽可能多的化学信息的科学。随着人们对客观物质认识的深入,某些过去所不甚熟悉的领域(如多维、不稳态和边界条件等)也逐渐被提到日程上来。采用现代核磁共振波谱、质谱、红外光谱等分析方法,可提供有机物分子的精细结构、空间排列构型及瞬态变化等信息,为人们对化学反应历程及生命的认识提供了重要基础。

总之,仪器分析正在向快速、准确、自动、灵敏及适应特殊分析的方向迅速发展。

二、仪器分析法及其特点

仪器分析法是以测量物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法。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。

随着科学技术的发展,分析化学在方法和实验技术上都发生着日新月异的变化,特别是仪器分析法吸收了当代科学技术的最新成就,不仅强化和改善了原有仪器的性能,而且推出了很多新的分析测试仪器,可为科学研究和生产实际提供更多、更新和更全面的信息,成为现代实验化学的重要支柱。因此,常用仪器分析的一些基本原理和实验技术是我们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,我们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做出科学的结论。

仪器分析用于试样组分的分析具有操作简便而快速的特点,特别是对于含量低(如质量分数为 10^{-8} 或 10^{-9} 数量级)的组分的测定,更具有令人惊叹的独特之处,而这样的样品若采用化学方法来解决是徒劳的。另外,绝大多数分析仪器都是将被测组分的浓度变化或物理性质变化转变成某种电性能(如电阻、电导、电位、电容、电流等),因此仪器分析法容易实现自动化和智能化,使人们摆脱烦琐的手工操作。仪器分析除了能完成定性定量分析任务外,还能提供化学分析法难以胜任的物质的结构、组分价态、元素在微区的空间分布等的测定。应该指出,仪器分析用于成分分析仍有一定局限性。除了由于方法本身所固有的一些原因之外,还有一个共同点,那就是准确度不够高,通常相对误差在百分之几左右,有的甚至更差。这样的准确度固然对低含量组分的分析已能完全满足要求,但对常量组分的分析就不能达

到像化学分析法所具有的那样高的准确度。因此,在选择方法时,必须考虑这一点。此外,进行仪器分析之前,通常需要用化学法对试样进行预处理(如富集、除去干扰物质等)。同时,进行仪器分析一般都要用标准物质进行定量工作曲线校准,而很多标准物质需要用化学分析法进行准确含量的测定。因此,正如著名分析化学家梁树权先生所说“化学分析和仪器分析同是分析化学两大支柱,两者唇齿相依,相辅相成,相得益彰”。

三、仪器分析法的分类

仪器分析法内容丰富,种类繁多,为了便于学习和掌握,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如下(表 1-1-1)。

表 1-1-1 仪器分析法分类

方法分类	被测物理性质	相应的分析方法
光学分析法	辐射的发射	原子发射光谱法
	辐射的吸收	紫外-可见分光光度法、原子吸收光谱法、红外吸收光谱法、核磁共振波谱法、原子荧光光谱法
	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
色谱分析法	两相间的分配	气相色谱法、液相色谱法、离子色谱法
电化学分析法	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
其他分析方法	质荷比	质谱法

任务实施

活动 1 绘制仪器分析实验室平面图

1.走进仪器分析实验室

通过观察某一间仪器分析实验室,了解实验室的结构布局,记录以下信息:实验室的长度与宽度、层高、实验台的尺寸及位置、仪器的名称及摆放位置,填入表 1-1-2 中。

2.绘制平面图

根据以上信息,绘制上述实验室的平面图。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

活动 2 使用仪器分析实验室基础设备

1.使用配电盒

熟悉配电盒的位置，确认配电盒内每个开关所控制电器的名称，如果开关较多可以标记。实验结束离开实验室前需确认配电盒的开关全部关闭。

2.使用通风橱

使用通风橱的时候人站或坐于橱前，将玻璃门尽量放低，手通过门下伸进柜内进行实验。由于排风扇通过开启的门向内抽气,在正常情况下有害气体不会大量逸出。

注意事项

(1)实验开始前,必须确认通风橱处于运行状态,才能进行实验操作。

(2)实验结束后至少保持运行 5 min 以上才可关闭通风橱,以排出管道内残留气体。

(3)实验时,在距玻璃视窗 150 mm 内不要放任何设备,大型实验设备要有充足的空间。

(4)通风橱在使用时,每 2 h 进行 10 min 的补风,即开窗通风;使用时间超过 5 h,要敞开窗户,避免室内出现负压。

(5)禁止在做实验时将头伸进通风橱内查看或操作。

(6)禁止通风橱内储存易燃易爆物品。

(7)禁止在未开通风橱时在通风橱内做实验。

活动 3 练习使用洗眼器及紧急冲淋装置

(1)练习使用洗眼器。

(2)练习使用紧急冲淋装置。

活动 4 整理仪器分析实验室

(1)整理某一实验室的仪器设备。

(2)整理玻璃仪器及药品试剂。

(3)整理好所有的仪器后,整理实验台面,清洁地面。

活动 5 数据记录与处理

表 1-1-2 原始记录

记录编号		实验室名称	
温度/℃		相对湿度/%	
配电盒是否完好		通风橱是否正常	
实验室整理	合格(　) 不合格(　)		
一、绘制实验室平面图			
实验室长度/m		实验室宽度/m	
实验台长度/m		实验台宽度/m	
实验室平面图：			
二、洗眼器与紧急冲淋装置			
洗眼器使用方法： 紧急冲淋装置使用方法：			

任务评价

表 1-1-3 任务评价表

评价指标	评价要素	等级评定	
		自评	教师评
绘制实验室平面图	是否正确		
配电盒的使用	是否正确		
通风橱的使用	是否正确		
洗眼器的使用	是否正确		
紧急冲淋装置的使用	是否正确		
整理实验室	是否合理		
学习方法	预习报告书写是否规范		

续表

评价指标	评价要素	等级评定	
		自评	教师评
工作方法	是否遵守管理规范，操作过程是否符合现场管理要求出勤情况		
思维状态	是否能发现问题、提出问题、分析问题、解决问题		
自评反馈	是否按时按质完成工作任务，掌握专业知识点		
经验和建议			
总成绩			

注：等级评定 A——好，B——较好，C——一般，D——有待提高；本评定标准运用于本书以下各评价

拓展提高

“7S”管理内涵

“7S”管理是基于日本“5S”管理方式的一种管理方法，“5S”即整理、整顿、清扫、清洁、素养，“6S”在此基础上多了一个“安全”，“7S”又多了一个“节约”。

“5S”起源于日本，是指在生产现场对人员、机器、材料、方法、信息等生产要素进行有效管理。这是日本企业独特的管理方法。因为整理、整顿、清扫、清洁、素养是日语外来词，在罗马文拼写中，第一个字母都为“S”，所以日本人称之为“5S”。近年来，随着人们对这一活动认识的不断深入，有人又添加了“安全”“节约”等内容，分别称为“6S”“7S”。

一、1S——整理

定义：区分“要”与“不要”的东西，对“不要”的东西进行处理。

目的：腾出空间，提高生产效率。

二、2S——整顿

定义：要的东西依规定定位、定量摆放整齐，明确标识。

目的：排除寻找时浪费时间。

三、3S——清扫

定义：清除工作场所内的脏污，设备异常马上修理，并防止污染的发生。

目的：使不足、缺点明显化，是品质的基础。

四、4S——清洁

定义：将上面“3S”的实施制度化、规范化，并维持效果。

目的：通过制度化来维持成果，并显现“异常”之所在。

五、5S——素养(又称修养、心灵美)

定义：人人依规定行事，养成好习惯。

目的：提升“人的品质”，培养对任何工作都持认真态度的人。

六、6S——安全

定义：清除隐患，排除险情，预防事故发生。

目的：保障员工的人身安全，保证生产连续、安全、正常地进行，同时减少因安全事故带来的经济损失。

七、7S——节约

定义：就是对时间、空间、能源等方面进行合理利用，以发挥它们的最大效能，从而创造一个高效的、物尽其用的工作场所。

目的：对整理工作的补充和指导。在我国，由于资源相对不足，更应该在企业中秉持勤俭节约的原则。

课后自测

(1)概述仪器分析技术的概念及特点。

(2)列举仪器分析技术方法的内容分类。

项目二

分光光度法测定生活饮用水中的总铁

项目导入

铁含量是生活饮用水水质常规检验中一般化学限量指标的必测项目，同时铁也是动物组织和血液中的重要元素，铁参与血红蛋白、肌红蛋白、细胞色素和其他酶的合成，并参与氧的运输。铁作为生活饮用水水质常规检验一般化学限量指标(限铁值0.3 mg/L)，水中铁含量超过0.3 mg/L时，会产生一定的颜色和气味。水中含铁量高，会使洗过的衣服和卫生用品产生斑点，含量达1~2 mg/L时，有些人会感觉到苦涩味，所以测定生活饮用水的铁含量很有必要。

铁含量的测定方法有原子吸收光谱法、原子发射光谱法、邻二氮菲分光光度法等，前两种需要较昂贵的仪器，不便于推广使用。为此，我们选择邻二氮菲分光光度法测定铁的含量。

分光光度法是指应用分光光度计，根据物质对光不同波长的单色光吸收程度不同，而对物质进行定性定量分析的方法。根据吸收光的波谱区域不同，可分为：

①紫外分光光度法(200~380 nm)；

②可见分光光度法(380~780 nm)；

③红外分光光度法(780~3×10^5 μm)。

选择配套吸收池 → 绘制吸收光谱曲线 → 测定方法灵敏度 → 解读生活饮用水中总铁检测的国家标准 → 样品检测与数据采集 → 撰写检验报告

参考资料

(1)JJG 178—2007《紫外、可见、近红外分光光度计检测规程》

(2)GB/T 5750.6—2006《生活饮用水标准检验方法 金属指标》

(3)JJF 1032—2005《光学辐射计量名词术语及定义》

(4)GB/T 8322—2008《分子吸收光谱法 术语》

(5)GB/T 14666—2003《分析化学术语》

(6)《紫外-可见分光光度计操作规程》

任务一 选择配套吸收池

任务目标

(1)会操作紫外-可见分光光度计。

(2)会正确使用吸收池。

(3)会选择配套吸收池,会校正吸收池。

(4)能说出光的基本特性。

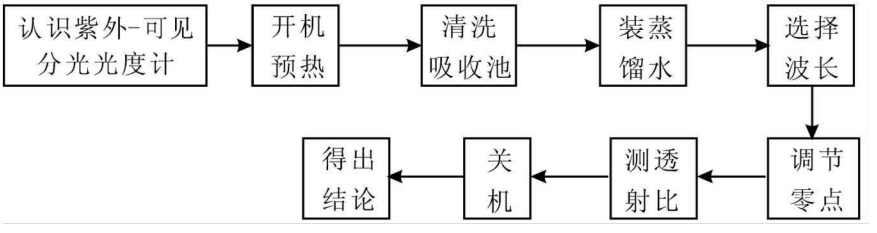
(5)记住紫外光、可见光的范围。

(6)能说出紫外-可见分光光度计的基本组成部件。

(7)记住单色光、透射比、吸光度的概念。

任务分析

1.明确任务流程



需要全本请访问 www.ertongbook.com