★★★ 中等职业学校创新教材 ★★★

仪器分析操作与实训

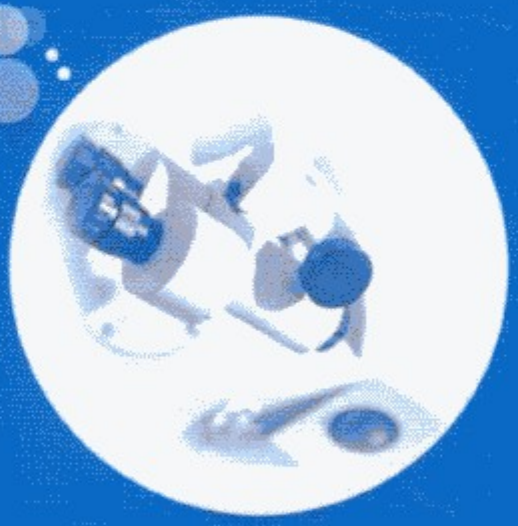
吴菊英 主编　　姜淑敏 主审

YIQI FENXI CAOZUO YU SHIXUN



化学工业出版社

需要全本请访问 www.ertongbook.com



- 化学分析实验操作与实训
- 仪器分析操作与实训

ISBN 978-7-122-12828-7

9 787122 128287 >

定价：25.00元

中等职业学校创新教材

仪器分析操作与实训

吴菊英　主　编
姜淑敏　主　审

化学工业出版社
·北京·

本书编写是按职业岗位能力需要为原则，突出技能学习和训练，同时又将专业知识有机结合在实验中。全书分实训指导篇和技能训练篇。实训指导篇为职业培训者提供了大量的化工、食品、药物的实训项目；技能训练篇为受训者提供了相应的能力培养和巩固训练内容。本书将常用仪器分析技术按两个模块编写。操作基本训练模块包含常用的仪器分析方法，如目视比色法、紫外可见分光光度法、原子吸收分光光度法、电化学分析法、色谱分析法；综合操作训练模块提供了多组分、多任务的实训项目。

本书可作为中等职业学校化工分析与检验、轻工工业分析与检验、药物分析与检验以及环境监测、商品检验、精细化工、食品工程等专业教材，也可作为职业技能培训基本操作训练用书。

图书在版编目（CIP）数据

仪器分析操作与实训/吴菊英主编. —北京：化学工业出版社，2012.1
中等职业学校创新教材
ISBN 978-7-122-12828-7

Ⅰ.仪… Ⅱ.吴… Ⅲ.仪器分析-中等专业学校-教材 Ⅳ.0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2011）第 237406 号

责任编辑：陈有华　　文字编辑：林　媛
责任校对：蒋　宇　　装帧设计：尹琳琳

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街 13 号　邮政编码 100011）
印　　刷：北京云浩印刷有限责任公司
装　　订：三河市宇新装订厂
787mm×1092mm　1/16　印张 15¼　字数 365 千字　2012 年 1 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686）　售后服务：010-64518899
网　　址：http://www.cip.com.cn
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定　　价：25.00 元

版权所有　违者必究

前言

依据2009年教育部颁发中职学校教学指导性大纲精神，结合笔者多年来的教学经验，针对本专业学生学习特点和实际需求，探索出一种新的学习模式，编写了这本集实训指导与技能训练为一体的《仪器分析操作与实训》教材。

该书编写是按职业岗位能力需要为原则，以“够用、实用、好用”为宗旨，突出技能学习和训练，同时又将专业知识有机结合在实验中。全书分实训指导篇和技能训练篇。实训指导篇为职业培训者提供了大量的化工、食品、药物的实训项目；技能训练篇为受训者提供了大量的能力培养和巩固训练内容。因此十分适合化工分析与检验、轻工工业分析与检验、食品分析与检验、药物分析与检验，以及与分析化学相关的环境监测、商品质量管理与检验、精细化工、食品生物工程等专业初学者使用，也可作为职业技能培训基本操作训练用书。

本书具有如下特色：

1. 编排科学。从初学者角度出发，依据认识、学习的规律进行全书的设计编排。如从目视比色法开始简单操作，到学会大型仪器分析方法的复杂操作；从进行单组分、单任务的测定，到完成多组分、多任务的测定；从纯物质，到复杂的企业产品；从化工品到食品、药品；从教师提供范例到学生独立完成等。各实训项目的选择也充分考虑各校的实际条件，力求开出率都能达到100%。而每一个实训项目中所编排的具体内容，如实验任务、实验原理、仪器试剂、操作步骤、数据记录管理、结果计算、注意事项、问题思考等，都是将来应用于职业岗位所必备的知识与能力。通过由简到繁，由易到难，循序渐进的项目编排，能有效帮助学生掌握工作中各种常用的仪器分析方法和操作技术。

2. 编写规范。从格式到内容，从文字到符号，力求严谨，符合编写规范，给使用者传递正确的概念和信息。

3. 模式新颖。在提供实训的同时能帮助学生加强各方面的实际能力训练。如实验前学生可按要求做好各项必要的实验室卫生、实验仪器、试剂、过程等的准备，并填写相关空格；实验中能做到方便、直观、准确、有条不紊地操作和数据记录管理；实验后能顺利地处理数据和自我检查评价。书中还采用思维导图手法将大型仪器的操作过程直观立体形象化，有利于帮助学生对复杂操作的理解和掌握。此外，书中还设置了教师检查签名，通过发挥教师的督促作用，达到培养学生良好的实验预习和认真思考、周密计划的工作习惯以及教学相长的目的。

4. 目标明确。每个实验都明确了技能方面和知识方面要达到的目标。每一个目标都很小，初学者很容易完成，能有效帮助师生落实各项能力的掌握。

5. 图表丰富。书中提供了大量的图表，能直观表现其内容，降低了学习的难度，特别在技能训练篇中，有丰富的图表供实训者学习和使用。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

6. 可操作性强。本书将常用仪器分析技术按两个模块编写。操作基本训练模块包含各种常用的仪器分析方法，属于基础实验，容易学习和掌握；综合操作训练模块属于加强实验，训练学生适应多组分、多任务、大仪器操作和操作费时等多知识多能力的需求。各校可根据需要和学时选择实训项目。为方便教师教学指导，实训指导篇与技能训练篇的训练项目一致。

本书由吴菊英担任主编，姜淑敏担任主审。吴菊英编写技能训练一～六、二十二～二十五、三十二及附录；梁之卿编写技能训练七、九、二十六、二十八、二十九、三十三；毛丹弘、付云红合编技能训练八、十～二十一、二十七、三十、三十一。全书由吴菊英统稿并负责图表设计制作。

由于编者水平有限，时间仓促，书中难免有不妥之处，衷心期待广大使用者给予指导指正。

编者

2011 年 8 月

目录



实训指导篇

模块一　常用仪器分析操作基本训练 …… 2

一、目视比色法 …… 2

技能训练一　锅炉给水中磷酸盐含量的测定（目视比色法） …… 2

【导读材料】　目视比色法的操作 …… 4

二、紫外可见分光光度法 …… 5

技能训练二　721 型可见分光光度计的使用和波长准确性检定 …… 5

【导读材料】　721 型可见分光光度计及其使用 …… 8

技能训练三　吸收池成套性检查 …… 10

【导读材料】　吸收池的选择与使用 …… 12

技能训练四　有色溶液的吸收曲线测定 …… 13

【导读材料】　仪器分析中常用曲线图的绘制方法 …… 15

技能训练五　显色反应灵敏度的测定 …… 16

技能训练六　邻菲啰啉测铁标准曲线绘制和微量铁的测定 …… 18

技能训练七　紫外分光光度法测定苯甲酸的含量 …… 21

【导读材料】　T6 紫外可见分光光度计的使用方法 …… 23

技能训练八　紫外分光光度法测定水中硝酸盐氮 …… 28

【导读材料】　UV1801 紫外可见分光光度计的使用方法 …… 30

技能训练九　紫外光谱法测定有机未知物 …… 34

【导读材料】　T6 紫外可见分光光度计的扩展使用 …… 36

三、原子吸收分光光度法 …… 39

技能训练十　火焰原子吸收光谱仪的操作 …… 39

【导读材料一】　火焰原子吸收光谱仪的操作方法（以 AA320 型为例） …… 41

【导读材料二】　高压气瓶的使用知识 …… 42

技能训练十一　原子吸收分光光度计空心阴极灯的安装和调试 …… 44

技能训练十二　火焰原子吸收法测定水中镁含量（工作曲线法） …… 46

技能训练十三　火焰原子吸收法测定水中微量铜（标准加入法） …… 49

四、电化学分析法 …… 52

技能训练十四 直接电位法测定溶液的 pH …… 52
【导读材料】 pHS-2 型酸度计的使用 …… 55
技能训练十五 氟离子选择性电极测定饮用水中的氟含量 …… 57
【导读材料】 几种离子选择性电极的使用 …… 60
技能训练十六 电位滴定法测定工业醋酸含量 …… 62
五、色谱分析法 …… 65
技能训练十七 气相色谱仪的 TCD 启动和进样练习 …… 65
【导读材料一】 使用热导检测器的气相色谱仪的操作方法（以 102-G 型为例） …… 68
【导读材料二】 微量注射器的使用 …… 71
技能训练十八 气相色谱仪的 FID 启动和进样练习 …… 71
【导读材料】 使用氢焰检测器的气相色谱仪的操作方法（以 102-G 型为例） …… 74
技能训练十九 归一化法测定丁醇异构体混合物中各组分的含量 …… 76
技能训练二十 苯、甲苯、乙苯混合物的分析（归一化法） …… 79
技能训练二十一 气相色谱法测定乙醇中的微量水分（内标法） …… 82
【导读材料】 GC-7890T 型气相色谱仪的使用 …… 85

模块二 仪器分析综合操作训练 …… 87

技能训练二十二 邻二氮菲测定微量铁的多显色条件试验（可见分光光度法） …… 87
技能训练二十三 混合液中 Co^{2+} 和 Cr^{3+} 双组分含量的测定（可见分光光度法） …… 90
技能训练二十四 高含量组分 Ni^{2+} 的测定（差示可见分光光度法） …… 94
技能训练二十五 电位滴定法测定醋酸的电离常数 …… 98
【导读材料】 pHSJ-3F 酸度计的使用方法 …… 100
技能训练二十六 石墨炉原子吸收法测定水样中的痕量镉 …… 103
【导读材料】 石墨炉原子吸收光谱仪的操作方法（以 TAS-986 型为例） …… 106
技能训练二十七 头发中锌含量的测定（火焰原子吸收法） …… 108
技能训练二十八 香肠中亚硝酸盐的测定（盐酸萘乙二胺比色法） …… 111
技能训练二十九 食品中糖精含量的检测（薄层色谱法） …… 114
技能训练三十 中药板蓝根中铅含量的测定（石墨炉原子吸收法） …… 118
技能训练三十一 肉桂油中桂皮醛含量的测定（气相色谱外标一点法） …… 120
技能训练三十二 酊剂中乙醇含量的测定（气相色谱内标对比法） …… 123
【导读材料】 气相色谱仪的一般使用方法 …… 126
技能训练三十三 混合氨基酸的分离鉴定（纸色谱法） …… 127



技能训练篇

模块一 常用仪器分析操作基本训练 …… 132

技能训练一 锅炉给水中磷酸盐含量的测定（目视比色法） …… 132
技能训练二 721 型可见分光光度计的使用和波长准确性检定 …… 134

技能训练三　吸收池成套性检查…… 137
技能训练四　有色溶液的吸收曲线测定…… 139
技能训练五　显色反应灵敏度的测定…… 141
技能训练六　邻菲啰啉测铁标准曲线绘制和微量铁的测定…… 144
技能训练七　紫外分光光度法测定苯甲酸的含量…… 146
技能训练八　紫外分光光度法测定水中硝酸盐氮…… 149
技能训练九　紫外光谱法测定有机未知物…… 153
技能训练十　火焰原子吸收光谱仪的操作…… 156
技能训练十一　原子吸收分光光度计空心阴极灯的安装和调试…… 159
技能训练十二　火焰原子吸收法测定水中镁含量（工作曲线法）…… 161
技能训练十三　火焰原子吸收法测定水中微量铜（标准加入法）…… 164
技能训练十四　直接电位法测定溶液的 pH …… 167
技能训练十五　氟离子选择性电极测定饮用水中的氟含量…… 170
技能训练十六　电位滴定法测定工业醋酸含量…… 174
技能训练十七　气相色谱仪的 TCD 启动和进样练习 …… 176
技能训练十八　气相色谱仪的 FID 启动和进样练习 …… 179
技能训练十九　归一化法测定丁醇异构体混合物中各组分的含量…… 182
技能训练二十　苯、甲苯，乙苯混合物的分析（归一化法）…… 185
技能训练二十一　气相色谱法测定乙醇中的微量水分（内标法）…… 187

模块二　仪器分析综合操作训练 …… 191

技能训练二十二　邻二氮菲测定微量铁的多显色条件试验（可见分光光度法）…… 191
技能训练二十三　混合液中 Co^{2+} 和 Cr^{3+} 双组分含量的测定（可见分光光度法）…… 194
技能训练二十四　高含量组分 Ni^{2+} 的测定（差示可见分光光度法）…… 198
技能训练二十五　电位滴定法测定醋酸的电离常数…… 201
技能训练二十六　石墨炉原子吸收法测定水样中的痕量镉…… 205
技能训练二十七　头发中锌含量的测定（火焰原子吸收法）…… 208
技能训练二十八　香肠中亚硝酸盐的测定（盐酸萘乙二胺比色法）…… 211
技能训练二十九　食品中糖精含量的检测（薄层色谱法）…… 214
技能训练三十　中药板蓝根中铅含量的测定（石墨炉原子吸收法）…… 218
技能训练三十一　肉桂油中桂皮醛含量的测定（气相色谱外标一点法）…… 221
技能训练三十二　酊剂中乙醇含量的测定（气相色谱内标对比法）…… 224
技能训练三十三　混合氨基酸的分离鉴定（纸色谱法）…… 226

附录

附录一　常用溶剂的紫外最大吸收波长、极限波长、折射率及黏度…… 229
附录二　pH 标准缓冲溶液 …… 230

附录三 气相色谱法常用固定液 …… 231
附录四 常用薄层色谱固定相 …… 232
附录五 气相色谱相对质量校正因子（f） …… 233



参考文献



实训指导篇



需要全本请访问 www.ertongbook.com

模块一

常用仪器分析操作基本训练

一、目视比色法

技能训练一

锅炉给水中磷酸盐含量的测定（目视比色法）

技能目标

- 能进行目视比色法操作。
- 能应用目视比色法测定磷酸盐含量。
- 能计算被测组分磷酸盐的含量。

知识目标

- 了解目视比色法原理。
- 了解目视比色法的要求和应用。

测定原理

在硫酸酸性条件下，水样中的磷酸根与钼酸铵生成黄色的磷钼杂多酸，用氯化亚锡还原后生成磷钼蓝杂聚物，其蓝色的深浅与磷酸根离子的含量成正比，可用标准系列法目视比色测定。

$$PO_4^{3-} + 12MoO_4^{2-} + 27H^+ = H_3[P(Mo_3O_{10})_4] + 12H_2O$$

磷钼黄

$$[P(Mo_3O_{10})_4]^{3-} + 4Sn^{2+} + 11H^+ = H_3[P(Mo_3O_9)_4] + 4Sn^{4+} + 4H_2O$$

磷钼蓝

主要试剂、仪器

1. 试剂

（1）PO_4^{3-} 标准溶液（1mg/mL） 称取在 105℃（±2℃）干燥 2h 的优级纯或分析纯磷

酸二氢钾 1.433g，溶于蒸馏水，定容为 1L 作储备液。

（2）PO_4^{3-} 标准使用溶液（0.1mg/mL） 移取上述 PO_4^{3-} 标准溶液，用蒸馏水准确稀释 10 倍。

（3）浓硫酸、浓盐酸。

（4）钼酸铵-硫酸混合溶液 向 600mL 蒸馏水中缓慢加入 167mL 浓硫酸，冷却至室温。称取 20g 钼酸铵 $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$，研细后溶于上述硫酸溶液中，用蒸馏水稀释至 1L。

（5）氯化亚锡-甘油溶液（10g/L） 称取优级纯氯化亚锡结晶（$SnCl_2\cdot 2H_2O$）1.0g 于烧杯中，加入 20mL 浓盐酸，加热溶解后，再加 80mL 纯甘油，搅匀后转入塑料瓶中备用。

（6）含磷酸根水样。

2. 仪器

（1）25mL 比色管。

（2）5mL 吸量管。

（3）10mL 量筒。

操作步骤

1. 在 6 支已编号的 25mL 比色管中分别加入 0、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL PO_4^{3-}（0.1mg/mL）标准使用溶液和 5.00mL 水样，用蒸馏水稀释至约 20mL，摇匀。

2. 在上述比色管中各加入 2.5mL 钼酸铵-硫酸混合溶液，2～3 滴 $SnCl_2$ 甘油溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，静置 2min 后，观察颜色进行比色对照。记录比色结果，根据比色结果进行计算。

结果计算

水样中磷酸盐的含量 PO_4^{3-}（mg/L）按下式计算：

$$\rho_{PO_4^{3-}}(mg/L)=0.1\times\frac{V_1}{V_2}\times 1000$$

式中 V_1——与水样颜色相当的标准管中加入 PO_4^{3-} 标准使用液的体积，mL；

V_2——水样的体积，mL。

注意事项

1. 应给比色管编号并有序排列放置。

2. 标准系列与试液的浓度合适时方易于观察比较。

3. 比较颜色深浅时光线要合适，通量大较易观察。

4. 若水样管的颜色介于相邻两支标准管之间，则与水样相当的标准溶液体积 V_1，应取这两支管的标准溶液体积的平均值。

问题思考

1. 实验要测什么？几种溶液含有它？

2. 水样是自来水吗？
3. 哪些溶液的体积需要准确量取？用何量器？
4. 使用吸量管移取一定体积溶液要怎样读数？
5. 稀释至约 20mL 要怎么做？
6. 需要几次摇匀？
7. 怎样比色？比色后要得到什么？
8. 公式中的 0.1 是什么值？为什么乘上 1000？

【导读材料】

目视比色法的操作

目视比色法是用眼睛观察比较溶液颜色深浅来确定组分浓度的分析方法。最简单最常用的是标准系列法。

目视标准系列法是用一套由相同质料制成的、形状大小相同的比色管，将一系列不同量的标准溶液依次加入各比色管中，再分别加入等量的显色剂及其他试剂，并控制其他实验条件相同，最后稀释至同样体积（刻度线），从而形成标准色阶（一般情况下是一系列在可见光下颜色逐渐加深的有色溶液），见图 1-1。

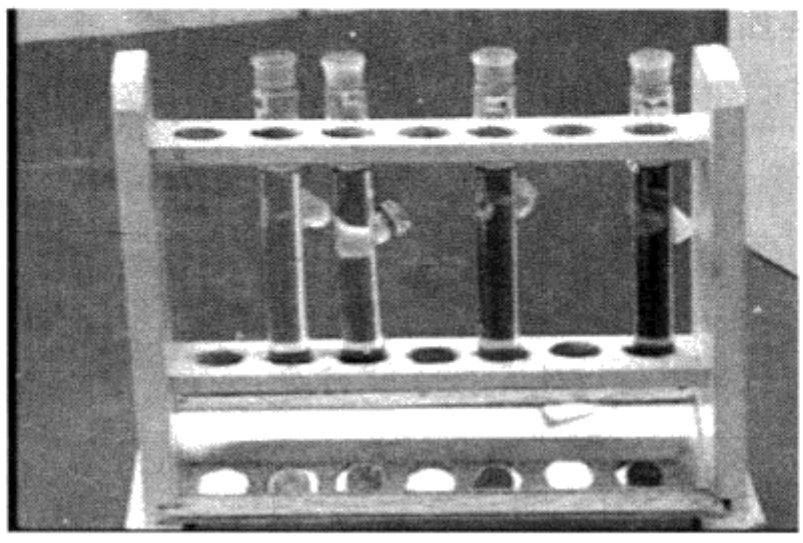


图 1-1　有色溶液的标准色阶

按同样方法，将一定量被测试液置于另一比色管中，加入相同试剂显色，并稀释至同样体积。

在入射光强度相等的情况下，从管口垂直向下观察，或调节反射镜观察镜面颜色。若试液与标准系列中某溶液的颜色深度相同，则这两支比色管中溶液的浓度相等；如果被测试液颜色深度介于相邻两支标准管之间，则试液浓度就介于这两个标准溶液的浓度之间。

目视标准系列法具有以下优缺点：

（1）仪器简单，操作简便快速，适宜小批量低含量组分的测定（如限界分析）；

（2）比色管很长，从上往下看，颜色很浅的溶液也易于观察，灵敏度较高；

（3）不需要单色光，可直接在白光下测定；

（4）标准色阶不能久置，常需临时配制比较麻烦，故有采用稳定的有色物质（如钴盐、三价铬盐及重铬酸钾等）按一定比例配成永久性的模仿色阶；

（5）主观误差大，准确度较差，相对误差达 5%～20%。

二、紫外可见分光光度法

技能训练二

721 型可见分光光度计的使用和波长准确性检定

技能目标

- 能按规范完成使用仪器前后的工作（仪器罩、电源、登记等）。
- 能按规定步骤正确操作。
- 能正确读取透光率 T 的读数。
- 能用简单方法检定仪器波长准确性。
- 能用仪器测定物质的最大吸收波长。
- 能绘制物质的吸收曲线。
- 能判断仪器波长是否符合误差要求。

知识目标

- 了解光学分析基本原理。
- 了解紫外可见分光光度计的基本构造和主要部件名称。
- 理解吸收曲线的绘制和作用。

操作原理

721 型可见分光光度计由光源、单色器、吸收池、检测器、显示系统五个部件组成。正确使用仪器是进行定性、定量分析的前提条件。

仪器出厂后，因各种原因可能发生某些性能的变化，需要通过测试和校正后才能使用，如波长读数与仪器内出射狭缝射出的单色光不一致就是最常见的问题。

检定波长准确性的方法很多，常用一些已知最大吸收峰波长的有色溶液或仪器附件镨钕滤光片作标准进行检定，然后调整仪器加以校正，能满足使用 721 型可见分光光度计的分析要求。

镨钕滤光片的标准吸收峰是 529.0nm，若检测结果与之基本相符［在（529±3）nm 范围内］，说明仪器波长精度符合要求，否则需要校正仪器波长。图 2-1 为镨钕滤光片透光率曲线。

主要仪器

1. 721 型可见分光光度计。

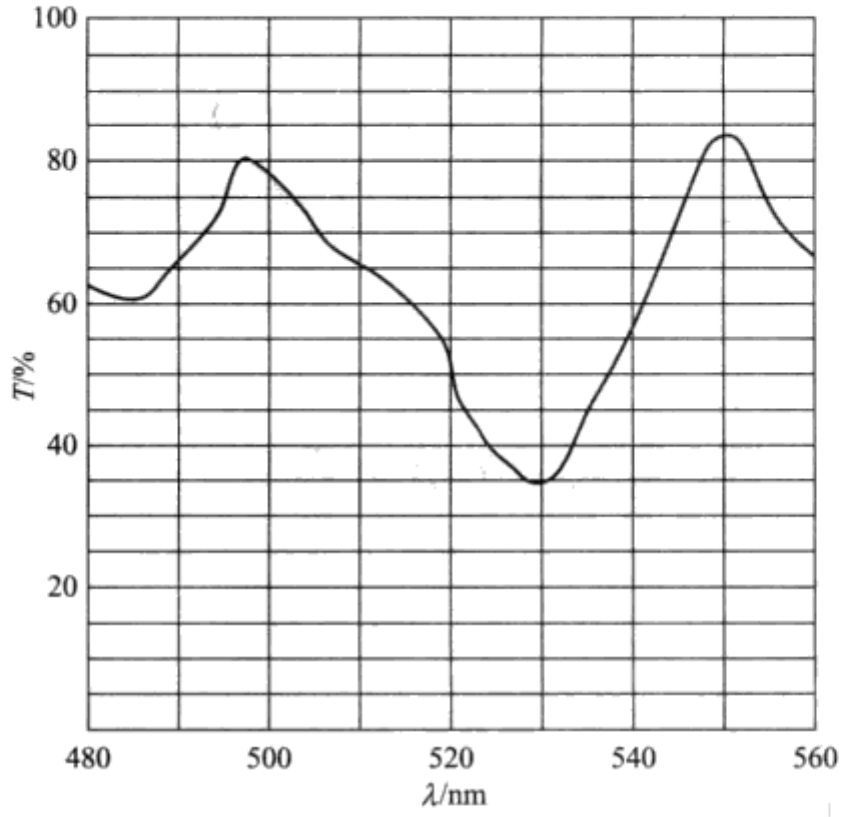


图 2-1　谱钕滤光片透光率曲线

2. 镨钕滤光片。

操作步骤

1. 721 型可见分光光度计使用方法

（1）取下布罩，折叠整齐置于仪器旁边。

（2）观察读数电表指针应为零（不为零时应开盖调整）。

（3）打开吸收池暗箱（比色皿室）盖，接通电源，打开仪器电源开关，指示灯亮，预热 15～20min。

（4）转动波长旋钮，选定所需单色光波长。选择适当灵敏度挡。

（5）将参比溶液和被测溶液分别装入比色皿中，依次放入吸收池暗箱内，并使参比溶液置于光路中。

（6）转动“0”旋钮使电表指针恰好指在 $T=0$（即 $A=\infty$）处。

（7）盖上吸收池暗箱盖，顺时针转动“100%”旋钮，使电表指针指在 100%T（即 $A=0$）处（若指针达不到可增大灵敏度挡次）。

注意!! 在合盖调节 $T=100\%$之前，应将“100%”调节器旋钮逆时针调至最小，然后再慢慢调大。

（8）反复打开和关闭吸收池暗箱盖，并调节“0”和“100%”旋钮，使指针能自行指示 $T=0$ 和 $T=100\%$为止。

（9）拉动比色皿架拉杆，使待测溶液置于光路中，读出此时电表指针位置，即为该溶液的吸光度 A 或透光率 T 值。

（10）测量完毕后，打开吸收池暗箱盖，取出比色皿，关闭仪器电源开关，盖好吸收池暗箱盖，取下电源插头。

（11）洗净比色皿，晾干后入盒保存。罩好仪器，整理实验台，填写仪器使用登记本。

2. 波长的校正

（1）开机预热验光。先将“100%”旋钮顺时针旋至光亮最强处，波长调至546nm，然后将白色滤纸片放在比色皿室左侧出光口，观察光斑应为规则绿色光斑。若不是绿色，可调节仪器内部的波长螺杆，使光斑为绿色（此步骤应在教师的指导下进行）。

（2）将镨钕光片放入比色皿架上。选择测定波长（520～540nm，每隔2nm测量一次T或A），以空气为参比，调“0”和“100%”旋钮后测量镨钕光片的T或A值（测定镨钕光片一般记录透光率T）。

注意!! 每改变一次波长，均应重新用参比调0和100%。

（3）绘出T-λ或A-λ曲线，查出最大吸收峰对应的波长，与镨钕光片的最大吸收波长529nm进行比较，其差值$\Delta\lambda$为波长误差。

（4）依照721型可见分光光度计的波长允许误差±3nm（此允许误差可查仪器说明书）判断。若$|\Delta\lambda| > 3$nm，所用仪器不符合使用要求，需调整波长螺杆继续测量。

数据记录和结果处理

1. 数据记录

波长λ/nm	520	522	524	526	528	530	532	534
T/%								
波长λ/nm	536	538	540	527	529	531		
T/%								

2. 根据上述实验数据，以T为纵坐标，对应λ为横坐标，用坐标纸绘制镨钕光片的T-λ吸收曲线，找出最大吸收波长λ_{max}，计算出波长误差$\Delta\lambda$。

3. 依照721型可见分光光度计的波长允许误差±3nm判断结果。

注意事项

1. 不测定时，吸收池暗箱盖应处于打开状态。

2. 每改变一次波长，均应重新用参比调0和100%。

3. 仪器连续使用时间太长，光电管易发生疲劳效应，应将仪器关闭一段时间后再继续使用。

4. 为了确保仪器稳定工作，在电源电压波动较大时，要接一个稳压器。

5. 仪器底部有两只干燥剂筒，应保持其干燥，发现硅胶变色时应立即更换新的或烘干后再用。

问题思考

1. 开机后要做的第一件事是预热吗？是调节波长吗？是选择灵敏度挡吗？是准备参比吗？还是调节0和100%旋钮？

需要全本请访问 www.ertongbook.com