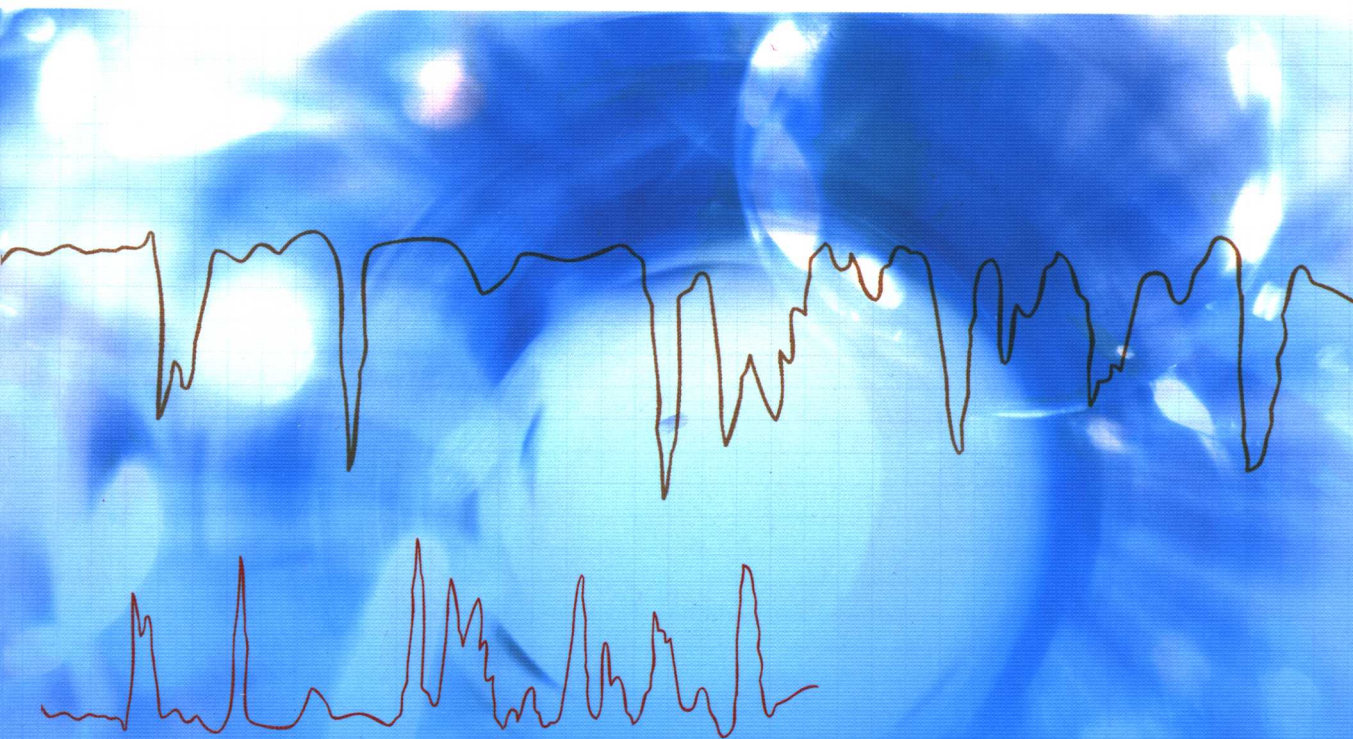




教育部高职高专规划教材

仪器分析

郭英凯 主编



化学工业出版社

教育部高职高专规划教材

仪 器 分 析

郭英凯 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书介绍了目前常用的一些仪器分析方法,即原子发射光谱法、原子吸收光谱法、紫外分光光度法、红外光谱法、气相色谱法、高效液相色谱法以及电位分析法的基本知识、方法原理、仪器组成和方法应用等方面的内容。本书是针对高职教育的特点以及培养目标进行编写的,书中在介绍上述知识的基础上,特别编入了相关的仪器实验技术及实验内容,供教学过程中进行参考。

本书是高等职业院校工业分析与检验专业仪器分析课程的教材,也可作为化工、制药、食品等相关专业仪器分析课程的教学用书,还可供厂矿企业、科研单位、从事理化检验和品质控制或品质管理工作的有关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析/郭英凯主编. —北京:化学工业出版社,
2006.7
教育部高职高专规划教材
ISBN 7-5025-9155-9

I. 仪… II. 郭… III. 仪器分析-高等学校:技术
学院-教材 IV. 0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 087220 号

教育部高职高专规划教材

仪 器 分 析

郭英凯 主编

责任编辑:蔡洪伟 周 旭

文字编辑:旷英姿 宋 薇 张 婷

责任校对:郑 捷

封面设计:史利平

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询:(010)64982530

(010)64918013

购书传真:(010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

化学工业出版社印刷厂印装

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 16 1/4 字数 410 千字

2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-9155-9

定 价:27.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换

出版说明

高职高专教材建设工作是整个高职高专教学工作中的重要组成部分。改革开放以来,在各级教育行政部门、有关学校和出版社的共同努力下,各地先后出版了一些高职高专教育教材。但从整体上看,具有高职高专教育特色的教材极其匮乏,不少院校尚在借用本科或中专教材,教材建设落后于高职高专教育的发展需要。为此,1999年教育部组织制定了《高职高专教育专门课课程基本要求》(以下简称《基本要求》)和《高职高专教育专业人才培养目标及规格》(以下简称《培养规格》),通过推荐、招标及遴选,组织了一批学术水平高、教学经验丰富、实践能力强的教师,成立了“教育部高职高专规划教材”编写队伍,并在有关出版社的积极配合下,推出一批“教育部高职高专规划教材”。

“教育部高职高专规划教材”计划出版500种,用5年左右时间完成。这500种教材中,专门课(专业基础课、专业理论与专业能力课)教材将占很高的比例。专门课教材建设在很大程度上影响着高职高专教学质量。专门课教材是按照《培养规格》的要求,在对有关专业的人才培养模式和教学内容体系改革进行充分调查研究和论证的基础上,充分汲取高职、高专和成人高等学校在探索培养技术应用型专门人才方面取得的成功经验和教学成果编写而成的。这套教材充分体现了高等职业教育的应用特色和能力本位,调整了新世纪人才必须具备的文化基础和技术基础,突出了人才的创新素质和创新能力的培养。在有关课程开发委员会组织下,专门课教材建设得到了举办高职高专教育的广大院校的积极支持。我们计划先用2~3年的时间,在继承原有高职高专和成人高等学校教材建设成果的基础上,充分汲取近几年来各类学校在探索培养技术应用型专门人才方面取得的成功经验,解决新形势下高职高专教育教材的有无问题;然后再用2~3年的时间,在《新世纪高职高专教育人才培养模式和教学内容体系改革与建设项目计划》立项研究的基础上,通过研究、改革和建设,推出一大批教育部高职高专规划教材,从而形成优化配套的高职高专教育教材体系。

本套教材适用于各级各类举办高职高专教育的院校使用。希望各用书学校积极选用这批经过系统论证、严格审查、正式出版的规划教材,并组织本校教师以对事业的责任感对教材教学开展研究工作,不断推动规划教材建设工作的发展与提高。

教育部高等教育司

2001年4月3日

前 言

作为一种分析检测手段，仪器分析是近代分析化学的重点发展方向，特别是近年来各种分析技术发展十分迅速。仪器分析具有灵敏度高、准确度高、自动化程度高、分析速度快的特点，作为研究物质的组成、状态及结构的分析测试手段，正不断地在科学技术及国民经济的许多领域中得到越来越广泛的应用。

为了满足 21 世纪对高级应用型人才培养的需要，以“重基础、重能力、重实用”为基本原则和基本出发点，结合多年的教学实践，我们编写了本教材。

全书共分七章，由郭英凯主编。具体编写分工如下：第一章、第二章由郭英凯编写，第三章、第四章由许金霞编写，第五章、第六章由于韶梅编写，第七章由赵燕禹编写。全书由郭英凯、于韶梅统稿。

本书可作为高职高专工业分析与检验专业、化学化工及相关专业的教材，也可作为各行业从事仪器分析人员的操作技能培训教材和工具参考书。

本教材由于编写时间仓促，书中难免存在疏漏之处，敬请同行专家和读者批评指正。

编者

2006 年 5 月

目 录

绪论	1
一、仪器分析的内容与分类	1
二、仪器分析的特点	2
三、仪器分析与化学分析之间的关系	2
四、仪器分析的发展趋势	2
第一章 原子发射光谱分析法	3
第一节 概述	3
一、电磁辐射和电磁波谱	3
二、辐射能参量	4
三、辐射能特性	4
第二节 原子发射光谱分析的基本原理	5
一、原子发射光谱的产生	5
二、元素光谱化学性质与元素周期表的关系	6
第三节 原子发射光谱仪	7
一、激发光源	7
二、摄谱仪	11
三、映谱仪(光谱投影仪)	14
四、测微光度计(测黑度计)	14
第四节 光谱定性、半定量分析	16
一、谱线的概念	16
二、影响谱线强度的因素	17
三、光谱定性、半定量分析	18
第五节 光谱定量分析	21
一、定量分析基础	21
二、定量分析方法	21
第六节 原子发射光谱分析的特点和应用	25
第七节 实验技术	26
一、进样技术	26
二、光谱定性分析操作	28
三、光谱定量分析工作条件的选择	30
四、乳剂特性曲线的制作方法	31
第八节 发射光谱分析实验	31
实验一 映谱仪、比长仪的应用实验(以试样中 Mn 和 Pb 的光谱定性为例)	31
一、实验目的	31
二、使用映谱仪识别谱线的实验	31

三、用比长仪测定谱线波长的操作实验	32
实验二 大理石粉、合金钢棒、自来水样的发射光谱定性分析	32
一、实验目的	32
二、方法原理	33
三、仪器与试剂	33
四、实验内容与步骤	33
五、数据处理	33
六、注意事项	33
实验三 乳剂特性曲线的制作	33
一、实验目的	33
二、实验原理	34
三、仪器与试剂	34
四、实验内容与步骤	34
五、数据处理	34
六、注意事项	34
七、思考题	34
实验四 摄谱法定量分析	34
一、实验目的	34
二、试样的准备	35
三、摄谱条件	35
四、摄谱操作	35
五、暗室处理	35
六、谱线黑度的测量	36
七、数据处理	36
实验五 工业盐酸中杂质元素的溶液干渣法光谱分析	36
一、实验目的	36
二、实验原理	36
三、仪器与试剂	36
四、实验内容与步骤	37
五、数据处理	37
六、注意事项	37
七、思考题	37
实验六 硫酸镍电解液中主要成分和微量成分的 ICP 光谱测定	37
一、实验目的	37
二、实验原理	37
三、仪器与试剂	38
四、实验内容与步骤	38
五、数据处理	38
六、注意事项	38
七、思考题	38
思考与习题	38

第二章 原子吸收光谱分析法	40
第一节 概述	40
第二节 原子吸收光谱分析理论基础	41
一、吸收线轮廓及其变宽	42
二、基态原子的产生——金属盐溶液在火焰中的行为	44
三、基态原子数与激发态原子数间的关系	45
四、积分吸收和峰值吸收	45
五、原子吸收与原子浓度的关系	46
第三节 原子吸收法的仪器装置	47
一、光源	48
二、原子化系统	49
三、光学系统	57
四、检测系统	58
第四节 定量分析方法	60
一、标准曲线法	60
二、标准加入法	60
第五节 灵敏度、特征浓度、检出限	61
一、灵敏度	61
二、特征浓度	61
三、检出限	62
第六节 干扰及其消减	62
一、光谱干扰	63
二、非光谱干扰	67
第七节 原子吸收光谱分析法的特点及其应用	70
第八节 实验技术	70
一、样品制备	70
二、标准样品的配制	71
三、样品预处理	71
四、仪器测量条件的选择	73
第九节 原子吸收光谱分析实验	76
实验一 火焰原子吸收法最佳条件的选择和自来水中钠的测定——标准曲线法	76
一、实验目的	76
二、实验原理	76
三、仪器与试剂	76
四、实验内容与步骤	76
五、数据处理	77
六、注意事项	77
七、思考题	78
实验二 磷酸根对火焰原子吸收法测定钙的干扰及其消除	78
一、实验目的	78
二、实验原理	78

三、仪器与试剂	78
四、实验内容和步骤	78
五、数据处理	79
六、注意事项	79
七、思考题	79
实验三 火焰原子吸收法测定土壤中的微量 Zn 和 Cu——标准曲线法	79
一、实验目的	79
二、实验原理	79
三、仪器与试剂	80
四、实验步骤	80
五、数据处理	80
六、思考题	80
实验四 火焰原子吸收法测定自来水中的镁——标准加入法	80
一、实验目的	80
二、实验原理	80
三、仪器与试剂	81
四、实验内容和步骤	81
五、数据处理	81
六、注意事项	81
七、思考题	81
实验五 火焰原子吸收法测定水产品中锌的含量	81
一、实验目的	81
二、实验原理	81
三、仪器与试剂	81
四、实验内容和步骤	82
五、数据处理	82
六、注意事项	82
七、思考题	82
实验六 无火焰原子吸收光谱法测定人体指甲中的铜和最佳条件的选择	82
一、实验目的	82
二、实验原理	83
三、仪器与试剂	83
四、实验内容和步骤	83
五、数据处理	84
六、注意事项	84
七、思考题	84
思考与习题	84
第三章 紫外分光光度法	86
第一节 概述	86
一、紫外与可见分光光度法的异同	86
二、紫外分光光度法的特点	87

第二节 紫外光谱法基本原理	87
一、紫外吸收光谱的产生	87
二、分子轨道的形成及 σ 、 π 和 n 轨道	87
三、电子能级和跃迁类型	88
四、紫外光谱中的有关术语	89
五、共轭体系与吸收带波长的关系	90
第三节 影响紫外吸收光谱的主要因素	91
一、酸度的影响	91
二、溶剂效应	91
第四节 各类有机化合物的紫外吸收光谱	92
一、简单有机化合物分子的紫外吸收光谱	92
二、含共轭双键化合物的紫外吸收光谱	93
三、芳香族化合物的紫外吸收光谱	96
第五节 紫外光谱的应用	98
一、化合物的鉴定	98
二、纯度检验	99
三、异构体的确定	99
四、位阻作用的测定	99
五、氢键强度的测定	99
六、成分分析	100
第六节 紫外分光光度法实验技术	100
第七节 紫外分光光度法实验	100
实验一 有机化合物的吸收光谱及溶剂效应	100
一、实验目的	100
二、实验原理	100
三、实验内容与步骤	101
四、仪器与试剂	102
五、数据处理	102
六、注意事项	102
七、思考题	102
实验二 差值吸收光谱法测定废水中微量苯酚	102
一、实验目的	102
二、实验原理	102
三、实验内容与步骤	103
四、仪器与试剂	103
五、数据处理	103
六、注意事项	104
七、思考题	104
思考与习题	104
第四章 红外光谱分析法	105
第一节 红外光谱法的基本原理	105

一、振动的基本类型	106
二、影响峰数减少的原因	106
三、红外吸收光谱图及红外吸收光谱产生的条件	107
四、影响红外吸收谱带强度的因素	107
五、红外吸收光谱的特征性及有关术语	108
第二节 影响红外光谱吸收频率的因素	110
一、内部因素	110
二、外部因素	113
第三节 红外吸收光谱解析	114
一、红外吸收光谱中的几个重要分区	114
二、红外吸收光谱的解析	115
第四节 红外吸收光谱仪	117
一、色散型红外光谱仪结构及其工作原理	117
二、傅立叶变换红外光谱仪	120
第五节 红外光谱法应用	122
一、定性及未知化合物的结构鉴定	123
二、定量分析	123
三、红外吸收光谱在其他方面的应用	124
第六节 红外光谱分析法实验技术	124
一、红外样品池	125
二、红外样品制备	125
三、红外载样材料的选择	129
第七节 红外光谱实验	129
实验一 未知样品的定性分析	129
一、实验目的	129
二、实验原理	129
三、仪器与试剂	129
四、实验步骤	129
五、数据处理	130
六、操作要点	130
七、思考题	130
实验二 正丁醇-环己烷溶液中正丁醇含量的测定	130
一、实验目的	130
二、实验原理	130
三、仪器与试剂	130
四、实验步骤	130
五、数据处理	130
六、操作要点	130
七、思考题	131
思考与习题	131
第五章 气相色谱分析	132

第一节	概述	132
第二节	气相色谱仪	133
一、	气相色谱流程	133
二、	色谱流出曲线及有关术语	136
第三节	气相色谱分离理论	137
一、	色谱分离的基本原理	137
二、	色谱分离的基本理论	139
第四节	色谱分离条件的选择	141
一、	气相色谱固定相及其选择	142
二、	分离条件选择的指标	146
三、	色谱分离条件的选择	148
第五节	气相色谱检测器	151
一、	检测器的分类	151
二、	常用气相色谱检测器	151
三、	气相色谱检测器的性能及有关术语	156
第六节	气相色谱定性分析	159
一、	利用绝对保留值定性	159
二、	利用相对保留值定性	159
三、	利用加入纯物质增加峰高的方法定性	160
四、	利用保留指数定性	160
第七节	气相色谱定量分析	161
一、	峰面积的测量	161
二、	定量校正因子	162
三、	相对应答值 S_{R}	162
四、	几种常用的定量计算方法	163
第八节	实验技术	165
一、	担体处理及固定液涂渍	165
二、	色谱柱的填充、老化及评价	165
三、	最佳载气流速的确定	166
四、	检测器灵敏度的测定	166
五、	载气流量及其校正	167
第九节	气相色谱分析实验	168
实验一	填充色谱柱的制备	168
一、	实验目的与要求	168
二、	方法原理	168
三、	仪器与试剂	168
四、	实验步骤	169
五、	思考题	170
实验二	填充柱柱效的测定	170
一、	实验目的	170
二、	方法原理	170

三、仪器与试剂	170
四、操作条件	170
五、实验步骤	170
六、数据及处理	171
七、思考题	171
实验三 气相色谱定性分析——纯物质对照法	171
一、实验目的	171
二、方法原理	171
三、仪器与试剂	172
四、实验条件	172
五、操作步骤	172
六、数据及处理	172
七、思考题	173
实验四 利用气-固色谱法分析 O_2 , N_2 , CO 及 CH_4 混合气体	173
一、实验目的	173
二、实验原理	173
三、仪器与试剂	173
四、实验步骤	173
五、操作注意事项	174
六、数据及处理	174
七、思考题	174
实验五 外标法定量测定未知组分的含量	174
一、实验目的	174
二、实验原理	174
三、仪器与试剂	174
四、实验步骤	175
五、操作注意事项	175
六、数据及处理	175
七、思考题	175
实验六 利用内标法定量分析正己烷中的环己烷	175
一、实验目的	175
二、实验原理	175
三、仪器与试剂	176
四、实验步骤	176
五、操作注意事项	176
六、数据及处理	176
七、思考题	176
实验七 载气流速及柱温变化对分离度的影响	176
一、实验目的	176
二、实验原理	177
三、仪器与试剂	177

四、实验步骤	178
五、操作注意事项	178
六、数据及处理	178
七、思考题	178
思考与习题	178
第六章 高效液相色谱分析	180
第一节 概述	180
一、高效液相色谱分析法的特点	180
二、高效液相色谱法类型及其分离原理	181
第二节 高效液相色谱仪	183
一、仪器结构	183
二、仪器各部分功用	183
第三节 液相色谱用固定相与流动相	190
一、液相色谱固定相	190
二、液相色谱流动相(洗脱剂)	192
第四节 影响色谱峰扩展及色谱分离的因素	194
一、涡流扩散项 H_1	194
二、纵向扩散项 H_2	194
三、传质阻力项 H_3	194
第五节 高效液相色谱分离方式的选择	196
第六节 高效液相色谱实验技术	196
一、溶剂处理技术	196
二、流动相的选择	197
三、液相色谱输液泵、进样阀、常见故障判断与排除方法	198
四、色谱柱技术	199
五、色谱柱的评价	200
六、色谱柱的使用技术	201
七、衍生化技术	202
八、硅胶色谱操作中流动相中的水的去除	203
九、关于 LC—MS 联用技术	204
第七节 高效液相色谱分析实验	204
实验一 HPLC 柱效能的测定	204
一、实验目的	204
二、实验原理	204
三、仪器与试剂	204
四、仪器工作参数	204
五、实验步骤	205
六、数据记录与处理	205
七、思考题	205
实验二 果汁中苹果酸、柠檬酸的测定	205
一、实验目的	205

二、实验原理	206
三、仪器与试剂	206
四、实验内容与步骤	206
五、数据处理	206
六、注意事项	206
七、思考题	206
实验三 对羟基苯甲酸酯类混合物的反相 HPLC 分析	207
一、实验目的	207
二、实验原理	207
三、仪器与试剂	207
四、色谱条件	207
五、实验步骤	208
六、数据记录及处理	208
七、思考题	209
实验四 维生素 E 胶丸中 α -V _E 的 HPLC 定量测定	209
一、实验目的	209
二、实验原理	209
三、仪器与试剂	209
四、实验步骤	210
五、数据处理	210
六、注意事项	210
七、思考题	210
思考与习题	210
第七章 电位分析法	212
第一节 电化学分析法概述	212
一、概述	212
二、活度及活度系数	213
三、离子的淌度和迁移数	214
四、化学电池	214
五、电极的类型	215
六、电极电位	216
七、液体接界电位	216
第二节 电位分析法及其基本原理	217
第三节 离子选择性电极 (ion selective electrode, ISE)——膜电极	218
一、离子选择性电极及其分类	218
二、离子选择性电极膜电位	222
第四节 离子选择性电极的性能指标	223
一、电位选择性系数 ($K_{i,j}^{pot}$) 及选择比 ($K_{j,i}$)	223
二、能斯特响应及检测限	225
三、响应时间	225
四、温度效应和等电位点	226

第五节 玻璃电极及溶液 pH 的电位法测定	227
一、玻璃电极	227
二、溶液 pH 的电位法测定	228
三、电位法测定溶液 pH 的原理	229
第六节 离子选择性电极分析重要的实验条件及定量方法	229
一、浓度代替活度的条件	229
二、标准溶液	230
三、定量分析方法	231
第七节 电位滴定法	234
一、电位滴定曲线及滴定终点的确定方法	234
二、电位滴定用仪器设备	237
三、电位滴定的类型	239
四、电位滴定法的特点	241
五、电位滴定法的应用实例	241
第八节 实验技术	242
第九节 电位分析法实验	242
实验一 水样中 K^+ 的测定——离子计法	242
一、实验目的	242
二、实验原理	242
三、仪器与试剂	242
四、实验步骤	243
五、思考题	243
实验二 NaOH 电位滴定法测定 H_3PO_4 的含量及 H_3PO_4 的各级酸离解常数	243
一、实验目的	243
二、实验原理	243
三、仪器与试剂	244
四、实验步骤	244
五、数据处理	244
六、注意事项	245
七、思考题	245
实验三 EDTA 配合电位滴定法连续测定溶液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 和 Ca^{2+} 含量	245
一、实验目的	245
二、实验原理	245
三、仪器与试剂	245
四、实验步骤	246
五、数据处理	246
六、注意事项	246
七、思考题	246
实验四 水中碘的含量测定——格兰作图法	247
一、实验目的	247
二、实验原理	247

三、仪器与试剂.....	247
四、实验步骤.....	247
五、注意事项.....	247
六、思考题.....	247
实验五 AgNO_3 标准溶液自动电位滴定法测定溶液中的氯化物含量	247
一、实验目的.....	247
二、实验原理.....	248
三、实验仪器与试剂.....	248
四、实验步骤.....	248
思考与习题.....	248
参考文献.....	250