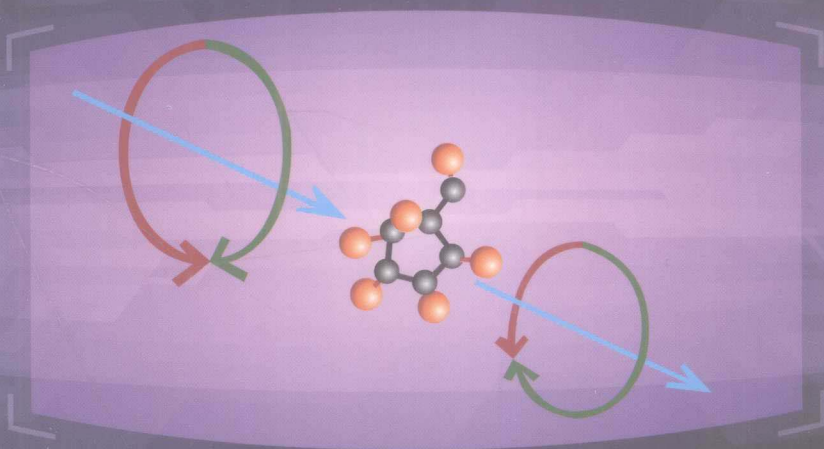




现代化学研究技术与实践



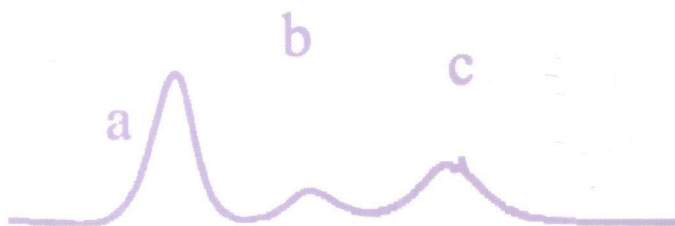
YIQIPIAN

仪器篇

胡谷平 曾春莲 黄滨◎主编



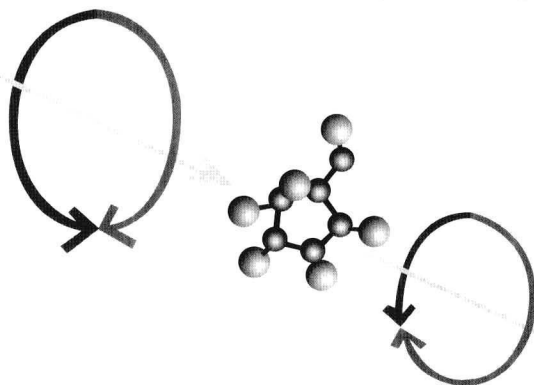
化学工业出版社





现代化学研究技术与实践

-44



YIQIPIAN

仪器篇

胡谷平 曾春莲 黄滨◎主编



化学工业出版社

· 北京 ·



本书是《现代化学研究技术与实践》丛书中的一本,是由工作在大型分析仪器应用和实验教学第一线的工作人员编写而成的,总结了他们在仪器使用和仪器应用研究方面的一系列经验。全书介绍了现代化学研究技术中较为常见的 21 种大型仪器,对仪器原理、样品制备、研究方法和谱图分析都进行了讨论,力图从实际应用的角度,反映现代化学仪器分析的发展前沿,对使用这些仪器进行科学研究提供指导和帮助。

本书可作为高等院校化学类和近化学类专业(生物、医学、药学、化工、食品、农林、材料科学与工程、环境科学与工程等)研究生教材,也可作为学生独立上机的实用操作手册。

图书在版编目(CIP)数据

仪器篇/胡谷平,曾春莲,黄滨主编. —北京:化学工业出版社,2011.4

现代化学研究技术与实践

ISBN 978-7-122-10698-8

I. 仪… II. ①胡… ②曾… ③黄… III. 仪器分析 IV. O6

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 036296 号

责任编辑:杜进祥 向 东

装帧设计:韩 飞

责任校对:陶燕华

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 装:大厂聚鑫印刷有限责任公司

710mm×1000mm 1/16 印张 20 $\frac{3}{4}$ 字数 411 千字 2011 年 7 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:50.00 元

版权所有 违者必究

《现代化学研究技术与实践》

研究生教材编辑委员会

主任：苏成勇

委员：（以姓氏笔画为序）

万一千	朱芳	苏成勇	余小岚
汪华侨	陈六平	胡谷平	贾虹
童叶翔	曾锋		

前 言

研究生教育是教育结构中最高层次的教育,肩负着为国家现代化建设培养高素质、高层次创造性人才的重任,是我国增强综合国力、增强国际竞争力的重要支撑。近年来,国内高等学校、科研院所都购置了一大批大型化学分析仪器,为提高研究生教育水平提供了优质的硬件条件。

根据中山大学研究生院关于全面修改调整研究生培养方案的要求,从培养化学及相关专业研究生创新人才整体考虑,化学与工程学院在原有研究生课程“现代化学研究方法与技术”的基础上,成立“研究生化学综合技能实验室”大型综合平台,对研究生课程体系进行整合:独立设置现代化学研究技术与实践——理论教学、现代化学研究技术与实践——实验教学课程,形成了理论联系实践的“一体化、开放式”课程新体系。在新的课程体系中,现代化学研究技术与实践《方法篇》和《实验篇》两本教材介绍了现代化学研究技术的原理和实验方法,《仪器篇》介绍了现代化学研究技术中使用的大型分析仪器。

本书根据研究生教学的特点,着重介绍了大型分析仪器在实际科研工作中的应用。对仪器原理、样品制备、测试条件选择、谱图质量分析等仪器应用过程中的常见问题和注意要点进行了讨论。在每一章中,还介绍了该仪器目前国内较常见的型号的操作规程,因此本书还可以作为这些仪器的操作手册。本书中介绍的仪器都是编者实际工作中使用和维护的仪器,因此编者相信本书一定会对使用这些大型分析仪器的化学化工专业的研究生和高年级本科生提供有益的帮助。

本书共分 21 章:第 1 章电感耦合等离子体发射光谱仪(曾尊祥);第 2 章红外光谱仪(许先芳);第 3 章稳态瞬态荧光光谱仪(黄滨);第 4 章圆二色光谱仪(黄滨);第 5 章振动圆二色光谱仪(余小岚);第 6 章气相色谱质谱联用仪(曾尊祥);第 7 章高效液相色谱仪(梁今明);第 8 章凝胶渗透色谱仪(黎莹);第 9 章液相色谱质谱联用仪(蔡涛、余惠娟);第 10 章粉末 X 射线衍射仪(余小岚);第 11 章核磁共振波谱仪(胡谷平);第 12 章场发射扫描电子显微镜(曾春莲、汤丽鸳);第 13 章热重分析仪(杨薇);第 14 章示差扫描量热仪(曾春莲);第 15 章磁学性质测量系统 MPMS(余小岚);第 16 章电化学工作站(许先芳);第 17 章动态热机械分析仪(曾春莲);第 18 章力学性能试验机(杨桂成、黎莹);第 19 章

高级摆锤式冲击试验机（杨桂成、黎莹）；第 20 章气体吸附分析仪（张伟庆）；第 21 章手套操作箱（罗学军）。

本书在编写过程中，得到了中山大学研究生教育教学改革项目、广东省学位与研究生教育改革研究项目的支持；得到了化学与工程学院领导、以及其他许多老师的大力支持和热情帮助，在此向所有支持者表示衷心的感谢！

由于编者学识水平和经验有限，书中难免存在疏漏和不当之处，恳请有关专家和读者批评指正。

编 者
2011 年 2 月

目 录

第 1 章 电感耦合等离子体发射光谱仪	1
1.1 仪器结构和原理	1
1.1.1 仪器原理	1
1.1.2 仪器结构	2
1.2 样品制备和上机准备	4
1.2.1 样品制备	4
1.2.2 标准溶液配制	5
1.2.3 ICP-OES 分析参数优化	5
1.3 Spectro Ciros Vision ICP-OES 简介	7
1.4 Spectro Ciros Vision ICP-OES 操作规程	7
1.4.1 仪器开机顺序	7
1.4.2 编辑测量方法	7
1.4.3 进行测量	14
1.4.4 关机	15
1.4.5 数据处理	16
1.5 谱图质量分析	18
1.6 常见故障排除	19
思考题	20
参考文献	20
第 2 章 红外光谱仪	21
2.1 仪器结构和原理	21
2.2 样品制备和上机准备	22
2.3 Nicolet Avatar 330 傅里叶变换红外光谱仪简介	23
2.4 Nicolet Avatar 330 傅里叶变换红外光谱仪操作规程	23
2.5 常见故障排除	27

思考题	28
参考文献	28
第 3 章 稳态瞬态荧光光谱仪	29
3.1 仪器结构和原理	29
3.1.1 仪器结构	29
3.1.2 工作原理	30
3.2 测试功能与上机要求	32
3.3 FLSP920 型稳态瞬态荧光光谱仪简介	35
3.4 FLSP 型稳态瞬态荧光光谱仪操作规程	36
3.4.1 稳态光谱测试	36
3.4.2 瞬态光谱测试	43
3.4.3 与附加设备联用的光谱测试	48
3.5 图谱质量分析	54
3.5.1 稳态图谱测试	54
3.5.2 瞬态图谱测试	60
3.6 常见故障分析处理	60
思考题	61
参考文献	61
第 4 章 圆二色光谱仪	62
4.1 仪器结构和原理	62
4.2 样品制备和上机要求	63
4.3 J-810 圆二色光谱仪简介	65
4.4 J-810 圆二色光谱仪操作规程	66
4.4.1 常温圆二色谱与荧光光谱的测试	66
4.4.2 恒温或变温圆二色光谱及荧光光谱的测试	68
4.5 数据处理	73
4.6 图谱质量分析	75
4.7 常见故障排除	77
思考题	78
参考文献	78
第 5 章 振动圆二色光谱仪	79
5.1 仪器结构和原理	79
5.2 样品制备和上机准备	80

5.3	Bruker PMA50 振动圆二色光谱仪简介	80
5.4	Bruker PMA50 振动圆二色光谱仪操作规程	80
	思考题	83
	参考文献	83
第 6 章	气相色谱质谱联用仪	84
6.1	仪器结构和原理	84
6.2	样品制备和上机准备	85
6.3	Trace GC Ultra-DSQ GC-MS 简介	87
6.4	Trace GC Ultra-DSQ GC-MS 操作规程	88
6.4.1	检查质谱仪状态	88
6.4.2	方法编辑	91
6.4.3	进行测量	97
6.4.4	数据处理	99
6.5	谱图质量分析	107
6.5.1	色谱图异常分析	107
6.5.2	质谱图优化	108
6.6	常见故障排除	109
	思考题	111
	参考文献	111
第 7 章	高效液相色谱仪	112
7.1	仪器结构和原理	112
7.2	样品制备和上机准备	114
7.3	Agilent 1100 高效液相色谱仪简介	115
7.4	Agilent 1100 高效液相色谱仪操作规程	115
7.5	岛津 LC-20 高效液相色谱仪简介	122
7.6	岛津 LC-20 高压液相色谱仪操作规程	122
7.7	常见故障排除	130
	思考题	132
	参考文献	132
第 8 章	凝胶渗透色谱仪	133
8.1	仪器结构和原理	133
8.2	样品制备及注意事项	134

8.3	Waters Breeze 常温凝胶渗透色谱仪简介	136
8.4	Waters Breeze 常温凝胶渗透色谱仪操作规程	136
8.5	Waters Breeze 常温凝胶渗透色谱仪数据处理	139
8.6	Waters Alliance2000 高温凝胶渗透色谱仪简介	143
8.7	Waters Alliance2000 高温凝胶渗透色谱仪操作规程	144
8.8	Waters Alliance2000 高温凝胶渗透色谱仪数据处理	146
8.9	谱图质量分析	148
8.10	常见故障排除	148
	思考题	150
	参考文献	150
第9章	液相色谱质谱联用仪	151
9.1	仪器结构和原理	151
9.1.1	离子源	152
9.1.2	质量分析器	153
9.2	样品制备和上机准备	154
9.3	岛津 LCMS-2010p 液质联用仪性能指标	155
9.4	岛津 LCMS-2010p 液质联用仪操作规程	155
9.4.1	真空启动与停止	155
9.4.2	日常操作	156
9.5	岛津 LCMS-2010p 液质联用仪常见故障分析处理	163
9.6	AccuTOF CS JMS-T100CS 液相色谱飞行时间质谱联用仪简介	163
9.7	AccuTOF CS JMS-T100CS 液相色谱飞行时间质谱联用仪 操作规程	164
9.8	TOF-MS 常见故障分析处理	173
	思考题	173
	参考文献	174
第10章	粉末X射线衍射仪	175
10.1	仪器结构和原理	175
10.2	样品制备和上机准备	176
10.3	Rigaku D/max 2200 VPC 衍射仪简介	177
10.4	Rigaku D/max 2200 VPC 衍射仪操作规程	177
10.5	数据处理	180
10.6	常见故障排除	183

思考题	184
参考文献	184
第 11 章 核磁共振波谱仪	185
11.1 仪器结构和原理	185
11.2 样品处理及上机前准备	186
11.3 Varian 300M 核磁共振波谱仪简介	187
11.4 Varian 300M 核磁共振波谱仪操作规程	188
11.5 谱图品质的分析和调整	193
思考题	194
参考文献	194
第 12 章 场发射扫描电子显微镜	195
12.1 仪器结构和原理	195
12.2 日立 S4800 冷场发射扫描电镜简介	197
12.3 样品制备和上机准备	197
12.4 日立 S4800 冷场发射扫描电镜操作规程	201
12.5 谱图质量分析	208
12.6 常见故障及分析处理	210
思考题	210
参考文献	210
第 13 章 热重分析仪	211
13.1 仪器结构和原理	211
13.2 TG-209 热重分析仪简介	212
13.3 TG-209 热重分析仪操作规程	213
13.4 数据处理	216
13.5 影响热重分析的因素	221
13.6 谱图质量分析及调整	221
思考题	222
参考文献	222
第 14 章 示差扫描量热仪	223
14.1 仪器结构和原理	223
14.2 样品制备和上机准备	225
14.3 TA MDSC-2910 仪器简介	227

14.4	TA MDSC-2910 仪器操作规程	228
14.5	谱图质量分析	237
14.6	常见故障及分析处理	239
	思考题	239
	参考文献	239
第 15 章	磁学性质测量系统 MPMS	240
15.1	仪器结构和原理	240
15.2	样品制备和上机准备	241
15.3	MPMS XL-7 型磁学测量系统简介	241
15.4	MPMS XL-7 型磁学测量系统操作规程	242
15.5	数据处理	248
	思考题	251
	参考文献	251
第 16 章	电化学工作站	252
16.1	仪器结构和原理	252
16.2	样品制备和上机准备	253
16.3	AutoLab PGSTA 302 电化学工作站主要技术参数	253
16.4	AutoLab PGSTA 302 电化学工作站操作规程	253
	思考题	264
	参考文献	265
第 17 章	动态热机械分析仪	266
17.1	仪器结构和原理	266
17.2	样品制备和上机准备	267
17.3	DMA2980 仪器简介	268
17.4	DMA2980 仪器操作规程	269
17.5	谱图质量分析	283
17.6	常见故障及分析处理	284
	思考题	285
	参考文献	285
第 18 章	力学性能试验机	286
18.1	仪器结构和原理	286
18.2	样品制备	287

18.3	HounsField H10K-S 型万能力学试验机简介	287
18.4	HounsField H10K-S 型万能力学试验机操作规程	288
18.5	力学试验机数据处理	293
18.6	谱图质量分析	296
18.7	常见故障排除	297
	思考题	297
	参考文献	298
第 19 章	高级摆锤式冲击试验机	299
19.1	仪器结构和原理	299
19.2	样品准备	299
19.3	ATLAS 高级摆锤式冲击试验机简介	300
19.4	ATLAS 冲击试验机操作规程	302
19.5	ATLAS 冲击试验机电化数据处理	306
19.6	常见故障分析及处理	307
	思考题	308
	参考文献	308
第 20 章	气体吸附分析仪	309
20.1	仪器结构和原理	309
20.2	样品制备和上机准备	309
20.3	ASAP2020 比表面和孔隙分析仪简介	310
20.4	ASAP2020 比表面和孔隙分析仪操作规程	310
20.5	常见故障分析和排除	313
	思考题	313
	参考文献	313
第 21 章	手套操作箱（惰性气体保护箱）	314
21.1	仪器结构和原理	314
21.2	手套操作箱使用注意事项	315
21.3	布劳恩 UNIlab 手套操作箱简介	316
21.4	布劳恩 UNIlab 手套操作箱操作规程	316
21.5	布劳恩 UNIlab 手套操作箱再生操作规程	317
21.6	布劳恩 UNIlab 手套操作箱日常维护	317
	思考题	318
	参考文献	318

第 1 章

电感耦合等离子体发射光谱仪

电感耦合等离子体发射光谱仪（Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry, ICP-OES）是以电感耦合等离子体作为激发光源的原子发射光谱仪，具有选择性好、准确度较高、检出限低、线性范围宽、试样消耗量少、基体效应较低、多元素同时快速检测等特点，广泛应用于环境、生物、化学、化工、地质、食品、核工业等领域，对样品中的无机成分进行元素定性定量分析。

1.1 仪器结构和原理

1.1.1 仪器原理

样品由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体的检测通道，在高温和惰性气氛中被蒸发、离解、原子化、电离并激发，发射出所含元素的特征谱线，由分光系统将各种组分原子发射的多种波长的光分解成光谱，由检测器检测。ICP-OES 的工作流程图如图 1-1 所示。根据特征谱线的存在与否，可判断样品中是否存在某种元素，依据特征谱线强度可以确定样品中相应元素的含量。

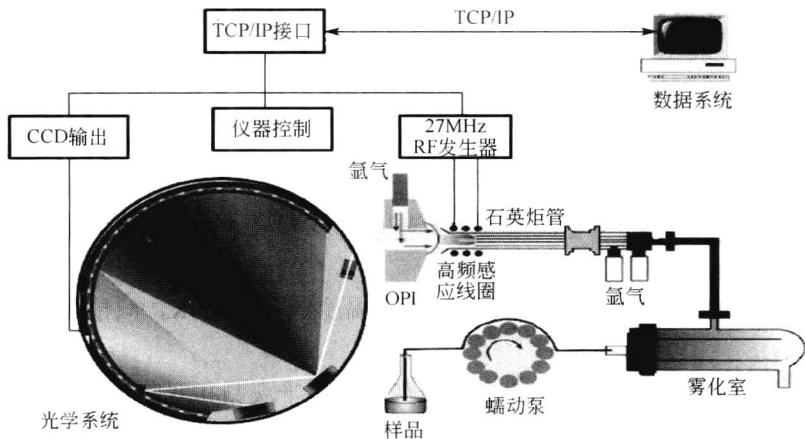


图 1-1 ICP-OES 的工作流程图

1.1.2 仪器结构

ICP-OES 一般由光源、进样系统、分光系统、检测系统、数据系统五部分组成。

(1) 光源 ICP 的光源主要由高频发生器、ICP 炬管等组成，产生等离子体火焰，为样品的蒸发、离解、原子化、电离激发产生光谱提供能量。ICP 炬管是一个三层同心的石英管，最外层通氦气作为冷却气保护炬管。中层管通辅助气氩气，用于点燃和抬升等离子体，同时防止测量高盐及有机样品时在中心管积盐和积炭。中心层把气溶胶样品送入等离子体。垂直观测 ICP 光源如图 1-2 所示。

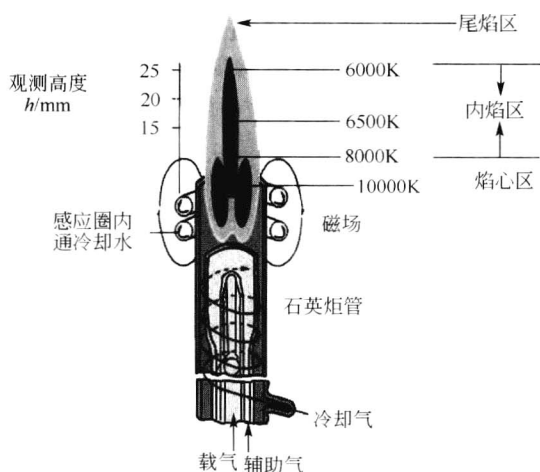


图 1-2 垂直观测 ICP 光源

等离子体是一种含有分子、原子、离子、电子的整体呈电中性的气体。等离子体火焰分为三个区。

① 焰心区 感应线圈区域内，白色不透明的焰心，温度高达 10000K，电子密度也很高。发射连续光谱，光谱分析应避免这个区域。样品气溶胶在此被预热、蒸发，又称预热区。

② 内焰区 感应线圈上 10~20mm 处，淡蓝色半透明的炬焰，温度约 6000~8000K。样品在此原子化、激发，发射原子线和离子线。这是光谱分析的区域，称为测光区。

③ 尾焰区 在内焰区上方，无色透明，温度低于 6000K，只能发射激发能较低的谱线。

目前 ICP 光源的观测方式主要有垂直观测、水平观测和双向观测三种方式。垂直观测由于观测高度范围宽，检测通道窄的原因，使它具有动态线性范围宽、抗干扰能力强，但灵敏度较低和检出限较高的特点。适用于检测复杂的样品。

水平观测从 ICP 焰锥顶端采光,使整个通道各个部分的光都可被采集,从而提高了各元素的灵敏度,降低了检出限,也可以避免炬管外管透明度影响。ICP 水平观测结构示意图如图 1-3 所示。但水平观测的基体效应要比垂直观测大,自吸现象较严重,存在易电离干扰问题,同时由于炬管是水平放置,炬管易污染,高频发生器功率也不能太高。适用于检测基体较简单的样品。

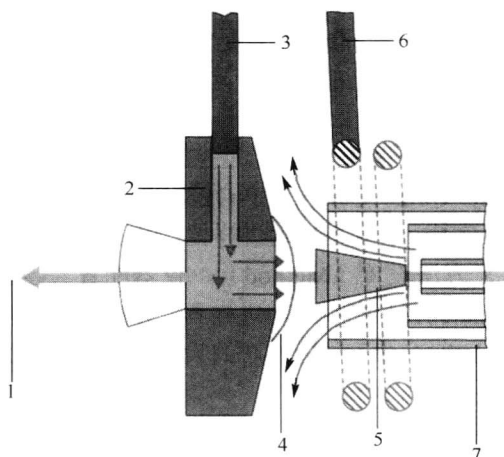


图 1-3 水平观测 ICP 结构示意图

1—光学腔；2—水冷等离子体接口；3—氩气反吹；4—尾焰；
5—分析区；6—射频线圈；7—等离子体炬管

双向观测是在水平观测的基础上增加一套侧向采光光路,利用可旋转的反射镜实现垂直和水平之间切换。双向观测需要频繁校正仪器,长期稳定性差。但双向观测结合了垂直和水平观测的特点,有效解决水平观测中存在的易电离易干扰,进一步拓宽了线性范围。具较好的灵活性,增加了检测复杂样品的适应性。

(2) 进样系统 进样系统由蠕动泵、雾化器、雾化室等组成,其作用是把液体样品变成气溶胶并送入等离子体。注意蠕动泵夹块的松紧对数据影响:如果太松会因为部分样品自由吸入造成结果漂移,如果太紧会因为输液管的脉动使分析精度下降,且影响输液管的使用寿命。同时要设置足够的预冲洗时间,保证样品从进样探针经过蠕动泵、雾化器进入等离子体时,仪器才开始采集数据。

(3) 分光系统 分光系统一般由一个入射狭缝、光栅、多个出射狭缝组成,其作用是将光源发射的电磁辐射经色散后,得到按波长顺序排列的光谱。大多数全谱直读型光谱仪采用的分光系统是罗兰圆自准直光学系统,同时具有色散和聚集的作用,简化了系统结构,减少了光能的损失,可以检测波长小于 195nm 的远紫外光区。可见图 1-1 ICP-OES 的工作流程图中光学系统部分所示。

(4) 检测系统 检测系统的作用是将光信号转换成电信号,经积分放大后,输出到数据处理系统进行数据分析。ICP-OES 的检测系统是光电转换器件,有光电倍增管、电荷注入器件(CID)、电荷耦合器件(CCD)等。Spectro Ciros Vision 的 ICP-OES 由 19 个线性阵列 CCD 检测器组成。CCD 是由许多紧密排布对光敏感的 MOS 电容组成,其作用是产生、储存和转移电荷。CCD 的工作原理是光辐射照到光敏元件表面产生光生电荷,随着电荷从收集区到测量区转移的同时,完成对累积电荷的测量。CCD 检测器的优点是:同时多谱线的检测能力;分析速度快,可在 1min 内进行几十种元素的测定;灵敏度高;线性动态范围宽,可达 5~7 个数量级。

(5) 数据系统 数据处理系统的功能是控制和监控仪器运行,数据的采集和定性定量处理。Spectro Ciros Vision ICP-OES 的仪器监控和数据分析由 Smart Analyzer Vision 工作站完成,主要由自动进样器(Automate)、定量分析(Analysis)、定性分析(Spectra)、方法设置(Method)、仪器配置(Config)五个主要功能模块组成。其中 Automate 用于控制自动进样器,Analysis 用于定量分析,Spectra 用于光谱定性分析,Method 用于分析方法的设置,Config 用于仪器配置。

1.2 样品制备和上机准备

1.2.1 样品制备

目前市场上的 ICP-OES 能够分析液体、固体和气体样品,取决于它的进样系统。Spectro Ciros Vision ICP-OES 由于硬件配置原因,不能直接检测气体、固体样品,只能检测液体样品,且不能检测有机溶剂处理的液体样品。如果要检测有机样品,仪器必须增加氧气气路,把样品中的碳转变成二氧化碳排出,或用于灰化法等破坏有机物后再检测。对于液体进样系统的 ICP-OES 样品处理要求:样品必须消解彻底,溶液澄清,不能有悬浮物等损坏仪器的物质。同时要注意以下几点:

- ① 如果是固体样品,采样和处理样品必须有代表性;
- ② 待检测元素应完全溶入溶液中;
- ③ 进行富集分离时,待测元素必须富集完全;
- ④ 防止待测元素失真,在整个样品处理过程中应避免空气、试剂、容器污染和挥发损失等;
- ⑤ 注意实验的安全和环保。

ICP-OES 的样品处理除了常规的碱熔法、燃烧法、干灰化法和湿消化法外,还有现在流行的微波消解法等。由于分析的样品通常很复杂,选择样品处理方法时要弄清分析方法的原理和全过程,依据分析要求、待测元素和基体的性质等选择合理、环节少、易于掌握、适用于处理大量样品的化学处理方法。同时查阅类