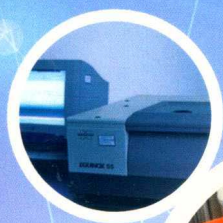


现代仪器分析 研究性案例精选

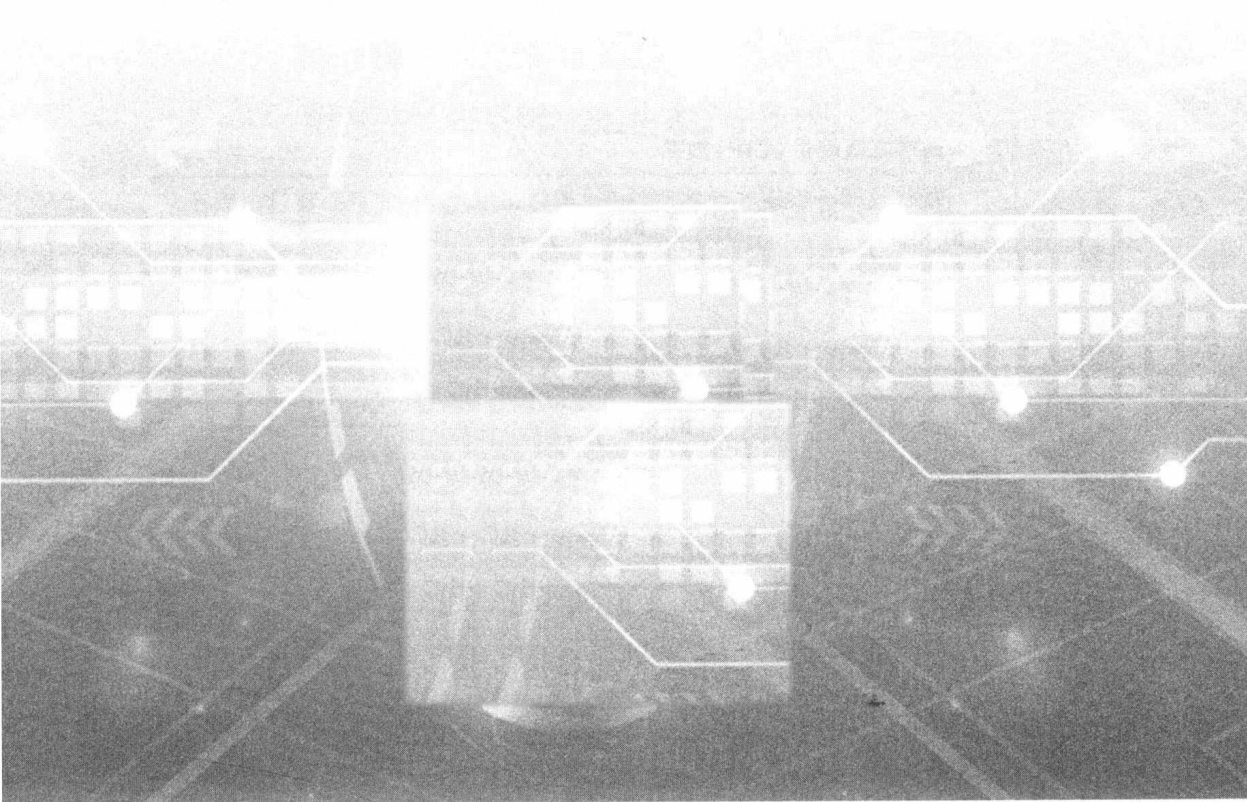
蔡晓庆 编著



科学出版社

现代仪器分析研究性案例精选

蔡晓庆 编著



科学出版社

北京

版权所有，侵权必究

举报电话：010-64030229，010-64034315，13501151303

内 容 简 介

本书设计的研究性案例汇集温州大学化学与材料工程学院教学科研一线教师的科研成果，从研究者实际研究过程中的难点、热点问题入手，以解决问题为主线，将仪器的组成、原理与步骤贯穿其中，既是科研成果的报道，又注重知识的传播与技能的培养，集实用性、趣味性和创新性于一体。内容包括红外光谱仪、单晶 X-射线衍射仪、粉末 X-射线衍射仪等共 18 章，其中每个研究性案例都是相对独立的。

本书可以作为高等学校化学及相关专业本科生和研究生的现代仪器分析实验教材，也可以作为材料、化工、环境等方面的科研工作者或分析测试研究所技术人员的参考用书。

图书在版编目 (CIP) 数据

现代仪器分析研究性案例精选 / 蔡晓庆编著. —北京：科学出版社，2018.11

ISBN 978-7-03-058533-2

I. ①现… II. ①蔡… III. ①仪器分析-案例 IV. ①O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 187286 号

责任编辑：吉正霞 / 责任校对：董艳辉
责任印制：彭 超 / 封面设计：苏 波

科 学 出 版 社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码：100717

<http://www.sciencep.com>

武汉市首壹印务有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2018 年 11 月第 一 版 开本：B5 (720 × 1000)

2018 年 11 月第一次印刷 印张：10 1/2

字数：207 000

定价：48.00 元

(如有印装质量问题，我社负责调换)

《现代仪器分析研究性案例精选》编委会

主 编：蔡晓庆

副主编：胡茂林 刘洪鑫 张景峰

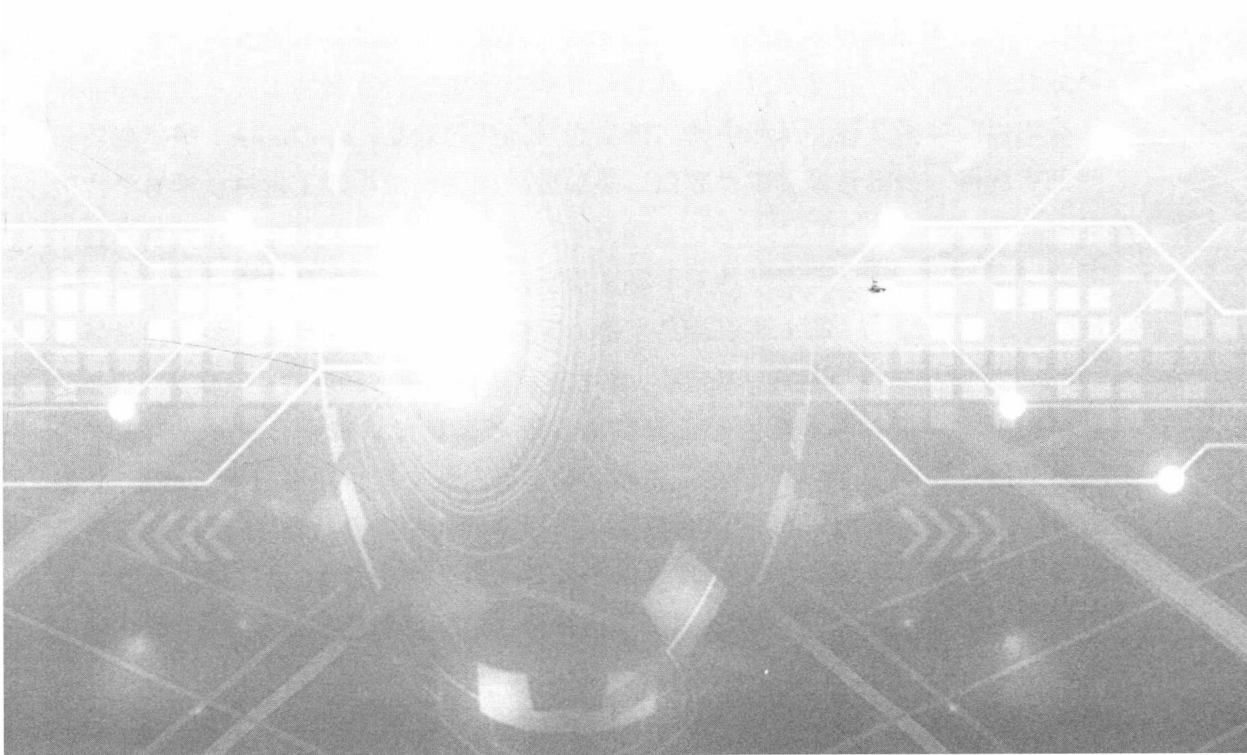
编 委：（以汉语拼音为序）

蔡晓庆 陈 庆 董幼青 胡茂林 金辉乐

刘爱丽 刘海涛 刘洪鑫 刘楠楠 马德琨

缪 谦 沈 燕 王成俊 许晓红 叶明德

翟兰兰 张景峰 张礼杰 张伟明



人类进入 21 世纪以来,科学技术的高速发展引发了各领域的变革和革命,现代仪器分析领域也得到巨大的进步,很多传统的仪器分析方法都得到了改进和提高,同时也出现了一些新的仪器分析技术和方法。作为现代科学技术的“眼睛”,仪器分析方法在材料、化学、化工及其相关领域都具有极其重要的地位,仪器分析方面的新技术和新方法对相关领域的实验教学和科学研究也非常重要。本书根据分析化学及其相关学科的特点和最新发展动向,编录了各种重要的仪器分析方法,既涵盖了仪器分析的基本原理,又加入了研究性案例,便于读者学习和参考。

本书共编入 18 章,内容包括:傅里叶变换红外光谱仪及其研究性案例、离子色谱仪及其研究性案例、XRD 粉末衍射仪及其研究性案例、高效液相色谱仪及其研究性案例、物理吸附仪及其研究性案例、电化学工作站及其研究性案例、气相色谱-质谱联用技术及其研究性案例、核磁共振波谱仪及其研究性案例、场发射扫描电子显微镜及其研究性案例、电感耦合等离子体原子发射光谱仪及其研究性案例、紫外-可见分光光度计及其研究性案例、原子吸收分光光度计及其研究性案例、原子荧光分光光度计及其研究性案例、差示扫描量热仪及其研究性案例、X 射线单晶衍射仪及其研究性案例、激光拉曼光谱仪及其研究性案例、荧光光度计及其研究性案例、AutoDock 4.0 软件及研究性案例。书中涉及的研究性案例均来自温州大学化学与材料工程学院师生的科研成果,内容与实际紧密相连,研究方法新颖且具有代表性。

本书的作者都是温州大学化学与材料工程学院教学科研第一线的具有丰富实践经验的老师,具体分工如下:蔡晓庆、翟兰兰编写第 1 章,陈庆、张伟明编写第 2 章,蔡晓庆、张景峰、刘海涛编写第 3 章,蔡晓庆、沈燕、王成俊编写第 4 章,蔡晓庆、刘楠楠、金辉乐编写第 5 章,蔡晓庆、缪谦编写第 6 章,刘洪鑫编写第 7、8 章,张景峰编写第 9 章,蔡晓庆、陈庆、张伟明编写第 10 章,蔡晓庆、马德琨编写第 11 章,蔡晓庆、叶明德、刘爱丽编写第 12、13 章,蔡晓庆、许晓红、翟兰兰编写第 14 章,胡茂林、蔡晓庆编写第 15、17、18 章,张礼杰、董幼青编写第 16 章,刘洪鑫编写附录,全书由蔡晓庆统稿。

本书在编写过程中，得到了温州大学校级教材建设项目的支持，得到了温州大学化学与材料工程学院领导以及其他许多老师和学生的热情帮助，在此向所有支持者表示衷心的感谢。

由于编者学术水平有限，书中难免存在不当之处，恳请有关专家和读者不吝指正。

作 者

2018年7月8日于温州大学

前言

第 1 章 傅里叶变换红外光谱仪及其研究性案例 / 1

- 1.1 傅里叶变换红外光谱仪的基本原理 / 2
- 1.2 EQUINOX 55 傅里叶变换红外光谱仪简介 / 2
- 1.3 EQUINOX 55 傅里叶变换红外光谱仪在确定高分子官能团中的应用 / 3
 - 1.3.1 研究背景与意义 / 3
 - 1.3.2 实验准备与过程 / 3
 - 1.3.3 实验数据与结果 / 5
 - 1.3.4 实验关键与讨论 / 6

第 2 章 离子色谱仪及其研究性案例 / 8

- 2.1 离子色谱仪的基本原理 / 9
- 2.2 ICS-1000 离子色谱仪简介 / 9
- 2.3 ICS-1000 离子色谱仪在测定溶液中氯离子浓度中的应用 / 11
 - 2.3.1 研究背景与意义 / 11
 - 2.3.2 实验准备与过程 / 11
 - 2.3.3 实验数据与结果 / 12
 - 2.3.4 实验关键与讨论 / 13

第 3 章 XRD 粉末衍射仪及其研究性案例 / 14

- 3.1 XRD 粉末衍射仪的基本原理 / 15
- 3.2 D8 Advance 型 XRD 粉末衍射仪简介 / 15
- 3.3 D8 Advance 型 XRD 粉末衍射仪在测定荧光粉物相中的应用 / 16
 - 3.3.1 研究背景与意义 / 16
 - 3.3.2 实验准备与过程 / 17
 - 3.3.3 实验数据与结果 / 18
 - 3.3.4 实验关键与讨论 / 19

第 4 章 高效液相色谱仪及其研究性案例 / 21

- 4.1 高效液相色谱仪的基本原理 / 22
- 4.2 LC-100 高效液相色谱仪简介 / 22
- 4.3 LC-100 高效液相色谱仪在测定水环境中邻苯二甲酸二丁酯中的应用 / 24

- 4.3.1 研究背景与意义 / 24
- 4.3.2 实验准备与过程 / 24
- 4.3.3 实验数据与结果 / 25
- 4.3.4 实验关键与讨论 / 27
- 第 5 章 物理吸附仪及其研究性案例 / 28
 - 5.1 物理吸附仪的基本原理 / 29
 - 5.2 ASAP2020 物理吸附仪简介 / 30
 - 5.3 ASAP2020 物理吸附仪在确定电极材料比表面积及孔径中的应用 / 31
 - 5.3.1 研究背景与意义 / 31
 - 5.3.2 实验准备与过程 / 31
 - 5.3.3 实验数据与结果 / 33
 - 5.3.4 实验关键与讨论 / 34
- 第 6 章 电化学工作站及其研究性案例 / 35
 - 6.1 电化学工作站的基本原理 / 36
 - 6.2 电化学工作站简介 / 36
 - 6.3 电化学伏安法在确定小分子抗癌药物与小牛胸腺 DNA 相互作用中的应用 / 37
 - 6.3.1 研究背景与意义 / 37
 - 6.3.2 实验准备与过程 / 38
 - 6.3.3 实验数据与结果 / 39
 - 6.3.4 实验关键与讨论 / 42
- 第 7 章 气相色谱-质谱联用仪及其研究性案例 / 44
 - 7.1 气相色谱-质谱的发展及基本原理 / 45
 - 7.2 GC-MS-QP2010 Plus 气质联用仪简介 / 46
 - 7.3 GC-MS-QP2010 Plus 气质联用仪在钨催化靛红酸酐与芳基硼酸脱羧偶联机理探究中的应用 / 47
 - 7.3.1 研究背景与意义 / 47
 - 7.3.2 实验准备与过程 / 48
 - 7.3.3 实验数据与结果 / 49
 - 7.3.4 实验关键与讨论 / 51
- 第 8 章 核磁共振波谱仪及其研究性案例 / 53
 - 8.1 核磁共振波谱仪的基本原理 / 54
 - 8.2 500 MHz 布鲁克核磁共振波谱仪简介 / 54
 - 8.3 500 MHz 布鲁克核磁共振波谱仪在 1,3-二羰基化合物与靛红反应产物结构分析中的应用 / 56
 - 8.3.1 研究背景与意义 / 56

8.3.2	实验准备与过程 / 56
8.3.3	实验数据与结果 / 59
8.3.4	实验关键与讨论 / 61
第 9 章	场发射扫描电子显微镜及其研究性案例 / 62
9.1	场发射扫描电子显微镜的基本原理 / 63
9.1.1	扫描电子显微镜的物理学基础 / 63
9.1.2	扫描电子显微镜的结构和工作原理 / 63
9.2	JSM-6700F 冷场场发射扫描电子显微镜简介 / 64
9.3	JSM-6700F 冷场场发射扫描电子显微镜在样品形貌及组分分析中的应用 / 66
9.3.1	研究背景与意义 / 66
9.3.2	实验准备与过程 / 66
9.3.3	实验数据与结果 / 69
9.3.4	实验关键与讨论 / 70
第 10 章	电感耦合等离子体原子发射光谱仪及其研究性案例 / 73
10.1	电感耦合等离子体原子发射光谱仪的原理 / 74
10.2	Optima 8000 ICP-OES 电感耦合等离子体原子发射光谱仪简介 / 74
10.3	Optima 8000 ICP-OES 电感耦合等离子体原子发射光谱仪在测定溶液中镁离子浓度中的应用 / 75
10.3.1	研究背景与意义 / 75
10.3.2	实验准备与过程 / 76
10.3.3	实验数据与结果 / 77
10.3.4	实验关键与讨论 / 78
第 11 章	紫外-可见分光光度计及其研究性案例 / 79
11.1	紫外-可见分光光度计的基本原理 / 80
11.2	岛津 UV-2501PC 紫外-可见分光光度计简介 / 80
11.3	岛津 UV-2501PC 紫外-可见分光光度计在定量分析中的应用 / 81
11.3.1	研究背景与意义 / 81
11.3.2	实验准备与过程 / 82
11.3.3	实验数据与结果 / 83
11.3.4	实验关键与讨论 / 84
第 12 章	原子吸收分光光度计及其研究性案例 / 86
12.1	原子吸收分光光度计的基本原理 / 87
12.2	Z-5000 原子吸收分光光度计简介 / 87
12.3	火焰原子吸收光谱法在测定柑橘中 6 种微量元素中的应用 / 88
12.3.1	研究背景与意义 / 88

- 12.3.2 实验准备与过程 / 88
- 12.3.3 实验数据与结果 / 90
- 12.3.4 实验关键与讨论 / 91
- 12.4 石墨炉原子吸收光谱法在测定儿童血铅中的应用 / 91
 - 12.4.1 研究背景与意义 / 91
 - 12.4.2 样品准备与过程 / 92
 - 12.4.3 实验数据与结果 / 93
 - 12.4.4 实验关键与讨论 / 93
- 12.5 氢化物发生原子吸收光谱法在测定样品中砷、铅含量中的应用 / 94
 - 12.5.1 研究背景与意义 / 94
 - 12.5.2 样品准备与过程 / 94
 - 12.5.3 实验数据与结果 / 96
 - 12.5.4 实验关键与讨论 / 96
- 第 13 章 原子荧光分光光度计及其研究性案例 / 97
 - 13.1 原子荧光分光光度计的基本原理 / 98
 - 13.2 AF8420 原子荧光分光光度计简介 / 98
 - 13.3 AF8420 原子荧光分光光度计在测定水产品中硒、汞中的应用 / 100
 - 13.3.1 研究背景与意义 / 100
 - 13.3.2 实验准备与过程 / 100
 - 13.3.3 实验数据与结果 / 101
 - 13.3.4 实验关键与讨论 / 102
 - 13.4 SA-10 原子荧光形态分析仪简介 / 103
 - 13.5 SA-10 原子荧光形态分析仪在测定水产品中硒形态的应用 / 104
 - 13.5.1 研究背景与意义 / 104
 - 13.5.2 实验准备与过程 / 104
 - 13.5.3 实验数据与结果 / 106
 - 13.5.4 实验关键与讨论 / 107
- 第 14 章 差示扫描量热仪及其研究性案例 / 109
 - 14.1 差示扫描量热仪的基本原理 / 110
 - 14.2 DSC 8000 差示扫描量热仪简介 / 110
 - 14.3 DSC 8000 差示扫描量热仪在测定复合材料相变焓中的应用 / 111
 - 14.3.1 研究背景与意义 / 111
 - 14.3.2 实验准备与过程 / 112
 - 14.3.3 实验数据与结果 / 113
 - 14.3.4 实验关键与讨论 / 114

- 第 15 章 X 射线单晶衍射仪及其研究性案例 / 115
- 15.1 X 射线单晶衍射仪的基本原理 / 116
 - 15.2 APEX Smart CCD X 射线单晶衍射仪简介 / 116
 - 15.3 APEX Smart CCD X 射线单晶衍射仪在测定小分子化合物分子间弱作用力中的应用 / 117
 - 15.3.1 研究背景与意义 / 117
 - 15.3.2 实验准备与过程 / 117
 - 15.3.3 实验数据与结果 / 119
 - 15.3.4 实验关键与讨论 / 120
- 第 16 章 激光拉曼光谱仪及其研究性案例 / 121
- 16.1 激光拉曼光谱仪的基本原理 / 122
 - 16.2 Renishaw inVia 激光拉曼光谱仪简介 / 122
 - 16.3 Renishaw inVia 激光拉曼光谱仪在二维材料研究中的应用 / 123
 - 16.3.1 研究背景与意义 / 123
 - 16.3.2 实验准备与过程 / 124
 - 16.3.3 实验数据与结果 / 125
 - 16.3.4 实验关键与讨论 / 127
- 第 17 章 荧光分光光度计及其研究性案例 / 128
- 17.1 荧光分光光度计的基本原理 / 129
 - 17.2 日立 F-2700 荧光分光光度计简介 / 129
 - 17.3 日立 F-2700 荧光分光光度计在测定小分子化合物分子间弱作用力中的应用 / 130
 - 17.3.1 研究背景与意义 / 130
 - 17.3.2 实验准备与过程 / 130
 - 17.3.3 实验数据与结果 / 131
 - 17.3.4 实验关键与讨论 / 133
- 第 18 章 AutoDock 4.0 软件及其研究性案例 / 134
- 18.1 AutoDock 4.0 软件的基本原理 / 135
 - 18.2 AutoDock 4.0 软件简介 / 135
 - 18.3 AutoDock 4.0 软件在确定 5-氟尿嘧啶的衍生物与 DNA 分子构象中的应用 / 136
 - 18.3.1 研究背景与意义 / 136
 - 18.3.2 实验准备与过程 / 137
 - 18.3.3 实验数据与结果 / 139
 - 18.3.4 实验关键与讨论 / 140

参考文献 / 141

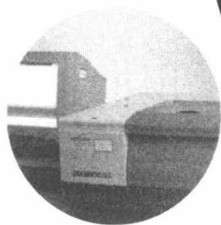
附录 A 400MHz 中科牛津核磁共振波谱仪测试简介 / 146

A1 自动进样操作界面使用介绍 / 147

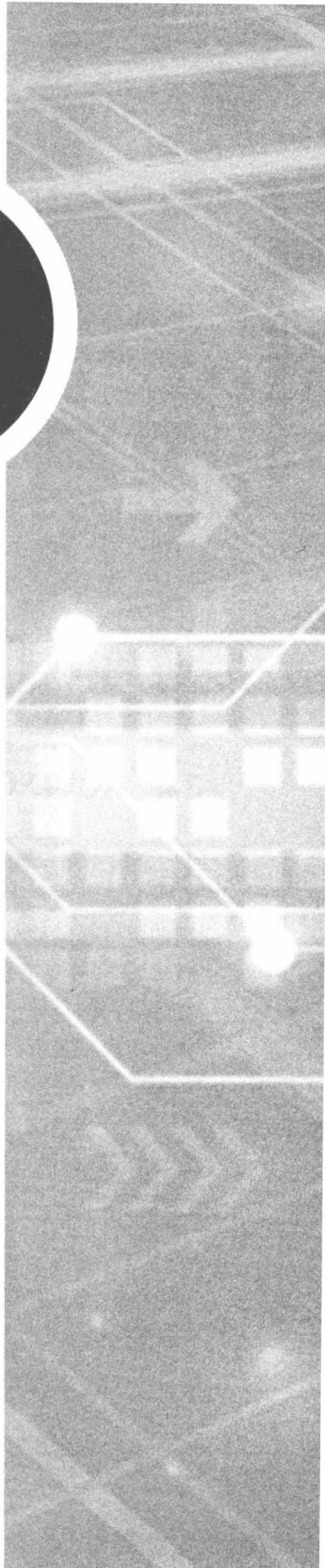
A2 手动进样操作流程介绍 / 148

附录 B 核磁数据分析处理软件简介 / 151

第1章



傅里叶变换红外光谱仪及其研究性案例



1.1 傅里叶变换红外光谱仪的基本原理

傅里叶变换红外光谱仪 (Fourier transform infrared spectrometer, FTIR), 简称为傅里叶红外光谱仪。它不同于色散型红外分光光度计, 是基于对干涉后的红外光进行傅里叶变换的原理而开发的红外光谱仪, 主要由红外光源、光阑、干涉仪 (分束器、动镜、定镜)、样品室、检测器以及各种红外反射镜、激光器、控制电路板和电源组成。傅里叶变换红外光谱仪可以对样品进行定性和定量分析, 广泛应用于医药化工、地矿、石油、煤炭、环保、海关、宝石鉴定、刑侦鉴定等领域。检测时, 光源发出的光被分束器 (类似半透半反镜) 分为两束, 一束经透射到达动镜, 另一束经反射到达定镜。两束光分别经动镜和定镜反射再回到分束器, 动镜以一恒定速度做直线运动, 因而经分束器分束后的两束光形成光程差, 产生干涉。干涉光在分束器会合后到达样品池, 经过样品后含有样品信息的干涉光到达检测器, 然后通过傅里叶变换对信号进行处理, 最终得到透光率或吸光度随波数或波长的红外吸收光谱图。^[1]

1.2 EQUINOX 55 傅里叶变换红外光谱仪简介

图 1.1 所示为 EQUINOX 55 傅里叶变换红外光谱仪 (德国布鲁克公司), 它具有高测量精度、高分辨率、高效率等优点。该红外光谱仪适用于有机化合物官能团的定性和结构分析以及无机矿物的定性分析 (包括液体、气体、固体粉末及薄膜等)。红外光谱是解析物质结构强有力的工具, 被广泛用来分析、鉴别物质, 研究分子内部及分子之间的相互作用。红外光谱法具有很强的普适性, 气、固、液体样品都可测试。^[2]

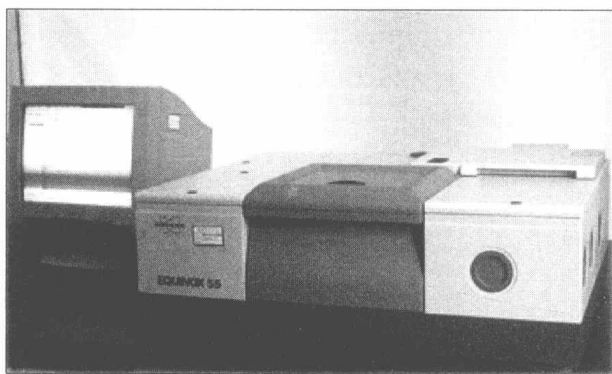


图 1.1 EQUINOX 55 傅里叶变换红外光谱仪

【技术参数】

- (1) 信噪比: 36 000:1 (峰-峰值, 1 min 测试);
- (2) 采样速率: 80 张/s (16 cm^{-1} 分辨率);
- (3) 测量谱区: 25 000~20 cm^{-1} ;
- (4) 步进扫描-时间分辨率: 5 ns;
- (5) 分辨率: 0.5 cm^{-1} , 可选 0.2 cm^{-1} 。

【主要特点】

- (1) 多机联用: 出入光口自由切换、同时连接互不影响;
- (2) 步进扫描: 首创 step-scan;
- (3) 时间分辨: 快速扫描 80 张/s, 步进扫描 5 ns;
- (4) 波段扩展: 三光源、多检测器、可见光多谱带转换自如;
- (5) 极高的稳定性和灵敏度。

1.3 EQUINOX 55 傅里叶变换红外光谱仪在确定 高分子官能团中的应用

1.3.1 研究背景与意义

在高分子的合成研究中,要经常对某种高分子材料进行剖析,以便借鉴。利用红外光谱仪可以较方便地检测出高分子材料的种类,甚至添加剂的种类。^[3]

1.3.2 实验准备与过程

1. 样品准备

将聚己二酸丁二醇酯二醇 (PBAG 2000) 加入到带有冷凝管的 500 mL 的三口烧瓶中,升温至 110 $^{\circ}\text{C}$ 。当聚酯熔化后搅拌抽真空,在 110 $^{\circ}\text{C}$ 下脱水 2 h,然后降温至 80 $^{\circ}\text{C}$,通入氮气解除真空。投入二苯基甲烷二异氰酸酯 (MDI),80 $^{\circ}\text{C}$ 下预聚 2 h。预聚 2 h 后,加入亲水性扩链剂 2,2-二羟甲基丙酸 (DMPA),反应 1 h 后,再加入 1,4-丁二醇 (BDO) 扩链 2 h。降温至 40 $^{\circ}\text{C}$,加入 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷 (APTES) 对聚氨酯预聚体封端 1 h,然后加入三乙胺 (TEA) 中和 0.5 h,再将正硅酸乙酯 (TEOS) 和去离子水加入反应瓶中反应 2 h,乳化和溶胶凝胶同时进行。在整个实验过程中,如果黏度增大就加入适量的丙酮降黏,反应结束后,减压蒸馏将丙酮抽出,最终制得固含量为 30% 的聚氨酯杂化乳液。

2. 液体制样

使用液体制样器,将其旋动打开。取两片溴化钾 (KBr) 碾片,将其中一片

放入制样器中,光滑面朝上,向 KBr 碾片中心滴加 1~2 滴待测样品,加第二片碾片,组装好制样器。

3. 仪器准备

打开仪器电源进行预热。仪器正常工作时,正面显示绿灯,且不断闪烁。打开仪器控制电脑,双击桌面上 OPUS 软件的快捷键,进入操作界面,确认用户“User ID: Delault”后在“Password”后面的空格中输入密码“OPUS”,点击“Login”或按回车键(Enter)进入测试界面,如图 1.2 所示。点击主菜单中的命令“Measure”,在下拉菜单中选择“Advanced Measurement”,出现“Measurement”菜单窗口。点击工具项“Check Signal”,此时仪器自检会出现声响,界面上显示仪器当前响应信号大小,当前仪器是否正常检测完毕,待机准备。

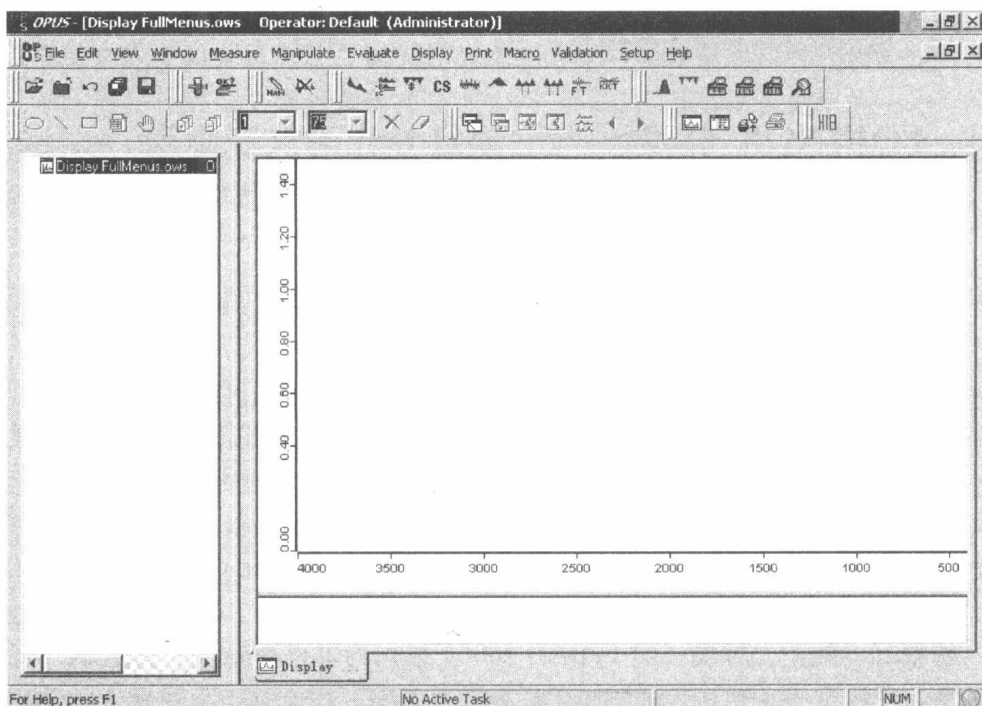


图 1.2 OPUS 软件操作界面图

4. 检测流程

点击“Measurement”菜单窗口中的“Basic”工具项,进行实验数据检测的基础设置,填写样品名称“Sample Name”(juanzhi)、样品载体“Sample Form”(本次实验为 KBr)。点击“Background Single Channel”,进行背景校正。点击后,开始扫描,此时窗口底部出现绿色背景扫描信号和剩余扫描次数“Background: 2 scans”。结束时,扫描信号消失。打开仪器检测室窗口门,将制好的样品垂直插入检测室中的样品架上,使光束通过样品中心,关闭检测室。点击“Sample Single

Channel”，进行样品扫描，此时窗口底部出现样品扫描信号和剩余扫描次数“Sample: 2 scans”。结束时，扫描信号消失，界面自动切换到测试界面，数据测试完毕。

1.3.3 实验数据与结果

1. 数据处理

测试软件自带数据处理功能。在测试界面主菜单中的左下拉连接，选择点击图标“TR”，使其变红，即选中需要修改的数据。点击界面中的工具栏“Baseline Correction”快捷键，出现对应菜单窗口，点击“Correct”进行基线校正。点击界面中的工具栏“Smooth”快捷键，出现对应菜单窗口，点击“Smooth”，进行光滑曲线。点击“Peak Picking”快捷键，出现对应菜单窗口；点击“Start Interactive Mode”选项，出现峰强度调整窗口，通过上下移动左侧滑动条，按实验需要对标出峰的强度进行调整，点击“Store”确定。调整曲线界面效果：可以选择点击“Scale”或“Scale Ordinate”进行调整，尽量让数据线充满整个工作界面，以便观察。通过软件处理，可以先预处理评估测试结果，如果不理想，可以调整样品，进行重复测试。

确认测试结果后，保存原始数据点击测试界面主菜单中的命令“File”，在下拉菜单中选择“Save File As”，出现“Save Spectrum”菜单界面。点击“Select File”，选择有效文件原始路径，根据数据路径判断当前数据，点击选择（所选数据颜色变深），设置文件名和存储路径；点击“Mode”，在选择输出模式中勾选“Data Point Table”，以数据点的模式输出；点击“Save”数据保存完毕。本组实验数据导出后，经数据软件 Origin 或 Omnic 处理后得到数据图 1.3。

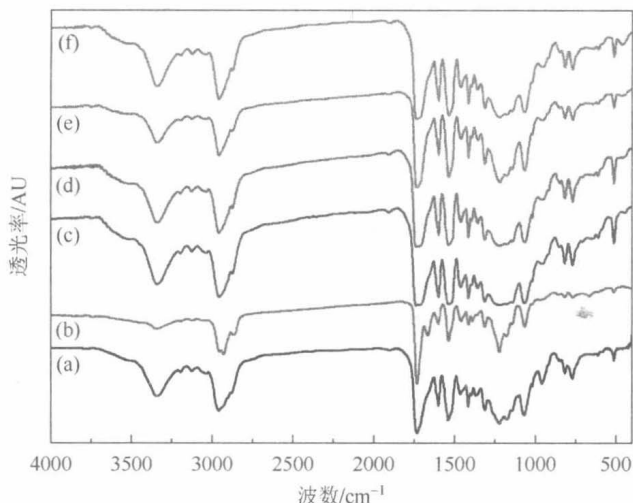


图 1.3 数据分析图

- (a) 水性聚氨酯；(b) APTES 封端的水性聚氨酯；(c) 含 2.5wt% 正硅酸乙酯的水性聚氨酯；
(d) 含 5.0wt% 正硅酸乙酯的水性聚氨酯；(e) 含 7.5wt% 正硅酸乙酯的水性聚氨酯；
(f) 含 10.0wt% 正硅酸乙酯的水性聚氨酯