

# 现代仪器分析

清华大学分析化学教研室编

上

清华大学出版社

54.64  
503  
1:1

# 现代仪器分析

## 上册

清华大学分析化学教研室编

( )

3K445/13

清华大学出版社



## 内容简介

本书比较全面地介绍了用于成分分析, 结构分析, 表面形貌分析的各种现代仪器分析方法。从基本原理、仪器结构、实验方法直到具体应用都作了较详尽的阐述。全书共十二章, 上册包括原子发射光谱分析, 原子吸收分光光度法, 紫外及可见分光光度法, 红外光谱法, 激光拉曼光谱法, 核磁共振波谱法, 下册包括质谱分析, 色谱分析, x 射线荧光分析, 电子能谱分析, 透射电子显微术和扫描电子显微术。

本书可供大专院校有关专业作教学用书或参考书, 也可供有关专业科技人员、分析工作者参考。

## 现代仪器分析

### 上册

清华大学分析化学教研室编

\*

清华大学出版社出版

北京 清华园

北京景山学校印刷厂排版

河北省固安县印刷厂印装

新华书店北京发行所发行·各地新华书店经售

\*

开本: 850×1168 1/32 印张: 11 字数: 275 千字

1983年10月第一版 1983年10月第一次印刷

印数1—35000

统一书号: 15235·66 定价: 1.50元

# 37597

# 序 言

近些年来，仪器分析发展极为迅速，应用非常广泛，在科学、技术的许多领域都发挥着重要的作用。仪器分析课程在高等学校有关专业中的地位也日益突出。我们根据教学和科研的实践，深深感到能有一本既包括目前应用比较广泛的一些仪器分析方法，又包括最近发展起来的新型仪器分析方法，在内容上兼顾基础理论、技术方法和应用等方面的教学用书，是很必要的。同时，能为有关专业的科技人员提供一本仪器分析方面的参考书也是很有意义的。为此，我们在原有教学讲义的基础上，经过修改增补，写成了“现代仪器分析”这本书。

全书共十二章，大体包括成分分析，结构分析和表面、形貌分析三大部分。按章依次介绍：原子发射光谱分析，原子吸收分光光度法，紫外及可见分光光度法，红外光谱法，激光拉曼光谱法，核磁共振波谱法，质谱分析，色谱分析，x射线荧光分析，电子能谱，透射电子显微术和扫描电子显微术。各种分析方法基本上独立成章，并考虑到各方法之间的相互联系，以利读者学习和相互比较。每章后均附有习题和思考题，以帮助读者掌握基本概念和方法的应用。

参加本书各章编写的同志有：第一、二章邓勃；第三章许慧卿；第四章卢为琴，杨树屏，胡鑫尧；第五章杨树屏；第六章杨启文，杨树屏；第七章刘密新；第八章汪昆华；第九章王运辉，秦建侯；第十章秦建侯；第十一章蔡丽英；第十二章杜学礼，潘子昂。在编写初稿的基础上，由杨树屏，秦建侯，刘密新三同志对全书进行统编、修改和定稿。在编写过程中得到了本教研室和

外单位许多同志的鼓励和帮助。在此一并表示谢意。

由于编者学识水平和经验有限，缺点和错误在所难免，恳请有关专家和读者批评指正。

编者

一九八一年十一月

# 目 录

## 上 册

<b>第一章 原子发射光谱分析</b> .....	( 1 )
1.1 引言.....	( 1 )
1.2 原子发射光谱.....	( 3 )
1.2.1 原子结构.....	( 3 )
1.2.2 原子能级和能级图.....	( 4 )
1.2.3 光谱和光谱项.....	( 8 )
1.2.4 谱线强度.....	( 10 )
1.3 光谱分析的仪器设备.....	( 11 )
1.3.1 激发光源.....	( 11 )
1.3.2 摄谱仪.....	( 22 )
1.3.3 映谱仪.....	( 28 )
1.3.4 测微光度计.....	( 29 )
1.4 光谱感光板.....	( 31 )
1.4.1 光谱感光板的构造和成象过程.....	( 31 )
1.4.2 乳剂特性曲线.....	( 32 )
1.4.3 感光板的特性.....	( 36 )
1.5 光谱定性分析.....	( 37 )
1.5.1 标准试样光谱比较法.....	( 39 )
1.5.2 铁光谱比较法.....	( 39 )
1.5.3 谱线波长测定法.....	( 39 )
1.6 光谱半定量分析.....	( 41 )
1.6.1 比较光谱法.....	( 41 )
1.6.2 显线法.....	( 41 )

1.6.3	哈维法	( 42 )
1.7	光谱定量分析	( 43 )
1.7.1	谱线强度与试样中被测元素浓度的关系	( 43 )
1.7.2	内标法光谱定量分析的基本原理	( 46 )
1.7.3	光谱定量分析的方法	( 47 )
1.7.4	蒸发曲线和燃烧曲线	( 51 )
1.7.5	光谱背景的扣除方法	( 52 )
1.7.6	基体纯度的检查	( 54 )
1.8	光谱分析的灵敏度和准确度	( 57 )
1.8.1	灵敏度	( 57 )
1.8.2	光谱分析的准确度	( 58 )
	习题	( 60 )
<b>第二章</b>	<b>原子吸收分光光度法</b>	<b>( 63 )</b>
2.1	引言	( 63 )
2.2	原子吸收分光光度法的基本原理	( 64 )
2.2.1	原子吸收光谱与原子发射光谱之间的关系	( 64 )
2.2.2	原子吸收线的形状	( 67 )
2.2.3	原子吸收值与原子浓度之间的关系	( 69 )
2.3	仪器装置	( 72 )
2.3.1	光源	( 72 )
2.3.2	原子化器	( 73 )
2.3.3	分光器	( 79 )
2.3.4	检测器和信号指示	( 80 )
2.3.5	原子吸收分光光度计类型	( 82 )
2.4	原子吸收分光光度法的实验技术	( 85 )
2.4.1	试样处理	( 85 )
2.4.2	测定条件的选择	( 86 )
2.4.3	分析方法	( 89 )

2.4.4	干扰及其消除方法	( 91 )
2.5	灵敏度、精密度和准确度	( 94 )
2.5.1	灵敏度和检出限	( 94 )
2.5.2	精密度	( 95 )
2.5.3	准确度	( 97 )
2.6	原子吸收分光光度法的应用	( 99 )
2.6.1	直接原子吸收分光光度法	( 99 )
2.6.2	间接原子吸收分光光度法	(100)
2.6.3	同位素分析	(101)
2.6.4	其它应用	(101)
	习题	(101)
<b>第三章</b>	<b>紫外及可见分光光度法</b>	(104)
3.1	分子光谱概述	(104)
3.2	紫外及可见分光光度法基本原理	(109)
3.2.1	紫外及可见吸收光谱的电子跃迁	(109)
3.2.2	辐射吸收定量——朗伯-比耳定律	(115)
3.2.3	偏离朗伯-比耳定律的因素	(118)
3.3	紫外及可见分光光度计	(122)
3.3.1	紫外及可见分光光度计的结构原理	(122)
3.3.2	721型和H999型分光光度计的简单介绍	(125)
3.3.3	分光光度计的校正	(128)
3.4	紫外及可见分光光度测定的实验技术	(131)
3.4.1	试样的制备	(131)
3.4.2	测量条件的选择	(132)
3.4.3	反应条件的选择	(133)
3.4.4	分析方法	(135)
3.5	紫外及可见分光光度法的应用	(137)
3.5.1	定性分析	(137)



3.5.2 定量测定.....	(138)
3.5.3 研究溶液中络合物的形成.....	(146)
3.5.4 分光光度测定的若干新技术.....	(149)
习题.....	(160)
<b>第四章 红外光谱法.....</b>	<b>(164)</b>
4.1 引言.....	(164)
4.2 基本原理.....	(166)
4.2.1 双原子分子振动——谐振子和非谐振子.....	(166)
4.2.2 多原子分子的简正振动.....	(171)
4.2.3 红外光谱的吸收和强度.....	(175)
4.2.4 多原子分子振动和吸收谱带.....	(176)
4.2.5 化学键和基团的特征振动频率.....	(177)
4.2.6 振动-转动光谱简介.....	(179)
4.3 红外光谱与分子结构.....	(181)
4.3.1 基团振动和红外光谱区域的关系.....	(181)
4.3.2 影响基团频率的因素.....	(185)
4.4 仪器和实验技术.....	(189)
4.4.1 红外光谱仪.....	(189)
4.4.2 样品制备.....	(198)
4.4.3 一些特殊的红外测定技术.....	(201)
4.5 红外光谱应用.....	(201)
4.5.1 定性分析.....	(202)
4.5.2 定量分析.....	(208)
4.5.3 红外光谱在其它方面的应用.....	(214)
习题.....	(220)
附: 基团频率表.....	(224)
<b>第五章 激光拉曼光谱法.....</b>	<b>(230)</b>
5.1 引言.....	(230)

<b>5.2 拉曼光谱基本原理</b> .....	(230)
5.2.1 拉曼散射.....	(230)
5.2.2 红外光谱与拉曼光谱的关系.....	(233)
5.2.3 偏振度的测定.....	(239)
<b>5.3 仪器和装置</b> .....	(244)
5.3.1 光源.....	(244)
5.3.2 试样装置和缝前光学系统.....	(253)
5.3.3 单色器.....	(254)
5.3.4 检测器.....	(258)
5.3.5 激光拉曼分光光度计.....	(258)
<b>5.4 应用</b> .....	(260)
5.4.1 有机物结构分析.....	(260)
5.4.2 高聚物的分析.....	(267)
5.4.3 无机体系的研究.....	(268)
5.4.4 生物高分子方面的研究.....	(269)
5.4.5 定量分析.....	(272)
5.4.6 大气污染方面的研究.....	(272)
习题.....	(273)
<b>第六章 核磁共振波谱法</b> .....	(276)
6.1 引言.....	(276)
6.2 核磁共振的基本原理.....	(277)
6.2.1 原子核的自旋和磁矩.....	(277)
6.2.2 核磁能级——原子核在磁场中的行为.....	(278)
6.2.3 核磁共振.....	(280)
6.2.4 波尔兹曼分布.....	(283)
6.2.5 饱和与弛予.....	(284)
6.3 核磁共振波谱仪.....	(286)
6.3.1 磁铁.....	(286)

6.3.2	探头	(288)
6.3.3	连续波核磁共振仪	(289)
6.3.4	富里哀变换核磁共振仪	(290)
6.3.5	其它装置	(292)
6.3.6	仪器主要性能指标	(293)
6.4	实验技术	(295)
6.4.1	样品的制备	(295)
6.4.2	测量中的问题	(297)
6.5	核磁共振波谱与分子结构	(298)
6.5.1	核磁共振波谱	(298)
6.5.2	化学位移	(300)
6.5.3	自旋-自旋偶合	(305)
6.5.4	一级类型光谱	(310)
6.5.5	复杂类型光谱	(313)
6.6	核磁共振波谱的应用	(324)
6.6.1	结构鉴定	(324)
6.6.2	定量分析	(329)
6.6.3	化学动力学方面的研究	(331)
6.7	其它核的核磁共振	(334)
	习题	(335)

# 目 录

## 下 册

<b>第七章 质谱分析</b> .....	(341)
7.1 概述.....	(341)
7.1.1 质谱分析法.....	(341)
7.1.2 质谱分析中的一些名词术语.....	(342)
7.1.3 质谱仪发展的概况.....	(344)
7.2 质谱仪器.....	(345)
7.2.1 进样系统.....	(345)
7.2.2 离子源.....	(346)
7.2.3 质量分析器.....	(351)
7.2.4 离子检测器和记录器.....	(361)
7.2.5 色谱-质谱联用仪器的连接装置.....	(364)
7.3 质谱法气体分析.....	(363)
7.3.1 高纯气体分析.....	(368)
7.3.2 在线分析.....	(370)
7.3.3 气体同位素比测定.....	(371)
7.4 无机物成分分析.....	(373)
7.4.1 火花源双聚焦质谱仪简介.....	(373)
7.4.2 定性分析.....	(373)
7.4.3 定量分析.....	(376)
7.4.4 离子探针微区分析简介.....	(378)
7.5 有机物结构分析.....	(381)
7.5.1 有机质谱中的离子.....	(381)
7.5.2 有机物结构测定.....	(387)
习题.....	(397)

<b>第八章 色谱分析</b> .....	(400)
8.1 概述.....	(400)
8.2 气相色谱仪.....	(402)
8.2.1 气源和流量调节系统.....	(402)
8.2.2 分离系统.....	(403)
8.2.3 检测系统.....	(405)
8.2.4 其它辅助系统.....	(410)
8.3 气相色谱固定相.....	(410)
8.3.1 固体固定相.....	(410)
8.3.2 液体固定相.....	(410)
8.3.3 聚合物固定相.....	(416)
8.4 气相色谱基本理论.....	(417)
8.4.1 保留值和分配系数的关系.....	(418)
8.4.2 塔板理论方程.....	(422)
8.4.3 范第姆特方程——速率理论.....	(425)
8.4.4 分辨率及操作条件的选择.....	(426)
8.5 定性分析.....	(431)
8.5.1 用已知物直接对照定性.....	(431)
8.5.2 双柱定性.....	(433)
8.5.3 利用保留值的经验规律定性.....	(434)
8.5.4 利用保留指数定性.....	(435)
8.5.5 利用不同类型检测器定性.....	(437)
8.6 定量分析.....	(438)
8.6.1 峰面积的测定方法.....	(438)
8.6.2 定量校正因子.....	(439)
8.6.3 定量计算方法.....	(441)
8.7 其它气相色谱技术.....	(444)
8.7.1 程序升温技术.....	(444)

8.7.2	毛细管色谱技术	(447)
8.7.3	裂解色谱技术	(447)
8.7.4	反应色谱	(450)
8.7.5	制备色谱	(451)
8.8	高压液相色谱	(452)
8.8.1	概述	(452)
8.8.2	高压液相色谱仪	(454)
8.8.3	理论概述	(462)
8.9	液相色谱的类型及其应用	(463)
8.9.1	液-固吸附色谱	(463)
8.9.2	液-液分配色谱	(464)
8.9.3	离子交换色谱	(467)
8.9.4	凝胶渗透色谱	(468)
8.9.5	液相色谱分离方法的选择	(474)
	习题	(474)
<b>第九章</b>	<b>x射线荧光分析</b>	<b>(477)</b>
9.1	前言	(477)
9.2	x射线基础知识	(478)
9.2.1	x射线的产生和x射线谱	(478)
9.2.2	x射线与固体的相互作用	(482)
9.3	x射线荧光分析基本原理	(490)
9.3.1	定性分析原理——莫斯莱定律	(490)
9.3.2	定量分析原理——谱线强度与元素含量的 关系	(491)
9.4	x射线荧光谱仪	(493)
9.4.1	x射线管及高压电源	(494)
9.4.2	晶体分光器	(498)
9.4.3	x射线探测器	(502)

9.4.4	计数记录单元	(506)
9.4.5	荧光 x 射线光谱图	(507)
9.4.6	能量色散谱仪	(508)
9.5	分析方法	(509)
9.5.1	定性分析方法	(509)
9.5.2	检测极限	(510)
9.5.3	定量分析方法	(511)
9.5.4	定量误差估计	(516)
9.6	试样制备	(517)
9.7	应用举例	(520)
	习题	(521)
<b>第十章</b>	<b>电子能谱分析</b>	(523)
10.1	引言	(523)
10.2	光电子能谱基础知识	(525)
10.2.1	x 射线光电子能量	(525)
10.2.2	x 射线光电子能谱	(532)
10.2.3	谱峰的位移	(537)
10.3	俄歇电子能谱基础知识	(539)
10.3.1	俄歇过程和俄歇电子能量	(539)
10.3.2	俄歇电子能谱	(544)
10.4	电子能谱仪	(550)
10.4.1	激发源	(551)
10.4.2	氦离子枪	(554)
10.4.3	样品室系统	(555)
10.4.4	电子能量分析器	(557)
10.4.5	探测器	(563)
10.4.6	真空系统	(564)
10.5	ESCA和AES应用举例	(567)

10.5.1 AES和ESCA在表面成分分析中的应用.....	(569)
10.5.2 ESCA用于化合物的结构分析.....	(572)
10.5.3 在催化和催化剂研究中的应用 .....	(576)
10.5.4 在摩擦学方面的应用 .....	(578)
10.5.5 研究金属的脆性 .....	(579)
10.5.6 在半导体中的应用 .....	(582)
习题.....	(584)
<b>第十一章 透射电子显微术.....</b>	<b>(587)</b>
11.1 引言 .....	(587)
11.2 电子显微镜的电子光学基础 .....	(588)
11.2.1 电子的波动性及电子波的波长 .....	(588)
11.2.2 静电透镜 .....	(589)
11.2.3 磁透镜 .....	(593)
11.2.4 电子透镜的象差 .....	(601)
11.3 透射电子显微镜 .....	(604)
11.3.1 电子显微镜的结构 .....	(604)
11.3.2 电子显微镜的主要性能指标 .....	(613)
11.4 透射电子显微镜图象的衬度原理及电子 衍射原理.....	(616)
11.4.1 电子的散射 .....	(616)
11.4.2 散射衬度的形成 .....	(617)
11.4.3 散射衬度图象分析基础 .....	(620)
11.4.4 电子衍射 .....	(621)
11.4.5 衍射衬度简介 .....	(625)
11.4.6 相位衬度简介 .....	(629)
11.5 样品的制备方法及电镜图象的分析 .....	(630)
11.5.1 对样品的一般要求 .....	(631)
11.5.2 粉末颗粒样品的制备及重金属投影 .....	(632)



11.5.3	表面复型方法及图象分析 .....	(634)
11.5.4	直接薄膜样品 .....	(639)
11.6	应用介绍 .....	(645)
11.6.1	应用综述 .....	(645)
11.6.2	应用实例 .....	(648)
	习题 .....	(655)
<b>第十二章</b>	<b>扫描电子显微术</b> .....	(657)
12.1	前言 .....	(657)
12.2	扫描电镜成象原理 .....	(658)
12.2.1	电子与物质相互作用 .....	(658)
12.2.2	扫描电镜成象原理 .....	(660)
12.2.3	分辨本领与景深 .....	(663)
12.2.4	放大倍数及有效放大倍数 .....	(665)
12.3	仪器结构 .....	(665)
12.3.1	电子光学镜筒 .....	(666)
12.3.2	样品室 .....	(670)
12.3.3	真空系统 .....	(671)
12.3.4	信号检测, 显示系统及电源系统 .....	(671)
12.3.5	性能指标 .....	(671)
12.4	图象各论 .....	(672)
12.4.1	二次电子检测与二次电子象 .....	(672)
12.4.2	背散射电子检测与背散射电子象 .....	(675)
12.4.3	吸收电流检测及吸收电流象 .....	(677)
12.4.4	透射电子象 .....	(679)
12.4.5	x射线及x射线显微分析 .....	(681)
12.4.6	阴极荧光及阴极荧光象 .....	(689)
12.4.7	电子感应电动势及电子感应电动势象 .....	(690)
12.4.8	电子通道效应 .....	(692)