

工人岗位培训实用技术读本

仪器分析技术

吉化公司 组织编写
王秀萍 主编



化学工业出版社
工业装备与信息工程出版中心

工人岗位培训实用技术读本

仪 器 分 析 技 术

吉化公司 组织编写

王秀萍 主编

化 学 工 业 出 版 社

工业装备与信息工程出版中心

·北 京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析技术/王秀萍主编. —北京:化学工业出版社, 2003.1

工人岗位培训实用技术读本

ISBN 7-5025-4034-2

I. 仪… II. 王… III. 仪器分析 IV. 0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 069920 号

工人岗位培训实用技术读本

仪 器 分 析 技 术

吉化公司 组织编写

王秀萍 主编

责任编辑: 刘 哲

文字编辑: 胡 波 杨欣欣

责任校对: 蒋 宇

封面设计: 郑小红

*

化 学 工 业 出 版 社 出版发行

工业装备与信息工程出版中心
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

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

*

新华书店北京发行所经销

北京云浩印刷有限责任公司印刷

三河市宇新装订厂装订

开本 850 毫米×1168 毫米 1/32 印张 14 字数 368 千字

2003 年 1 月第 1 版 2003 年 1 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-4034-2/TP·314

定 价: 28.00 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

前 言

由中国化工机械动力技术协会与吉林化学工业公司共同组织编写的《技术工人岗位培训读本》，包括《电焊工》、《气焊工》、《检修钳工》、《管工》、《铆工》、《起重工》、《维修电工》、《仪表维修工》共 8 个分册，于 2001 年年初由化学工业出版社出版发行后，得到了广大读者，尤其是工人读者的厚爱，至今已销售 80000 余册。

为了满足更广泛的企业技术工人岗位培训的需要，不断提高技术工人的专业技术水平，增强技术工人在科技飞速发展形式下的技术素质以及在市场经济体制下的竞争能力，中国化工机械动力技术协会与吉化公司决定共同组织编写《工人岗位培训实用技术读本》(以下简称《读本》)，包括《电镀技术》、《防腐蚀衬里技术》、《工业清洗技术》、《热处理技术》、《无损检测技术》、《堵漏技术》、《管道施工技术》、《电机修理技术》、《工厂供电技术》、《仪器分析技术》共 10 个分册。

这套《读本》主要具有以下特点。

(1) 实用性。由长期工作在生产一线、具有丰富实践经验的工程师、高级技师编写，注重解决生产实践中的难题，注重提高技术工人的素质和能力，特别是技术工人取证后素质和能力的培养、提高。

(2) 技能性。不刻意强调知识的系统性和完整性，而是注重知识和技能的紧密联系，突出技能和技巧。

(3) 通用性。以化工行业为基础编写，但不局限于化工行业，而是拓展到其他领域。特别是在举例方面，充分照顾到不同行业的通用性。

(4) 新颖性。既介绍常用的、传统的技术、工艺、方法，又介绍新技术、新工艺、新方法，尤其是当前企业中运用比较普遍或成熟的。

(5) 广泛性。既满足大型企业技术工人提高技能的要求，又照顾到中、小型企业技术工人生产实践的需要。

《仪器分析技术》是这套《读本》的其中之一。

仪器分析是分析化学的一个重要组成部分。仪器分析是通过仪器测量物质的物理或物理化学性质来确定物质化学组成的方法。产品质量、人身安全和健康保证、生命科学和材料科学的深入研究离不开仪器分析，越来越多的领域、越来越多的问题需要仪器分析来解决，相应地，新的仪器分析技术也推动了科学的发展和社会的进步。

仪器分析的方法很多，本书就较通用的分析仪器及其分析技术进行了讲述，语言精练、浅显，列举了大量应用实例。是实际操作经验的总结，可扩大技术工人的专业知识面，提高实际操作与专业技术水平。

由于编者水平有限，不足之处在所难免，敬请读者批评指正。

编者

2002 年 6 月

目 录

第 1 章 绪论	1
1 概述	1
2 仪器分析方法分类	1
3 仪器分析的特点	3
第 2 章 气相色谱法	5
1 概述	5
2 基本术语	5
3 仪器的基本构造	6
3.1 气路系统	7
3.2 进样器和色谱柱系统	7
3.3 检测器	7
3.4 数据处理系统	7
4 色谱条件的选择	7
4.1 色谱柱	7
4.2 固定相的选择	8
4.3 载气种类和流速的影响	12
4.4 温度的选择	13
5 气相色谱仪的操作注意事项	16
5.1 热导检测器	16
5.2 氢焰检测器	16
5.3 电子捕获检测器	17
6 气相色谱法的定性定量分析	17
6.1 定性分析	17
6.2 定量分析	19
7 进样方式	23
7.1 直接进样	23
7.2 分流进样	23

7.3	不分流进样	24
7.4	柱头进样	24
7.5	程序升温蒸发进样	24
8	样品前处理	24
8.1	蒸馏	24
8.2	微蒸馏	24
8.3	顶空分析	25
8.4	溶剂萃取	27
8.5	液固萃取	27
8.6	热解	27
8.7	固相微萃取	28
9	填充柱的制备	28
10	应用	29
第3章	高效液相色谱法	33
1	概述	33
2	液相色谱法方法的分类及选择	33
2.1	方法的分类	33
2.2	方法的选择	34
3	仪器装置	35
3.1	流动相输送系统	35
3.2	色谱柱系统	36
3.3	检测系统	36
3.4	数据处理系统	38
3.5	辅助系统	38
4	液相色谱流动相	39
4.1	常用溶剂的性质	39
4.2	对溶剂的基本要求	40
4.3	溶剂强度	40
5	吸附色谱法	41
5.1	正相吸附色谱法	41
5.2	反相吸附色谱法	42
6	分配色谱法	42
6.1	正相分配色谱	43

6.2 反相分配色谱	43
7 液相色谱方法的建立	46
8 液相色谱操作中注意事项	47
9 HPLC 的日常保养	49
10 应用	49
第 4 章 离子色谱法	55
1 概述	55
2 离子交换色谱	55
2.1 离子交换剂	55
2.2 仪器构造	56
2.3 影响离子洗脱顺序的因素	56
2.4 双柱离子色谱法	58
2.5 单柱离子色谱法	63
3 离子排斥色谱	66
3.1 分离机理	66
3.2 影响保留时间的因素	66
3.3 淋洗液	67
3.4 抑制器	67
4 离子对色谱	67
4.1 分离过程	68
4.2 影响离子对分离选择性的因素	68
5 离子色谱的干扰	69
6 离子色谱分析中注意的问题	70
7 应用	71
第 5 章 凝胶色谱法	75
1 概述	75
2 分离原理及特点	75
2.1 原理	75
2.2 分离特点	76
3 平均相对分子质量和相对分子质量分布	76
3.1 平均相对分子质量	77
3.2 相对分子质量分布	78
4 仪器构成	78

5	固定相和流动相	81
5.1	凝胶种类	81
5.2	凝胶的色谱指标	82
5.3	凝胶的选择	84
5.4	流动相	84
6	凝胶色谱的数据处理	86
6.1	凝胶色谱图	86
6.2	色谱柱的标定	86
6.3	平均相对分子质量和相对分子质量分布计算	88
7	影响凝胶色谱结果的因素	88
7.1	色谱柱的选择	88
7.2	溶剂的选择	89
7.3	样品浓度	89
7.4	流动相的流速	89
7.5	进样量	90
7.6	温度	90
7.7	死体积	90
8	色谱柱的维护	90
9	应用	91
第6章	超临界流体色谱	94
1	概述	94
2	超临界流体色谱原理	94
3	仪器构造	94
3.1	高压泵	95
3.2	色谱柱	96
3.3	流动相	97
3.4	检测器	100
3.5	进样系统	100
3.6	限流器	101
4	SFC 应用	101
5	超临界流体萃取	102
5.1	原理	102
5.2	萃取装置	103

5.3 影响 SFE 萃取效率的因素	103
5.4 应用	105
第 7 章 毛细管电泳	106
1 概述	106
2 电泳法的基本原理	107
2.1 绝对淌度、有效淌度和表观淌度	107
2.2 电渗的作用	107
2.3 毛细管电泳的分析参数	108
2.4 样品的分离	109
2.5 影响电渗流的因素	109
2.6 电渗流的控制	111
3 毛细管电泳仪系统	111
3.1 高压电源	112
3.2 进样系统	112
3.3 填灌/清洗	112
3.4 毛细管及温度控制	112
3.5 检测记录/数据处理	112
4 基本操作与分离条件的选择	113
4.1 基本操作	113
4.2 毛细管电泳的分离条件	114
4.3 检测条件	117
5 应用	117
第 8 章 原子吸收光谱法	120
1 概述	120
2 原子吸收与原子浓度的关系	120
3 原子吸收光谱仪的构成	121
3.1 光源	121
3.2 原子化器	122
3.3 分光系统	123
3.4 检测器	124
3.5 数据处理系统	124
4 测量条件的选择	124
4.1 吸收线的选择	124

4.2	灯电流的选择	124
4.3	火焰种类的选择	124
4.4	燃烧气和助燃气的流量	126
4.5	火焰高度	126
4.6	石墨炉原子化条件的选择	126
5	原子吸收光谱的定量方法	127
5.1	标准曲线法	127
5.2	标准加入法	127
5.3	内标法 (内标工作曲线法)	128
6	干扰及消除	128
6.1	物理干扰	128
6.2	光谱干扰	129
6.3	电离干扰	129
6.4	化学干扰	130
6.5	背景干扰	131
7	样品处理	132
8	应用	133
第9章	原子发射光谱分析法	139
1	概述	139
2	原理	139
3	仪器构成	139
3.1	光源	140
3.2	分光系统 (光谱仪)	140
3.3	测光系统 (检测器)	141
4	定性分析	142
4.1	标准谱图比较法定性	143
4.2	波长测定法定性	143
4.3	纯样品比较法定性	144
5	定量分析	144
5.1	定量的基础	144
5.2	相对强度法	145
5.3	基体干扰及消除	145
6	试样引入激发光源的方法	145

7	电感耦合等离子体发射光谱	146
7.1	光源	146
7.2	进样装置	147
7.3	分光系统和检测系统	148
7.4	ICP-AES 测量的主要参数	148
7.5	特点及应用	148
第 10 章	X 射线衍射分析和 X 射线荧光光谱法	151
1	概述	151
2	X 射线衍射分析	151
2.1	X 射线衍射分析原理	151
2.2	仪器构成	153
2.3	仪器操作 (粉末 X 射线衍射)	153
2.4	定性分析	154
2.5	注意事项	154
2.6	应用	155
3	X 射线荧光光谱法	155
3.1	荧光 X 射线的种类	156
3.2	X 射线荧光光谱法仪器	156
3.3	定性定量分析	158
3.4	应用	163
4	X 射线衍射分析和 X 射线荧光分析的比较	164
第 11 章	X 射线光电子能谱简介	167
1	概述	167
2	X 射线光电子能谱的工作原理	167
3	X 射线光电子能谱的化学位移	168
3.1	化学位移与化学环境	168
3.2	化学位移的实验规律	168
4	X 射线光电子能谱的实验方法	169
4.1	样品的预处理	169
4.2	样品的安装	169
4.3	样品的荷电校正	170
4.4	样品的扫描	170
4.5	解释谱图	170

5	X 射线光电子能谱的工作内容	170
5.1	XPS 的定性分析	170
5.2	XPS 的定量分析	172
5.3	XPS 的结构分析	172
5.4	XPS 的深度剖析	173
5.5	XPS 的微区分析	173
6	X 射线光电子能谱的应用举例	173
第 12 章	电子显微分析	175
1	概述	175
2	透射电子显微镜	175
2.1	透射电子显微镜的基本原理	176
2.2	透射电子显微镜样品处理的一般方法	176
2.3	透射电子显微镜的调整和操作	177
2.4	透射电子显微镜的性能及观测内容	178
3	扫描电子显微镜	179
3.1	扫描电子显微镜的基本原理	180
3.2	扫描电子显微镜的样品制备	180
3.3	扫描电子显微镜的调整及操作	181
3.4	扫描电子显微镜的工作内容	182
3.5	扫描电子显微镜的典型应用	182
3.6	扫描电子显微镜的应用实例	183
3.7	扫描电子显微镜的最新进展	186
4	扫描隧道和原子力电子显微镜	187
4.1	仪器的基本原理及功能	187
4.2	扫描隧道和原子力电子显微镜的性能及应用	188
4.3	扫描隧道和原子力电子显微镜的应用举例	189
第 13 章	紫外和可见分光光度法	190
1	概述	190
2	可见分光光度法	190
2.1	可见吸收光谱	190
2.2	光吸收定律	191
2.3	显色反应及影响因素	193
2.4	仪器构造	196

2.5	定量分析方法	198
2.6	仪器校正和维护	201
2.7	应用	203
3	紫外分光光度法	205
3.1	有机化合物的紫外特征吸收谱带	206
3.2	紫外分光光度计的构造	208
3.3	测定时注意的问题	208
3.4	应用	209
第 14 章	电化学分析	211
1	概述	211
2	电化学分析方法分类	211
3	电位分析法	212
3.1	电极电位与能斯特方程	212
3.2	指示电极与参比电极	214
3.3	直接电位法——溶液 pH 值的测定	216
3.4	电位滴定法	217
4	库仑分析法	218
4.1	法拉第电解定律	219
4.2	库仑滴定	219
4.3	微库仑滴定	221
5	电导分析法	223
5.1	电导、电导率和摩尔电导	224
5.2	电导测定	225
5.3	直接电导法	226
5.4	电导滴定法	227
第 15 章	热分析	230
1	概述	230
2	热分析仪的组成	230
2.1	程序升温系统	230
2.2	测量系统	230
2.3	显示系统	231
2.4	气氛控制系统	231
2.5	操作控制和数据处理系统	231

3	热重法	231
3.1	基本结构	231
3.2	热重分析的影响因素	232
3.3	温度标定	233
3.4	热重曲线的分析	233
3.5	应用	234
4	差热分析	235
4.1	差热曲线	235
4.2	差热分析中的放热及吸热	236
4.3	影响 DTA 测定的因素	237
4.4	标定	237
4.5	试样容器	238
4.6	DTA 应用	238
5	差示扫描量热分析	239
5.1	DSC 曲线	239
5.2	DSC 仪器	239
5.3	温度和能量标定	240
5.4	应用	240
6	测定的注意事项	242
6.1	试样量	242
6.2	试样的注意事项	242
6.3	试样装填	243
第 16 章	流动注射分析	244
1	概述	244
2	流动注射分析原理	244
3	仪器构成	245
4	应用	247
4.1	适用于 FIA 的反应类型	247
4.2	吸光光度法检测的 FIA	247
4.3	溶剂萃取在 FIA 中的应用	249
4.4	化学发光在 FIA 中的应用	250
第 17 章	核磁共振波谱	252
1	核磁共振的基本原理	252

1.1	原子核的磁性与自旋	252
1.2	核自旋能级——在磁场中的取向	253
1.3	核磁共振	254
1.4	核自旋弛豫	255
1.5	核磁共振的谱线宽度	257
2	核磁共振仪	257
2.1	连续波谱核磁共振仪	257
2.2	脉冲傅里叶变换核磁共振波谱仪	258
3	化学位移	259
3.1	屏蔽常数	259
3.2	化学位移	259
4	核磁共振氢谱	260
4.1	样品的制备	260
4.2	核磁共振氢谱	261
4.3	氢谱中影响化学位移的因素	262
4.4	各类质子的化学位移	265
5	自旋偶合与裂分	274
5.1	自旋偶合与裂分的概念	274
5.2	$n + 1$ 规律	274
5.3	自旋偶合图、偶合常数和符号	276
5.4	偶合机理及能级图	277
5.5	偶合常数与结构的关系	280
6	常见的自旋系统	284
6.1	核的等价性	284
6.2	自旋系统的分类	285
7	简化核磁氢谱的实验方法	291
7.1	使用高频谱仪器	291
7.2	重氢交换	292
7.3	溶剂效应	292
7.4	位移试剂	292
7.5	双照射去偶	292
8	核磁共振氢谱的解析	293
8.1	解析步骤	293

8.2	^1H NMR 谱解析实例	295
9	核磁共振碳谱	301
9.1	核磁共振碳谱的特点	301
9.2	核磁共振碳谱的去偶方法	302
9.3	^{13}C NMR 中影响化学位移的因素	305
9.4	各类化合物 ^{13}C 的化学位移及计算	307
9.5	核磁共振碳谱的解析步骤	320
9.6	核磁碳谱解析实例	321
第 18 章	有机质谱	325
1	有机质谱基本知识	325
1.1	质谱仪的分类	325
1.2	质谱仪的结构	325
1.3	质谱仪的主要指标	326
1.4	质谱图	327
1.5	常用的术语及符号	327
1.6	质量分析器	329
2	有机质谱中分子生成离子的主要类型	331
2.1	分子离子	331
2.2	简单裂解产生的碎片离子	332
2.3	重排离子	335
2.4	亚稳离子	338
2.5	同位素离子	338
2.6	奇电子离子和偶电子离子	338
2.7	多电荷离子	338
3	常见各类有机化合物的质谱	338
3.1	烷烃类	338
3.2	不饱和烃类	340
3.3	芳香烃类	341
3.4	醇、酚、醚类化合物	342
3.5	醛和酮类化合物	344
3.6	羧酸和酸酐类化合物	347
3.7	脂肪酸酯类化合物	348
3.8	硫醇和硫醚类化合物	349