

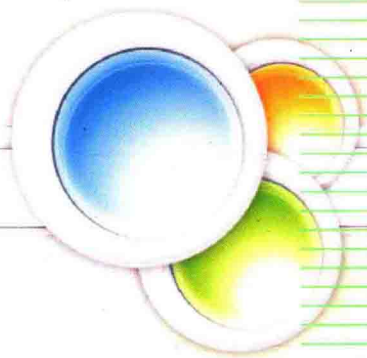


“十二五”江苏省高等学校重点教材

总主编 姚天扬 孙尔康

仪器分析 第二版

主 编 姚开安 赵登山





“十二五”江苏省高等学校重点教材

编号: 2013-2-051

仪器分析

第二版

总主编 姚天扬 孙尔康

主 编 姚开安 赵登山

副主编 徐继明 王京平 李卉卉

参 编 (按姓氏笔画为序)

王 双 李周敏 吴秀红

谷苗苗 盛振环

主 审 方惠群



南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析 / 姚开安, 赵登山主编. — 2 版. — 南京:
南京大学出版社, 2017. 2

高等院校化学化工教学改革规划教材
ISBN 978-7-305-18207-5

I. ①仪… II. ①姚… ②赵… III. ①仪器分析—高等
学校—教材 IV. ①O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 011378 号

出版发行 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮编 210093
出 版 人 金鑫荣
丛 书 名 高等院校化学化工教学改革规划教材
书 名 仪器分析
总 主 编 姚天扬 孙尔康
主 编 姚开安 赵登山
责任编辑 刘 飞 蔡文彬 编辑热线 025-83686531

照 排 南京理工大学资产经营有限公司
印 刷 南京大众新科技印刷有限公司
开 本 787×960 1/16 印张 17.75 字数 388 千
版 次 2017 年 2 月第 2 版 2017 年 2 月第 1 次印刷
ISBN 978-7-305-18207-5
定 价 34.00 元

网 址: <http://www.njupco.com>
官方微博: <http://weibo.com/njupco>
官方微信号: njupress
销售咨询热线: (025)83594756



码上有课件

-
- * 版权所有, 侵权必究
 - * 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购
图书销售部门联系调换

编委会

总主编 姚天扬(南京大学)

孙尔康(南京大学)

副总主编 (按姓氏笔画排序)

王 杰(南京大学)

左晓兵(常熟理工学院)

石玉军(南通大学)

许兴友(淮阴工学院)

邵 荣(盐城工学院)

周诗彪(湖南文理学院)

郎建平(苏州大学)

钟 秦(南京理工大学)

赵宜江(淮阴师范学院)

赵 鑫(苏州科技学院)

姚 成(南京工业大学)

姚开安(南京大学金陵学院)

柳闽生(南京晓庄学院)

唐亚文(南京师范大学)

曹 健(盐城师范学院)

编 委 (按姓氏笔画排序)

马宏佳

王济奎

王龙胜

王南平

许 伟

朱平华

华万森

华 平

李 琳

李心爱

李巧云

李荣清

李玉明

沈玉堂

吴 勇

汪学英

陈国松

陈景文

陆 云

张莉莉

张 进

张贤珍

罗士治

周益明

赵朴素

赵登山

宣 婕

夏昊云

陶建清

缪震元

序

教材建设是高等学校教学改革的重要内容,也是衡量教学质量提高的关键指标。高校化学化工基础理论课教材在近几年教学改革中取得了丰硕成果,编写了不少有特色的教材或讲义,但就其内容而言基本上大同小异,在编写形式和介绍方法以及内容的取舍等方面不尽相同,充分体现了各校化学基础理论课的改革特色,但大多数限于本校自己使用,面不广、量不大。由于各校化学基础课教师相互交流、相互讨论、相互学习、相互取长补短的机会少,各校教材建设的特色得不到有效推广,不能实施优质资源共享;又由于近几年教学经验丰富的老师纷纷退休,年轻教师走上教学第一线,特别是江苏高校广大教师迫切希望联合编写有特色的化学化工理论课教材,同时希望在编写教材的过程中,实现教师之间相互教学探讨,既能实现优质资源共享,又能加快对年轻教师的培养。

为此,由南京大学化学化工学院姚天扬、孙尔康两位教授牵头,以地方院校为主,自愿参加为原则,组织了南京大学、南京理工大学、苏州大学、南京师范大学、南京工业大学、南京邮电大学、南通大学、苏州科技学院、南京晓庄师院、淮阴师范学院、盐城工学院、盐城师范学院、常熟理工学院、淮海工学院、淮阴工学院、江苏第二师范学院、南京大学金陵学院、南理工泰州科技学院等18所江苏省高等院校,同时吸收了解放军第二军医大学、湖北工业大学、华东交通大学、湖南文理学院、衡阳师范学院、九江学院等6所省外院校,共计24所高等学校的化学专业、应用化学专业、化工专业基础理论课一线主讲教师,共同联合编写“高等院校化学化工教学改革规划教材”一套,该系列教材包括《无机化学(上、下册)》、《无机化学简明教程》、《有机化学(上、下册)》、《有机化学简明教程》、《分析化学》、《物理化学(上、下册)》、《物理化学简明教程》、《化工原理(上、下册)》、《化工原理简明教程》、《仪器分析》、《无机及分析化学》、《大学化学(上、下册)》、

《普通化学》、《高分子导论》、《化学与社会》、《化学教学论》、《生物化学简明教程》、《化工导论》等18部。

该系列教材适合于不同层次院校的化学基础理论课教学任务需求,同时适应不同教学体系改革的需求。

该系列教材体现如下几个特点:

1. 系统介绍各门基础理论课的知识点,突出重点,突出应用,删除陈旧内容,增加学科前沿内容。
2. 该系列教材将基础理论、学科前沿、学科应用有机融合,体现教材的时代性、先进性、应用性和前瞻性。
3. 教材中充分吸取各校改革特色,实现教材优质资源共享。
4. 每门教材都引入近几年相关的文献资料,特别是有关应用方面的文献资料,便于学有余力的学生自主学习。

该系列教材的编写得到了江苏省教育厅高教处、江苏省高等教育学会、相关高校化学化工系以及南京大学出版社的大力支持和帮助,在此表示感谢!

该系列教材已被评为“十二五”江苏省高等学校重点教材。

该系列教材是由高校联合编写的分层次、多元化的化学基础理论课教材,是我们工作的一项尝试。尽管经过多次讨论,在编写形式、编写大纲、内容的取舍等方面提出了统一的要求,但参编教师众多,水平不一,在教材中难免会出现一些疏漏或错误,敬请读者和专家提出批评和指正,以便我们今后修改和订正。

编委会

第二版前言

本教材是面向应用型本科院校(应用)化学、化工类及其相近本科专业教师和学生的一本教材。教材内容包括电化学分析、色谱分析、光学分析、联用技术及各种仪器分析方法的应用等内容。本书知识点较全面,并吸纳了近年来仪器分析技术发展的新成就。同时本书通过引入一些社会热点问题为实例,理论联系实际地讲解各仪器分析方法的特点和适用范围,较全面地展示仪器分析在各领域广泛的应用及其快速发展。此外,本书还是新形态的立体化教材,书中以嵌入二维码的形式提供了丰富的电子资源,如微课、动画、案例视频、电子课件等。这既彰显了信息化教学改革的追求,也提高了学生自主学习的效果和积极性。

本教材适用于(应用)化学及化工专业的基础课程教学。使用本教材教学可以使学生掌握各种仪器分析方法的基本原理、特点和适用范围等方面的基础知识。为后续专业课程的学习打下基础,为大学生今后的职业生涯提供背景知识,同时还能引导、激发学生学习的兴趣,是一本适用于应用型本科人才培养的教材。

本教材由多所高校合作编写,参加编写工作的有:南京大学金陵学院姚开安(第1~3章、全书二维码资源),淮阴工学院赵登山(第6~7章),淮阴师范学院徐继明(绪论、第9章)、盛振环(第11章),盐城师范学院王京平(第4~5章)、吴秀红(第4章),南京师范大学李卉卉(第10~12章),南理工泰州科技学院王双(第8章)。南京大学金陵学院谷苗苗、李周敏参加了第1~3章部分习题编写。全书由南京大学方惠群教授审稿,最后由姚开安统稿、定稿。

本教材在编写过程中,参考了国内外出版的一些教材、著作和文献,引用了其中部分数据与图表,在此向有关作者表示衷心感谢。

由于编者水平有限,教材中可能出现疏漏和不妥之处,恳请读者批评指正。

编者
2017年1月

目 录

绪 论	1
§ 0.1 分析化学的发展	1
§ 0.2 仪器分析的分类	2
0.2.1 光学分析方法	2
0.2.2 电化学分析法	2
0.2.3 分离分析法	3
0.2.4 其他仪器分析方法	3
§ 0.3 仪器分析的应用	4
课外参考读物	5
第 1 章 电位分析法	6
§ 1.1 离子选择电极及其分类	7
1.1.1 离子选择电极	7
1.1.2 离子选择电极的分类	7
§ 1.2 离子选择电极的特性参数	14
1.2.1 能斯特响应、线性范围和检测下限	14
1.2.2 电位选择系数	15
1.2.3 响应时间	16
1.2.4 内阻	16
1.2.5 稳定性	16
§ 1.3 分析方法	16
1.3.1 电位法	16
1.3.2 电位滴定法	18
1.3.3 Gran 作图法	20
1.3.4 误差	21
1.3.5 测试仪器	21

§ 1.4 应用	21
1.4.1 在线分析和体内检测	22
1.4.2 现场检测	22
1.4.3 色谱检测器和扫描电化学显微镜中的应用	24
课外参考读物	24
习题	25
第 2 章 电重量分析和库仑分析法	27
§ 2.1 电解原理	27
§ 2.2 电重量分析法	28
2.2.1 控制电位电解分析法	28
2.2.2 恒电流电重量分析法	29
§ 2.3 库仑分析法	30
2.3.1 恒电流库仑分析法——库仑滴定法	31
2.3.2 控制电位库仑分析法	33
2.3.3 微库仑分析法	34
§ 2.4 应用	35
课外参考读物	37
习题	37
第 3 章 伏安法和极谱分析法	39
§ 3.1 直流极谱法	39
3.1.1 原理	39
3.1.2 干扰电流及其消除	40
3.1.3 极谱波类型及其方程式	41
3.1.4 定量分析	41
3.1.5 直流极谱法的局限性	42
§ 3.2 现代极谱法	42
§ 3.3 伏安法	43
3.3.1 溶出伏安法	44
3.3.2 循环伏安法	46
§ 3.4 应用	48
课外参考读物	49
习题	50

第 4 章 气相色谱法	52
§ 4.1 色谱分析的基本原理	52
4.1.1 色谱法及其分类	52
4.1.2 色谱流出曲线和术语	53
4.1.3 色谱分析的基本原理	55
§ 4.2 气相色谱法	60
4.2.1 气相色谱仪	61
4.2.2 色谱定性和定量分析方法	70
4.2.3 气相色谱条件的选择	74
§ 4.3 应用	76
课外参考读物	80
习题	81
第 5 章 高效液相色谱法	83
§ 5.1 高效液相色谱仪的组成	83
5.1.1 流动相储液器	83
5.1.2 脱气器	84
5.1.3 高压泵	84
5.1.4 梯度洗脱装置	85
5.1.5 进样器	86
5.1.6 色谱柱	86
5.1.7 检测器	86
§ 5.2 高效液相色谱法	88
5.2.1 液-固色谱法	88
5.2.2 化学键合相色谱法	89
5.2.3 离子交换色谱法	91
5.2.4 尺寸排阻色谱法	93
§ 5.3 毛细管电泳	94
5.3.1 原理	94
5.3.2 毛细管电泳法	96
§ 5.4 超临界流体色谱	97
5.4.1 概述	97
5.4.2 超临界流体色谱	98

§ 5.5 应用	98
5.5.1 高效液相色谱分析水中痕量多环芳烃	98
5.5.2 固相萃取-高效液相色谱分析饮用水中痕量杀虫剂	98
5.5.3 绿茶提取物中的表没食子儿茶素 3-O-没食子酸酯的分析	99
5.5.4 三环类抗抑郁剂的分析	100
5.5.5 血清中的氧氟沙星的液相色谱分析	100
5.5.6 超高效液相色谱技术及应用	101
课外参考读物	101
习题	102
第 6 章 原子发射光谱法	104
§ 6.1 原子发射光谱分析的基本原理	104
6.1.1 原子发射光谱的产生	104
6.1.2 谱线强度	105
6.1.3 原子发射光谱的基本概念	106
§ 6.2 光谱分析仪	107
6.2.1 光源	107
6.2.2 光谱仪	111
§ 6.3 光谱分析方法	116
6.3.1 光谱定性分析方法	116
6.3.2 光谱半定量分析方法	117
6.3.3 光谱定量分析方法	117
§ 6.4 应用	120
课外参考读物	121
习题	121
第 7 章 原子吸收光谱法	123
§ 7.1 原子吸收光谱法的基本原理	123
7.1.1 原子吸收线	123
7.1.2 原子吸收谱线的轮廓与变宽	125
7.1.3 原子吸收的测量	127
§ 7.2 原子吸收分光光度计	129
7.2.1 光源	129
7.2.2 原子化系统	130

7.2.3	单色器	134
7.2.4	检测系统	135
§ 7.3	干扰及其抑制	136
7.3.1	物理干扰	136
7.3.2	电离干扰	136
7.3.3	化学干扰	136
7.3.4	光谱干扰	138
§ 7.4	分析方法	140
7.4.1	测量条件的选择	140
7.4.2	定量分析方法	141
7.4.3	灵敏度和检测限	143
§ 7.5	原子光谱联用技术	145
7.5.1	色谱-原子吸收光谱联用技术	145
7.5.2	色谱-原子发射光谱联用技术	146
§ 7.6	应用	147
7.6.1	直接原子吸收法	147
7.6.2	间接原子吸收法	147
	课外参考读物	148
	习题	149
第 8 章	紫外-可见吸收光谱法	150
§ 8.1	紫外-可见吸收光谱法的基本原理	150
8.1.1	分子吸收光谱	150
8.1.2	有机化合物的紫外吸收光谱	152
8.1.3	无机化合物的紫外-可见吸收光谱	155
8.1.4	紫外-可见吸收光谱的影响因素	156
§ 8.2	紫外-可见分光光度计	157
8.2.1	仪器组成	157
8.2.2	紫外-可见分光光度计的类型	159
§ 8.3	紫外-可见吸收光谱法	160
8.3.1	定性分析方法	161
8.3.2	定量分析方法	163
§ 8.4	应用	167
8.4.1	配合物组成及其稳定常数的测定	168

8.4.2 分子相对分子质量	169
课外参考读物	170
习题	171
第9章 红外吸收光谱及激光拉曼光谱法	172
§9.1 红外吸收光谱法	172
9.1.1 基本原理	172
9.1.2 红外吸收光谱与分子结构的关系	175
9.1.3 红外光谱仪	179
9.1.4 应用	184
§9.2 激光拉曼光谱法	187
9.2.1 基本原理	187
9.2.2 激光拉曼光谱仪	190
9.2.3 应用	191
课外参考读物	194
习题	194
第10章 分子发光光谱法	196
§10.1 基本原理	196
10.1.1 吸收过程	197
10.1.2 发射过程	197
§10.2 分子荧光光谱法	198
10.2.1 激发光谱和发射光谱	198
10.2.2 荧光光谱特征	199
10.2.3 影响因素	200
10.2.4 分子荧光光谱仪的组成	204
10.2.5 定量分析	205
§10.3 磷光光谱法	206
10.3.1 低温磷光	206
10.3.2 室温磷光	207
10.3.3 磷光分析仪	207
§10.4 化学发光分析	208
10.4.1 化学发光反应的基本原理	208
10.4.2 化学发光强度	209

10.4.3 化学发光反应的类型·····	209
§ 10.5 应用·····	212
课外参考读物·····	214
习题·····	215
第 11 章 核磁共振波谱法 ·····	216
§ 11.1 基本原理·····	216
11.1.1 磁性和能级·····	216
11.1.2 进动频率和核磁共振吸收·····	217
11.1.3 弛豫·····	219
§ 11.2 核磁共振波谱仪的组成·····	220
11.2.1 磁体·····	220
11.2.2 磁场扫描发生器·····	221
11.2.3 射频发射器和接收器·····	221
11.2.4 样品容器·····	222
§ 11.3 有机化合物结构与质子核磁共振波谱·····	222
11.3.1 化学位移及影响因素·····	223
11.3.2 自旋-自旋裂分·····	225
§ 11.4 ^{13}C 核磁共振波谱法·····	233
11.4.1 ^{13}C 核磁共振谱的特点·····	234
11.4.2 ^{13}C 的化学位移·····	234
11.4.3 碳谱的实验技术·····	237
11.4.4 碳谱的解析及实例·····	238
§ 11.5 二维核磁共振谱·····	241
11.5.1 ^1H - ^1H 相关谱·····	242
11.5.2 ^1H - ^{13}C 相关谱·····	243
§ 11.6 应用·····	244
11.6.1 核磁共振用于鉴定有机化合物结构·····	244
11.6.2 核磁共振用于有机化合物定量分析·····	244
11.6.3 核磁共振在医学领域的应用·····	245
课外参考读物·····	246
习题·····	246

第 12 章 质谱法	249
§ 12.1 质谱仪	249
12.1.1 样品导入系统	249
12.1.2 电离源	250
12.1.3 质量分析器	253
12.1.4 信号检测	257
§ 12.2 离子的主要类型	257
12.2.1 分子离子	257
12.2.2 同位素离子	257
12.2.3 碎片离子	257
12.2.4 重排离子	258
§ 12.3 有机化合物的裂解规律	258
12.3.1 分子结构与离子稳定性	258
12.3.2 离子裂解与电子奇偶数关系	259
12.3.3 离子裂解与电离电位关系	259
12.3.4 裂解方式	259
12.3.5 重要有机化合物的裂解规律	260
§ 12.4 色质联用技术	262
12.4.1 气质联用技术	262
12.4.2 液质联用技术	263
§ 12.5 应用	264
12.5.1 有机化合物结构的鉴定	264
12.5.2 相对分子质量及分子式的测定	265
12.5.3 定量分析	265
12.5.4 反应机理的研究	266
§ 12.6 复杂有机化合物的结构剖析	266
课外参考读物	268
习题	268



码上学习

绪 论

§ 0.1 分析化学的发展

分析化学是研究获取物质的组成、形态、结构等各种化学信息及其相关理论的科学。分析化学是科学研究的眼睛。无论是历史上众多的诺贝尔奖得主的研究成果,还是社会经济的发展和国家的重大需求,分析化学都起着至关重要的作用。同时,分析化学为生命科学、材料科学、能源科学、环境科学以及空间科学等前沿学科的发展,提供了研究和获取物质组成、结构和相互作用信息的重要科学支撑。

分析化学是最早发展起来的化学分支科学,而且在早期化学发展过程中一直处于前沿和主要地位,并被称为“现代化学之母”。分析化学的发展历程可划分为三个阶段,学科间的相互渗透是分析化学发展的基本规律。第一个阶段是 20 世纪初,建立了溶液中四大平衡理论,为基于溶液化学反应的经典分析化学奠定了理论基础,使分析化学从一门技术发展成一门科学,可以说,这一时期为分析化学与物理化学相结合的时代。第二个阶段是 20 世纪 30 年代至 60 年代,分析化学突破了以经典化学分析为主的局面,开创了仪器分析的新时代。这一阶段是分析化学与物理学、电子学结合的时代,其特点表现在广泛采用现代分析手段,对物质作尽可能的纵深分析,推出更多新的分析测试装置,为科学研究和生产实践提供更多、更新和更全面的信息。第三阶段是 20 世纪 70 年代末到现在,以计算机应用为主要标志的信息时代的到来,给科学技术的发展带来巨大的活力,分析化学进一步与计算机科学紧密结合,促使分析化学发生更深刻更广泛的变革。分析化学通过化学、物理测量获得物质化学成分与结构信息,研究获取这些信息的最佳方法和策略。分析仪器的研究、制造和发展大大提高了分析化学获取信息的能力和手段,扩大了获取信息的范围。其研究内容除物质的元素或化合物的成分、结构信息外,在很大程度上还包括物质的价态、形态、状态、空间结构乃至能态分析、测定。目前,分析化学已发展成为获取形形色色物质尽可能多的尽可能全面的结构与成分信息,进一步认识自然,与自然和谐发展的科学。分析化学所采用的手段已远远超出了化学学科的范围,它在采用光、电、磁、热、声等物理现象的基础上,进一步采用数学、计算机科学和生物学新成就,正在将化学与许多密切相关的学科相互渗透交织起来,对物质作全面的纵深分析,形成一门综合性科学。

分析化学包括化学分析和仪器分析两大部分。化学分析是指利用化学反应以及化学计量关系来确定被测物质含量的一类分析方法。化学分析是分析化学的基础,又称经典分析方法。仪器分析是以物质的物理性质和物理化学性质为基础而建立起来的分析方法。这类分析方法通过测量物质的物理或物理化学参数,需要借助于各种类型价格较贵的特殊分析仪器来完成,它具有灵敏、简便、快速而且易于自动化和在线分析等特点,适用于微量、痕量组分的定性、定量分析或者结构分析。目前,仪器分析的发展主要体现在以下几个方面:第一,分析仪器与分析技术逐步向高灵敏度、高选择性、微型化、自动化、智能化、信息化等方向发展。微型化、自动化的仪器分析方法逐渐成为常规分析的重要手段;各种软件的开发与应用为虚拟仪器和虚拟实验室的创建奠定了较好的基础。第二,各种新材料、新技术在分析仪器中得到使用,导致仪器分析灵敏度、选择性和分析速度进一步提高。第三,仪器分析联用技术,特别是色谱分离与质谱、光谱检测联用以及计算机、信息理论结合,大大地提高仪器分析获取并快速、高效处理化学、生物、环境等复杂混合体系物质组成、结构、状态信息的能力,成为解决复杂体系分析,推动组合化学、蛋白组学和代谢组学等新兴学科发展的重要手段。第四,仪器分析研究对象重点将在生命科学、环境科学和材料与信息科学等领域。通过蛋白质分析、DNA 测序、自由基检测、疾病诊断、环境污染诊断以及新材料的设计、组装与应用,实现仪器分析在临床医学与环境监测等领域的应用与发展。

§ 0.2 仪器分析的分类

0.2.1 光学分析方法

光学分析方法是基于物质和电磁辐射相互作用产生辐射信号变化来进行分析的方法。它可分为光谱法和非光谱法两类。光谱法是基于物质对光的吸收、发射和散射等作用,通过检测相互作用后光谱波长和强度的变化而建立起来的分析方法。光谱法可分为原子光谱法和分子光谱法两大类,主要包括:原子发射光谱法、原子吸收光谱法、X-射线光谱法、分析荧光和磷光法、化学发光法、紫外-可见光谱法、红外吸收光谱法、拉曼光谱法和核磁共振波谱法等;其中,红外光谱法、拉曼光谱法和核磁共振波谱法常用于化合物的结构分析,其他多用于定量分析。非光谱分析法是指通过测量光的反射、折射、干涉和偏振等变化所建立起来的分析方法,包括:干涉法、折射法、旋光法、X-射线衍射法等。

0.2.2 电化学分析法

电化学分析法是基于物质在溶液中的电化学性质以及变化进行分析的方法。它可分为:电位分析法、电导分析法、库仑分析法、极谱分析法和伏安分析法等。