

高等学校教学参考书

仪器分析

上册

南开大学化学系《仪器分析》编写组编

高等学校教学参考书

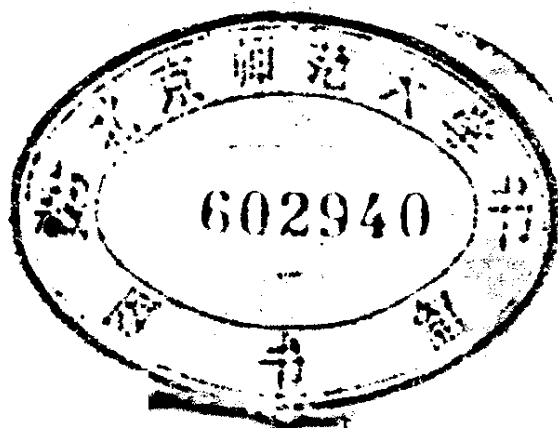
仪器分析

上册

南开大学化学系《仪器分析》编写组编

王启为借

列1181122



出版社

1978 · 北京

仪 器 分 析

上 册

南开大学化学系《仪器分析》编写组编

*

人 民 教 育 出 版 社 出 版

新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行

人 民 教 育 出 版 社 印 刷 厂 印 装

1978年3月第1版 1978年10月第1次印刷

书号 13012·0177 定价 1.25 元

前 言

近些年来,仪器分析在我国国民经济和国防、科技各部门的应用突飞猛进,无论在理论和应用的研究上,还是在精密成品分析仪器的制造等方面都取得了十分可喜的成果。我们在校、系党组织的领导下,在总结几年来教学革命实践经验的基础上,曾为我校化学系分析化学专业编写了《仪器分析》讲义,又经吸取了兄弟院校提出的宝贵意见,对原讲义进行了修改、补充,现予以出版,希望能在教学、科研和生产上起一点作用。

在编写过程中,我们试图运用辩证唯物主义观点统帅教材,力求理论联系实际,反映我国科技新成就,适当介绍国外情况,并注意做到深入浅出,便于自学。取舍内容时,我们着重考虑了国内应用的普遍性,并适当考虑到某些正在发展中的新技术和新方法,因此,发射光谱分析、极谱分析、气相色谱分析等章的篇幅较大,对原子吸收分光光度法、X射线荧光分析以及离子选择性电极等较新方法做了适当的或较为详细的介绍。为了适应加强基础理论教学 and 实际工作的需要,增写了电化学分析引论和仪器技术。书中所讨论的各类仪器都以国产的典型仪器为主。

本书可供化学系分析化学专业用作为教学参考书,也可供化工、冶金类专业师生以及有关厂矿技术人员参考。

本书编写工作由戴树桂同志总负责,李谦初同志写第五、九章,冯建兴同志写第六、十一章和§8—3四部分,翁永和同志写第一章,陈恒升、于贵英同志写第十章,王祖陶、汪根时同志写第四章,戴树桂同志写第二、三、七、八各章。

在本书编写过程中,沈阳冶炼厂各级领导和有关工人、科技人

员给予我们大力支持和帮助；各有关科研单位和仪器生产厂热情提供技术资料和图片；陈新坤、张春煦、马锦秋、余素清、何锡文等同志提过建议或给予协助，在此一并致以衷心的感谢。

由于我们的政治思想水平和业务水平有限，本书内容恐不能满足实际需要，缺点、错误也在所难免，恳切希望读者批评指正。

南开大学化学系《仪器分析》编写组

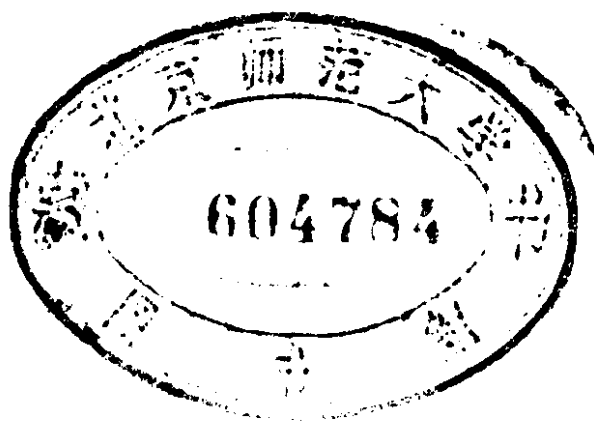
1978年1月

高等学校教学参考书

仪器分析

下册

南开大学化学系《仪器分析》编写组编



人民教育出版社

1978·北京

目 录

前言	1
----------	---

第一章 发射光谱分析

§ 1-1 光谱分析的一般介绍	1
一、光谱的种类与光谱分析的内容	1
二、光谱分析的特点及应用范围	3
§ 1-2 光谱分析的主要仪器设备	5
一、光源	5
(一) 直流电弧发生器	5
(二) 交流电弧发生器	7
(三) 高压火花发生器	9
(四) 光源的选择	14
二、摄谱仪	16
(一) 棱镜摄谱仪	16
(二) 光栅摄谱仪	21
三、感光板	27
(一) 感光板的构造及照相过程	27
(二) 乳剂特性曲线	29
四、映谱仪	33
五、测微光度计	35
六、光电直读光谱仪	38
§ 1-3 光谱定性、半定量分析	40
一、原子结构和原子光谱	41
二、光谱定性分析的基本原理	48
三、元素的灵敏线、共振线、最后线及分析线	49
四、光谱定性分析	51
五、光谱半定量分析	54
六、元素的光谱化学性质与元素周期表	56

§ 1-4	光谱定量分析	58
	一、谱线强度与试样浓度的关系	58
	二、内标法和分析线对	59
	三、光谱背景的影响及消除	60
	四、光谱定量分析的方法	63
	(一) 工作曲线法	63
	(二) 增量法	64
	(三) 快速计算法	66
	五、光谱标样的制备及要求	66
§ 1-5	光源中发生的过程及其对谱线强度的影响	69
	一、光源中发生的过程	69
	(一) 试样的蒸发过程	69
	(二) 试样的激发过程	72
	二、谱线强度与光源中发生的过程的关系	80
	三、影响谱线强度的主要因素	83
	四、影响分析线对相对强度的因素	88
	五、试样组成及第三元素的影响	91
	六、光谱缓冲剂及光谱载体的作用	94
§ 1-6	光谱分析的灵敏度和准确度	97
	一、有关误差的几个概念	97
	二、光谱分析的灵敏度	100
	三、光谱分析的准确度	102
§ 1-7	几种提高光谱分析灵敏度、准确度的途径 及有关光谱分析的发展趋向	106
	一、新型光源的使用	107
	(一) 空心阴极光源	107
	(二) 激光显微光源	109
	(三) 电感耦合高频等离子炬光源	112
	二、控制气氛的应用	115
	三、载体效应及热化学反应的应用	116
	四、化学光谱法	118
	五、光谱分析的发展趋向	121

丁 1181/22

习题 122

第二章 原子吸收分光光度法

§ 2-1 概述 124

§ 2-2 理论基础 127

一、基态原子数与火焰温度的关系 127

二、原子吸收与原子浓度的关系 130

三、原子吸收的测量方法 132

 (一) 吸收线的轮廓及其影响 132

 (二) 测量原子吸收的实际方法 135

§ 2-3 仪器装置 137

一、仪器的主要构件 137

 (一) 光源 137

 (二) 原子化器 140

 (三) 分光系统 147

 (四) 检测系统 147

二、原子吸收分光光度计的类型 148

 (一) 单光束直流式 148

 (二) 单光束交流式 149

 (三) 双光束交流式 149

 (四) 双波道或多波道式 149

 (五) 利用塞曼效应的原子吸收分光光度计 150

§ 2-4 干扰及其抑制 155

一、光谱干扰 156

二、物理干扰 158

三、化学干扰 160

§ 2-5 原子吸收分光光度法的应用 163

§ 2-6 原子荧光分光光度分析简介 173

一、基本原理 174

二、仪器装置 175

三、干扰及检出限 179

习题 179

第三章 可见和紫外分光光度法

§ 3-1	吸收分光光度法的基础	180
§ 3-2	可见及紫外分光光度计	183
	一、可见及紫外分光光度计	183
	二、双波长分光光度计	188
§ 3-3	可见和紫外分光光度法的应用	193
	一、混合物的分析	194
	二、在建立新分析方法和基础理论研究工作上的作用 (络合物组成的确定)	197
§ 3-4	示差分光光度法	205
	一、光吸收法的测量误差	206
	二、示差分光光度法	207
	习题	210

第四章 X 射线荧光分析

§ 4-1	概述	212
§ 4-2	X射线的基本知识	213
	一、X射线的产生与X射线谱	213
	(一) 连续X射线谱	214
	(二) 特征X射线谱	216
	二、X射线的散射、衍射与吸收	225
	(一) X射线的散射	225
	(二) X射线的衍射	226
	(三) X射线的吸收	228
§ 4-3	X射线荧光分析的基本原理	231
	一、X射线荧光的概念	231
	二、X射线波长与元素原子序数的关系	233
	三、X射线荧光的分光	235
§ 4-4	X射线荧光光谱仪	238
	一、谱仪类型	238
	二、波长色散X射线荧光光谱仪方块图	240

三、X射线发生器	241
四、分光系统	243
(一) 测角仪	243
(二) 分析晶体	246
五、探测系统	248
(一) 正比计数管	248
(二) 闪烁计数管	256
(三) 半导体探测器	257
(四) 联合计数管	259
(五) 各种探测器主要性能的比较	260
六、记录系统	260
七、能量色散X射线荧光光谱仪	264
§ 4-5 脉冲高度分析、计数统计学与强度测量	264
一、脉冲高度分析	265
(一) 脉冲高度分布曲线	265
(二) 脉冲高度分布的移动	267
(三) 数学展开法	268
二、计数统计学	269
(一) 高斯分布	270
(二) 标准偏差、可几误差、置信度	270
(三) 计数误差的计算	272
(四) 计数策略	274
三、强度测量	277
§ 4-6 定性分析和定量分析	278
一、定性分析	278
二、半定量分析	278
三、定量分析	279
(一) 定量分析中的影响因素	279
(二) 外标法	281
(三) 内标法	281
(四) 增量法	282
(五) 散乱线补正法	283
(六) 数学方法	283

四、定量分析应用举例	289
(一) 铜矿选矿流程控制分析	289
(二) 稀土元素分析	293
(三) 水中污染元素分析	295
(四) 催化剂分析	297
习题	298

第五章 电化学分析法引论

§ 5-1 电化学分析法	299
§ 5-2 化学电池	300
一、原电池、电解电池、阳极、阴极	300
二、电池的表示法	303
三、可逆电池与不可逆电池	303
§ 5-3 相间电势、电池电动势与电极电势	304
一、相间电势	304
二、金属与含有该金属离子的电解质溶液 之间的相间电势	305
三、氧化-还原体系在惰性电极上的相间电势	306
四、液体接界电势(液接电势)	307
五、相间电势的正负号	309
六、电极电势	310
§ 5-4 电极电势的计算	312
一、奈恩斯特(Nernst)电极电势方程式	312
二、电极电势的计算	313
三、应用标准电势时的局限性	316
§ 5-5 电解和极化	318
一、电解	318
二、可逆电极与不可逆电极(可逆电对与不可逆电对)、 平衡电极电势的稳定性	319
三、极化	321
习题	326

第六章 电导分析法

§ 6-1	基本原理	328
§ 6-2	测量溶液电导的实验方法	332
§ 6-3	电导法在分析化学中的应用	337
	一、连续监测	337
	二、电导滴定	339
	三、高频滴定	343
习题		346

第七章 电势分析法和离子选择性电极

§ 7-1	溶液 pH 值的电势测定法	348
	一、基本原理	348
	二、玻璃电极电势的理论——膜电势的基本概念	351
	三、pH 玻璃电极的选择性和优缺点	353
§ 7-2	离子选择性电极	356
	一、基本理论与实验技术	357
	(一) 离子选择性电极的一般膜电势公式和选择性	357
	(二) 重要的实验条件	361
	(三) 测定方法	364
	二、离子选择性电极的类型	366
	(一) 固体膜电极	367
	(二) 液膜电极	371
	(三) 气敏电极	374
	三、离子选择性电极的应用	379
§ 7-3	电势滴定	383
	一、电势滴定曲线和滴定终点的确定	383
	二、电势滴定指示电极的选择	386
§ 7-4	电势法的仪器和测量技术	390
	一、电势差计以补偿法测量电动势	390
	二、酸度计 (pH 计)	392
	三、自动电势滴定计	393

四、pH 和 pM 标准	394
习题	395

第八章 电解分析和库仑分析

§ 8-1 电解分析的基本原理	397
一、电解现象和电解分析法	397
二、在电解分析中与超电势有关的一些因素	401
三、获得良好金属析出物的条件	402
§ 8-2 常用的电解分析法	405
一、普通电解分析法	405
二、控制阴极电势电解分析法	405
三、汞阴极电解分析法	409
§ 8-3 库仑分析法	410
一、电解定律(法拉第定律)	410
二、控制电势库仑分析	412
三、恒电流库仑分析(库仑滴定)	415
四、自动滴定微库仑计	423
习题	428

目 录

第九章 极谱分析法

§ 9-1 极谱分析法的基本原理	429
一、感性认识	429
二、为什么叫做极谱分析法	431
三、扩散电流、定量原理	431
四、浓差极化的极化曲线方程式、定性原理	434
(一) 金属离子还原为金属汞齐的极化曲线方程式推导	434
(二) 半波电势的测定和极谱波的对数分析	436
(三) 络离子的半波电势	437
五、外加电压-电流曲线和极化曲线的关系、参比电极的要求	440
六、滴汞电极的特点	441
§ 9-2 极谱定量分析	443
一、扩散电流尤考维奇(Ilkovič)公式	443
(一) 线性扩散的扩散电流	443
(二) 尤考维奇(Ilkovič)公式	445
(三) 尤考维奇(Ilkovič)公式的讨论	446
二、影响扩散电流的因素	447
(一) 毛细管特性	447
(二) 滴汞电极电势的影响	448
(三) 温度的影响	449
(四) 溶液组分的影响	449
三、干扰电流及其消除方法	449
(一) 残余电流	450
(二) 迁移电流	453
(三) 极大现象	454
(四) 氧波	455
(五) 叠波、前波、氢波	456
四、极谱分析中底液的选择	457
五、定量分析方法	458
(一) 波高的测定	459
(二) 极谱定量方法	460

§ 9-3 极谱分析的应用	462
一、无机极谱分析	462
二、有机极谱分析	470
§ 9-4 新的极谱分析方法	472
一、极谱催化波	473
(一) 可逆波、不可逆波、动力波、催化波	473
(二) 化学反应与电极反应相平行的催化波	475
(三) 氢催化波	478
二、示波极谱	485
(一) 原理	486
(二) 仪器	489
三、方波极谱与脉冲极谱	493
(一) 交流极谱的基本原理	493
(二) 方波极谱	497
(三) 脉冲极谱	503
四、反向溶出伏安法	505
习 题	509

第十章 气相色谱法

§ 10-1 概述	511
一、色谱法简介	511
二、色谱法的简单分类	511
三、气相色谱的特点	513
§ 10-2 气相色谱的过程	514
一、气路系统	515
二、进样系统	518
三、分离系统	519
四、放大与记录系统	520
五、国产定型气相色谱仪及其性能	521
§ 10-3 检定器	526
一、检定器的响应值	528
二、检定器的敏感度	530
三、对检定器的要求及各种检定器性能的比较	533
四、热导池检定器	533
五、氢焰离子化检定器	539

六、电子捕获检定器	542
七、火焰光度检定器简介	544
§ 10-4 气相色谱固定相	546
一、固体固定相	546
二、液体固定相——固定液	550
(一) 组分(溶质)和固定液分子间的相互作用力	551
(二) 固定液相对极性的测定	553
(三) 对固定液的要求与选择原则	554
(四) 常用固定液及其使用方法	557
三、固体支持物——担体	560
(一) 对担体的要求	560
(二) 担体的种类和性能	560
(三) 硅藻土类担体的预处理方法	561
四、多孔聚合物类固定相	564
§ 10-5 气相色谱理论与柱操作条件的选择	568
一、色谱馏出曲线及有关术语	569
二、柱效能指标	572
三、柱的总分离效能指标	574
四、速率理论与影响塔板高度的因素	576
(一) 范氏方程	576
(二) 范氏方程各项的物理意义和作用	577
五、柱操作条件的选择	579
(一) 载气流速的选择	579
(二) 载气性质的选择	580
(三) 担体的选择	580
(四) 固定液及其配比的选择	581
(五) 进样条件的选择	581
(六) 柱温的选择	582
§ 10-6 定性和定量方法	583
一、样品的判断和处理	583
二、各种定性分析方法	585
(一) 用已知物直接对照法定性	585
(二) 用文献的保留值数据定性	587
(三) 利用保留值随分子结构或性质变化的规律性定性	588
(四) 结合物理或化学反应定性	590
(五) 用不同类型检定器定性	593