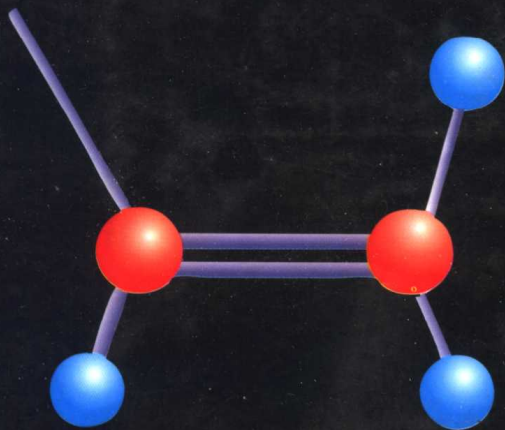




清华大学教材

# 现代仪器分析实验与技术

陈培榕 邓勃 主编



# 现代仪器分析实验与技术

陈培榕 邓 勃 主编

清华大学出版社

## (京)新登字 158 号

### 内 容 简 介

本书是清华大学仪器分析实验课的教材,是近 20 年教学和科研的总结。

书中涉及的仪器既有在国民经济中广泛应用的经典仪器,也有具有较大应用潜力的新仪器。

在每个实验中介绍了分析原理、实验方法和设备等内容,使学生对仪器的重要功能和主要应用有较全面的了解,并通过实验,培养严格、细致的科学作风。

全书共 21 章。涵盖原子发射和吸收、X 射线荧光、紫外-可见吸收、荧(磷)光、红外和拉曼光谱,电位、电解和极谱分析,气相、高效液相和离子色谱,毛细管电泳,质谱,核磁共振,X 射线光电子和俄歇电子能谱。最后两章分别讨论了计算机在现代仪器分析中的应用和实验数据的统计处理。

书末 10 个附录和缩略语索引为读者提供了相关的资料。

读者对象:大专院校师生、科研工作者、技术人员。

### 图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析实验与技术/陈培榕,邓勃主编. —北京:清华大学出版社,1999

ISBN 7-302-02188-0

I. 现… II. ①陈… ②邓… III. 仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. 0657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(1999)第 63373 号

出版者:清华大学出版社(北京清华大学校内,邮编 100084)

<http://www.tup.tsinghua.edu.cn>

印刷者:国防工业出版社印刷厂

发行者:新华书店总店北京发行所

开 本:787×1092 1/16 印张:26.25 字数:611 千字

版 次:1999 年 12 月第 1 版 1999 年 12 月第 1 次印刷

书 号:ISBN 7-302-02188-0/O·222

印 数:0001~3000

定 价:26.80 元

## 前 言

仪器分析近年来发展非常迅速,广泛地应用于科学技术和国民经济的各个领域。仪器分析课程在高等学校有关专业教学中占有重要的地位,被列为化学专业必修的基础课程之一,一些非化学专业也逐渐将仪器分析列为必修课或选修课。自20世纪80年代初开始,我们就为本校化学系和非化学系的学生开设了“仪器分析”课程和“现代仪器分析实验”课程,并在1983和1991年先后正式编辑出版了《现代仪器分析》(上、下册)和《仪器分析》(清华大学出版社,1991年)教材。为配合《现代仪器分析实验》教学,编写了《仪器分析实验》讲义,随着实验教学经验的积累,对《仪器分析实验》讲义进行了多次修改和补充。现在这本《现代仪器分析实验与技术》就是在过去《仪器分析实验》讲义的基础上,经过进一步的修改、补充和完善而成的。

全书分为21章,分别由各有关老师执笔编写。内容包括:绪论(邓勃)、原子发射光谱法(辛仁轩)、原子吸收光谱法(邢志)、X射线荧光光谱法(王鹤泉)、紫外-可见吸收光谱法(秦建侯)、荧光和磷光光谱法(李隆弟)、红外光谱法(孙素琴)、拉曼光谱法(郁鉴源、周群)、电位分析法、电解分析法、极谱分析法(陈德朴)、气相色谱法(陈培榕)、高效液相色谱法和离子色谱法(丁明玉)、毛细管电泳分析法(罗国安、王如骥)、质谱分析法(刘密新、吴筑平)、核磁共振波谱法(陶家洵)、X射线光电子能谱法和俄歇电子能谱法(朱永法)、现代仪器分析实验中的计算机应用(胡鑫尧)和实验数据的统计处理方法(邓勃)。每种分析仪器分别安排了多个有代表性的实验,每个实验反映了该类仪器某一重要功能或某一重要应用方面,通过实验使学生对该类仪器的主要功能和应用有一个比较全面的了解。在选择的教学实验中,有一些是很成熟的典型实验,也有不少是从参加编写本教材的各位老师的科研成果中抽提出来的,比较新颖并具有较好的实用性。由于不同专业和层次的学生对仪器分析的要求不同,学时安排有多有少,在具体安排教学实验时,可以根据实际情况进行必要的调整。

从20世纪80年代初开设仪器分析实验和编写仪器分析实验讲义到《现代仪器分析实验与技术》教材的正式出版,历时很长,先后参与仪器分析实验教学的老师很多,他(她)们中的不少人已退休或因工作需要调离了本教研室,此次未能参与该书的编写工作,但是他(她)们都曾为仪器分析实验教学和本书的前身——《仪器分析实验》讲义的编写和修改付出过辛勤的劳动,本书也浸透了他(她)们的心血和汗水。应该说,本书是教研室许多长期工作在仪器分析实验教学第一线的教师和教辅人员共同努力和辛勤劳动的成果。

本书得以顺利出版,也要感谢清华大学出版社的大力支持,特别要感谢本书责任编辑,正是她的精心加工,为本书增色不少。

由于编者的学识水平所限,书中难免存在缺点和错误,敬请各位专家和读者批评指正。

编 者

1999年6月于清华园

• 1 •

1999.6.11

# 目 录

<b>第 1 章 绪论</b> .....	1
1.1 仪器分析在分析化学中的地位和作用 .....	1
1.2 仪器分析实验在仪器分析中的作用 .....	1
1.3 仪器分析实验内容的安排 .....	2
1.4 对仪器分析实验的基本要求 .....	3
<b>第 2 章 原子发射光谱法</b> .....	5
2.1 引言 .....	5
2.2 方法原理 .....	6
2.2.1 发射光谱的基本原理 .....	6
2.2.2 经典光谱电光源的工作原理 .....	7
2.2.3 等离子体光谱光源的工作原理 .....	8
2.3 仪器主要部件与原理 .....	11
2.3.1 棱镜光谱仪 .....	11
2.3.2 光电直读光谱仪 .....	12
2.3.3 顺序等离子体光谱仪 .....	14
2.4 基本实验技术 .....	16
2.4.1 经典电光源的试样处理 .....	16
2.4.2 等离子体光谱法的试样前处理 .....	16
2.4.3 经典光源光谱分析标准试样的制备 .....	16
2.4.4 等离子体光源光谱分析用标准样品的制备 .....	17
2.4.5 感光板暗室处理 .....	17
2.5 实验 .....	17
2.5.1 发射光谱定性分析 .....	17
2.5.2 乳剂特性曲线的绘制 .....	19
2.5.3 工业盐酸中杂质元素的溶液干渣法光谱分析 .....	20
2.5.4 ICP 光谱法测定饮用水总硅 .....	21
2.5.5 镍电解液中主要成分和微量成分的 ICP 光谱测定 .....	22
2.5.6 ICP 光源的观察和分析参数的研究 .....	24
参考文献 .....	25
<b>第 3 章 原子吸收光谱法</b> .....	26
3.1 引言 .....	26
3.2 方法原理 .....	26
3.3 仪器结构与原理 .....	26
3.3.1 光源 .....	27
3.3.2 原子化器 .....	28
3.3.3 分光器 .....	29

3.3.4	检测系统 .....	29
3.4	实验技术 .....	30
3.4.1	样品制备 .....	30
3.4.2	标准样品的配制 .....	30
3.4.3	样品预处理 .....	30
3.4.4	测定条件的选择 .....	31
3.4.5	测定方法 .....	33
3.4.6	干扰及其消除技术 .....	34
3.5	实验 .....	37
3.5.1	火焰原子吸收法最佳条件的选择和自来水中钠的测定(工作曲线法) .....	37
3.5.2	火焰原子吸收法测定钙时磷酸根的干扰和消除 .....	40
3.5.3	火焰原子吸收光谱法测定自来水中的镁(标准加入法) .....	42
3.5.4	间接原子吸收光谱法测定氯化物 .....	43
3.5.5	鱼肉中锌的测定 .....	44
3.5.6	无火焰原子吸收光谱法测定人体指甲中的铜和最佳条件的选择 .....	46
	参考文献 .....	48
<b>第4章</b>	<b>X射线荧光光谱法</b> .....	50
4.1	引言 .....	50
4.2	方法原理 .....	50
4.3	仪器结构和原理 .....	51
4.3.1	一次X射线发生系统 .....	52
4.3.2	分光系统 .....	53
4.3.3	检测和记录系统 .....	54
4.4	实验技术 .....	55
4.4.1	试样制备 .....	55
4.4.2	定性分析 .....	56
4.4.3	定量分析 .....	56
4.5	实验 .....	57
4.5.1	未知钢样的定性分析(演示) .....	57
4.5.2	定量分析磷石膏成分(演示) .....	59
4.5.3	硅片上Au,Nb两层镀膜厚度的测定(演示) .....	60
4.5.4	测定试样中各元素浓度的面分布(演示 Mapping 功能) .....	61
	参考文献 .....	61
<b>第5章</b>	<b>紫外-可见吸收光谱法</b> .....	62
5.1	引言 .....	62
5.2	方法原理 .....	62
5.2.1	有机化合物的紫外-可见吸收光谱 .....	62
5.2.2	无机化合物的紫外-可见吸收光谱 .....	65
5.2.3	朗伯-比尔吸收定律 .....	65
5.3	仪器结构与原理 .....	66
5.3.1	辐射光源 .....	66
5.3.2	分光器 .....	67

5.3.3	吸收池	67
5.3.4	检测器	67
5.3.5	记录器和信号显示系统	68
5.4	实验技术	68
5.4.1	样品的制备	68
5.4.2	测定条件的选择	68
5.4.3	反应条件的选择	69
5.4.4	参比溶液的选择	69
5.4.5	共存离子干扰的消除方法	70
5.4.6	表观摩尔吸收系数的精确求法	70
5.5	实验	70
5.5.1	有机化合物的吸收光谱及溶剂效应	70
5.5.2	差值吸收光谱法测定废水中微量苯酚	72
5.5.3	邻二氮菲分光光度法测定铁	71
5.5.4	两组分混合物的同时测定	77
5.5.5	配合物的组成及其稳定常数的测定	79
5.5.6	甲基橙离解常数的测定	81
	参考文献	84
<b>第6章</b>	<b>荧光和磷光光谱法</b>	85
6.1	引言	85
6.2	方法原理	85
6.3	仪器结构与原理	87
6.4	实验技术	89
6.4.1	时间分辨技术	89
6.4.2	偏振和各向异性技术	90
6.4.3	同步扫描技术	90
6.4.4	三维光谱	91
6.4.5	几种室温磷光分析法简介	92
6.5	实验	93
6.5.1	荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸	93
6.5.2	胶束增敏荧光法测定痕量钪	95
6.5.3	环糊精增敏 4-羟基香豆素衍生荧光法测定肉制品中痕量亚硝酸盐	97
6.5.4	同步荧光法同时测定色氨酸、酪氨酸和苯丙氨酸	99
6.5.5	3-羧基香豆素的固体基质室温磷光	101
	参考文献	102
<b>第7章</b>	<b>红外光谱法</b>	103
7.1	引言	103
7.2	方法原理	103
7.2.1	双原子分子的红外吸收频率	103
7.2.2	多原子分子的吸收频率	104
7.2.3	红外光谱及其表示方法	105
7.2.4	红外谱带的强度	105

7.3	傅里叶变换红外光谱仪的结构与原理 .....	105
7.3.1	工作原理 .....	105
7.3.2	仪器的主要部件 .....	106
7.4	实验技术 .....	107
7.4.1	固体样品制样 .....	107
7.4.2	液池样品制样 .....	107
7.4.3	载样材料的选择 .....	108
7.4.4	定量分析方法 .....	109
7.4.5	红外谱图解析 .....	109
7.4.6	镜面反射光谱技术 .....	110
7.4.7	漫反射光谱技术 .....	110
7.4.8	衰减全反射光谱技术 .....	111
7.5	实验 .....	112
7.5.1	液体、固体、薄膜样品透射谱的测定 .....	112
7.5.2	固体表面反射吸收光谱的测定 .....	114
7.5.3	固体表面内反射光谱的测定 .....	114
7.5.4	高散射粉末样品漫反射光谱的测定 .....	115
7.5.5	未知样品的定性分析 .....	116
7.5.6	正丁醇-环己烷溶液中正丁醇含量的测定 .....	117
7.5.7	多组分定量分析 .....	118
7.5.8	曲线拟合 .....	119
	参考文献 .....	119
<b>第8章</b>	<b>拉曼光谱法</b> .....	<b>120</b>
8.1	引言 .....	120
8.2	方法原理 .....	120
8.2.1	拉曼散射效应 .....	120
8.2.2	拉曼活性的判断 .....	121
8.2.3	拉曼光谱和红外光谱的关系 .....	122
8.3	仪器结构与原理 .....	122
8.3.1	激光器 .....	123
8.3.2	样品室 .....	123
8.3.3	双单色仪 .....	124
8.3.4	光电检测器 .....	124
8.3.5	计算机-Datamate .....	125
8.4	实验技术 .....	125
8.4.1	显微拉曼技术 .....	125
8.4.2	退偏比的测量 .....	126
8.4.3	激光拉曼遥测技术 .....	126
8.4.4	傅里叶变换近红外激光拉曼光谱仪结构与性能简介 .....	126
8.5	实验 .....	128
8.5.1	有机酸的拉曼光谱测定 .....	128
8.5.2	无机化合物的拉曼光谱测定 .....	130



8.5.3 合成橡胶的红外和拉曼光谱 .....	131
参考文献 .....	132
<b>第9章 电位分析法</b> .....	133
9.1 引言 .....	133
9.2 方法原理 .....	133
9.2.1 电极电位 .....	133
9.2.2 参考电极和指示电极 .....	134
9.2.3 电位分析法 .....	138
9.3 仪器结构与原理 .....	139
9.3.1 直接电位法常用仪器 .....	139
9.3.2 电位滴定法常用仪器 .....	139
9.4 实验技术 .....	141
9.4.1 标准曲线法 .....	141
9.4.2 标准加入法 .....	142
9.5 实验 .....	142
9.5.1 氟离子选择性电极测定水中氟离子含量 .....	142
9.5.2 铜离子选择电极法测定还原糖的含量 .....	144
9.5.3 $\text{Ce}^{4+}$ 氧化还原电位滴定法测定 $\text{Fe}^{2+}$ 的含量 .....	146
9.5.4 $\text{NaOH}$ 电位滴定法测定 $\text{H}_3\text{PO}_4$ 的含量及 $\text{H}_3\text{PO}_4$ 的各级酸解常数 .....	147
9.5.5 $\text{EDTA}$ 配合电位滴定法连续测定溶液中 $\text{Bi}^{3+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 和 $\text{Ca}^{2+}$ 含量 .....	150
9.5.6 镉离子选择性电极电位滴定法测定氯霉素的含量 .....	152
9.5.7 自动电位滴定法测定水中 $\text{Cl}^-$ 和 $\text{I}^-$ 的含量 .....	154
参考文献 .....	156
<b>第10章 电解分析法</b> .....	157
10.1 引言 .....	157
10.2 方法原理 .....	157
10.2.1 控制电位电解分析法 .....	157
10.2.2 库仑分析法 .....	159
10.3 仪器结构与原理 .....	161
10.3.1 自动控制电位电解装置 .....	161
10.3.2 库仑滴定装置 .....	162
10.4 实验技术 .....	162
10.5 实验 .....	163
10.5.1 控制阴极电位电质量法进行 $\text{Cu}^{2+}$ 和 $\text{Sn}^{2+}$ 的分别测定 .....	163
10.5.2 控制电位库仑分析法连续测定电解液中铜和银的含量 .....	164
10.5.3 库仑滴定法测定微量砷 .....	166
参考文献 .....	168
<b>第11章 极谱分析法</b> .....	169
11.1 引言 .....	169
11.2 方法原理 .....	169
11.2.1 普通电解法与极谱分析法 .....	169
11.2.2 迁移电流、残余电流及毛细管噪声 .....	170

11.2.3	极谱分析法的类型	170
11.3	仪器结构与原理	174
11.3.1	JP-2 型示波极谱仪	174
11.3.2	PAR-384 多功能极谱仪	175
11.4	实验技术	176
11.4.1	用于超痕量分析的试剂的纯化	176
11.4.2	极谱分析中除氧	176
11.4.3	极谱极大的消除	176
11.5	实验	177
11.5.1	单扫描示波极谱法测定痕量镉	177
11.5.2	天然水中铊的极谱催化波测定	178
11.5.3	茜素 S 配合吸附波示波极谱法测定微量镓和铟	179
11.5.4	催化氢波法同时测定痕量铂和铈	182
11.5.5	阳极溶出微分脉冲极谱法测定高纯 MgO 中的 Cu, Pb, Cd, Zn 含量	183
	参考文献	185
<b>第 12 章</b>	<b>气相色谱法</b>	186
12.1	引言	186
12.2	方法原理	186
12.3	仪器结构与原理	188
12.3.1	载气系统	189
12.3.2	进样系统	189
12.3.3	色谱柱	190
12.3.4	检测系统	190
12.3.5	数据处理系统	192
12.4	实验技术	192
12.4.1	担体处理及固定液涂渍	192
12.4.2	色谱柱填充、老化及评价	192
12.4.3	确定最佳载气流速	193
12.4.4	检测器灵敏度的测定	194
12.5	实验	194
12.5.1	利用气-固色谱法分析 O <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , CO 及 CH <sub>4</sub> 混合气体	194
12.5.2	利用保留值定性及校正归一法定量测定乙醇、丙酮和水混合溶液中各组分含量	196
12.5.3	利用双柱法定性及外标法定量测定未知组分的含量	197
12.5.4	利用内标法定量分析正己烷中的环己烷	199
12.5.5	载气流速及柱温变化对分离度的影响	201
12.5.6	程序升温毛细管柱色谱法分析中药小茴挥发油中的反式茴香醚	203
	参考文献	204
<b>第 13 章</b>	<b>高效液相色谱法</b>	205
13.1	引言	205
13.2	方法原理	206
13.2.1	吸附色谱	206

13.2.2	分配色谱	206
13.2.3	凝胶色谱	206
13.3	仪器结构与原理	207
13.3.1	高压(输液)泵	207
13.3.2	进样器	207
13.3.3	色谱柱	207
13.3.4	检测器	208
13.3.5	工作站	209
13.4	实验技术	209
13.4.1	溶剂处理技术	209
13.4.2	分离方式的选择	210
13.4.3	流动相的选择	210
13.4.4	梯度淋洗	212
13.4.5	衍生化技术	212
13.4.6	联用技术	213
13.5	实验	214
13.5.1	混合维生素 E 的正相 HPLC 分析条件的选择	214
13.5.2	混合维生素 E 的反相 HPLC 分析条件的选择	216
13.5.3	维生素 E 胶丸中 $\alpha$ -V <sub>E</sub> 的定量	217
13.5.4	果汁(苹果汁)中有机酸的分析	218
13.5.5	中药川芎提取液的分离与川芎嗪的定量分析	219
13.5.6	硝基苯甲酸位置异构体的分离与对硝基苯甲酸纯度的测定	221
	参考文献	222
<b>第 14 章</b>	<b>离子色谱法</b>	<b>223</b>
14.1	引言	223
14.2	方法原理	223
14.2.1	离子交换色谱	223
14.2.2	离子排斥色谱	224
14.2.3	离子抑制色谱和离子对色谱	224
14.3	仪器结构与原理	225
14.3.1	离子交换剂	225
14.3.2	电导检测器	227
14.4	实验技术	229
14.4.1	去离子水及溶液配制	229
14.4.2	流动相的选择	229
14.4.3	定性方法	230
14.4.4	定量方法	230
14.5	实验	231
14.5.1	自来水中阴离子的分析(非抑制型电导检测)	231
14.5.2	啤酒中一价阳离子的定量分析	233
14.5.3	离子排斥色谱分离/抑制型电导检测法分析葡萄酒中有机酸	234
14.5.4	离子对反相 HPLC 分析氯碱工业废水中的无机阴离子	235

参考文献 .....	236
<b>第 15 章 毛细管电泳分析法</b> .....	237
15.1 引言 .....	237
15.2 方法原理 .....	237
15.2.1 毛细管区带电泳 .....	238
15.2.2 毛细管胶束电动色谱 .....	239
15.2.3 毛细管凝胶电泳 .....	240
15.2.4 毛细管等电聚焦 .....	240
15.2.5 毛细管等速电泳 .....	240
15.2.6 毛细管电色谱 .....	240
15.3 仪器结构与原理 .....	240
15.3.1 高压电源 .....	241
15.3.2 毛细管及其温度控制 .....	241
15.3.3 进样 .....	241
15.3.4 检测器 .....	242
15.4 实验技术 .....	245
15.4.1 动态修饰毛细管内壁 .....	246
15.4.2 毛细管内壁表面涂层 .....	246
15.4.3 凝胶柱和无胶筛分 .....	247
15.4.4 毛细管填充柱 .....	248
15.4.5 其他 .....	248
15.5 实验 .....	249
15.5.1 有机化合物的毛细管区带电泳分析 .....	249
15.5.2 阴离子的毛细管电泳分析(间接紫外检测法) .....	250
15.5.3 药物有效成分的毛细管胶束电动色谱分离和定量 .....	252
15.5.4 芳香族化合物的毛细管电色谱分离分析 .....	253
15.5.5 蛋白质的毛细管区带电泳分析 .....	254
参考文献 .....	256
<b>第 16 章 质谱分析法</b> .....	257
16.1 引言 .....	257
16.2 方法原理 .....	257
16.3 仪器结构与原理 .....	259
16.3.1 质谱仪的结构与工作原理 .....	259
16.3.2 质谱联用仪器 .....	264
16.4 基本实验技术 .....	268
16.4.1 灵敏度和分辨率的测试方法 .....	268
16.4.2 GC-MS 分析条件的选择 .....	269
16.4.3 GC-MS 分析技术 .....	269
16.4.4 直接进样技术 .....	271
16.4.5 选择离子扫描技术 .....	271
16.5 实验 .....	271
16.5.1 GC-MS 联用仪的调整和性能测试 .....	271

16.5.2	GC-MS 定性分析有机混合物 .....	272
16.5.3	直接进样法分析固体化合物 .....	273
16.5.4	用化学电离质谱法测定分子量 .....	274
16.5.5	可乐中咖啡因的 GC-MS 定量测定 .....	275
	参考文献 .....	277
<b>第 17 章</b>	<b>核磁共振波谱法</b> .....	<b>278</b>
17.1	引言 .....	278
17.2	方法原理 .....	278
17.2.1	核自旋磁能级 .....	278
17.2.2	核磁共振的条件 .....	279
17.2.3	化学位移 .....	279
17.2.4	自旋的耦合与耦合常数 .....	280
17.2.5	饱和与弛豫 .....	281
17.2.6	脉冲傅里叶变换 NMR .....	282
17.3	仪器结构与原理 .....	283
17.3.1	射频发射系统 .....	284
17.3.2	探头 .....	284
17.3.3	磁场系统 .....	284
17.3.4	接收检测系统 .....	285
17.3.5	信号处理与控制系统 .....	285
17.4	实验技术 .....	286
17.4.1	样品的制备 .....	286
17.4.2	标准参考样品 .....	286
17.4.3	图谱解析 .....	287
17.4.4	NMR 常用脉冲技术(脉冲序列)及其功能 .....	288
17.4.5	二维(2D)NMR .....	292
17.5	实验 .....	294
17.5.1	单纯化合物 <sup>1</sup> H-NMR 的结构鉴定 .....	294
17.5.2	乙酰丙酮互变异构现象的研究 .....	296
17.5.3	药物 APC 的组分分析 .....	297
17.5.4	<sup>13</sup> C-NMR 的常规谱与定量谱的测定 .....	299
17.5.5	直接区分 CH <sub>3</sub> —, >CH—, —CH <sub>2</sub> —、>C< 基团的简单方法 .....	300
17.5.6	DEPT 方法 .....	304
	参考文献 .....	306
<b>第 18 章</b>	<b>X 射线光电子能谱法</b> .....	<b>308</b>
18.1	引言 .....	308
18.2	方法原理 .....	308
18.3	仪器结构与原理 .....	309
18.3.1	XPS 谱仪的基本结构 .....	309
18.3.2	超高真空系统 .....	310
18.3.3	快速进样室 .....	310
18.3.4	X 射线激发源 .....	310

18.3.5	离子源 .....	310
18.3.6	能量分析器 .....	311
18.3.7	计算机系统 .....	311
18.4	实验技术 .....	311
18.4.1	样品的制备技术 .....	311
18.4.2	离子束溅射技术 .....	312
18.4.3	样品荷电的校准 .....	312
18.4.4	XPS 的采样深度 .....	312
18.4.5	XPS 谱图分析技术 .....	313
18.5	实验 .....	318
18.5.1	SiO <sub>2</sub> 自然氧化层超薄膜的 XPS 分析 .....	318
18.5.2	单晶硅表面自然氧化层的深度分析 .....	319
18.5.3	聚乙烯薄膜的 XPS 的特殊分析 .....	320
	参考文献 .....	321
<b>第 19 章</b>	<b>俄歇电子能谱法 .....</b>	<b>322</b>
19.1	引言 .....	322
19.2	方法原理 .....	323
19.3	仪器结构与原理 .....	324
19.3.1	AES 谱仪的基本结构 .....	324
19.3.2	电子束源 .....	324
19.4	实验技术 .....	325
19.4.1	样品的制备技术 .....	325
19.4.2	离子束溅射技术 .....	325
19.4.3	样品的荷电问题 .....	325
19.4.4	俄歇电子能谱的采样深度 .....	325
19.5	俄歇电子能谱图的分析技术 .....	326
19.5.1	表面元素的定性鉴定 .....	326
19.5.2	表面元素的半定量分析 .....	327
19.5.3	表面元素的化学价态分析 .....	327
19.5.4	元素沿深度方向的分布分析 .....	328
19.5.5	微区分析 .....	328
19.6	实验 .....	330
19.6.1	硅片表面 SiO <sub>2</sub> 自然氧化层超薄膜的 AES 分析 .....	330
19.6.2	单晶硅表面自然氧化层的深度分析 .....	331
19.6.3	俄歇电子能谱的微区分析 .....	332
	参考文献 .....	333
<b>第 20 章</b>	<b>现代仪器分析实验中的计算机应用 .....</b>	<b>334</b>
20.1	前言 .....	334
20.2	分析仪器常用分析信号的处理方法 .....	334
20.2.1	信号分类及处理目的 .....	334
20.2.2	噪声的滤除和信号的平滑 .....	335
20.2.3	信号的积分 .....	341

20.2.4	分峰技术 .....	343
20.3	实验 .....	350
20.3.1	计算机辅助多成分同时定量分析及其计算机求解方法 .....	350
20.3.2	分析数据的计算机图形化和数学函数拟合 .....	355
	参考文献 .....	357
<b>第 21 章</b>	<b>实验数据的统计处理方法</b> .....	<b>358</b>
21.1	引言 .....	358
21.1.1	实验数据处理的必要性和重要性 .....	358
21.1.2	分析测试方式的特点 .....	358
21.1.3	分析测试数据的特点 .....	359
21.2	评价分析方法和分析结果的基本指标 .....	359
21.2.1	检出限和灵敏度 .....	360
21.2.2	测定限 .....	360
21.2.3	精密度 .....	361
21.2.4	准确度 .....	361
21.2.5	适用性 .....	361
21.3	分析质量控制 .....	362
21.3.1	异常值的判断和处理 .....	362
21.3.2	平行测定精密度的评定 .....	364
21.3.3	准确度的检验和评定方法 .....	366
21.4	分析数据处理和分析结果的表达 .....	368
21.4.1	列表法 .....	368
21.4.2	图形表示法 .....	369
21.4.3	数值表示法 .....	371
21.4.4	有效数字和数字修约规则 .....	373
	参考文献 .....	373
<b>附录 1</b>	<b>暗室冲洗步骤</b> .....	<b>374</b>
<b>附录 2</b>	<b>映谱仪的使用</b> .....	<b>375</b>
<b>附录 3</b>	<b>黑度计的使用方法</b> .....	<b>376</b>
<b>附录 4</b>	<b>GGX-1 型原子吸收分光光度计操作</b> .....	<b>378</b>
<b>附录 5</b>	<b>荧(磷)光分光光度计的基本操作</b> .....	<b>380</b>
<b>附录 6</b>	<b>常见有机化合物的特征红外吸收</b> .....	<b>385</b>
<b>附录 7</b>	<b>有机化合物中基团的拉曼光谱特征频率和强度</b> .....	<b>394</b>
<b>附录 8</b>	<b>Beckman P/ACE 2200 型毛细管电泳仪的基本操作</b> .....	<b>395</b>
<b>附录 9</b>	<b>常用溶剂的化学位移值</b> .....	<b>397</b>
<b>附录 10</b>	<b>FX90Q NMR 谱仪测量试样的步骤(框图)</b> .....	<b>398</b>
	缩略语索引 .....	399

# 第 1 章 绪 论

## 1.1 仪器分析在分析化学中的地位和作用

第二次世界大战前后,随着原子能、半导体、微电子器件等新兴材料科学的发展,对分析化学提出了更高的要求,促进了分析化学的发展。物理学和电子学的发展,促进了分析仪器的发展。新的分析仪器和仪器分析方法的涌现,如荧光分析法、各种新型的极谱分析法、质谱法、色谱法、拉曼光谱法、核磁共振波谱法、放射化分析法、光电子能谱法等,引发了分析化学的第二次大变革,使分析化学由以化学分析为主的经典分析化学发展为以仪器分析为主的现代分析化学。这一次大变革比 20 世纪初发生的分析化学第一次大变革,基于四大溶液平衡使分析化学从单纯的分析技术发展成为一门独立的科学——经典化学分析,其意义更为深远。20 世纪 60 年代和 70 年代环境科学的发展,80 年代以后生命科学的发展,对分析化学提出了越来越高的要求,形态分析、表面分析及逐层分析、微区结构分析、动态分析、无损分析、在线分析和原位分析、各种联用技术等得到了快速的发展,获得和解析多维分析数据的能力大大增强。除了四大溶液平衡作为分析化学处理和解决问题的理论基础之外,数学、信息理论、计算机等引入分析化学,使它建立在更广泛的理论基础之上。化学计量学引入分析化学,使分析化学步入一个新的境界,分析化学工作者由单纯的“数据提供者”变成“问题解决者”。目前分析化学正处在第三次大变革时期,其最显著的特点是,分析化学远远突破了原来化学的范畴,发展成为一门多学科交叉渗透的综合性的分析化学信息科学。

不管是分析化学第二次大变革,还是目前所处的第三次大变革,分析仪器和仪器分析方法的发展,对分析化学注入了新的活力,开辟了极为广阔的应用前景。分析仪器将沿着小型、专用型、联用型、高度自动化和智能化方向发展,融合各种已经和正在发展的新材料、新器件、微电子技术和激光、人工智能技术,数字图像处理、化学计量学等各方面的成就,使分析化学获取物质定性、定量、形态、形貌、结构、微区等各方面信息的能力得到极大的增强,采集和处理信息的速度越来越快,获得的信息量越来越大,采集信息的质量越来越高,为解决科学技术、工农业生产、社会 and 环境保护以及国际贸易等各方面的复杂问题做出更大的贡献。

## 1.2 仪器分析实验在仪器分析中的作用

对于多数学生来说,将来并不从事分析仪器制造或者仪器分析研究,而是将仪器分析作为一种科学实验的手段,利用它来获取所需要的信息。仪器分析是一门实验技术性很强的课程,没有严格的实验训练,包括实验方案的设计、实验操作和技能、实验数据的处理和谱图解析以及实验结果的表述,就不可能有效地利用这一手段来获得所需要的信息。



毋庸讳言,通过实验教学可以加深对仪器分析方法原理的理解,巩固课堂教学的效果,这只是一方面;更重要的是,通过实验培养学生严格的实事求是的科学作风,独立从事科学实验研究,提出和解决问题的能力。良好的科学作风,独立工作的能力将会对学生的未来发展产生深远的影响。

理论可以指导实验,通过实验可以验证和发展理论。实验验证和发展理论的作用是对实验现象的严密细心的考察和实验数据的科学分析为基础的。而高超熟练的实验技能是获得精密实验数据的必要和先决条件。一般说来,仪器分析实验特别是大型仪器分析实验,其特点是操作较复杂,影响因素较多,信息量大,需要通过对大量的实验数据的分析和图谱解析来获取有用的信息。这些特点,对培养学生理论联系实际、掌握和提高实验技能、分析推理能力是大有好处的。

### 1.3 仪器分析实验内容的安排

本书与清华大学化学系邓勃教授等编撰的《仪器分析》(清华大学出版社,1991)配合使用,讲课教材中涉及的教学内容,都有相应的实验。对于讲课教材中未能涉及的一些重要的分析仪器,在可能的条件下,也安排了一些实验;对于大型分析仪器,让学生自己动手在仪器上做实验有困难的,也尽可能地安排了一些演示实验,或者对该仪器可能提供的分析信息做了必要的介绍,其内容涉及面比《仪器分析》更广。从这个方面看,本仪器分析实验教材并非完全是上述《仪器分析》的配套教材。可以配合使用,但不限于配套使用。在每一仪器分析方法的实验内容安排上,对方法原理与实验技术作了较多的说明,除了介绍本实验中应用的实验技术之外,也介绍常用的其他实验技术以及本仪器分析方法所能提供的各种信息。因此,本书也可以作为独立的仪器分析实验技术书,供其他希望了解某种仪器分析技术的科技工作者使用,这样即使对于没有阅读过仪器分析方面专业书的读者,也可以从本书中获得有关某种仪器分析方法原理、实验技术和应用的较为全面的知识。这也是将本书定名为《现代仪器分析实验与技术》的原因。

在实验安排上,一是将方法原理与实验技术紧密结合,用原理指导实验操作,使学生掌握基本实验技术和方法,通过实验又进一步加深对原理的理解;二是将实验内容分为基本实验和提高实验两个层次。基本实验的实验方案和操作程序已经给定,学生按照既定的程序进行操作,通过实验不仅可以了解一种仪器分析方法如何在仪器上实现,而且可以掌握仪器的结构和各主要部件的基本功能,以及基本实验技术和实验数据处理方法。提高实验的实验方案是确定的,但是某些或全部实验条件需要学生自己优选,通过实验进一步熟悉、掌握和应用仪器,进而理解和掌握更多一些的实验技术和方法,以增强学生独立从事科研工作的能力。

实验数据处理是整个仪器分析实验的一个组成部分,是分析测试过程的延伸,是获得可靠分析数据和结果的必不可少的重要环节,对学生加强对实验数据处理的训练是至关重要的。在过去,对仪器分析实验的操作是很注意的,对数据的可靠性也是有要求的,但如何保证数据的可靠性,有时学生并不清楚。为此,本书简要地介绍了实验数据的处理,包括实验质量控制、数据处理和实验结果的正确表述等,要求学生对自己的实验数据按照数理