

X 现代仪器分析技术
xiandai yiqi fenxi jishu



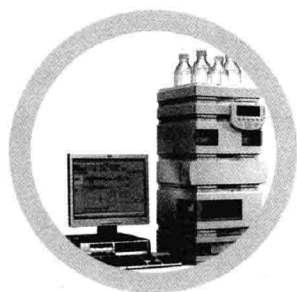
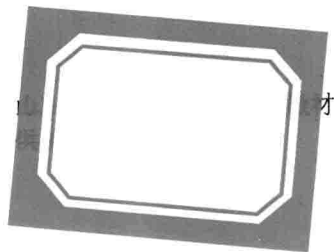
现代仪器 分析技术

Xiandai Yiqi Fenxi Jishu

任玉红 王艳红 主 编

山东人民出版社

全国百佳图书出版单位 国家一级出版社



现代仪器 分析技术

Xiandai Yiqi Fenxi Jishu

任玉红 王艳红 主 编

山东人民出版社

全国百佳图书出版单位 国家一级出版社

图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析技术 / 任玉红, 王艳红主编. -- 济南:
山东人民出版社, 2014 8
ISBN 978-7-209-08677-6

I. ①现… II. ①任… ②王… III. ①仪器分析
IV. ①0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 189576 号

责任编辑:常纪栋

现代仪器分析技术

任玉红 王艳红 主编

山东出版传媒股份有限公司

山东人民出版社出版发行

社址:济南市经九路胜利大街 39 号 邮 编:250001

网 址:<http://www.sd-book.com.cn>

发行部:(0531)82098027 82098028

新华书店经销

日照市恒远印务有限公司印装

规 格 16 开 (169 mm × 239mm)

印 张 15.25

字 数 280千字

版 次 2014 年 8 月第 1 版

印 次 2014 年 8 月第 1 次

ISBN 978-7-209-08677-6

定 价 28.00 元

如有质量问题,请与印刷厂调换。电话:(0633)8285999

编写人员

主 编 任玉红 王艳红

副主编 丁晓红 林新毅

编 者 (以姓氏笔画为序)

王 缨(山东药品食品职业学院)

沈振铎(山东绿叶制药有限公司)

邹小丽(山东药品食品职业学院)

前 言

仪器分析由于具备灵敏度高、选择性高、高效快速、专属性强、试样用量少等诸多优点,目前已成为药品、食品质量控制最重要的手段。为了适应药学相关企、事业单位的用人需求,使我们培养的药学类专业学生具备强烈的产品质量意识,较强的质量分析技能和职业素质,通过到多家企、事业单位的深度调研,对药学类专业的仪器分析课程进行了重点建设和一系列改革,并合作编写了仪器分析校本教材。

本教材的编写坚持以高端技能型人才培养为核心,以就业为导向、能力为本位、学生为主体的指导思想和原则,充分考虑了职业教育的特点,遵循以“必须、够用、实用、适用”为度的原则,从药品质量检验所需的仪器分析的知识、技术、能力和素质的要求出发,以药物检验所需要的仪器分析技术为主线,广泛征集了制药企业相关专家的意见和建议,具有较强的岗位针对性和实用性。

本教材按照仪器分析的技术特点共分四个项目,分别是光谱分析技术、色谱分析技术、电化学分析技术、其他仪器分析技术,每一项目下又分具体操作技术章,比如光谱分析技术项目下分为紫外-可见分光光度技术、红外分光光度技术、原子吸收分光光度技术、荧光分光光度技术等章,全书总计十一章。

教材编写体例新颖,每个项目编写时包含“职业岗位、职业形象、职场环境、工作目标、正文内容”,每一章内容包含学习目标、正文内容、技能拓展、能力提升、应用与实例、实例解析、学习指导、目标与检测(知识目标与能力目标)、拓展资源等模块。

本教材的编写素材来自于企业一线的真实检验案例,紧扣高职教育为企业和岗位服务的宗旨。其创新性和特色在于:

1. 设置了项目导向。每一项目下设置了“职业岗位、职业形象、职场环境、工作目标”,便于让学生提前了解本课程服务的工作岗位、岗位的环境等硬件要求及对人员的要求,使学生明确努力的方向。

2. 突出仪器分析的应用。每一章都增加了“应用与实例”内容,既包含了每个技术在药品质量控制方面的具体应用,又分别参照《中国药典》列举了典型案例,既可成为教师组织课堂教学的案例,又便于教师实施一体化教学和实践教学。

3. 每一章中新增“实例解析”。以中国药品检验标准操作规范为标准,选择《中国药典》中具体的检验项目为载体进行解析,便于统一教学标准,方便新教师和不熟悉企业标准的教师使用,同时也方便学生课后复习。

4. 目标与检测中包含知识目标与能力目标。知识目标主要检测学生对每一章知识的掌握情况;能力目标为每一技术的技能考核标准,主要检测学生的技能掌握情况,便于学生结合考核标准有目标地进行实践锻炼和自我考核,也便于教师组织实践考核。这也是本教材的创新之处。

5. 新增了拓展资源部分。通过征集多家企业的应用经验,将仪器分析实际应用过程中的小窍门、小知识点、仪器使用常见故障及排除方法等作为拓展资源呈现,既可以满足学生课后自学及能力提升的要求,又可以供学生实习期间进行参考。

6. 本教材项目一由王艳红、沈振铎和王纓编写,项目二由丁晓红、林新毅编写,项目三和绪论由任玉红编写,项目四由邹小丽编写。教材的编写得到了很多制药企业专家的支持和帮助,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免有错误和不足之处,敬请批评指正。

编 者

2014 年 6 月

目 录

前 言	1
绪 论	1

项目一 光谱分析技术

第一章 光学分析法导论	7
一、电磁辐射和电磁波谱	7
二、电磁辐射与物质的相互作用	8
三、光谱分析法的分类	9
第二章 紫外—可见分光光度技术	12
第一节 概述	12
第二节 紫外—可见分光光度法基本原理	13
一、物质对光的选择性吸收	13
二、紫外—可见吸收光谱	13
三、朗伯—比尔定律	14
四、偏离朗伯—比尔定律的因素	15
第三节 紫外—可见分光光度计	17
一、主要部件	17
二、分光光度计的类型	19

三、仪器的校正和测定条件的选择	21
第四节 紫外-可见分光光度法应用	22
一、定性鉴别	23
二、纯度检查	24
三、定量方法	25
四、应用实例	28
五、实例分析	30
目标检测	33
第三章 红外光谱技术	40
第一节 红外吸收光谱法概述	40
第二节 红外吸收光谱法的基本原理	42
一、产生红外吸收的两个必要条件	42
二、分子的振动与红外光谱	42
第三节 基团频率与特征吸收	46
一、基团频率与特征吸收峰	46
二、影响基团频率的因素	48
第四节 红外分光光度计及制样	50
一、傅立叶变换红外光谱仪(FT-IR)	51
二、红外光谱仪的性能指标及仪器校正	53
三、样品的制备	55
第五节 红外分光光度法的应用	56
一、定性鉴别方法	56
二、未知化合物的结构分析	56
三、定量分析	58
四、实例分析	58

目标检测	60
第四章 原子吸收光谱技术	65
第一节 概述	65
第二节 原子吸收分光光度法的基本原理	66
一、原子吸收线	66
二、原子吸收光谱的轮廓	67
三、原子吸收定量原理	67
第三节 原子吸收分光光度计	68
第四节 原子吸收定量分析方法	72
一、测定条件的选择	72
二、定量分析方法	73
三、杂质检查	75
四、应用与实例	75
五、实例分析	77
目标检测	79
第五章 荧光分析技术	86
第一节 荧光分析法的基本原理	86
一、基本原理	86
二、荧光的激发光谱和发射光谱	87
三、分子结构与荧光的关系	87
四、影响荧光强度的外部因素	88
第二节 荧光分光光度计	88
第三节 荧光定量分析方法及应用	89
一、荧光强度与物质浓度的关系	89
二、定量分析方法	90

三、应用实例	90
四、实例分析	91
目标检测	93

项目二 色谱分析技术

第六章 色谱分析法导论	97
一、色谱法及其基本原理	97
二、色谱分析法的分类	98
三、色谱法的发展趋势	99
第七章 气相色谱法	102
第一节 概述	102
一、气相色谱法的分类和特点	103
二、色谱图及相关术语	103
第二节 气相色谱流程及气相色谱仪	108
一、气相色谱流程	108
二、气相色谱仪	108
第三节 气相色谱固定相和流动相	110
一、气液色谱固定相	110
二、气固色谱固定相	112
三、流动相	112
第四节 检测器	112
一、检测器的性能指标	113
二、常用检测器	114
第五节 分离条件的选择	115
一、载气及其线速的选择	115

二、柱温的选择	116
三、柱长和内径的选择	116
四、进样时间和进样量	116
五、气化温度的选择	116
六、检测器温度的选择	117
第六节 气相色谱分析方法及应用	117
一、定性分析方法	117
二、定量分析方法	118
三、气相色谱法应用及实例	120
四、实例分析	122
目标检测	126
第八章 高效液相色谱法	137
第一节 概述	137
一、高效液相色谱法的特点	137
二、高效液相色谱法的分类及分离机制	138
第二节 高效液相色谱仪	141
一、高压输液系统	142
二、进样系统	143
三、分离系统	143
四、检测器	144
五、数据记录处理和计算机控制系统	144
六、工作流程	145
第三节 高效液相色谱分析方法及应用	145
一、定性分析方法	145
二、定量分析方法	146

三、高效液相色谱法应用及实例	147
四、实例分析	149
目标检测	154
第九章 薄层色谱法	167
第一节 吸附薄层色谱法的基本原理	168
一、主要分离机制	168
二、薄层色谱法的定性参数	168
三、吸附薄层色谱的吸附剂和展开剂	169
第二节 薄层色谱操作技术	171
一、薄层板的制备	171
二、点样	172
三、展开	172
四、显色与检视	172
第三节 定性和定量分析	173
一、定性分析	173
二、定量分析	173
三、薄层扫描色谱法	174
第四节 薄层色谱的应用及实例	175
目标检测	178

项目三 电化学分析技术

第十章 电化学分析技术	185
第一节 电位法的基本原理	186
一、基本概念	186
二、化学电池	186

三、参比电极和指示电极	187
第二节 直接电位法	190
一、溶液 pH 测定原理	190
二、溶液 pH 测定方法	191
三、pH 计及使用方法	191
四、应用与示例	193
第三节 电位滴定法	195
一、方法原理和特点	195
二、滴定终点的确定	196
三、电位滴定法的应用与示例	198
第四节 永停滴定法	199
一、永停滴定法基本原理	199
二、永停滴定仪	200
三、判断终点的方法	200
四、永停滴定法的应用与示例	202
目标检测	205

项目四 其他仪器分析技术

第十一章 其他仪器分析技术	216
第一节 电泳分析技术	216
一、电泳法的特点	217
二、电泳法的分类	217
三、电泳法的原理	217
四、电泳技术的应用	218
第二节 质谱法	219

一、质谱法的基本概念	220
二、质谱图	221
三、应用	221
第三节 离子色谱分析	222
一、离子色谱分析的分类	222
二、原理	222
三、应用	223
第四节 核磁共振波谱法	223
一、基本原理	224
二、核磁共振波谱仪	224
三、核磁共振波谱	225
四、应用	226
目标检测	228
参考文献	230

绪 论



学习目标

- ①了解化学分析和仪器分析的关系；
- ②了解常用仪器分析方法；
- ③了解仪器分析方法的特点。

研究物质的化学组成、含量、结构和形态等化学信息的科学,称为分析化学。分析化学根据方法原理和操作方式不同可分为化学分析法和仪器分析法。

化学分析法是以物质的化学反应及其计量关系为基础的分析方法,主要有重量分析法和滴定分析法。化学分析法主要用于常量和半微量分析,所用仪器简单,结果准确度较高,但方法不够灵敏。

仪器分析法是在化学分析法的基础上逐步发展起来的一类分析方法,是以物质的物理性质和物理化学性质为基础的分析方法,一般用于微量或痕量组分的分析。由于这类方法通常要使用较特殊的仪器,因而称之为“仪器分析”。

随着科学技术的迅猛发展,仪器分析方法也得到了不断创新和进步,其应用领域不断扩大,已成为药学、医学检验、食品卫生、预防医学等学科的重要专业基础课。因此,常用仪器分析的一些基本原理和实验技术已成为从事这些工作的人员所必须掌握的基础知识和基本技能。

一、仪器分析技术的分类

仪器分析所包含的技术很多,目前已有数十种,按照测量过程中所观测的性质进行分类,可分为光谱分析技术、色谱分析技术、电化学分析技术、质谱分析技术、热分析技术、放射化学分析技术和电镜分析技术等,其中以光谱分析技术、色谱分析技术及电化学分析技术的应用最为广泛。