

仪器分析导论

第二版

第一册

泉 美治

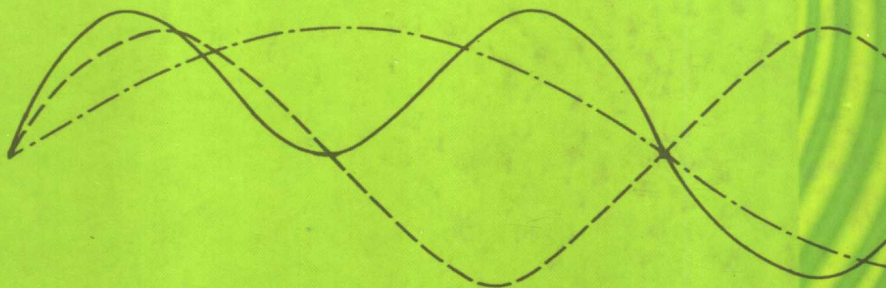
小川雅彌

[日] 加藤俊二 主编

塩川二郎

芝 哲夫

刘振海 李春鸿 张建国 译



化学工业出版社

化学与应用化学出版中心

仪器分析导论

第二版

第一册

[日] 泉 美治 小川雅彌 加藤俊二 主编
塩川二郎 芝 哲夫
刘振海 李春鸿 张建国 译



化学工业出版社
化学与应用化学出版中心

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析导论. 第一册/[日]泉 美治等主编; 刘振海等译.
北京: 化学工业出版社, 2004
ISBN 7-5025-6109-9

I. 仪… II. ①泉…②刘… III. 仪器分析 IV. 0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 090169 号

機器分析のてびき 2nd/Edition by 泉 美治 小川雅彌 加藤俊二 塩
川二郎 芝 哲夫

ISBN 4 7598 0292 4

Copyright ©1996 by 化学同人出版社. All rights reserved.

Chinese translation rights arranged with 化学同人出版社 Through Japan
UNI Agency, Inc., Tokyo

本书中文简体字版由化学同人出版社授权化学工业出版社独家出版发行。
未经许可, 不得以任何方式复制或抄袭本书的任何部分。

北京市版权局著作权合同登记号: 01-2004-4948

仪 器 分 析 导 论

第 二 版

第 一 册

[日]泉 美治 小川雅彌 加藤俊二 塩川二郎 芝 哲夫 主编

刘振海 李春鸿 张建国 译

责任编辑: 任惠敏 杜进祥

责任校对: 陈 静 宋 玮

封面设计: 蒋艳君

*

化 学 工 业 出 版 社 出版发行

化学与应用化学出版中心

(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

北京红光印刷厂印刷

北京红光印刷厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 7½ 字数 177 千字

2005 年 1 月第 1 版 2005 年 1 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-6109-9/O·65

定 价: 20.00 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

译 序

这是一套（共4册）有关仪器分析的入门书，1980年在日本问世以来，已印刷9次，倍受日本广大读者的青睐。1988年译成中文由化学工业出版社出版，也很受中国读者欢迎。本次将该书的第二版翻译成中文，以供国内已经和正待从事仪器分析的广大读者参阅。

本书的一个突出特点是通俗易懂，不讲高深的理论，回避繁琐的数学推演；从实用的角度，在讲述各种方法基本概念（如原理、仪器的组成等）后，便逐一介绍实验步骤、数据表达和典型的应用实例，以及在实际测量过程中可能遇到的问题。本书的另一特点是内容全面，以不长的篇幅涵盖了仪器分析的所有领域，诸如：红外吸收光谱、核磁共振波谱、质谱、紫外光谱、元素分析、色谱、热分析、X线衍射、电镜等。另外其内容精炼，语言简洁亦是同类书之中的佼佼者。

本书很适用于以仪器分析作为表征手段和以仪器分析工作为主的广大技术人员，并可作为相关专业的大学生和研究生的教学参考书。读者还可通过阅读化学工业出版社出版的另两套系列丛书：已出版的《分析化学手册》和即将出版的《分析仪器的使用与维护丛书》做进一步的深入了解。这两套书从仪器分析和分析仪器两个不同的角度介绍分析化学这一重要分支。如果《仪器分析导论》能成为这两套丛书的基础篇，译者将感到十分欣慰。

本书翻译过程，承蒙中国科学院长春应用化学研究所的大力支持；出版过程，化学工业出版社编辑付出了大量辛勤劳动。译者在此一并表示衷心感谢。

如上所述,《仪器分析导论》涉及的知识面宽,译文定有一些顾此失彼的不当之处,望仪器分析专家和广大读者指正。

译 者

2004 年 7 月于长春

第一版译序

本书是由日本化学同人编辑部为通俗地介绍仪器分析基础知识而编集出版的。本册是全书的第二部分，包括：有机元素分析、气相色谱、高效液相色谱及氨基酸分析、电泳等九种。

在本册书的翻译过程中，在尊重原文的基础上，所用术语尽量采用国内通用的说法。但由于有些命名国内不尽统一，加之内容涉及面广及译者水平有限，难免有错误和不妥之处，在此恳请读者批评指正。

在本册书的翻译过程中承蒙吉林大学王树歧副教授、北京化工学院莫锡荣副教授、赵帮蓉、于小兵等同志热忱帮助，在此特致谢意。

译 者

1986年6月

第二版说明

本书自1980年初版发行以来，逐年补充、修改，1986年出版增订版。此书虽多次重印并屡经修改，但因近年仪器分析取得长足进步，因此这次又全面修订，出版第二版。

随着仪器分析的发展，不仅仪器性能提高，而且操作更简便、效率更高，特别是引入微型计算机后使仪器控制与测量操作程序化，已往只能依靠专门技术人员进行的特殊测量，现也可由研究人员自行操作。与第一版一样，第二版也是适应这种需求供初学者阅读的入门书，在仪器操作所需的基础知识和测量方法、结果处理等方面，做了大量的修改。特别是补充了作者们的一些实际经验和体会，以便读者通过实际测量体验，进而掌握最新的仪器分析方法。

本书将许多仪器分析方法汇总在一起，旨在成为实际工作的向导。读者若欲了解更详尽的内容可参阅各种有关仪器分析的专著。诚恳希望本书能成为一本手册性工具书。

最后向为第二版的出版辛勤劳动的化学同人植下定一先生及增田亚美先生为首的编辑部各位先生们表示衷心感谢。

主编 レゐす

1995年12月

第一册

- 第1章 红外吸收光谱法 (西山 富博, 白岩 正)
- 第2章 核磁共振谱法 (I): ^1H NMR (松田 治和, 馬場 章夫)
- 第3章 核磁共振谱法 (II): ^{13}C NMR、二维 NMR
(浜中 佐和子, 福尾 剛志)
- 第4章 质谱法 (野村 正勝, 三浦 雅博)
- 第5章 双聚焦质谱法 (西山 富博)
- 第6章 可见-紫外吸收光谱法及荧光光谱法
(脇田 久伸, 増田 勲, 藤原 学)
- 第7章 由图谱解析化合物结构的方法 (岡原 光男)

第二册

- 第1章 有机元素分析 (奥宮 正和)
- 第2章 气相色谱法 (亀岡 弘, 吉江 洋一)
- 第3章 高效液相色谱法 (田中 稔, 矢坂 裕太)
- 第4章 薄层、纸、柱色谱法 (井藤 一良)
- 第5章 氨基酸分析 (岩松 明彦)
- 第6章 电泳 (乗岡 茂巳)
- 第7章 分子量测定 (直木 秀夫, 楠本 正一, 寺本 明夫)
- 第8章 旋光度、旋光色散 (ORD)、圆振二向色性 (CD)
(原田 宣之)
- 第9章 电子自旋共振谱法 (石井 康敬, 田村 類)

第三册

- 第1章 热分析 (荒川 剛)
- 第2章 原子吸收分光光度法 (平嶋 克享)

- | | | |
|--------|------------------------|----------------|
| 第 3 章 | 发射光谱分析法 | (大角 泰章) |
| 第 4 章 | 电感耦合等离子体光谱 (包括 ICP 质谱) | (大角 泰章) |
| 第 5 章 | 荧光 X 射线分析法 | (戸田 勝久) |
| 第 6 章 | 粉末 X 射线衍射法 | (足立 吟也) |
| 第 7 章 | 化学分析电子光谱学 | (中島 剛) |
| 第 8 章 | 电子显微镜 (透射型、扫描型) | (小林 隆史, 磯田 正二) |
| 第 9 章 | 循环伏安法 | (松下 隆之) |
| 第 10 章 | 拉曼光谱法 | (北川 禎三) |

第四册 (数据集)

- | | | |
|-------|---------------------|----------------|
| 第 1 章 | 红外吸收光谱 | (岡原 光男) |
| 第 2 章 | ^1H NMR | (松田 治和, 馬場 章夫) |
| 第 3 章 | ^{13}C NMR | (大城 芳樹) |
| 第 4 章 | 质谱 | (野村 正勝, 三浦 雅博) |
| 第 5 章 | 紫外吸收光谱 | (小幡 齊) |
| 第 6 章 | 光谱数据表 | (福尾 剛志) |

代 序

仪器分析是化学研究领域不可缺少的一部分，开始从事研究工作的人必须首先学习仪器的使用方法。虽然已有许多仪器分析的专著出版，但深入浅出的通俗读物甚少。

本书正是从这一点出发，把初学者需要掌握的知识做了简单的解释。

内容包括如下：

第一册

红外吸收光谱

^1H NMR

^{13}C FT-NMR

质谱

双聚焦质谱

由图谱解析化合物的结构

第二册

有机元素分析

气相色谱

高效液相色谱

薄层、纸、柱色谱

氨基酸分析

电泳

分子量测定（低、高）

旋光度、旋光色散

圆振二向色性

ESR

第三册

热分析

极谱分析

原子吸收光谱

发射光谱

荧光 X 射线分析

粉末 X 射线衍射

ESCA

电子显微镜

拉曼光谱

此外，对第一册中的各种光谱的特征吸收表和基本物质的光谱等数据都整理成一览表，编成一册数据集（第四册）。

本书各册均由对初学者教育富有经验的专家主编，邀请各仪器分析领域颇具经验的专家们编写。所以无论对初学者还是较有经验的的工作人员，本书都有望成为一本有用的案头工具书。

最后，衷心希望对本书的缺点与不足不吝赐教以便再版修正。

化学同人 编辑部

1980 年 4 月

内 容 提 要

《仪器分析导论》是介绍仪器分析方法的入门书。全书共四册，前三册共编入了 20 余种仪器分析方法，第四册为数据集。

本册是这套书的第一册，包括：红外吸收光谱法， ^1H 核磁共振波谱法， ^{13}C 核磁共振波谱法与二维核磁共振，质谱法，双聚焦质谱法，可见-紫外吸收光谱法及荧光光谱法，由图谱解析化合物结构的方法等。

本书内容精炼，简明易懂，实用性强，非常适合初学者自学。

目 录

第 1 章 红外吸收光谱法	西山 富博, 白岩 正 1
1.1 引言	1
1.2 由红外光谱法 (IR) 可获悉的信息	2
1.3 色散型红外光谱法 (IR 法)	2
1.4 干涉型红外光谱法 (FT-IR 法)	3
1.5 一般测量法	7
1.6 特殊测量法	16
1.7 识谱	18
1.8 光谱解析法	22
1.9 定量分析	29
第 2 章 ^1H 核磁共振波谱法	松田 治和, 馬場 章夫 31
2.1 核磁共振原理	31
2.2 核磁共振装置 (超导 FT-NMR)	35
2.3 测试样品的准备	37
2.4 实验准备	40
2.5 ^1H NMR 波谱方法	42
第 3 章 ^{13}C 核磁共振波谱法与二维核磁共振	浜中 佐和子, 福尾 剛志 65
3.1 ^{13}C 核磁共振波谱法 (^{13}C NMR)	65
3.2 特殊实验方法	77
3.3 二维 NMR (two-dimensional NMR, 2D NMR) 谱	90
第 4 章 质谱法	野村 正勝, 三浦 雅博 97

4.1 引言	97
4.2 由质谱法可获悉的信息	98
4.3 装置概述	98
4.4 委托测量前的准备	103
4.5 识图	104
4.6 各种电离法	115
4.7 GC-MS 分析法	118
4.8 谱库检索	121
参考文献	121
 第 5 章 双聚焦质谱法	西山 富博 123
5.1 引言	123
5.2 由双聚焦质谱可获悉的信息	124
5.3 装置概述	124
5.4 委托测量前的准备	129
5.5 测量结果的表达	130
5.6 特殊的测量法	134
 第 6 章 可见-紫外吸收光谱法及荧光光谱法	脇田 久伸, 增田 勲, 藤原 学 139
6.1 可见-紫外吸收光谱法	139
6.2 荧光光谱法	163
参考文献	174
 第 7 章 由图谱解析化合物结构的方法	岡原 光男 175
7.1 引言	175
7.2 可推测结构的化合物确认	176
7.3 确定未知化合物结构	176
7.4 例题	178
7.5 练习题	194
7.6 练习题答案	200

附录	201
附录 1 紫外-可见分光器的波长和吸光度校准法	201
附录 2 ^{13}C NMR 的化学位移算法	202
附录 3 离解的主要中性碎片	204
附录 4 PEK 的质谱	205
附录 5 同位素峰强度及毫质谱偏差的计算方法	206

第1章

红外吸收光谱法

西山 富博^❶ 白岩 正^❷

1.1 引言

分子均具有各自的固有振动。将改变波长的红外线 (infrared; IR) 连续照射到分子上时, 与分子固有振动能相对应的红外线将被吸收, 得到相应于分子结构的特有光谱。将这种由红外线吸收光谱解析分子结构等的方法, 称作红外吸收光谱法 (infrared absorption spectroscopy)。红外线所处的波段范围示于图 1-1。

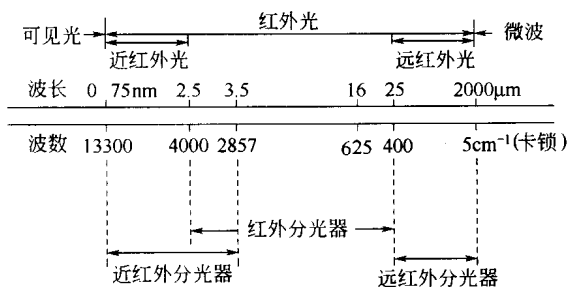


图 1-1 IR 和 IR 分光光度计所处的波段

红外分光光度计有色散型和干涉型两种。色散型红外光谱法

- ❶ 关西大学工学部教授, 工学博士。
- ❷ 关西大学工学部教授, 工学博士。

是把光进行色散之后，按其波长测量光的透过率的方法。干涉型分光光度计是利用光的干涉现象，为了得到透射光的光谱而进行傅里叶变换，利用这种分光器的方法称作傅里叶变换红外光谱法 (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR)。近几年，由于计算机的普及，FT-IR 的使用颇具优势。本章主要介绍这种色散型 IR 以及 FT-IR。

1.2 由红外光谱法 (IR) 可获悉的信息

(1) 可用作鉴定 如果对待测物质可事先进行预估，那么可通过与已知物光谱相比较的方法进行鉴定和确认。

(2) 可获悉结构特征 通过 IR 光谱可获得双键与官能团种类的信息，阐明顺反异构、环的取代位置、氢键及螯合作用等。从这些信息可推断分子结构，但仅用 IR 难于决定未知样的结构，所以一般还要与元素分析、质谱分析、紫外吸收分析及 NMR 谱等的信息并用，进行分析。

(3) 可用作定量分析 能进行纯度检定和混合物分析等，并可依此测量反应速率。一般 IR 定量分析需要熟练的技术，所以不宜用其他方法时才使用本法。

1.3 色散型红外光谱法 (IR 法)

从光源来的光通过棱镜或衍射光栅分光之后，按波长变化依次照射到试样，测量透过率而测得红外吸收光谱。常用的色散型分光光度计的一般结构示于图 1-2。

从光源 (A) 来的光用反射镜分为二束光线，一束光线照射试样 (B)；另一束光线照射参比池 (C)。通过 (C) 的光线，通过能调节光量的楔型光梳 (D) 被减弱后与通过扇形镜 (E) 的试样光交叉地被遮断或通过。通过反射镜，经过狭缝 (F) 后，