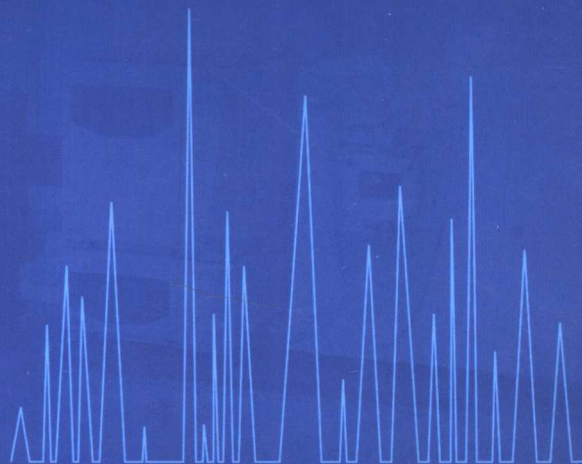


清华大学教材

现代仪器分析 实验与技术

第 2 版

陈培榕 李景虹 邓勃 主编



清华大学出版社

清华大学教材

现代仪器分析 实验与技术

第 2 版

陈培榕 李景虹 邓勃 主编

清华大学出版社
北京

内 容 简 介

本书是清华大学仪器分析实验课教材,是近20年实践教学和部分科研成果的总结,具有学习与实用相结合的特色。

书中涉及的仪器既有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型或大型仪器。

实验分为必修实验、选修实验、综合实验3种类型。在每个实验中都介绍了实验原理、实验技术和方法、仪器结构和功能等内容,使学生对仪器和仪器的主要应用有较全面的了解,并通过实验培养严格、求实、细致的科学作风。

本书共19章。涵盖样品预处理方法、实验数据的统计处理、原子发射和吸收光谱、紫外-可见吸收光谱、红外光谱、电分析化学、气相色谱、高效液相色谱、质谱、核磁共振、X射线荧光光谱、荧(磷)光光谱、拉曼光谱、离子色谱、毛细管电泳、X射线光电子和俄歇电子能谱以及综合实验等内容。

本书可作为高等院校化学及相关专业本科生和研究生教材,亦可供科研工作者、技术人员参考。

版权所有,翻印必究。举报电话:010-62782989 13501256678 13801310933

图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析实验与技术/陈培楷,李景虹,邓勃主编.—2版.—北京:清华大学出版社,2006.1

ISBN 7-302-11529-X

I. 现… II. ①陈… ②李… ③邓… III. 仪器分析—实验—高等学校—教材 IV. O 657-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2005)第088840号

出 版 者: 清华大学出版社

<http://www.tup.com.cn>

社 总 机: 010-62770175

地 址: 北京清华大学学研大厦

邮 编: 100084

客 户 服 务: 010-62776969

责任编辑: 柳 萍

印 装 者: 北京鑫海金澳胶印有限公司

发 行 者: 新华书店总店北京发行所

开 本: 170×230 印 张: 24.75 字 数: 469千字

版 次: 2006年1月第2版 2006年1月第1次印刷

书 号: ISBN 7-302-11529-X/O·486

印 数: 1~3000

定 价: 35.00元

前 言

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,我们就为化学专业和非化学专业的本科生和研究生开设了仪器分析课程和仪器分析实验课,并在 1983 年和 1991 年先后编写出版了《现代仪器分析》(上、下册)和《仪器分析》教材,2003 年又出版了《仪器分析》(第 3 版)。在多年实验教学经验的基础上,1999 年编写出版了《现代仪器分析实验与技术》实验教材,不仅满足了清华大学教学实验的需要,也广受社会上从事仪器分析的同行的欢迎,在短短的 4 年中,此书重印了 3 次,印数达 1 万多册。本书是在第 1 版的基础上进一步修改、补充和完善而成的。

本书与第 1 版相比,在章节和内容安排上做了较大调整:对原有的实验进行了再精选和补充,分为必修实验和选修实验;新增加了综合实验;删去了“计算机在仪器分析中的应用”一章,增加了“样品预处理方法”一章;对每一个实验具体内容和文字进行了精练。本书共分为 19 章。内容包括:第 1 章绪论(邓勃)、第 2 章样品预处理方法(刘密新、邢志)、第 3 章实验数据处理(邓勃)、第 4 章原子发射光谱法(辛仁轩、邢志)、第 5 章原子吸收光谱法(邢志)、第 6 章紫外-可见吸收光谱法(邢志、秦建侯)、第 7 章红外光谱法(周群、孙素琴)、第 8 章电分析化学法(张四纯、李景虹)、第 9 章气相色谱法(陈培榕)、第 10 章高效液相色谱法(陈培榕、丁明玉)、第 11 章气相色谱-质谱分析法(刘密新、吴筑平)、第 12 章核磁共振波谱法(陶家洵)、第 13 章离子色谱法(丁明玉)、第 14 章毛细管电泳分析法(林

金明、王如骥)、第 15 章荧光光谱法和磷光光谱法(童爱军、李隆第)、第 16 章拉曼光谱法(周群、郁鉴源)、第 17 章 X 射线荧光光谱法(王鹤泉)、第 18 章电子能谱法(姚文清、朱永法)、第 19 章综合实验(陈培榕、刘密新)。必修实验分布在第 4~12 章,选修实验分布在第 13~18 章。全书由陈培榕、李景虹和邓勃统稿。

本书是分析中心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辛勤劳动的成果。有些同仁已退休或因其他工作任务繁忙,未能参与本书修订工作,但是他(她)们都曾为本书的形成和完善付出过辛勤的劳动,本书也浸透了他(她)们的心血和汗水。

由于编者的学识水平所限,书中的缺点和错误在所难免,敬请各位专家和读者批评指正。

编 者

2005 年 2 月于清华园

目 录

第 1 章 绪论	1
1.1 仪器分析的地位和作用	1
1.2 仪器分析实验在仪器分析中的作用	3
1.3 仪器分析实验内容安排	3
1.4 对仪器分析实验的基本要求	4
参考文献	5
第 2 章 样品预处理方法	6
2.1 无机组分分析的样品预处理方法	6
2.1.1 前言	6
2.1.2 不破坏基体的制样方法	7
2.1.3 破坏基体的制样方法——样品消解法	8
2.2 有机组分分析的样品预处理方法	12
2.2.1 前言	12
2.2.2 蒸馏	12
2.2.3 萃取	13
2.2.4 色谱法	14
2.2.5 固相萃取法	14
2.2.6 衍生技术	15
参考文献	17
第 3 章 实验数据处理	18
3.1 分析测试的特点	18

3.2	分析测试数据统计处理基础	19
3.3	评价分析方法和分析结果的基本指标	20
3.3.1	检出限和灵敏度	21
3.3.2	定量限	21
3.3.3	精密度	22
3.3.4	准确度	22
3.3.5	适用性	23
3.4	分析数据可靠性检验	23
3.4.1	异常值的判断与处理的原则和方法	23
3.4.2	测定精密度的评定	25
3.4.3	准确度的检验和评定方法	29
3.5	分析结果的表达	32
3.5.1	曲线拟合	32
3.5.2	测定值置信范围的界定	33
3.5.3	测定结果的表征	35
	参考文献	37
第4章	原子发射光谱法	38
4.1	引言	38
4.2	方法原理	38
4.2.1	发射光谱基本原理	38
4.2.2	经典光谱电光源的工作原理	39
4.2.3	等离子体光谱光源的工作原理	41
4.3	仪器结构与原理	45
4.3.1	棱镜光谱仪	45
4.3.2	光电直读光谱仪	46
4.3.3	顺序等离子体光谱仪	48
4.4	实验技术	50
4.4.1	经典电光源的试样处理	50
4.4.2	等离子体光谱法的试样前处理	51
4.4.3	经典光源光谱分析用标准试样的制备	51
4.4.4	等离子体光源光谱分析用标准样品的制备	51
4.5	实验	52
4.5.1	发射光谱定性分析	52

4.5.2	乳剂特性曲线的绘制	54
4.5.3	工业盐酸中杂质元素的溶液干渣法光谱分析	56
4.5.4	ICP 光谱法测定饮用水中总硅	57
4.5.5	镍电解液中主要成分和微量成分的 ICP 光谱测定	59
	参考文献	60
第 5 章	原子吸收光谱法	61
5.1	引言	61
5.2	方法原理	61
5.3	仪器结构与原理	62
5.3.1	光源	62
5.3.2	原子化器	63
5.3.3	单色器	65
5.3.4	检测系统	66
5.4	实验技术	66
5.4.1	样品制备	66
5.4.2	标准样品的配制	67
5.4.3	样品预处理	67
5.4.4	测定条件的选择	68
5.4.5	测定方法	71
5.4.6	干扰及其消除技术	72
5.5	实验	76
5.5.1	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)	76
5.5.2	火焰原子吸收法测定钙时磷酸根的干扰和消除	79
5.5.3	间接原子吸收光谱法测定氯化物	81
5.5.4	人发中锌的测定	83
5.5.5	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	85
	参考文献	88
第 6 章	紫外-可见吸收光谱法	89
6.1	引言	89
6.2	方法原理	89

6.2.1	有机化合物的紫外-可见吸收光谱	89
6.2.2	无机化合物的紫外-可见吸收光谱	91
6.2.3	朗伯-比尔吸收定律	91
6.3	仪器结构与原理	92
6.3.1	辐射光源	93
6.3.2	分光器	93
6.3.3	吸收池	94
6.3.4	检测器	94
6.3.5	记录器和信号显示系统	94
6.4	实验技术	94
6.4.1	样品制备	94
6.4.2	测定条件的选择	94
6.4.3	反应条件的选择	95
6.4.4	参比溶液的选择	96
6.4.5	共存离子干扰的消除方法	97
6.4.6	表观摩尔吸收系数的精确求法	97
6.5	实验	98
6.5.1	差值分光光度法测定废水中微量苯酚	98
6.5.2	利用导数分光光度法测定有丙酮干扰时 乙醇中的微量苯	101
6.5.3	邻二氮菲分光光度法测定铁	104
6.5.4	甲基橙解离常数的测定	107
	参考文献	110
第7章 红外光谱法		111
7.1	引言	111
7.2	方法原理	112
7.2.1	双原子分子的红外吸收频率	112
7.2.2	多原子分子的吸收频率	113
7.2.3	红外光谱及其表示方法	113
7.2.4	红外谱带强度	114
7.3	傅里叶变换红外光谱仪的结构与原理	114
7.3.1	工作原理	114
7.3.2	仪器的主要部件	114

7.4	实验技术	116
7.4.1	固体样品制样	116
7.4.2	液体样品制样	116
7.4.3	载样材料的选择	118
7.4.4	定量分析方法	118
7.4.5	红外谱图解析	119
7.4.6	镜面反射光谱技术	120
7.4.7	漫反射光谱技术	121
7.4.8	衰减全反射光谱技术	121
7.5	实验	122
7.5.1	液体、固体、薄膜样品透射谱的测定	122
7.5.2	固体表面内反射光谱的测定	125
7.5.3	正丁醇-环己烷溶液中正丁醇含量的测定	126
7.5.4	高散射粉末样品漫反射光谱的测定	127
7.5.5	曲线拟合	128
	参考文献	129
第8章	电分析化学法	130
8.1	引言	130
8.2	方法原理	131
8.2.1	电位分析法的原理	131
8.2.2	电解分析法的原理	135
8.2.3	极谱和伏安分析法原理	137
8.3	仪器结构与原理	141
8.3.1	电位分析仪器的结构与原理	141
8.3.2	电解分析仪器的结构与原理	142
8.3.3	极谱和伏安分析的仪器结构与原理	143
8.4	实验技术	146
8.4.1	电位分析实验技术	146
8.4.2	电解分析实验技术	146
8.4.3	极谱和伏安分析实验技术	146
8.5	实验	148
8.5.1	氟离子选择性电极测定水中氟离子含量	148
8.5.2	氧化还原电位滴定法测定 Fe^{2+} 含量	150



8.5.3	络合电位滴定法连续测定溶液中 Bi^{3+} , Pb^{2+} , Ca^{2+} 含量	151
8.5.4	自动电位滴定法测定水中 Cl^- 和 I^- 的含量	154
8.5.5	控制阴极电位电重量法进行 Cu^{2+} 和 Sn^{2+} 的分别测定	156
8.5.6	控制电位库仑分析法连续测定电解液中铜和银的含量	157
8.5.7	库仑滴定法测定微量砷	158
8.5.8	单扫描示波极谱法测定痕量镉	160
8.5.9	极谱催化波测定天然水中的铝	161
8.5.10	络合吸附波示波极谱法测定微量镓和铟	163
8.5.11	循环伏安法判断电极过程	165
8.5.12	循环伏安法研究电极机理	167
8.5.13	阳极溶出伏安法测定镉	169
8.5.14	阳极溶出微分脉冲极谱法测定高纯 MgO 中的 Cu , Pb , Cd , Zn 含量	171
	参考文献	172
第9章	气相色谱法	173
9.1	引言	173
9.2	方法原理	174
9.3	仪器结构与原理	176
9.3.1	载气系统	176
9.3.2	进样系统	177
9.3.3	色谱柱	178
9.3.4	检测系统	179
9.3.5	数据处理系统	180
9.4	实验技术	181
9.4.1	担体处理及固定液涂渍	181
9.4.2	色谱柱填充、老化及评价	181
9.4.3	确定最佳载气流速	182
9.4.4	检测器灵敏度的测定	183
9.5	实验	183
9.5.1	载气流速及柱温变化对分离度的影响	183

9.5.2	利用气-固色谱法分析 O ₂ , N ₂ , CO 及 CH ₄ 混合气体	186
9.5.3	利用保留值定性及归一法定量测定乙醇、丙醇及水混合溶液中各组分的含量	188
9.5.4	利用内标法定量分析正己烷中的微量环己烷	190
9.5.5	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	192
	参考文献	194
第 10 章	高效液相色谱法	195
10.1	引言	195
10.2	方法原理	196
10.2.1	吸附色谱	196
10.2.2	分配色谱	196
10.2.3	离子交换色谱	196
10.2.4	凝胶色谱	197
10.3	仪器结构与原理	197
10.3.1	高压(输液)泵	197
10.3.2	进样器	198
10.3.3	色谱柱	198
10.3.4	检测器	198
10.3.5	工作站	200
10.4	实验技术	200
10.4.1	分离方式的选择	200
10.4.2	流动相选择与处理	200
10.4.3	流动相洗脱方式	201
10.4.4	衍生化技术	201
10.5	实验	203
10.5.1	V _E 异构体在正相 HPLC 系统中分析条件的选择	203
10.5.2	α-V _E 在反相 HPLC 上的定量分析	205
10.5.3	硝基苯钾酸位置异构体的分离与对硝基苯钾酸纯度的测定	207
10.5.4	果汁(苹果汁)中有机酸的分析	209
10.5.5	中药川芎提取液的分离与藁本内酯的定量分析	211
	参考文献	212

第 11 章 气相色谱-质谱分析法	213
11.1 引言	213
11.2 方法原理	214
11.3 GC-MS 的仪器结构与原理	214
11.3.1 色谱部分	214
11.3.2 质谱仪部分	215
11.4 实验技术	217
11.4.1 GC-MS 分析条件的选择	217
11.4.2 GC-MS 提供的信息及相关分析技术	218
11.4.3 定性分析和定量分析	220
11.5 实验	221
11.5.1 GC-MS 的调谐及性能测试	221
11.5.2 GC-MS 定量测定可乐中的咖啡因	223
11.5.3 GC-MS 定性分析有机混合物	224
11.5.4 香料花椒化学成分分析	225
11.5.5 直接进样法分析固体化合物	227
参考文献	228
第 12 章 核磁共振波谱法	229
12.1 引言	229
12.2 方法原理	230
12.2.1 核自旋磁能级	230
12.2.2 核磁共振条件	230
12.2.3 化学位移 δ	230
12.2.4 自旋的耦合与耦合常数	231
12.2.5 饱和与弛豫	231
12.2.6 脉冲傅里叶变换 NMR	232
12.3 仪器结构与原理	233
12.3.1 射频发射系统	233
12.3.2 探头	234
12.3.3 磁场系统	234
12.3.4 接收检测系统	234
12.3.5 信号的控制、处理与显示系统	234

12.4	实验技术	235
12.4.1	样品制备	235
12.4.2	标准参考样品	235
12.4.3	图谱解析	236
12.4.4	NMR 常用脉冲技术(脉冲序列)及其功能	237
12.4.5	二维(2D)NMR	242
12.5	实验	245
12.5.1	单纯化合物 ¹ H-NMR 的结构鉴定	245
12.5.2	乙酰丙酮互变异构现象的研究	248
12.5.3	¹³ C-NMR 的常规谱与定量谱的测定	249
12.5.4	一个直接区分 CH ₃ —, $\begin{array}{c} \diagup \\ \text{CH} \\ \diagdown \end{array}$ — 与 —CH ₂ —, $\begin{array}{c} \diagdown \\ \text{C} \\ \diagup \end{array}$	
	基团的简单方法	251
12.5.5	DEPT 方法	256
	参考文献	260
第 13 章	离子色谱法	261
13.1	引言	261
13.2	方法原理	262
13.2.1	离子交换色谱法	262
13.2.2	离子排斥色谱法	262
13.2.3	离子抑制色谱法和离子对色谱法	262
13.3	仪器结构与原理	263
13.3.1	离子交换剂	264
13.3.2	电导检测器	267
13.4	实验技术	269
13.4.1	去离子水制备及溶液配制	269
13.4.2	流动相的选择	269
13.4.3	定性方法	270
13.4.4	定量方法	270
13.5	实验	271
13.5.1	自来水中阴离子的分析(非抑制型电导检测)	271
13.5.2	啤酒中一价阳离子的定量分析	273
13.5.3	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	275

参考文献	277
第 14 章 毛细管电泳分析法	278
14.1 引言	278
14.2 方法原理	279
14.2.1 基本概念	279
14.2.2 分离原理	281
14.2.3 毛细管电泳的模式及应用	281
14.3 仪器结构与原理	283
14.3.1 高压电源	284
14.3.2 毛细管及其温度控制	284
14.3.3 毛细管电泳的进样方法	285
14.3.4 毛细管电泳检测器	285
14.4 实验技术	288
14.4.1 毛细管检测窗口的制作	288
14.4.2 毛细管内表面清洗	289
14.4.3 实验条件的选择	289
14.5 实验	290
14.5.1 有机化合物的毛细管区带电泳分析	290
14.5.2 阴离子的毛细管电泳分析(间接紫外检测法)	292
14.5.3 非水毛细管电泳同时分析环境水样中的金属离子	294
14.5.4 药物有效成分的毛细管胶束电动色谱分离和定量分析	297
参考文献	299
第 15 章 荧光光谱法和磷光光谱法	300
15.1 引言	300
15.2 方法原理	301
15.3 仪器结构与原理	304
15.4 实验技术	306
15.4.1 荧光偏振技术	306
15.4.2 时间分辨技术	307
15.4.3 同步扫描技术	308

15.4.4	三维光谱	310
15.4.5	室温磷光分析法(RTP)简介	310
15.5	实验	311
15.5.1	苾的荧光光谱测定	311
15.5.2	利用 8-羟基喹啉-5-磺酸的锌荧光光度定量分析及 胶束增敏效应	313
15.5.3	利用 Stern-Volmer 方程测定光诱导电子转移 反应速率常数	316
15.5.4	3-羧基香豆素的固体基质室温磷光测定	318
	参考文献	320
第 16 章	拉曼光谱法	321
16.1	引言	321
16.2	方法原理	321
16.2.1	拉曼散射效应	321
16.2.2	拉曼活性的判断	322
16.2.3	拉曼光谱和红外光谱的关系	323
16.3	仪器结构与原理	324
16.3.1	激光器	324
16.3.2	样品室	325
16.3.3	双单色仪	326
16.3.4	光电检测器	326
16.4	实验技术	327
16.4.1	显微拉曼技术	327
16.4.2	退偏比的测量	328
16.4.3	激光拉曼遥测技术	328
16.4.4	傅里叶变换近红外激光拉曼光谱仪	329
16.5	实验	330
16.5.1	有机酸的拉曼光谱测定	330
16.5.2	碳纳米管的拉曼光谱测定	332
16.5.3	合成橡胶的红外光谱和拉曼光谱分析	334
	参考文献	335

第 17 章 X 射线荧光光谱法	336
17.1 引言	336
17.2 方法原理	337
17.3 仪器结构与原理	337
17.3.1 X 射线发生系统	338
17.3.2 分光系统	339
17.3.3 检测系统和记录系统	340
17.4 实验技术	342
17.4.1 试样制备	342
17.4.2 定性分析	343
17.4.3 定量分析	343
17.5 实验	345
17.5.1 未知钢样的定性分析	345
17.5.2 定量分析磷石膏成分	347
参考文献	348
第 18 章 电子能谱法	349
18.1 引言	349
18.2 方法原理	349
18.2.1 X 射线光电子能谱分析的基本原理	349
18.2.2 俄歇电子能谱分析的基本原理	350
18.3 仪器结构与原理	350
18.3.1 激发源	351
18.3.2 离子源	351
18.3.3 快速进样室	351
18.3.4 超高真空系统	352
18.3.5 能量分析器	352
18.3.6 计算机系统	352
18.4 实验技术	353
18.4.1 X 射线光电子能谱分析技术	353
18.4.2 俄歇电子能谱分析技术	356
18.5 实验	361
18.5.1 SiO ₂ 自然氧化层超薄膜的 X 射线光电子能谱分析	361