



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

有机分析

◎ 主 编 杨 红

◎ 副主编 葛惠民 宋常春



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

有机分析

主 编 杨 红

副主编 葛惠民 宋常春

高等教育出版社

内容介绍

本书为普通高等教育“十一五”国家级规划教材,以培养科学分析问题、解决问题和技术创新的应用型人才为目标,突出高等农林院校生物科学、食品科学、环境科学及动、植物生产等专业特点,理论和实践相结合。本书主要介绍有机分析的基本概念、基本理论和基本知识,重点讲授有机分析的方法和应用。全书共有十三章。该书的最前面为导论,主要论述了有机分析的发展、研究对象及今后的发展趋势。第一至第三章重点介绍了有机化合物常规化学分析法,如物理常数的测定、有机元素定量分析及有机官能团定量分析。第四至第九章主要阐述了当今有机分析中重要的常用色谱分析方法,如柱色谱、气相色谱等。第十至第十三章为波谱分析法,重点介绍了用于有机化合物结构鉴定的四大波谱,如紫外光谱、红外光谱、核磁共振波谱及质谱。每章均附有思考题与习题。

本书可作为高等农林院校生物科学、食品科学、环境科学等专业本科生或研究生教材,也可供相关专业和从事有机分析科学工作者选用和参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机分析/杨红主编. —北京:高等教育出版社,
2009.4

ISBN 978-7-04-026121-9

I. 有… II. 杨… III. 有机分析-高等学校-教材
IV. O656

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第026934号

策划编辑	郭新华	责任编辑	董淑静	封面设计	于文燕
责任绘图	尹莉	版式设计	余杨	责任校对	杨雪莲
责任印制	韩刚				

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街4号
邮政编码 100120
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 中原出版传媒投资控股集团
北京汇林印务有限公司

开 本 787×960 1/16
印 张 21.75
字 数 410 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2009年4月第1版
印 次 2009年4月第1次印刷
定 价 25.70元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 26121-00

本书编写人员名单

主 编 杨 红

副主编 葛惠民 宋常春

编 者 (以下按姓氏笔画排序)

吕献海 刘春红 孙艳梅

沈 薇 陈君华 陈忠平

陈俊明 高 爽 褚明杰

前 言

有机分析是分析化学在有机化学领域中的应用,是分析化学的重要组成部分。随着有机分析技术的不断发展,它已成为现代有机化学、医药卫生、环境科学、食品科学及生物科学等领域不可缺少的重要手段。

《有机分析》是普通高等教育“十一五”国家级规划教材。编者在长期的教学实践基础上,结合多年的科学研究经验和研究成果编著了这本书。该书的编写和出版是主持承担的多项教学研究成果之一。

有机分析是高等农林院校生物科学、食品科学、环境科学等专业的一门重要专业基础课程。有机分析知识是各专业广泛应用的一门重要技术。为适应有机分析的迅速发展,结合高等农林院校各专业的基本要求,我们在编写的过程中,注重介绍先进的有机分析方法,强调分析方法的实用性,拓宽有机分析的知识面。本书重点介绍了有机分析的各种分析方法及分析的基本理论。全书包括有机化学分析法、色谱学及波谱学等重要内容。

本书由南京农业大学、安徽农业大学、东北农业大学、安徽科技学院四所高等院校的十二位教师共同编写。在编写的过程中,得到了所在学校领导、院系的其他教师及相关部门人员的大力支持,谨此表示衷心感谢。

此外,本书编写中参考了大量相关书籍及文献资料,谨向有关专家及原作者表示衷心感谢。

编 者

2008年1月于南京

目 录

导论 1

- 一、有机分析的发展 1
- 二、有机分析发展现状及趋势 1
- 三、有机分析化学的学科性质与特点 2
- 四、有机分析的一般步骤 3

第一章 物理常数的测定 5

第一节 熔点的测定 5

- 一、熔点的测定方法 5
- 二、影响熔点测定的因素 10
- 三、熔点与分子结构的关系 10

第二节 沸点的测定 11

- 一、沸点的测定方法 12
- 二、沸点的校正 13
- 三、沸点与分子结构的关系 14

第三节 相对密度的测定 15

- 一、相对密度的测定方法 15
- 二、相对密度与分子结构的关系 17

第四节 折射率的测定 18

- 一、阿贝折射仪的工作原理和构造 18
- 二、折射率的测定方法 20
- 三、折射率与分子结构的关系 21

第五节 旋光度的测定 22

- 一、旋光度的测定方法 22
- 二、比旋光度的计算 23

第六节 黏度的测定 24

- 一、黏度的测定原理 24
- 二、黏度的测定方法 25

思考题与习题 27

参考文献 27

第二章 有机元素定量分析**28****第一节 碳、氢的测定 28**

一、测定原理 28

二、样品的燃烧分解和其它元素干扰的消除 29

三、仪器装置 30

四、数据处理 31

第二节 氮的测定 32

一、杜马法 33

二、克达尔法 34

第三节 硫、卤素的测定 36

一、氧瓶燃烧法 36

二、离子选择性电极法 40

三、微库仑法 41

第四节 有机元素定量分析的自动化仪器分析方法 42

一、测定原理 42

二、测定过程 43

三、数据处理 44

思考题与习题 44

参考文献 45

第三章 有机官能团定量分析**46****第一节 有机官能团定量分析概述 46**

一、官能团定量分析的特点 46

二、官能团定量分析的一般步骤 46

第二节 不饱和度的测定 47

一、催化加氢法 47

二、卤素加成法 49

三、炔键氢的测定 51

第三节 含氧化合物的测定 52

一、羟基化合物的测定 52

二、羰基化合物的测定 58

三、羧基和酯的测定 61

第四节 含氮化合物的测定 64

一、胺类化合物的测定 64

二、硝基化合物的测定	67
第五节 糖类化合物的测定	70
一、单糖的测定	70
二、双糖的测定	72
三、多糖的测定	73
第六节 氨基酸和蛋白质的测定	73
一、氨基酸的测定	73
二、蛋白质的测定	74
思考题与习题	76
参考文献	77

第四章 柱色谱

78

第一节 色谱分析概论	78
一、色谱和色谱分析	78
二、色谱法分类	78
三、色谱分析的特点	80
第二节 柱色谱的基本原理	80
一、柱色谱概述	80
二、柱色谱的基本原理	81
第三节 柱色谱的基本设备	85
一、色谱柱	85
二、吸附剂	86
三、流动相	90
四、有机物分子结构与柱色谱的关系	91
第四节 柱色谱的实验技术	91
一、色谱柱的选择	91
二、装柱	92
三、加样	92
四、淋洗和接收	93
五、显色	93
六、柱色谱操作中应注意的问题	94
思考题与习题	95
参考文献	96

第五章 薄层色谱**97**

- 第一节 薄层色谱概述 97
- 第二节 薄层色谱原理 98
 - 一、薄层色谱的分类 98
 - 二、薄层色谱的基本原理 98
- 第三节 薄层色谱分析条件的选择 100
 - 一、样品的性质 100
 - 二、薄层色谱的固定相及载体 100
 - 三、薄层色谱的流动相 103
 - 四、薄层色谱分析条件的综合选择 104
- 第四节 薄层色谱的实验技术 105
 - 一、薄层板的种类及制备 105
 - 二、点样 107
 - 三、展开方式 107
 - 四、显色方法与技术 109
 - 五、薄层色谱在农业科学中的应用 110
- 思考题与习题 111
- 参考文献 111

第六章 现代分离技术**112**

- 第一节 固相萃取 112
 - 一、固相萃取的原理 112
 - 二、固相萃取的实验设备及用途 118
 - 三、固相萃取的实验技术 120
 - 四、固相微萃取简介 122
- 第二节 超临界流体萃取 127
 - 一、超临界流体萃取的基本原理 128
 - 二、超临界流体萃取的基本过程与装置 130
 - 三、超临界流体萃取的影响因素 132
 - 四、超临界流体萃取的特点 135
 - 五、超临界流体萃取技术的应用 136
- 第三节 膜分离 137
 - 一、概述 137
 - 二、膜分离装置及操作过程 140

三、膜分离的应用	149
思考题与习题	150
参考文献	150

第七章 气相色谱 152

第一节 气相色谱概述	152
一、气相色谱的特点	152
二、气相色谱的分类	153
第二节 气相色谱仪	153
一、气路系统	153
二、进样系统	154
三、分离系统	154
四、温控系统	154
五、检测系统	155
六、记录系统	155
第三节 气相色谱的工作原理	156
一、色谱的一些基本术语	156
二、气相色谱的基本理论	158
第四节 气相色谱的固定相	161
一、固体固定相	162
二、合成固定相	163
三、液体固定相	164
四、填充柱的制备	168
第五节 气相色谱条件的选择	168
一、分离系统的选择	169
二、载气系统的选择	169
三、温度系统的选择	169
四、进样条件的选择	170
第六节 毛细管气相色谱法简介	170
一、毛细管气相色谱柱	171
二、毛细管色谱柱的特点	171
三、毛细管气相色谱系统	172
第七节 现代色谱(气相色谱、高效液相色谱)的定性、定量分析	172
一、色谱的定性分析	172
二、色谱的定量分析	174

三、现代色谱分析的应用	178
思考题与习题	178
参考文献	180

第八章 高效液相色谱 181

第一节 高效液相色谱概述	181
一、高效液相色谱的特点	181
二、高效液相色谱分类及工作原理	182
第二节 高效液相色谱仪	183
一、输液系统	183
二、进样系统	185
三、分离系统	185
四、检测系统	186
五、数据处理系统	187
第三节 高效液相色谱的流动相和固定相	187
一、高效液相色谱的流动相	187
二、高效液相色谱的固定相	189
第四节 高效液相色谱的定性定量分析	192
一、样品的预处理	192
二、高效液相色谱方法的确立	192
三、色谱分离条件的选择	193
四、高效液相色谱分析方法的应用	193
思考题与习题	194
参考文献	194

第九章 毛细管电泳 195

第一节 毛细管电泳的基本原理	195
一、基本概念	195
二、毛细管电泳分离的基本原理	196
第二节 毛细管电泳仪及应用	197
一、仪器的基本结构	197
二、毛细管电泳的工作条件选择	197
三、毛细管电泳的特点	199
第三节 胶束电动毛细管色谱简介	199

第四节 毛细管电泳的应用	200
一、手性化合物分离	200
二、中草药药物成分的分离分析	201
三、环境监测与分析	201
四、蛋白质和 DNA 的分析	201
五、单细胞分析	201
思考题与习题	202
参考文献	202

第十章 紫外光谱 203

第一节 波谱分析概论	203
一、电磁波的基本性质	203
二、分子吸收光谱与能级跃迁	205
第二节 紫外光谱的基础知识	206
一、紫外光谱和电子跃迁	206
二、紫外光谱的表示方法	208
三、紫外光谱中的常用术语	209
四、吸收带的种类	210
五、紫外光谱仪	211
第三节 有机化合物的特征吸收	213
一、影响有机化合物紫外光谱的主要因素	213
二、不同有机化合物的特征吸收	217
第四节 紫外光谱在有机化合物结构分析中的应用	223
一、紫外光谱提供的有机化合物结构信息	223
二、未知有机化合物结构定性分析	224
三、应用举例	229
四、有机化合物定量分析	230
思考题与习题	231
参考文献	232

第十一章 红外光谱 233

第一节 红外光谱的基础知识	233
一、红外光与红外光谱	233
二、分子的振动方式	234

三、红外谱图的吸收带、强度与影响吸收峰的因素	236
第二节 红外光谱仪	239
一、双束红外光谱仪	240
二、傅里叶变换红外光谱仪	240
第三节 常见有机化合物的红外光谱	241
一、烷烃	241
二、烯烃和炔烃	243
三、芳香烃	245
四、醇和酚	248
五、醚	249
六、胺类	250
七、羰基化合物	252
八、硝基化合物	257
九、卤代烃	258
十、其它含杂原子化合物	259
第四节 红外光谱在有机化合物结构分析中的应用	259
一、有机化合物的结构鉴定	259
二、定量分析	263
三、红外光谱与气相色谱联用技术	264
思考题与习题	265
参考文献	269

第十二章 核磁共振波谱

270

第一节 核磁共振的基础知识	270
一、原子核的自旋和磁性	270
二、自旋核在静磁场中的进动和自旋取向	271
三、核的跃迁和电磁辐射	273
四、屏蔽效应及影响因素	273
第二节 氢核磁共振(^1H NMR)	277
一、化学位移	277
二、峰面积与氢核数目	283
三、自旋-自旋偶合和偶合常数	284
四、 ^1H NMR 谱测定技术	292
五、 ^1H NMR 谱的解析	293
第三节 碳核磁共振(^{13}C NMR)	295

一、化学位移	296
二、自旋-自旋偶合及偶合常数	296
三、常见 ^{13}C NMR 谱的类型及其特征	298
四、 ^{13}C NMR 谱的测定技术	299
五、 ^{13}C NMR 谱解析的程序	301
第四节 二维谱简介	303
一、J 分解谱	304
二、化学位移相关谱	305
三、多量子维谱	307
思考题与习题	307
参考文献	308

第十三章 质谱

310

第一节 质谱的基本原理	310
一、质谱的基本原理	310
二、质谱的表示方法	310
三、质谱仪	311
第二节 质谱中的主要离子	312
一、分子离子	312
二、同位素离子	313
三、碎片离子	313
四、亚稳离子	314
五、多电荷离子	314
第三节 离子的开裂类型	314
一、简单开裂	314
二、重排开裂	316
三、复杂开裂	316
第四节 有机化合物的质谱	317
一、碳氢化合物	317
二、醇和酚类化合物	319
三、醚类化合物	320
四、酮和醛类化合物	321
五、酸和酯类化合物	321
六、胺和酰胺类化合物	322
七、卤化物	322

八、含硫化合物	322
第五节 质谱的解析程序	323
一、质谱图解析的一般步骤	323
二、低分辨质谱法和高分辨质谱法	325
第六节 质谱联用技术	328
一、气相色谱-质谱联用	328
二、液相色谱-质谱联用	328
思考题与习题	329
参考文献	331

.....

从 20 世纪 40 年代开始,近代物理学和电子学的发展和渗透,突破了以经典化学分析为主的局面,传统的化学分析法已不能适应于新的科学研究及生产实践。因此,仪器分析方法开始发展起来。特别是半导体材料、原子能材料等一些新兴学科的迅速发展,促进了仪器分析技术的快速发展。20 世纪 70 年代末,生命科学如蛋白质学、基因组学以及环境科学、新材料的蓬勃发展,生物学、信息科学和计算机技术的引入,使有机分析进入了一个崭新的发展时期,建立了一系列有机分析的新方法、新技术,开创了有机仪器分析的新时期。

二、有机分析发展现状及趋势

1. 有机分析发展现状

近年来,有机分析无论是分析方法、分析技术,还是分析理论方面的研究都有了长足的发展,其发展现状可从以下几个方面论述:

(1) 分离分析方法 随着天然产物化学、合成化学、环境科学以及生物学的发展,分析的有机物质种类繁多,各组成含量差别大。因此,分离分析方法已经成为有机分析中一种重要的分析方法。例如,高效液相色谱法、气相色谱法、毛细管电泳技术、固相萃取技术、超临界流体色谱法及一些仪器的联用技术等。

(2) 物理分析方法 可利用电磁波、粒子束、电场、磁场和重力场与待测有

机物质相互作用,将其影响值放大转变为分析信号。如核磁共振技术、质谱、红外光谱、紫外光谱及电化学分析技术等。

(3) 化学分析方法 该方法是通过化学的分子识别,将这种相互作用转变为物理的可视信号,如新型的分子印迹技术、荧光显色剂、螯合剂等。

(4) 生物分析方法 它是以生物大分子特异结合或特异反应为基础的分析方法。如酶分析法、免疫分析法等用于检测生物大分子及有机化合物与大分子的结合。

2. 有机分析发展趋势

(1) 分析技术应用的领域 有机分析技术原本用于有机化学学科,而今后应用的领域将不断扩大,除了应用于食品科学、环境科学、医药卫生领域外,还将在生命科学领域中被广泛采用,其应用前景十分广阔。

(2) 分析仪器的发展 有机分析仪器的的发展在今后会更先进、更实用、多功能。主要表现在:①多种分析技术联用的仪器层出不穷。一次分析可同时解决有机分析中的诸多问题。利用其进行全分析。②应用更方便,分析速度快。更多的仪器能够进行在线、在体、实时和原位等的分析检测。③仪器设备制造更加精良,即微型化、便捷式等。

(3) 有机分析技术的创新 今后有机分析技术的发展方兴未艾,现在或将来芯片技术、纳米技术、生物传感器技术、成像技术、化学和生物发光技术、激光技术等有机分析技术中的应用会更加普遍。

三、有机分析化学的学科性质与特点

有机分析是分析化学在有机化学领域中的应用,其分析的对象是有机化合物。有机化合物与无机化合物在分子结构和理化性质上有很大的差别。因此,在对有机化合物进行分析时,必须考虑有机化合物的特殊性质。

(1) 天然有机化合物资源丰富 从天然产物中获取纯净有机化合物,提取所选溶剂必须遵循“相似相溶”原理。有机化合物原子间以共价键或弱极性共价键结合,一般难溶于水,较易溶于有机溶剂中,只有少量相对分子质量低的有机化合物或离子型化合物可以溶于水。

(2) 有机化学反应速率慢、副产物多 因此,分离纯化较困难。而无机化学反应,绝大多数为离子反应,反应速率快,副反应少,比较容易进行分离和提纯。

(3) 有机化合物结构复杂 有机化合物因普遍存在同分异构或立体异构等现象,因此,有机化合物种类繁多,结构复杂。故在进行有机化合物分析时,除了需要确定有机化合物的元素组成外,更主要是进行官能团的定性定量分析和结构分析,确定有机化合物分子内原子的空间排列。