



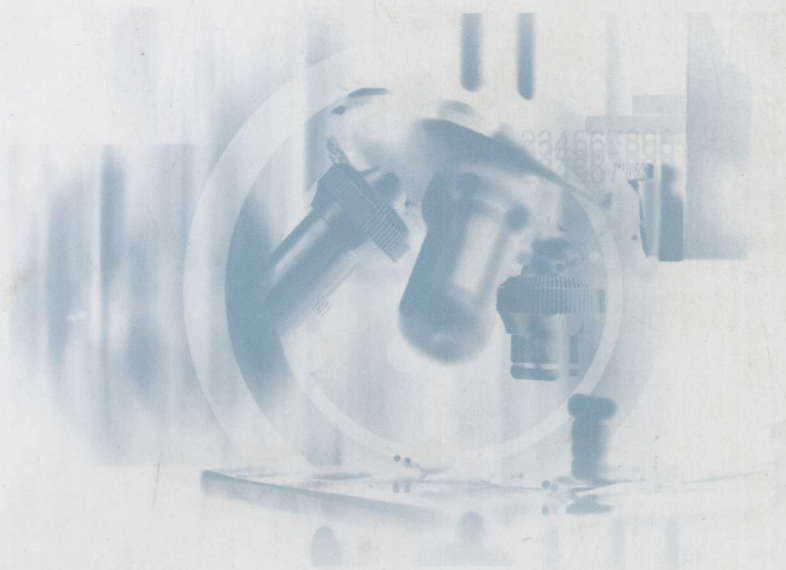
“十二五” 高职高专院校规划教材（食品类）

XIANDAI YIQI FENXI

现代仪器分析

XIANDAI YIQI FENXI

郭 峰 牛春艳 主 编



中国质检出版社
中国标准出版社

0657

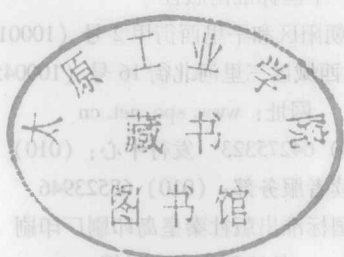
102

“十二五”高职高专院校规划教材(食品类)

XianDai YiQi FenXi

现代仪器分析

郭 峰 牛春艳 主 编



太原工业学院图书馆



B0661628

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析/郭峰,牛春艳主编. —北京:中国质检出版社, 2013.3

“十二五”高职高专院校规划教材(食品类)

ISBN 978 - 7 - 5026 - 3730 - 9

I. ①现… II. ①郭… ②牛… III. ①仪器分析 IV. ①0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 283864 号

内 容 提 要

现代仪器分析技术近年来在我国发展迅速,越来越多的基层质检、农技、食品、医药以及工业生产和管理部门,配备了完善的分析检测手段,在生产和生活中扮演日益重要的角色。本书重点介绍了光谱方法、电化学方法、色谱方法等近 20 种应用广泛的现代仪器分析技术,设置了实践性和操作性强的学生实验项目,对行业一线检测分析技术应用的发展进行了预测和展望。

本书适用于种植、养殖、农产品加工、食品、环境、卫生等高等职业教育相关专业的学生,也可作为岗位培训用教材或一线检测分析工作人员的参考书籍。

中国质检出版社
中国标准出版社 出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号 (100013)

北京市西城区三里河北街 16 号 (100045)

网址: www.spc.net.cn

总编室: (010) 64275323 发行中心: (010) 51780235

读者服务部: (010) 68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787 × 1092 1/16 印张 19.25 字数 472 千字

2013 年 3 月第一版 2013 年 3 月第一次印刷

*

定价: 39.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68510107

— 审 定 委 员 会 —

贡汉坤 (江苏食品职业技术学院)

朱维军 (河南农业职业学院)

夏 红 (苏州农业职业技术学院)

冯玉珠 (河北师范大学)

贾 君 (江苏农林职业技术学院)

杨昌鹏 (广西农业职业技术学院)

刘 靖 (江苏畜牧兽医职业技术学院)

钱志伟 (河南农业职业学院)

黄卫萍 (广西农业职业技术学院)

彭亚锋 (上海市质量监督检验技术研究院)

曹德玉 (河南周口职业技术学院)

— 本 书 编 委 会 —

主 编 郭 峰 (河南农业职业学院)

牛春艳 (吉林农业科技学院)

副主编 贾新彦 (河南农业职业学院)

黄振宇 (河北民族师范学院)

参 编 王岳鸿 (河北农业大学海洋学院)

钟尉方 (河北农业大学海洋学院)

李 婷 (广东省潮州市质量计量监督检测所)

侯晓东 (广东省潮州市质量计量监督检测所)

朱宝英 (吉林农业科技学院)

姜 辉 (吉林农业科技学院)

赵峥嵘 (河南农业职业学院)

序 言

伴随着经济的空前发展和人民生活水平的不断提高，人们对食品安全的关注度日益增强，食品行业已成为支撑国民经济的重要产业和社会的敏感领域。近年来，食品安全问题层出不穷，对整个社会的发展造成了一定的不利影响。为了保障食品安全，规范食品产业的有序发展，近期国家对食品安全的监管和整治力度不断加强。经过各相关主管部门的不懈努力，我国已基本形成并明确了卫生与农业部门实施食品原材料监管、质监部门承担食品生产环节监管、工商部门从事食品流通环节监管的制度完善的食品安全监管体系。

在整个食品行业快速发展的同时，行业自身的结构性调整也在不断深化，这种调整使其对本行业的技术水平、知识结构和人才特点提出了更高的要求，而与此相关的职业教育正是在食品科学与工程各项理论的实际应用层面培养专业人才的重要渠道，因此，近年来教育部对食品类各专业的职业教育发展日益重视，并连年加大投入以提高教育质量，以期向社会提供更加适应经济发展的应用型技术人才。为此，教育部对高职高专院校食品类各专业的具体设置和教材目录也多次进行了相应的调整，使高职高专教育逐步从普通本科的教育模式中脱离出来，使其真正成为为国家培养生产一线的高级技术应用型人才的职业教育，“十二五”期间，这种转化将加速推进并最终得以完善。为适应这一特点，编写高职高专院校食品类专业所需的教材势在必行。

针对以上变化与调整，由中国质检出版社牵头组织了“十二五”高职高专院校规划教材（食品类）的编写与出版工作，该套教材主要适用于高职高专院校的食品类各相关专业。由于该领域各专业的技术应用性强、知识结构更新快，因此，我们有针对性地组织了江苏食品职业技术学院、河南农业职业学院、苏州农业职业技术学院、江苏农林职业技术学院、江苏畜牧兽医职业技术学院、吉林农业科技学院、广东环境保护工程职业学院、广西农业职业技术学院、河北师范大学以及上海农林职业技术学院等 40 多所相关高校、职业院校、科研院

所以及企业中兼具丰富工程实践和教学经验的专家学者担当各教材的主编与主审，从而为我们成功推出该套框架好、内容新、适应面广的高质量教材提供了必要的保障，以此来满足食品类各专业普通高等教育和职业教育的不断发展和当前全社会对建立食品安全体系的迫切需要；这也对培养素质全面、适应性强、有创新能力的应用型技术人才，进一步提高食品类专业高等教育和职业教育教材的编写水平起到了积极的推动作用。

针对应用型人才培养院校食品类各专业的实际教学需要，本系列教材的编写尤其注重了理论与实践的深度融合，不仅将食品科学与工程领域科技发展的新理论合理融入教材中，使读者通过对教材的学习，可以深入把握食品行业发展的全貌，而且也将食品行业的新知识、新技术、新工艺、新材料编入教材中，使读者掌握最先进的知识和技能，这对我国新世纪应用型人才的培养大有裨益。相信该套教材的成功推出，必将会推动我国食品类高等教育和职业教育教材体系建设的逐步完善和不断发展，从而对国家的新世纪人才培养战略起到积极的促进作用。

教材审定委员会

2012年11月

前言

• FOREWORD •

随着国民经济和科学技术的迅猛发展,以及资源节约型和环境友好型社会建设的需要,现代仪器分析技术作为科学研究、产品检验、工业过程控制等科研和生产中的重要手段,应用日益广泛,越来越多的基层质检、农技、食品、医药以及工业生产和管理部门,配备了完善的分析检测手段,为和谐社会建设保驾护航,在生产和生活中扮演日益重要的角色。本教材为适应社会发展和高职教育的发展,满足培养高技能型人才的要求,结合行业发展和学生个性发展的需要,在相关专业的国家教学工作指导委员会审定的《仪器分析》大纲指导下编写的。

本教材除绪论外,分为6编16章和19个学生实验,以简洁清晰的结构,对应用最为广泛的通用仪器分析方法进行了梳理。本教材分为基于紫外与可见波段的经典原子发射和吸收分析方法,基于分子吸收的紫外和红外光谱分析方法,电化学分析方法,色谱分析方法,其他重要分析方法和学生实验,共6个部分。本教材在编写过程中,注重对学生认知主动性的引导,强调现代仪器分析的基本理论、基本方法、基本实验技术、仪器基本操作和主要应用,重点放在学生分析检测基本素质的培养和现代仪器测试方法及应用案例的掌握上,便于学生理解行业或专业的实际工作状况,同时使学生对一线工作特点和技术发展有一定了解。

本教材在编写过程中,得到了河南农业职业学院、吉林农业科技学院、河北民族师范学院、河北农业大学海洋学院、广东省潮州市质量监督检测所等学校和社会检测机构的大力支持,在教学案例、实验实训、教学实施实践等方面给予了极大的帮助,特此表示感谢!本教材引用资料和图表的原著均已一一列入参考文献,在此向原著作者致谢!

本教材编写队伍由来自不同学校教学一线的教师和社会分析检测机构的技术人员组成,人员结构较合理,经作者认真编写,再由主编、副主编审稿修改,最后由主编通读定稿。限于编者水平,本书可能存在缺点、疏漏和错误,谨请专家和读者批评指正。

编者

2012年11月

目 录

• CONTENTS •

绪 论	(1)
-----------	-----

第一编 原子发射光谱和原子吸收光谱分析方法

第一章 光谱分析导论	(6)
------------------	-----

第一节 光的性质及其与物质的相互作用	(6)
--------------------------	-----

第二节 光学分析法分类	(9)
-------------------	-----

第三节 光谱分析仪器	(12)
------------------	------

习题	(17)
----------	------

第二章 原子发射光谱法	(18)
-------------------	------

第一节 原子发射光谱法的基本原理	(18)
------------------------	------

第二节 光谱的定性和半定量分析	(27)
-----------------------	------

第三节 光谱的定量分析	(28)
-------------------	------

习题	(31)
----------	------

第三章 原子吸收光谱法	(33)
-------------------	------

第一节 概述	(33)
--------------	------

第二节 原子吸收光谱法的基本原理	(35)
------------------------	------

第三节 原子吸收光谱仪	(39)
-------------------	------

第四节 定量分析	(45)
----------------	------

第五节 原子吸收光谱法的实验技术	(46)
------------------------	------

习题	(51)
----------	------

第二编 分子光谱分析方法

第四章 紫外-可见吸收光谱法	(52)
----------------------	------

第一节 紫外-可见吸收光谱法的基本原理	(53)
---------------------------	------

第二节	紫外-可见分光光度计	(57)
第三节	紫外-可见分子吸收光谱的应用	(61)
习题		(68)

第五章 红外吸收光谱法..... (69)

第一节	红外吸收光谱法的基本原理	(70)
第二节	红外吸收光谱与分子结构的关系	(76)
第三节	红外吸收光谱仪	(82)
第四节	样品制备及分析方法	(85)
习题		(90)

第三编 电化学分析方法

第六章 电化学分析法导论 (91)

第一节	概述	(91)
第二节	电化学分析基础	(92)
第三节	电极分类	(96)
习题		(99)

第七章 电位分析法和伏安法 (100)

第一节	离子选择性电极	(101)
第二节	直接电位法	(107)
第三节	电位滴定法	(111)
第四节	伏安法和极谱法	(113)
习题		(120)

第八章 库仑分析法 (121)

第一节	概述	(121)
第二节	库仑分析法的基本原理	(122)
第三节	库仑滴定	(124)
习题		(129)

第四编 色谱分析方法

第九章 色谱法导论 (131)

第一节	概述	(131)
第二节	色谱流出曲线和基本术语	(134)
第三节	色谱分析基本理论	(137)
习题		(142)

第十章 气相色谱法	(143)
第一节 气相色谱仪	(144)
第二节 气相色谱的固定相	(147)
第三节 气相色谱检测器	(155)
第四节 气相色谱定性分析方法	(162)
第五节 气相色谱定量分析方法	(163)
习题	(166)

第十一章 高效液相色谱法	(168)
第一节 概述	(169)
第二节 高效液相色谱的类型	(171)
第三节 高效液相色谱的固定相和流动相	(173)
第四节 高效液相色谱仪	(176)
习题	(182)

第五编 其他分析方法

第十二章 原子荧光光谱法	(183)
第一节 原子荧光光谱概述	(183)
第二节 原子荧光光谱分析仪器	(186)
第三节 分析方法和应用	(188)
习题	(191)

第十三章 X 射线光谱分析法	(192)
第一节 X 射线简介	(192)
第二节 X 射线的吸收、散射、衍射和荧光	(195)
第三节 仪器装置	(197)
第四节 X 射线光谱法的应用	(199)
习题	(201)

第十四章 质谱分析法	(202)
第一节 质谱法概述	(203)
第二节 质谱仪	(205)
第三节 质谱分析法的应用	(211)
第四节 质谱联用技术	(218)
习题	(219)

第十五章 电子能谱法	(221)
第一节 电子能谱法概述	(222)

第二节	X 射线光电子能谱法	(223)
第三节	紫外光电子能谱法	(226)
第四节	俄歇电子能谱法	(226)
第五节	电子能谱仪	(228)
习题		(229)

第十六章 核磁共振波谱法 (230)

第一节	核磁共振波谱法的基本概念	(231)
第二节	核磁共振波谱仪	(234)
第三节	核磁共振氢谱	(236)
第四节	核磁共振碳谱简介	(241)
习题		(243)

第六编 学生实验

实验一	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量——标准曲线法	(244)
实验二	原子吸收光谱法测定食品中铜的含量	(246)
实验三	石墨炉原子吸收测定菜叶中铅的含量	(248)
实验四	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(250)
实验五	有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂性质对吸收光谱影响	(252)
实验六	分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	(254)
实验七	未知样品的定性分析	(256)
实验八	奶粉中苯甲酸钠的含量测定	(257)
实验九	直接电位法测定水溶液的 pH	(259)
实验十	离子选择性电极法测定天然水中的 F^-	(260)
实验十一	乙酸的电位滴定分析及其解离常数的测定	(261)
实验十二	库仑滴定法测定硫代硫酸钠的浓度	(263)
实验十三	气相色谱仪的使用	(265)
实验十四	程序升温毛细管色谱法测定白酒中甲醇的含量	(266)
实验十五	苯系混合物的分析	(267)
实验十六	高效液相色谱仪的使用	(268)
实验十七	果汁中有机酸的分析	(270)
实验十八	可口可乐、咖啡中咖啡因的高效液相色谱分析	(272)
实验十九	原子荧光法测定砷的含量	(274)

附录 (277)

附录 1	标准电极电位表 (298.15K)	(277)
附录 2	主要基团的红外特征吸收峰表	(284)

参考文献 (292)

绪 论

一、仪器分析的概念和分类

（一）仪器分析的概念

现代仪器分析是在化学分析的基础上逐步发展起来的。化学分析是利用化学反应及其计量关系进行分析的一类方法,现代仪器分析是以测量物质的物理性质或物理化学性质及其在分析过程中所产生的分析信号为基础,借助于较贵重、精密的现代仪器,对待测物质进行定性、定量及结构分析和动态分析的分析方法。

仪器分析一般用于测量微量级(被测物质质量 $10^{-3} \sim 10^{-5} \text{g}$)、痕量级(被测物质质量 $10^{-6} \sim 10^{-9} \text{g}$)、甚至超痕量级(被测物质质量 $< 10^{-9} \text{g}$)的组分,与化学分析主要用于测定含量大于1%的常量组分不同。化学分析历史悠久,设备简单,应用广泛,是比较经典的基本分析方法,是分析化学的基础。而现代仪器分析具有取样量少、测定快速、灵敏、准确和自动化程度高的特点,是分析化学的主要发展方向。

（二）现代仪器分析的分类

根据待测物质的待测性质、测量原理和信号特点,仪器分析可分为光学分析法、电化学分析法、色谱分析法和和其他仪器分析法四大类,如表0-1所示。

表0-1 现代仪器分析方法及其运用的化学和物理性质

分 类	特征性质	仪器方法
光学分析法	辐射的发射	原子发射光谱法、原子荧光光谱法、X 荧光光谱法、分子荧光光谱法、分子磷光光谱法、化学发光法、电子能谱、俄歇电子能谱
	辐射的吸收	原子吸收光谱法、紫外-可见分光光度法、红外光谱法、X 射线吸收光谱法、核磁共振波谱法、电子自旋共振波谱法、光声光谱
	辐射的散射	拉曼光谱法、比浊法、散射浊度法
	辐射的折射	折射法、干涉法
	辐射的衍射	X 射线衍射法、电子衍射法
	辐射的转动	旋光色散法、圆二向色性法、偏振法
电化学分析法	电 位	电位法、计时电位法
	电 荷	库仑法
	电 流	安培法、极谱法
	电 阻	电导法



续表

分 类	特征性质	仪器方法
色谱分析法	两相之间的分配	气相色谱分析 高效液相色谱分析 离子色谱法 薄层色谱法
其他仪器分析法	质 - 荷比 反应速率 热性质 放射活性	质谱法 动力学法 差热分析法、差示扫描量热法、热重量法、测温滴定法 同位素稀释法

1. 光学分析法

光学分析法(optical analysis)分为光谱法和非光谱法,是以电磁辐射为测量信号的分析方法。光谱法是依据物质对电磁辐射的吸收、发射或拉曼散射等作用建立的光学分析法,有原子发射光谱法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、紫外和可见吸收光谱法、红外光谱法、磷光法等;非光谱法是依据电磁辐射作用于物质之后发生的反射、折射、衍射、干涉或偏振等现象建立分析方法,主要有折射法、干涉法、浊度法、旋光法、X 射线衍射法及电子衍射法等。

2. 电化学分析法

电化学分析法(electrochemical analysis)是根据物质的电化学性质进行分析的一类方法,其理论基础是电化学与化学热力学。电化学分析法测定过程中得到的是电信号,易于实现自动化、连续化和遥控测定,尤其适用于生产过程的在线分析,灵敏度、选择性和准确度都很高,适用面广。根据测量的信号参数不同,电化学分析法有电导法、电位法、电解法、库仑法、伏安法和极谱法等,都是在电化学电池的基础上进行测量的。

3. 色谱分析法

色谱分析法(chromatography)是基于分离技术,利用样品中共存组分在两相(流动相和固定相)间的溶解能力、亲和能力、渗透能力、吸附和解吸能力、迁移速率等分配比的差异而进行分离和分析的方法。色谱法主要有气相色谱、薄层色谱、纸色谱、高效液相色谱、离子色谱、超临界流体色谱和高效毛细管电泳等。

4. 其他仪器分析法

利用生物学、动力学、热学、声学、力学等其他物质性质进行测定的仪器分析方法和技术,如免疫分析、催化动力学分析、热分析、中子活化分析、光声分析、质谱法和超速离心法等。

二、分析仪器和仪器分析的一般步骤

(一) 分析仪器

分析仪器(analytical instrument)一般含有信号发生器、输入换能器(或检测器)、信号处理器和输出换能器(或读出装置)四个基本组件,如图 0-1 所示。

信号发生器(signal generator)产生的分析信号,可以是样品本身,也可以是物质物理性质或物理现象的定量描述,如酸度计的信号就是溶液中的氢离子活度(表现为指示电极的电极电位),分光光度计的信号发生器包括样品、入射光源和单色器等。

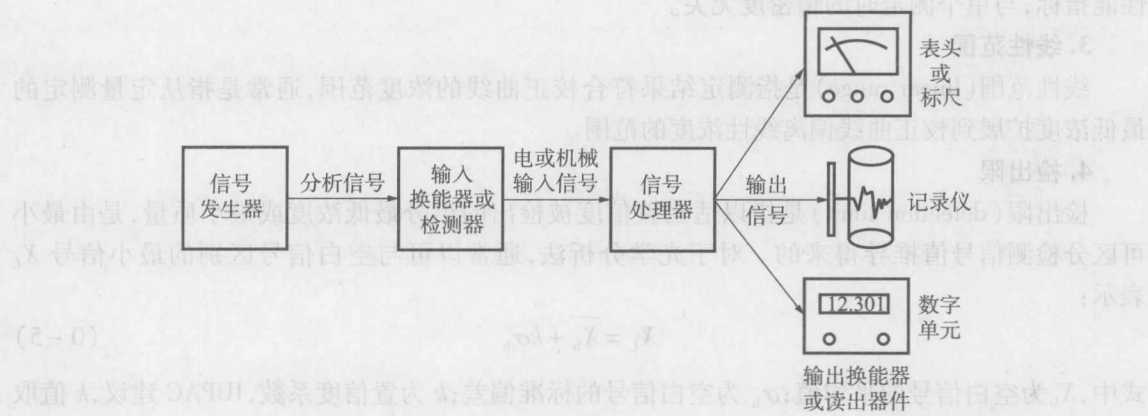


图 0-1 分析仪器的基本组件

检测器(detector)是将分析信号转变为可测定信号的装置,如光电倍增管将光信号转变成便于测定的电流信号,热电偶将辐射热信号转变为电压信号,离子选择性膜电极将离子的活度转换为电位信号等。

信号处理器(signal handler)是将微弱的各类分析信号进行放大、微积分处理,使之便于读出或记录。读出器件(readout device)则将放大后的信号在仪表、记录仪、打印机、示波器或计算机显示器等终端装置上显示出来。高档分析仪器通常装备有功能较齐全的分析工作站,通过多媒体软件,对整个分析过程进行程序控制操作和信号处理。

(二) 分析仪器的主要性能参数

仪器分析的基本性能指标包括精密度、灵敏度、线性范围、检出限等。

1. 精密度

精密度(precision)是指平行测定数据间相互吻合的程度,可表征随机误差的大小。国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)有关规定,精密度用相对标准偏差(RSD%)表示:

$$d_r = \sigma / \bar{x} \quad (0-1)$$

式中, σ 为绝对标准偏差; $\bar{x}$ 为测量的平均值。

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (0-2)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (0-3)$$

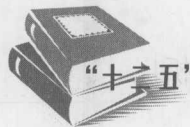
2. 灵敏度

IUPAC 规定,灵敏度的定量定义是校正灵敏度,是指在测定浓度范围中校正曲线的斜率。灵敏度可通过测量标准系列溶液的信号求得:

$$S = mc + S_{bl} \quad (0-4)$$

式中, S 为测定信号; c 为分析物的浓度; S_{bl} 为空白时仪器的信号,表现为校正曲线在 y 轴上的截距; m 为直线的斜率,即灵敏度。校正灵敏度与浓度 c 无关,而等于 m ,是方法或仪器的一种

绪
论



性能指标,与单个测定时的精密度无关。

3. 线性范围

线性范围(linear range)是指测定结果符合校正曲线的浓度范围,通常是指从定量测定的最低浓度扩展到校正曲线偏离线性浓度的范围。

4. 检出限

检出限(detection limit)是指以适当置信度被检出的组分最低浓度或最小质量,是由最小可区分检测信号值推导得来的。对于光学分析法,通常以可与空白信号区别的最小信号 X_L 表示:

$$X_L = \bar{X}_b + k\sigma_b \quad (0-5)$$

式中, $\bar{X}_b$ 为空白信号的平均值; σ_b 为空白信号的标准偏差; k 为置信度系数, IUPAC 建议, k 值取 3。则检出限可表示为:

$$D = \frac{3\sigma_b}{m} \quad (0-6)$$

式中, D 为检出限,即 $X_L - \bar{X}_b$,也就是最小可区分检测信号; σ_b 为标准偏差; m 为方法或仪器的灵敏度。

(三) 仪器分析的一般步骤

1. 采样点布设和样品采集

同一物质在同一时间不同地理位置含量是变化的。大气样品的采样点应视污染源分布、风向、人口密度、待测物质浓度高低等因素,采用扇形、同心圆、放射式或功能区划分等方法进行布点;水质样品的采样点应考虑到水体功能、流动性、待测物分布等因素布点;土壤、固体废物等样品的采集应综合考虑多方面的因素,采用诸如对角线、梅花形、棋盘式、功能分区等布点法,满足布点的空间代表性的要求。

样品的采集方式和时间与待测物在环境中的时间分布情况有关,即同一地点不同时间,待测物的浓度也可能不同。样品采集要注意样品的均匀性、稳定性和代表性,选择适当的采集策略和方法。

2. 样品的制备和预处理

可以直接用仪器进行分析的样品称为分析样品,采集的原始样品通常需要进行制备和预处理,才能满足直接分析的要求。

气体和液体试样均匀性好,一般可以直接进行预处理或分析,固体样品则需要经过风干、四分法、磨碎、过筛等操作。风干应避开阳光直射,在通风良好的地方进行,风干时可剔除杂物,并进行必要的翻拌;四分法对土壤和固体废弃物的缩分是很有效的方法,可以在采样现场或风干后进行;磨碎样品可使样品混和后更均匀,磨碎样品使用的磨具和方法要根据样品性质进行选择,可以压碎、揉碎、磨碎或用剪刀剪碎;过筛的粒度依据实验要求确定,一般在 20 目左右,未能透过筛孔的样品需继续磨碎,直至全部过筛。

预处理样品是利用化学或物理方法对样品进行分解,对组分进行提取或分离等操作。预处理样品主要有 3 个作用:(1)分解固体物质,溶解悬浮物质,使被测物由不可测态转变为可测态;(2)富集被测物质,以满足分析仪器的灵敏度;(3)将干扰物质和被测物质分离,防止测定时影响结果。常用的富集和分离手段有溶剂萃取、蒸馏、挥发、吸附、共沉淀、离子交换等。