



高职高专“十二五”规划教材

现代仪器分析

王志勇 刘金权 主编

XIANDAI YIQI FENXI



化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

现代仪器分析

王志勇 刘金权 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

内 容 提 要

本教材以职业能力培养为重点,将检验分析岗位中涉及的常用仪器分析方法分成光学分析法、电化学分析法、色谱分析法、其他分析法四个模块十个项目,再将各项目按生产的实际要求分解成若干任务。其基本框架为:必备知识、拓展知识、实践操作、项目小结、思考与练习等。其中实践项目以目前检测分析行业中常用的实际任务作为案例进行实训。

本书是生物技术、食品药品、药学、药物分析、资源、环境保护、粮食等类专业的必修课教材,同时可供相关专业的学生和技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析/王志勇,刘金权主编. —北京:化学工业出版社,2013.8

高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-18078-0

I. ①现… II. ①王…②刘… III. ①仪器分析-高等职业教育-教材 IV. ①O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 173050 号

责任编辑:梁静丽

文字编辑:刘志茹

责任校对:王素芹

装帧设计:关 飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷:北京云浩印刷有限责任公司

装 订:三河市前程装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 15 1/4 字数 374 千字

2013 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:29.80 元

版权所有 违者必究

前言

仪器分析是生物技术、食品药品、药学、药物分析、资源、环境保护、粮食等类专业的必修课，是该类专业毕业生从事检验分析工作必须掌握的专业技能。为落实“加大课程建设与改革的力度，增强学生的职业能力”的精神，根据相关行业和高职教育相关专业检验分析岗位的目标要求，考虑到仪器分析技术更新快的特殊性，我们编写了《现代仪器分析》教材。

本教材以职业能力培养为重点，经市场调查将检验分析岗位中涉及的常用仪器分析方法分成光学分析法、电化学分析法、色谱分析法和和其他分析法四个模块十个项目，再将各项目按生产的实际要求分解成若干任务。其基本框架为：必备知识（含各类仪器分析方法的方法原理及仪器的组成与构造）、拓展知识、实践操作（含仪器使用、维护与保养及相应的实验技术）、项目小结、思考与练习等。其中实践项目以目前检测分析行业中常用的实际任务作为案例进行实训。

在编写时以“必需、实用、够用”为度，力求概念准确，深入浅出，突出重点，语言简练，便于教学和阅读。本书力图通过本课程的学习，促进学生使用仪器进行产品检验能力的培养和职业素养的养成，以满足相关行业对高端技能型质量检验人才培养的需要。在编写过程中，自始至终渗透着以学生为主体的教学思想。

本教材联合了9所高职高专院校的骨干教师以及行业专家共同编写，全书由杨建清、王志勇统稿和审稿。在编写过程中，编者所在院校的领导及化学工业出版社给予了大力支持，编者还参考了有关专家和编者的文献资料和教材，在此对相关单位与个人一并表示最衷心的感谢！

由于编者水平和经验有限，书中定有疏漏和不足之处，敬请各位专家、同行和读者予以批评指正。

编者
2013年5月

目 录

绪论

模块一 光学分析法

项目一 紫外-可见分光光度法 /8

任务一 紫外-可见分光光度计的基本操作	9
※ 必备知识	9
一、紫外-可见分光光度法的原理	9
二、常见的紫外-可见分光光度计	17
※ 实践操作 常见紫外-可见分光光度计的使用、维护及保养	21
任务二 紫外-可见分光光度法的应用	25
※ 必备知识	25
一、紫外-可见分光光度法的应用之一——定量分析	25
二、紫外-可见分光光度法的应用之二——定性分析	31
※ 拓展知识 紫外-可见分光光度法应用的进展	33
一、固体样品可直接进行测量	33
二、微型光纤分光光度计的使用扩大了分光光度计的应用范围	33
三、联用技术提升分光光度法的效果	34
※ 实践操作一 样品中亚硝酸盐含量的测定（参考 GB/T 5009. 33—2008）	34
※ 实践操作二 饮料中苯甲酸含量的测定（参考 GB/T 12289—90）	36
【项目小结】	38
【思考与练习】	38

项目二 原子吸收光谱法 /41

任务一 原子吸收分光光度计的基本操作	42
※ 必备知识	42
一、原子吸收光谱法概述	42

二、原子吸收分光光度计的结构及工作原理	46
三、原子吸收分光光度计的类型	52
※ 实践操作 常见原子吸收分光光度计的使用、维护与保养	53
任务二 原子吸收光谱法的应用	55
※ 必备知识	55
一、试样的制备	55
二、标准样品溶液的配制	57
三、测量条件的选择	57
四、定量方法	60
五、干扰及其消除	63
※ 拓展知识 原子荧光光谱法	68
一、原子荧光光谱法概述	68
二、原子荧光光谱分析的基本原理	68
三、原子荧光分光光度计	69
四、原子吸收光谱法与原子荧光光谱法的比较	70
※ 实践操作一 原子吸收法测定葡萄糖酸锌口服液中锌含量	70
※ 实践操作二 原子吸收法测定自来水中钙的含量	72
【项目小结】	73
【思考与练习】	73

项目三 红外吸收光谱分析法 /75

任务 红外吸收光谱仪的使用	75
※ 必备知识	75
一、概述	75
二、物质产生红外吸收光谱的原因	76
三、认识傅里叶红外光谱仪	86
※ 实践操作 傅里叶变换红外光谱仪的结构、原理及使用	87
【项目小结】	88
【思考与练习】	89

模块二 电化学分析法

项目四 电位分析法 /94

任务一 直接电位法的应用	94
※ 必备知识	94
一、电位分析法的理论依据	94
二、酸度计的基本构造及使用	99
三、离子选择性电极的定量方法	100

四、离子计的基本构造及使用	100
五、直接电位法测定溶液 pH 的原理	101
六、直接电位法测定离子活(浓)度的原理	101
※ 拓展知识 pH 计在药物分析中的应用	102
※ 实践操作一 水溶液 pH 的测定	102
※ 实践操作二 离子选择性电极法测牙膏中氟离子的含量	104
任务二 电位滴定分析法及其应用	105
※ 必备知识	105
一、电位滴定原理	105
二、电位滴定装置及其使用	105
三、电位滴定法如何确定滴定终点	105
四、电位滴定法的特点	106
五、电位滴定法的应用	106
※ 实践操作 电位滴定法测定氯化钠注射液的含量测定	107
任务三 永停滴定分析法及其应用	109
※ 必备知识	109
一、永停滴定法的基本原理	109
二、永停滴定仪	110
※ 实践操作 对氨基苯磺酸钠的含量测定(永停滴定法)	111
【项目小结】	113
【思考与练习】	113

模块三 色谱分析法

项目五 气相色谱法 /118

任务一 气相色谱仪的使用与维护	118
※ 必备知识	118
一、色谱分析概述	118
二、色谱流出曲线和术语	119
三、气相色谱基本理论	121
四、气相色谱仪的构造	124
※ 实践操作 常见气相色谱仪的操作	128
任务二 气相色谱的定性分析	131
※ 必备知识	131
一、样品的采集与处理	131
二、分离操作条件的选择	132
三、定性分析	135
※ 实践操作 白酒中微量成分的定性分析	136
任务三 气相色谱的定量分析——外标分析法	137

※ 必备知识	137
※ 实践操作一 外标法测定食品中苯甲酸和山梨酸的含量	138
※ 实践操作二 面粉中增白剂含量的测定	140
任务四 气相色谱的定量分析——内标法	141
※ 必备知识	141
※ 实践操作 内标法测定八角茴香油中茴香脑的含量	142
任务五 气相色谱的定量分析——归一化法	143
※ 必备知识	143
※ 实践操作 归一化法测定丁醇异构体的含量	144
【项目小结】	145
【思考与练习】	145

项目六 高效液相色谱法 /147

任务一 高效液相色谱仪的使用	147
※ 必备知识	147
一、液相色谱概述	147
二、高效液相色谱基本理论	148
三、高效液相色谱的主要类型及其分离原理	152
四、高效液相色谱仪的基本构造	156
※ 实践操作 高效液相色谱仪的使用及维护与保养	162
任务二 高效液相色谱法的分析方法	168
※ 必备知识	168
一、高效液相色谱法的实验技术	168
二、高效液相色谱法的应用	170
※ 实践操作一 原料乳与乳制品中三聚氰胺的测定	172
※ 实践操作二 水产品中诺氟沙星、盐酸环丙沙星、恩诺沙星残留量的测定	175
※ 实践操作三 食品中苏丹红染料的残留量测定	177
【项目小结】	180
【思考与练习】	180

项目七 平面色谱法 /182

任务 薄层色谱法的应用	182
※ 必备知识	182
一、平面色谱法的基本原理	182
二、薄层色谱操作技术	184
三、纸色谱法	188
※ 拓展知识	189
一、高效薄层色谱法	189

二、薄层扫描法·····	189
※ 实践操作一 薄层色谱法分离鉴定复方磺胺甲噁唑片中 SMZ 及 TMP ·····	190
※ 实践操作二 食品中苯甲酸、山梨酸的测定 ·····	192
【项目小结】 ·····	194
【思考与练习】 ·····	194

项目八 离子色谱法 /195

任务一 离子色谱仪的使用·····	195
※ 必备知识 ·····	195
一、离子色谱法的原理·····	195
二、离子色谱仪的构造·····	198
※ 实践操作 常见离子色谱仪的操作规范及维护保养 ·····	201
任务二 离子色谱法的应用·····	202
※ 必备知识 ·····	202
一、去离子水的制备及溶液配制·····	202
二、流动相的选择·····	203
三、离子色谱样品预处理技术·····	203
四、定性方法·····	203
五、定量方法·····	204
六、离子色谱法的应用·····	204
※ 拓展知识 ·····	205
一、离子交换色谱法 (IEC) ·····	205
二、离子排斥色谱法·····	206
三、离子对色谱法·····	206
※ 实践操作一 啤酒中一价阳离子的定量分析 ·····	206
※ 实践操作二 离子色谱法测定水样中常见阴离子含量 ·····	208
【项目小结】 ·····	211
【思考与练习】 ·····	211

模块四 其他仪器分析方法

项目九 质谱法 /214

任务 质谱法及其应用·····	215
※ 必备知识 ·····	215
一、质谱分析的基本原理·····	215
二、质谱仪·····	216
三、质谱图的定性定量分析·····	218
【项目小结】 ·····	222

【思考与练习】 223

项目十 仪器联用技术 /224

任务一 气质联用..... 224

 ※ 必备知识 224

 一、气质联用的优势..... 224

 二、气质联用要解决的问题..... 225

 三、气质联用系统的组成..... 226

 四、气质联用常用的测定方法..... 227

 五、气质联用的应用..... 227

任务二 液相色谱-质谱联用 228

 ※ 必备知识 228

 一、HPLC-MS 联用技术的优势 228

 二、HPLC -MS 联用技术原理 228

 三、HPLC -MS 联用技术的主要应用 231

【项目小结】 232

【思考与练习】 232

参考文献 /233

绪 论

[知识目标]

- 理解仪器分析及其与分析化学及化学分析的关系。
- 理解常用的仪器分析方法、特点及其发展趋势。

一、分析化学与仪器分析

分析化学是研究物质的组成、状态和结构的科学。它包括化学分析和仪器分析两大部分。化学分析是指利用化学反应和它的计量关系来确定被测物质的组成和含量的一类分析方法。仪器分析是用比较复杂或特殊的分析仪器测量物质的某些物理或物理化学性质以确定其化学组成、状态、含量及化学结构的一类分析方法，又称为物理和物理化学分析法。

物理分析法：根据被测物质的某种物理性质与组分的关系，不经化学反应直接进行定性或定量分析的方法。如光谱分析等。

物理化学分析法：根据被测物质在化学变化中的某种物理性质与组分之间的关系，进行定性或定量分析的方法。如电位分析法等。

化学分析与仪器分析两者的区别不是绝对的。仪器分析从操作上（标准溶液的配制、试样前的处理等）、理论上（配合、掩蔽等）是以化学分析为基础。此外，在进行仪器分析之前，时常要用化学方法对试样进行预处理。因此化学方法和仪器分析是相辅相成的。在使用时应根据具体情况，取长补短，互相配合。

随着科学技术的发展，分析化学在方法和实验技术方面都发生了深刻的变化，特别是新的仪器分析方法不断出现，且其应用日益广泛，从而使仪器分析在分析化学中所占的比重不断增长，为分析化学带来革命性的变化。

仪器分析是生物技术、食品药品、资源环保、石油化工类专业的基础课程之一。通过本课程的学习，使学生能基本掌握常用仪器分析方法的基本原理和仪器的简单结构；要求学生初步具有根据分析的目的，结合学到的各种仪器分析方法的特点和应用范围，选择和运用适宜的分析方法的综合应用能力，同时培养学生的创新思维方式和能力。

二、仪器分析的分类

现代仪器分析方法种类繁多，人们通常根据测量原理和测量参数的特点将其分为光学分析法、电化学分析法、色谱分析法和和其他分析法，每类分析法又包含多种具体的分析方法。

1. 光学分析法

光学分析法是基于物质发射的光或光与物质相互作用而建立的一类分析方法的统称。光学分析法包括光谱分析法和非光谱分析法两大类。

光谱法是通过检测样品光谱的波长和强度来进行分析的。因为这些光谱是物质的原子或分子的特定能级的跃迁所产生的，它带有结构的信息，所以根据特征谱线的波长可以进行定性分析；而光谱强度与物质的含量有关，故可进行定量分析。属于这一类的方法有：原子发射光谱法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、紫外-可见吸收光谱法、红外光谱法、核磁共振波谱法、X射线荧光光谱法、分子荧光光谱法、分子磷光光谱法等。

非光谱法不涉及光谱的测量，亦即不涉及能级的跃迁。它是通过测量电磁辐射与物质相

互作用后,某些(如折射、反射、干涉、衍射和偏振等)基本性质的变化来进行分析的,如折射法、干涉法、旋光法、X射线衍射法和电子衍射法等。

2. 电化学分析法

电化学分析法是根据物质在溶液中和电极上的电化学性质为基础建立的一类分析方法。溶液的电化学现象一般发生于化学电池中,所以测量时要将试液构成化学电池的组成部分。通过测量该电池的某些电参数,如电阻(电导)、电极电位、电流、电量的变化等对被测物质进行分析。根据测量参数的不同,可分为电导分析法、电位分析法、电解和库仑分析法以及伏安法和极谱法等。

3. 色谱分析法

色谱分析法是以物质的不同组分在互不相溶的两相中的吸附能力、溶解能力或其他亲和作用力的差异而建立起来的分离分析方法。用气体作为流动相的称为**气相色谱法**,用液体作为流动相的称为**液相色谱法**。

液相色谱根据固定相的差异可分为薄层色谱(液固色谱)、纸色谱(液液色谱)、柱色谱,不过通常所说的液相色谱法仅指所用固定相为柱型的柱液相色谱法。柱色谱包括液固吸附色谱、液液分配色谱、亲和色谱、凝胶色谱、离子色谱等。

4. 其他仪器分析方法

(1) **质谱分析法** **质谱分析法**是通过将样品转化为运动的气态离子,然后利用离子在电磁场中运动性质的差异,按物质的质荷比的不同而进行分离分析的方法。

(2) **热分析法** **热分析法**是根据物质的性质(质量、体积、热导或反应热)与温度之间的动态关系而建立起来的一种分析方法,包括热重量法、差热分析法等。

三、仪器分析的特点

仪器分析的内容十分广泛,而且各种方法相互比较独立,可以自成体系,每种方法都有自己的特点。然而若将仪器分析作为一个整体与化学分析相比较,则可看出它有如下几个主要特点。

1. 仪器分析方法的灵敏度极高、检出限低

仪器分析方法的灵敏度高,其绝对灵敏度可达 $1 \times 10^{-9} \text{ g}$,甚至 $1 \times 10^{-12} \text{ g}$,远高于化学分析法。样品用量由化学分析的 mL、mg 级降低到仪器分析的 μL 、 μg 级,甚至更低。因此仪器分析比较适合于微量、痕量和超痕量组分的测定。

2. 仪器分析方法多数选择性较好,适于复杂组分试样的分析

由于许多电子仪器对某些物理或物理化学性质的测试,有较高的分辨能力,可以通过选择或调整测试条件,使共存组分的测定相互间不产生干扰。

3. 操作简便,分析速度快,易于实现自动化和智能化

一般在数秒或几分钟内就可完成一项测试工作。有些仪器还配有自动记录装置,以及应用微型电子计算机采集和处理数据,被测组分的浓度变化或物理性质变化能转变成某种电学参数(如电阻、电导、电位、电容、电流等),这都会使分析工作大大缩短时间,及时报告分析结果,特别适合于控制生产过程的在线分析。

4. 适应性强,应用广泛

仪器分析方法种类繁多,方法功能各不相同,所以仪器分析的适应性强,不仅可以作定性定量分析;还可以用于结构状态、空间分布、微观分布等有关特征分析;还可以进行微

区、纵深分析以及遥测、遥控分析等。

5. 相对误差较大

多数仪器分析方法相对误差较大,一般为5%左右,有的甚至更大。这样的准确度对常量组分的分析显然是不适宜的;但对痕量组分的测定,因其含量极低,还是相当理想的(因为绝对误差较小)。

6. 设备复杂、昂贵、需长期维护、环境要求高,尚不易普及

目前,多数分析仪器及其附属设备都比较精密贵重,不少分析仪器都带有微处理机。这些大型复杂精密仪器,每台需几十万元,而且目前有不少仪器需从国外引进,各种分析仪器通常都需配备专业人员进行操作维护和管理等,因此有些大型分析仪器目前不能普及应用。

7. 绝大部分仪器分析法都是相对分析方法

即未知物的分析结果都是通过与已知标准物作比较(标准曲线法或标准加入法)而确定的。而很多标准物的含量都需要用化学分析方法来标定。

四、现代仪器分析的发展趋势

现代分析化学是一门崭新而年轻的学科,属于与数学、电子学、物理学、计算机科学、现代信息技术科学交叉发展的新学科。分析化学的发展历史上已出现过三次巨大变革。

19世纪末到20世纪初:分析化学从一门技术上升到科学理论,建立了溶液理论(四大平衡理论),第一次变革的标志工具是天平的使用。

20世纪40~80年代:分析化学突破了以经典化学分析为主的局面,开创了仪器分析的新时代。由“分析技术科学”上升到“化学信息科学”。第二次变革的标志工具是大量电子分析仪器、仪表的使用。

从20世纪80年代至今,以计算机应用为主要标志的信息时代的来临,给科学技术的发展带来巨大活力。分析化学正处在第三次变革时期。

纵观分析化学三次巨大变革的历史可以看出,学科之间相互渗透与相互促进是分析化学发展的基本规律。21世纪是生命科学和信息科学的世纪,正探求可持续发展的道路,分析化学面临巨大的机遇和挑战。21世纪仪器分析的发展趋势可归纳为以下几个方面。

1. 分析仪器的智能化

计算机技术对仪器分析的发展影响极大。在分析工作者的指令控制下,仪器自动处于优化的操作条件完成整个分析过程,进行数据采集、处理、计算等,直至动态CRT显示和最终曲线报表。现在由于计算机性能价格比的大幅度提高,已开始采用功能完善的微型计算机,随着硬件和软件的平行发展,分析仪器将更为智能化、高效、多用途。

2. 仪器分析方法的创新

仪器分析方法的准确度、选择性、灵敏度和分析速度等方面将进一步提高,许多新的痕量与超痕量分析方法($\text{ng} \cdot \text{g}^{-1}$ 至 $\text{pg} \cdot \text{g}^{-1}$ 以及 $\text{fg} \cdot \text{g}^{-1}$ 和 $\text{ag} \cdot \text{g}^{-1}$,甚至 $\text{zg} \cdot \text{g}^{-1}$)将逐步建立。各种选择性检测技术和多组分同时分析技术等是当前仪器分析研究的重要课题。

3. 仪器联用技术

现代科学技术发展的特点是学科之间的相互交叉、渗透,各种新技术的引入、应用等,促进了学科的发展,使之不断开拓新领域、新方法。将几种仪器分析方法结合起来,组成联用分析技术,可以取长补短,起到方法间的协同作用,从而提高方法的灵敏度、准确度及对复杂混合物的分辨能力,同时还可获得两种手段各自单独使用时所不具备的某些功能,因而

联用分析技术已成为当前仪器分析方法的主要方向之一。特别是分离与检测方法的联用。例如气相、液相或超临界流体色谱和光谱技术（质谱、核磁共振、傅里叶变换红外光谱或原子色谱等）相结合。这两种技术的各自缺点（色谱识别缺乏可靠性及光谱技术需要高纯的分析物）由其优点互补（色谱分离的高效能和光谱识别的可靠性）。如：气相色谱-质谱联用（GC-MS）、气相色谱-傅里叶变换红外光谱联用（GC-FTIR）、气相色谱-原子发射光谱联用（GC-AES）、液相色谱-质谱联用（LC-MS）、液相色谱-傅里叶变换红外光谱联用（LC-FTIR）以及液相色谱-核磁共振波谱（LC-NMR）联用等。

4. 扩展时空多维信息新型动态分析检测和非破坏性分析

目前仪器分析大多数仍然是离线分析检测，所得结果绝大多数都是静态的非直接现场数据，不能瞬时直接准确地反映生产实际和生命环境的情景实况，以致不能及时控制生产、生态和生物过程。因此，运用先进的技术和分析原理，研究并建立有效而实用的实时、在线和高灵敏度和高选择性的新型动态分析检测和非破坏性分析以及多元多参数的检测监视方法，从而研制出相应的新型分析仪器将是仪器分析发展的一个主流，也是分析化学第三次变革的主要内容。

模块一

光学分析法

凡是以光为测量信号的分析方法或者以物质发射光或光与物质相互作用为基础建立起来的一类分析方法统称为光学分析法。这类分析是仪器分析的重要组成部分，应用范围广泛。