

“十三五”普通高等教育规划教材

# 仪器分析实验

Instrumental Analysis Experiment

张进 孟江平 主编



化学工业出版社

“十三五”普通高等教育规划教材

# 仪器分析实验

Instrumental Analysis Experiment

张进 孟江平 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《仪器分析实验》是《仪器分析》课程重要的实践教学环节,是化学、化工、制药、环境、材料、食品科学、冶金等本科专业一门重要的专业基础课。本书在内容编排上,选择能够代表仪器分析发展方向、易于实验室进行的实验项目。同时,本书也是在我国应用型大学建设、培养应用型仪器分析人才的背景下组织编写的,内容充分体现以应用型人才培养为核心、以培养学生动手能力为宗旨的实验教学思想。

本书共7章内容,38个实验项目,包括仪器分析实验概述、分子光谱分析法、色谱分析法、原子光谱分析法、电化学分析法、热分析法和其他分析法。详细介绍仪器分析实验各分析仪器的基本原理、仪器组成与基本操作和相应的实验技术,所选择的实验项目具有一定的代表性和应用性,有助于学生系统、完整地掌握仪器分析技术,提高实践应用能力,进一步培养应用型仪器分析人才。

本书可作为普通高校化学、化学工程与工艺、制药工程、环境科学、食品科学、材料等专业教材,也可供相关专业研究生、实验技术人员和科研人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验/张进,孟江平主编. —北京:化学工业出版社,2017.9

“十三五”普通高等教育规划教材

ISBN 978-7-122-30381-3

I. ①仪… II. ①张…②孟… III. ①仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. ①O657-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第186956号

---

责任编辑:闫敏 杨菁

文字编辑:陈雨

责任校对:边涛

装帧设计:韩飞

---

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)

印装:高教社(天津)印务有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张11 字数262千字 2017年9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:36.00元

版权所有 违者必究

# 《仪器分析实验》编委会

主 编：张 进 孟江平

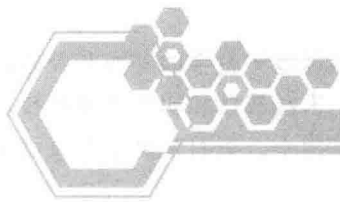
副主编：唐 英 徐 强 朱 江 胡承波

编 委（以姓氏笔画为序）：

王召东 邓小红 安继斌 朱 江

何家洪 张 进 孟江平 胡承波

徐 强 唐 英 黄孟军 蔡艳华



# 前言

现代分析测试技术是认识客观物质世界和改造客观物质世界的重要工具，是化学、化工、制药、环境、生物、材料、食品、冶金、地质、采矿、刑侦、军事等领域研究和生产实践中不可缺少的关键技术，是当代相关专业本科生和研究生必须具备的基本科研素质。当前，随着科学技术的不断进步和人们认识水平的不断提高，越来越多的科研工作和生产实践离不开仪器分析，特别是近年来一些精密分析测试仪器的出现，使得人们认识客观物质世界的能力得到了进一步的提升。这些精密分析测试仪器的出现，对认识物质世界，揭开物质世界的神秘面纱，服务人们的日常生活具有重要作用。

仪器分析作为现代分析测试手段，目前已广泛应用于许多领域的科研和生产，为人们提供大量的物质组成、内部结构和表面形貌等方面的详细信息，这些信息对人们认识和改造世界、创造价值、造福人类具有举足轻重的作用。仪器分析课程成为高校相关专业的必修课程。仪器分析实验是仪器分析课程重要的实践教学环节，是化学、化工、制药、环境、生物、材料、食品、冶金、地质、采矿、刑侦等本科专业一门重要的专业基础课。通过仪器分析实验课的实训，培养学生使用现代分析测试仪器正确地获取待测试物质的相关实验数据，并能够对实验数据进行科学的处理与分析，得出有价值的信息，再利用这些有价值的信息进行科学研究和生产实践，进而服务于社会发展。

本书是在应用型大学建设背景下，根据应用型专业人才培养要求，组织长期从事仪器分析实验教学一线工作的教师编写的。编写组成员将其多年来的教学经验与教学成果汇聚成书，供培养应用型仪器分析专业人才使用。

本书在内容编排上，体现应用型专业人才培养要求，适合不同专业需求。在编写过程中，选择具有代表性的实验项目，每一种分析测试技术均按照“基本原理—仪器构造及使用—常见仪器—实验技术”组织编写，实验内容和实训过程充分体现以应用型专业人才培养为核心、以培养学生动手能力为目标的实验教学思想。

本书共7章内容，38个实验项目，包括仪器分析实验概述、分子光谱分析法、色谱分析法、原子光谱分析法、电化学分析法、热分析法和其他分析法。第1章为仪器分析实验概述，主要介绍仪器分析实验的地位与作用、仪器分析实验的目的与要求、仪器分析主要技术指标、样品预处理方法和数据处理方法等。第2章为分子光谱分析法，主要介绍紫外-可见分光光度法、红外光谱法、荧光分析法和拉曼光谱分析法的相关原理、仪器构成与使用及相关实验项目。第3章为色谱分析法，主要介绍气相色谱分析法、高效液相色谱分析法和离子色谱法的相关原理、仪器构成与使用及相关实验项目。第4章为原子光谱分析法，主要介绍原子发射光谱法和原子吸收光谱法的相关原理、仪器构成与使用及相关实验项目。第5章为电化学分析法，主要介绍电位分析法、电解与库仑分析法、伏安分析法和电导分析法的相关原理、仪器构成与使用及相关实验项目。第6章为热分析法，主要介绍差热分析法和差示扫描量热法、热失重法的基本原理、仪器构成与使用及相关实验项目。第7章为其他分析法，主要介绍毛细管电泳分析法、有机元素分析法、X射线衍射分析法和核磁共振波谱分析法的

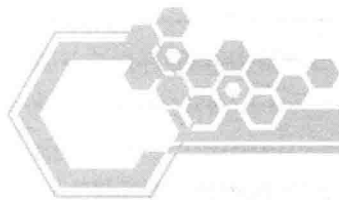
相关原理、仪器构成与使用及相关实验项目。

本书凝聚了重庆文理学院材料与化工学院全体教师多年教学的心血和经验，主编为张进教授和孟江平博士，副主编为唐英教授、徐强教授、朱江教授和胡承波副教授。参编人员为邓小红副教授、蔡艳华副教授、何家洪博士、安继斌博士、王召东博士和黄孟军博士。全书由张进教授和孟江平博士组织、协调和统稿。

本书编写得到了环境材料与修复技术重庆市重点实验室、激酶类创新药物重庆市重点实验室、创新靶向药物重庆市工程实验室和重庆文理学院校本教材立项（XBJC201507）的资助，在此表示感谢。本书编写过程中，还得到了相关院校同行专家的鼓励与支持，在此深表谢意。

由于编者的水平有限且时间仓促，书中不当之处在所难免，敬请广大读者批评指正。

编 者



# 目 录

<b>第 1 章 仪器分析实验概述</b> .....	<b>1</b>
1.1 仪器分析的地位与作用 .....	1
1.2 仪器分析实验在仪器分析中的作用 .....	2
1.3 仪器分析实验的目的与要求 .....	2
1.3.1 预习 .....	3
1.3.2 分析仪器的使用要求 .....	3
1.3.3 实验报告 .....	3
1.4 仪器分析主要技术指标 .....	4
1.4.1 精密度 .....	4
1.4.2 灵敏度 .....	4
1.4.3 检出限 .....	4
1.4.4 线性范围 .....	5
1.4.5 标准曲线 .....	5
1.5 样品预处理方法 .....	5
1.5.1 干灰化法 .....	5
1.5.2 湿式消解法 .....	6
1.5.3 熔融分解法 .....	7
1.6 分析数据的表达 .....	8
1.6.1 列表法 .....	8
1.6.2 图形表示法 .....	9
1.6.3 数学方程式表示法 .....	10
1.6.4 数据处理软件 .....	10
<b>第 2 章 分子光谱分析法</b> .....	<b>11</b>
2.1 紫外-可见分光光度法 .....	11
2.1.1 基本原理 .....	11
2.1.2 紫外-可见分光光度计的结构及组成 .....	13
2.1.3 紫外-可见光谱的应用 .....	14
2.1.4 实验技术 .....	15
实验 2.1.1 邻二氮菲分光光度法测定铁 .....	15
实验 2.1.2 土壤速效磷含量的测定(碳酸氢钠法) .....	17
实验 2.1.3 紫外-可见分光光度法测定醋酸地塞米松的含量 .....	19
实验 2.1.4 紫外分光光度法测定柚皮中黄酮的含量 .....	20
2.2 红外光谱法 .....	22

2.2.1	基本原理	22
2.2.2	傅里叶变换红外光谱仪的结构及组成	24
2.2.3	红外光谱的应用	24
2.2.4	实验技术	26
实验 2.2.1	苯甲酸红外吸收光谱的测定——KBr 晶体压片法制样	26
实验 2.2.2	聚乙烯和聚苯乙烯膜红外光谱测定——薄膜法	28
2.3	荧光分析法	29
2.3.1	基本原理	29
2.3.2	荧光分光光度计的结构及组成	32
2.3.3	荧光分光光度计的应用	33
2.3.4	实验技术	33
实验 2.3.1	维生素的荧光光度法测定	33
实验 2.3.2	分子荧光法测定水杨酸和乙酰水杨酸	35
2.4	拉曼光谱分析法	36
2.4.1	基本原理	36
2.4.2	拉曼光谱仪的结构及组成	38
2.4.3	拉曼光谱的应用	39
2.4.4	实验技术	41
实验 2.4.1	有机酸的拉曼光谱测定	41
实验 2.4.2	碳纳米管的拉曼光谱测定	43
实验 2.4.3	合成橡胶的红外光谱和拉曼光谱分析	44
<b>第 3 章</b>	<b>色谱分析法</b>	<b>46</b>
3.1	气相色谱分析法	46
3.1.1	基本原理	46
3.1.2	气相色谱仪的结构及组成	47
3.1.3	气相色谱的应用	47
3.1.4	实验技术	49
实验 3.1.1	苯同系物的分离	49
实验 3.1.2	气相色谱法测定氨苄西林钠中吡啶溶剂残留量	51
实验 3.1.3	程序升温气相色谱法对醇系物的分离分析	52
3.2	高效液相色谱分析法	54
3.2.1	基本原理	54
3.2.2	高效液相色谱的结构及组成	55
3.2.3	液相色谱的应用	57
3.2.4	实验技术	57
实验 3.2.1	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	57
实验 3.2.2	高效液相色谱法测定芸香苷的含量	58
实验 3.2.3	反相液相色谱法测定粮食样品中三氟羧草醚的含量	60
3.3	离子色谱法	61

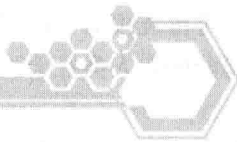


3.3.1	基本原理	61
3.3.2	离子色谱仪的结构及组成	62
3.3.3	离子色谱的应用	63
3.3.4	实验技术	63
实验 3.3.1	离子色谱测定矿泉水中阴离子 ( $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $SO_4^{2-}$ )	63
实验 3.3.2	离子色谱法测定蔬菜中硝酸盐和亚硝酸盐	65
实验 3.3.3	离子色谱法同时测定中草药黄芪中磷硫含量	66
<b>第 4 章</b>	<b>原子光谱分析法</b>	<b>68</b>
4.1	原子发射光谱法	68
4.1.1	基本原理	68
4.1.2	原子发射光谱仪的构成及使用	69
4.1.3	光谱定性分析	74
4.1.4	光谱定量分析	76
4.1.5	光谱半定量分析	77
4.1.6	光电直读等离子体发射光谱仪	78
4.1.7	原子发射光谱法的特点和应用	79
4.1.8	实验技术	79
实验 4.1.1	矿泉水中微量元素的 ICP-AES 法测定	79
实验 4.1.2	原子发射光谱摄谱法定性分析合金中的元素	81
实验 4.1.3	原子发射光谱定性和半定量分析	83
4.2	原子吸收光谱法	85
4.2.1	基本原理	85
4.2.2	原子吸收光谱仪的构成及使用	89
4.2.3	定量分析方法	92
4.2.4	干扰及其抑制	92
4.2.5	测定条件的选择	95
4.2.6	原子吸收光谱分析法的特点及其应用	96
4.2.7	原子荧光光谱法	96
4.2.8	实验技术	98
实验 4.2.1	原子吸收分光光度法测定自来水中的镁含量	98
实验 4.2.2	石墨炉原子吸收光谱法测定水中钴含量	99
实验 4.2.3	原子吸收分光光度法测定水样中铜含量	100
<b>第 5 章</b>	<b>电化学分析法</b>	<b>103</b>
5.1	电位分析法	103
5.1.1	基本原理	103
5.1.2	电位分析法的分类和特点	103
5.1.3	离子选择性电极及特性参数	106
5.1.4	测量仪器与参比电极	107

5.1.5	电位分析实验技术 .....	110
实验 5.1.1	用氟离子选择电极测定水中的微量氟 .....	110
5.2	电解与库仑分析法 .....	111
5.2.1	电解分析法 .....	111
5.2.2	库仑分析法 .....	113
5.2.3	实验技术 .....	116
实验 5.2.1	库仑滴定法测定维生素 C 的含量 .....	116
5.3	伏安分析法 .....	118
5.3.1	基本原理 .....	118
5.3.2	循环伏安法的测量装置及组成 .....	119
5.3.3	溶出伏安法 .....	121
5.3.4	实验技术 .....	124
实验 5.3.1	循环伏安法测定 $K_3[Fe(CN)_6]$ .....	124
5.4	电导分析法 .....	125
5.4.1	直接电导法 .....	125
5.4.2	电导滴定法 .....	127
5.4.3	直接电导法的应用 .....	127
5.4.4	实验技术 .....	127
实验 5.4.1	电导法测定水质纯度 .....	127
<b>第 6 章</b>	<b>热分析法 .....</b>	<b>129</b>
6.1	差热分析法和差示扫描量热法 .....	129
6.1.1	基本原理 .....	129
6.1.2	仪器结构与组成 .....	129
6.1.3	影响因素 .....	130
6.1.4	仪器应用 .....	130
6.1.5	实验技术 .....	131
实验 6.1.1	差示扫描量热仪 (DSC) 测试聚乳酸/二氧化硅纳米复合材料的 热性能 .....	131
6.2	热失重法 .....	132
6.2.1	基本原理 .....	132
6.2.2	仪器结构与组成 .....	132
6.2.3	影响因素 .....	132
6.2.4	仪器应用 .....	133
6.2.5	实验技术 .....	133
实验 6.2.1	塑料助剂碳酸钙及聚乳酸/碳酸钙复合材料的热重分析 .....	133
<b>第 7 章</b>	<b>其他分析法 .....</b>	<b>135</b>
7.1	毛细管电泳分析法 .....	135
7.1.1	基本原理 .....	135

7.1.2	仪器结构与分离原理 .....	136
7.1.3	实验技术 .....	138
实验 7.1.1	毛细管电泳法测定水杨酸和乙酰水杨酸的含量 .....	138
7.2	有机元素分析法 .....	141
7.2.1	基本原理 .....	141
7.2.2	有机元素分析仪的构成及使用 .....	142
7.2.3	实验技术 .....	142
实验 7.2.1	有机元素分析测定土壤沉积物中 N、C、H、S .....	142
7.3	X 射线衍射分析法 .....	145
7.3.1	基本原理 .....	145
7.3.2	X 射线衍射分析仪的构成及使用 .....	146
7.3.3	X 射线衍射分析的应用 .....	147
7.3.4	实验技术 .....	149
实验 7.3.1	X 射线粉末衍射分析 .....	149
实验 7.3.2	二氧化钛的 X 射线粉末衍射分析 .....	150
7.4	核磁共振波谱分析法 .....	152
7.4.1	基本原理 .....	152
7.4.2	核磁共振波谱分析仪 .....	153
7.4.3	实验技术 .....	154
实验 7.4.1	乙基苯 <sup>1</sup> H NMR 的测定 .....	155
实验 7.4.2	正丙醇的 <sup>13</sup> C NMR 测定 .....	160
<b>参考文献 .....</b>		<b>164</b>

# 第1章



## 仪器分析实验概述

### 1.1 仪器分析的地位与作用

仪器分析 (instrument analysis) 是分析化学的重要组成部分, 它是以物质的物理和物理化学性质为基础建立起来的一种分析方法。仪器分析和化学分析是分析化学的两大分析方法。仪器分析利用较特殊的仪器, 根据物质的物理或物理化学性能对其进行定性分析、定量分析和形态分析。

仪器分析与化学分析相比, 具有重现性好、灵敏度高、分析速度快、自动化程度高和试样用量少等特点。随着社会不断进步和科技的大力发展, 仪器分析不再局限于传统分析仪器, 一些新的分析仪器的出现, 使得仪器分析在国民经济发展中发挥着巨大作用。

分析仪器和仪器分析是人们获取物质成分、结构信息, 认识和探索自然规律不可缺少的重要工具和手段。我们的日常生活离不开仪器分析: 食品和药品需要分析仪器对其进行质量控制和安全检测, 以确保人民生命安全; 为了保护环境, 环境监测等相关部门每天需要采集大量的环境数据。

目前, 仪器分析主要包括电化学分析、色谱分析、热分析、光分析和波谱分析等。近年来发展的扫描电镜分析和透射电镜分析等技术, 使得现代仪器分析不仅提供待测样品的定性和定量结果, 还可以得到样品的表面形貌和内部结构等信息。仪器分析已成为研究各种化学理论和解决实际问题的重要手段, 对基础化学、药物化学、材料化学、环境化学、生命科学和生物化学等学科的发展起到了重要的促进作用, 并已从分析化学的专业课程转变为化学、化工、制药、环境、生物、材料、食品、冶金、地质、采矿、刑侦等本科专业一门重要的专业基础课。熟悉和掌握各种现代仪器分析的原理和技术对于化学、化工、制药、环境和材料等相关专业学生已经是必须具备的基本素质。仪器分析的学习不单纯是对各种分析仪器和方法的了解与掌握, 而是综合运用各种现代分析测试方法, 对物质进行全面的分析, 并得出科学、准确的数据与信息。

在当代人类社会的发展进程中, 仪器分析扮演着非常重要的角色, 人类的生存和发展, 各个方面都与仪器分析紧密相关。若一个企业要想生产出高质量的产品, 必须拥有分析实验室, 对产品进行质量控制, 这样才能保证产品的质量和安全, 才能使企业不断发展和壮大。食品安全关乎人们生命健康, 因此, 必须要通过仪器分析进行质量检验, 确保食品安全。药品安全也需要仪器分析进行质量控制, 使得老百姓用到放心药、安全药。随着工业的不断发展, 环境问题日益严重, 仪器分析在环境检测等领域起着重要作用。所以无论从一个小小的产品, 还是到日常生活, 吃、穿、住、行, 再到军事技术、航空航天、宇宙探索等高科技领

域，都离不开仪器分析。没有分析仪器，人类文明的车轮将无法前行；没有分析仪器，科技将无法取得进步；没有分析仪器，人类社会将永远止步不前……

近些年来，随着科学技术的快速发展，分析仪器也在不断发展，特别是一些新的分析仪器的出现，使得传统仪器分析手段得到进一步发展，相应的仪器分析方法也越来越完善。我们相信，仪器分析在人类社会发展中，会起到越来越重要的作用。

## 1.2 仪器分析实验在仪器分析中的作用

仪器分析实验是仪器分析课程重要的实践教学环节，是化学、化工、制药、环境、材料、食品科学、冶金等本科专业一门重要的专业基础课。仪器分析实验是整个仪器分析教学的重要组成部分，通过实验教学可以加深学生对仪器分析方法和分析原理的理解与掌握，巩固课堂教学的效果。仪器分析是一门实验技术性很强的课程，需要扎实的实验相关知识与严格的实验技能训练，因此，仪器分析实验是仪器分析课程不可或缺的实践教学环节。

通过仪器分析实验教学，培养学生使用分析仪器正确地获取实验数据，并对实验数据进行科学的处理，得出有价值的信息。同时，仪器分析实验能够使学生掌握分析仪器的主要结构和各主要部件的基本功能，理解和掌握相关仪器的实验技术和实验方法，增强学生独立使用该类仪器进行科学研究的能力，进而培养学生严格的实事求是的科学作风和工作态度，提高学生独立从事科学实验研究以及提出、分析和解决问题的能力。严谨的治学态度、良好的科学作风和独立工作能力将会对学生的未来发展产生极其深远的影响。

不管学习仪器分析课程的学生将来是否从事仪器分析相关职业，他们都将从仪器分析实验中收获很多知识。对于将来从事分析仪器制造工作或者仪器分析应用研究的人，通过仪器分析课堂和实验教学，可以为未来的事业发展奠定必要的基础。对于将来并不从事分析仪器制造工作或者仪器分析研究的多数学生来说，通过仪器分析课堂和实验教学，可以掌握仪器分析这一种强有力的科学实验手段，来获取研究所需要的基础数据资料，而基础数据资料是进行深入研究并引出科学结论的出发点和源头。

对于任何一个科技人员，深厚的专业理论基础、训练有素的独立从事科学实验研究工作的能力（包括实验方案的设计、实验操作和技能、实验数据的处理和谱图解析以及实验结果的表述）与良好的科学作风是未来成就事业的必备条件。

对于从事化学化工及其相关专业研究的科技工作人员来说，情况更是如此，因为化学化工是实验性很强的学科领域，如果不屑于、不会或不善于从事实验研究，其未来的发展肯定会受到很大的限制。仪器分析实验特点是操作比较复杂、影响因素较多、信息量大，需要通过大量实验数据的分析和图谱解析才能获取所需要的有用信息，这些特点对培养学生理论联系实际的工作态度、掌握和提高实验技能、增强分析推理能力是大有好处的，为将来运用现代分析测试仪器进行社会服务奠定理论和实践基础。

## 1.3 仪器分析实验的目的与要求

仪器分析实验是仪器分析课程重要的实践教学环节，是仪器分析课程的重要内容，学生应通过仪器分析实验的学习，掌握分析仪器的使用方法，并能运用现代分析测试手段，进行科学研究和社会服务。要掌握仪器分析，必须认真做好仪器分析实验。通过仪器分析实验，

学生可进一步加深对仪器分析的基本原理的理解与掌握,学会正确使用分析仪器,合理选择实验条件。同时,通过学习实验数据的正确处理方法,可以正确地表达实验结果,培养严谨的科学态度、勇于探索的科学精神和独立工作的能力。

为了达到以上目的,对进行仪器分析实验提出如下基本要求。

### 1.3.1 预习

仪器分析实验所涉及的分析仪器大多价格昂贵,台套数较少,所以要求学生实验前必须做好实验预习,写好实验预习报告,并在实验前由指导教师检查预习情况。

预习的内容包括:

① 仔细阅读仪器分析实验教材和仪器分析教材中的相关内容,也可以参考相关资料,明确本次实验的目的及全部内容。对实验仪器要有初步了解,实验前要通过预习知道需要使用哪些仪器,并对仪器的相关知识进行初步学习,特别是仪器的操作要领和注意事项要有所掌握。

② 明确实验的目的和要求,掌握实验的基本原理。

③ 掌握本次实验主要内容,重点阅读实验中有关实验仪器的操作、技术说明及注意事项。

④ 按教材内容设计实验方案。

⑤ 设计并绘制记录测量数据的表格,便于实验操作时记录数据。

⑥ 认真书写预习报告,预习报告不是照抄实验教材。

### 1.3.2 分析仪器的使用要求

① 实验前熟悉仪器的操作规范,并掌握仪器的正确使用方法。

② 使用仪器前,先进行登记,登记后方可进行相关实验。

③ 应在指导教师的指导下,进行仪器分析实验相关操作,未经同意,不得随意开启或关闭实验仪器。

④ 不得随意更改仪器参数、调节仪器按钮。

⑤ 爱护实验设备,实验中发现仪器工作不正常,应及时报告指导教师,由指导教师处理。

⑥ 应始终保持实验仪器和实验室的整洁和安静。

⑦ 实验结束后,应将实验仪器复原,清洗好使用过的器皿,整理好实验室,经指导教师检查确认后方可离开实验室。

### 1.3.3 实验报告

实验结束后,学生必须完成实验报告,并按规定的时间提交给指导教师进行批阅。认真写好实验报告是提高实验教学质量、培养学生实事求是的态度、严谨治学的一个重要环节。一份完整、简明、严谨、整洁的实验报告是某一实验的记录和总结的真实、综合反映。

仪器分析实验报告一般应包括以下内容。

① 实验名称、完成日期、实验者姓名及合作者姓名。

② 实验目的。

- ③ 实验原理。
- ④ 主要仪器（生产厂家、型号）及试剂（质量、物质的量、浓度、配制方法）。
- ⑤ 实验步骤。
- ⑥ 实验数据的原始记录及数据处理。
- ⑦ 结果处理（包括图、表、计算公式及实验结果）。
- ⑧ 与实验相关的讨论及思考题。

## 1.4 仪器分析主要技术指标

### 1.4.1 精密度

分析数据的精密度是指用同样的方法所测结果间相互一致性的程度。它是表征随机误差大小的一个指标。精密度是指单次测定值  $x_i$  与  $n$  次测定的算术平均值  $\bar{x}$  的接近程度，通常用平均偏差  $\bar{d}$  和标准偏差  $s$ 、 $\sigma$  表示测定的精密度。

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n} \quad (1.1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (n \text{ 为有限次}) \quad (1.2)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{n-1}} \quad (n \rightarrow \infty, \mu \text{ 为置信区间}) \quad (1.3)$$

### 1.4.2 灵敏度

灵敏度是指某方法对单位浓度或单位量待测物质变化所产生的响应量变化程度。它可以用品器的响应量或其他指示量与对应的待测物质的浓度或含量之比来描述，如分光光度法常以校准曲线的斜率度量灵敏度。

### 1.4.3 检出限

检出限是某特定分析方法在给定的置信度内可从试样中检出待测物质的最小浓度或最小量。检出限除了与分析中所用试剂和水的空白有关外，还与仪器的稳定性及噪声水平有关。灵敏度和检出限是两个从不同角度表示检测器对测定物质敏感程度的指标，灵敏度越高、检出限越低，说明检测器性能越好。

在测定误差遵从正态分布的条件下，检出限是指能用该分析方法以适当置信度（通常取置信度 99.7%）检出被测组分的最小量或最小浓度。可由最小检测信号值与空白噪声导出，最小检出量和最小检出浓度分别以  $q_L$  和  $c_L$  表示：

$$q_L = \frac{\bar{A}_L - \bar{A}_b}{b} = \frac{3s_b}{b} \quad (1.4)$$

$$c_L = \frac{\bar{A}_L - \bar{A}_b}{b} = \frac{3s_b}{b} \quad (1.5)$$

式中,  $\bar{A}_L$  是分析样品在检出限水平时测得的分析信号的平均值;  $\bar{A}_b$  是对空白样品进行足够多次测量所测得的空白信号平均值;  $s_b$  是测定的标准差;  $b$  是低浓度区校正曲线的斜率, 它表示被测组分浓度改变一个单位时分析信号的变化量, 即灵敏度。

在仪器分析中, 分析灵敏度直接依赖于检测器的灵敏度与仪器的放大倍数。随着灵敏度提高, 噪声也随之增大, 而信噪比  $S/N$  和分析方法的检出能力不一定会改善和提高。如果只给出灵敏度, 而不给出获得此灵敏度的仪器条件, 则各分析方法之间的检测能力没有可比性。由于灵敏度没有考虑到测量噪声的影响, 因此, 现在已不用灵敏度而推荐用检出限来表征分析方法的最大检出能力。

#### 1.4.4 线性范围

某一方法的校准曲线的直线部分所对应的待测物质的浓度或含量的变化范围称为线性范围。

#### 1.4.5 标准曲线

标准曲线是描述待测物质的浓度或含量与相应的测量仪器响应量或其他指示量之间的定量关系曲线。

### 1.5 样品预处理方法

现代科学技术的迅速发展推动了现代分析仪器的的发展。分析仪器灵敏度的提高及分析对象的复杂化对样品预处理提出了更高的要求。样品预处理是指样品的制备和对样品采用适当的方法进行分解或溶解, 然后对待测组分进行提取、净化浓缩的过程, 使待测组分转变为可测定的形式以进行定量、定性分析。样品预处理的原则是不损坏样品、不引入干扰组分或杂质。样品预处理的目的是消除基本干扰, 提高分析测试方法的准确度、精密度、选择性和灵敏度。因此, 样品的预处理是分析测试过程的关键步骤, 本章主要介绍现代分析测试中常用的样品预处理方法。

#### 1.5.1 干灰化法

##### (1) 高温干灰化法

一般将灰化温度高于  $100^{\circ}\text{C}$  的方法称为高温干灰化法。高温干灰化法对于破坏生化、环境和食品等样品中的有机基体非常有效。样品一般经  $100\sim 105^{\circ}\text{C}$  干燥, 除去水分及挥发物质。灰化温度及时间是需要选择的, 一般灰化温度为  $450\sim 600^{\circ}\text{C}$ 。通常将盛有样品的坩埚放入马弗炉内进行灰化灼烧, 直至所有有机物燃烧完全, 只留下不挥发的无机残留物。这种残留物主要是金属氧化物以及非挥发性硫酸盐、磷酸盐和硅酸盐等。这种技术最主要的缺点是可以转变为挥发性形式的成分部分或全部损失。

灰化温度不宜过低, 温度低则灰化不完全, 残留的小碳粒易吸附金属元素, 很难用稀酸溶解, 造成结果偏低; 灰化温度过高, 则损失严重。高温干灰化法一般适用于金属氧化物,



因为大多数非金属甚至某些金属常常被氧化成挥发性物质，如 As、Sb、Ge、Ti 和 Hg 等，容易造成损失。

食品样品分析中多采用高温干灰化法，一般控制温度在 450~550℃ 进行干灰化，温度高于 550℃ 则会引起样品的损失。食品样品中 Pb 和 Cr 的分析，灰化温度一般在 450~550℃ 内。但对于含氯样品，由于可能形成氯化铅，须采取措施防止 Pb 的损失。对于鸡蛋、罐头肉、牛奶和牛肉等多种食品中铅的分析，这种高温干灰化法破坏有机物的方法是有效的。

高温干灰化法的优点是能灰化大量样品，方法简单，无试剂污染，空白低。缺点为低沸点的元素常有损失，其损失程度不仅取决于灰化温度和时间，还取决于元素在样品中的存在形式。

### (2) 低温干灰化法

为了克服高温干灰化法因挥发、滞留和吸附而损失痕量金属等问题，常采用低温干灰化法。用电激发的氧分解生物样品的低温灰化器，灰化温度低于 100℃，每小时可破坏 1g 有机物质。这种低温干灰化法已用于原子吸收光谱法测定动物组织中的 Be、Cd、Te 等易挥发元素。低温等离子体灰化器可避免污染和挥发损失以及湿法灰化中的某些不安全性问题。将盛有试样的石英皿放入等离子体灰化器的氧化室中，用等离子体破坏样品的有机部分，而无机成分不挥发。

## 1.5.2 湿式消解法

湿式消解法属于氧化分解法。用液体或液体与固体混合物作氧化剂，在一定温度下分解样品中的有机质，此过程称为湿式消解法。湿式消解法常用的氧化剂有  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HClO}_4$ 、 $\text{H}_2\text{O}_2$  和  $\text{KMnO}_4$  等。湿式消解法与干灰化法不同，干灰化法是靠升高温度或增强氧的氧化能力来分解样品有机质，而湿式消解法则是依靠氧化剂的氧化能力来分解样品，温度并不是主要因素。

湿式消解法又分为以下几种方法。

### (1) 稀酸消解法

对于不溶于水的无机样品，可用稀的无机酸溶液进行处理。几乎所有具有负标准电极电位的金属均可溶于非氧化性酸，但也有一些金属例外，如 Cd、Co、Pb 和 Ni 与盐酸的反应，其反应速率过慢甚至钝化。许多金属氧化物、碳酸盐、硫化物等也可溶于稀酸介质中。为加速溶解，必要时可加热。

### (2) 浓酸消解法

为了溶解具有正标准电极电位的金属，可以采用热的浓酸，如浓  $\text{HNO}_3$ 、浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  和浓  $\text{H}_3\text{PO}_4$  等。样品与酸可以在烧杯中加热沸腾，或加热回流，或共沸至干。为了增强处理效果，还可采用水热反应等技术，即将样品与酸一起加入内衬为聚四氟乙烯的水热反应釜中，然后密封，加热至酸的沸点以上。这种技术既可保持高温，又可维持一定压力，挥发性组分又不会损失。热浓酸溶解技术还适用于合金、某些金属氧化物、硫化物、磷酸盐以及硅酸盐等。若酸的氧化能力足够强，且加热时间足够长，有机和生物样品就完全被氧化，各种元素以简单的无机离子形式存在于酸溶液中。

### (3) 混合酸消解法

混合酸消解法是破坏生物、食品和饮料中有机体的有效方法之一。通常使用的是氧化性酸的混合液。混合酸往往兼有多种特性，如氧化性、还原性和络合性，其溶解能力更强。