



分析仪器丛书

周昌震 李树田 编著

分析仪器

机械工业出版社

分析仪器丛书

分 析 仪 器

周昌震 李树田 编



机械工业出版社

本书是《分析仪器丛书》的第一分册, 概要介绍了各类分析仪器的工作原理、基本结构和用途; 衡量分析仪器质量的性能指标; 选用分析仪器的方法; 分析仪器新技术。

本书可供从事分析仪器工作的工人、技术人员、管理干部和有关专业师生参考。

分析仪器丛书 分 析 仪 器

周昌震 李树田 编

*

机械工业出版社出版 (北京阜成门外百万庄南街一号)
(北京市书刊出版业营业许可证出字第 117 号)

房山县印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ · 印张 7 · 字数 152 千字
1980 年 2 月北京第一版 · 1983 年 8 月北京第二次印刷
印数 22,001—80,900 · 定价 0.57 元

*

统一书号: 15033·4591

前 言

分析仪器是检测物质的化学成分、结构和某些物理特性的仪器。它广泛应用于农业、工业、科研、环境污染监测、医疗卫生以及资源勘探等各个部门之中，对国民经济的发展起着十分重要的作用。

近几年来，我国的分析仪器工业取得了高速度的发展，从事分析仪器设计、制造、使用和管理工作的人员也在迅速增多，为了适应这一形势的需要，帮助有关人员了解和掌握分析仪器的基本知识，我们组织编写了这套《分析仪器丛书》。

本丛书预定分为十三分册，其中有：《分析仪器》、《电化学式分析仪器》、《光学式分析仪器（发射光谱仪）》、《光学式分析仪器（吸收式及其他）》、《热学式分析仪器》、《核磁共振波谱仪》、《射线式分析仪器》、《电子光学及离子光学式分析仪器》、《色谱仪》、《物性分析仪器》、《流程分析仪器取样系统》、《分析仪器的电子部件及系统》、《环境污染监测用分析仪器》，将陆续出版。

本丛书在文字上力求精炼通顺、明了易懂，并采用文字和图表相结合的阐述方式。内容上着重介绍分析仪器及其关键部件的作用原理、结构、主要特征和用途，并扼要介绍仪器的使用技术和使用方法、维修要点、发展历史和趋势等。

由于我们的政治思想水平和技术业务水平都很低，书中一定有不少缺点甚至错误，欢迎批评指正。

IV

这套丛书是在有关工厂、高等院校、科研单位的大力支持下组织编写的。许多同志为收集材料、编写和审校作了很多工作和提出了不少宝贵意见,在此表示衷心感谢。

目 录

第一章	绪论	1
第二章	电化学式分析仪器	14
一、	电导式分析仪器	14
二、	电位式分析仪器	16
三、	极谱仪	30
第三章	热学式分析仪器	37
一、	热导式分析仪器	37
二、	热化学式分析仪器	41
三、	热谱分析仪器	42
第四章	磁式分析仪器	50
一、	磁性氧分析器	50
二、	磁共振波谱仪	57
第五章	光学式分析仪器	65
一、	吸收式光学分析仪器	68
二、	发射式光学分析仪器	79
第六章	射线式分析仪器	83
一、	X 射线式分析仪器	83
二、	放射性同位素分析仪器	88
第七章	电子光学和离子光学分析仪器	97
一、	电子探针	97
二、	质谱仪器及离子探针	101
第八章	色谱仪	115
一、	气相色谱仪	118

二、液相色谱仪	124
第九章 物性分析仪器	131
一、湿度及水分分析仪器	131
二、粘度计	135
三、密度计	137
第十章 分析仪器的主要性能指标	139
第十一章 如何选用分析仪器	154
一、弄清楚分析对象和要求	156
二、怎样选择分析仪器	159
三、怎样选用取样装置	190
第十二章 分析仪器新技术	196
一、电子计算机的应用	197
二、激光技术的应用	203
三、固态气敏元件	209
四、其他新技术	213

第一章 绪 论

一、什么是分析仪器

如果我们简单地给分析仪器下个定义，那么就可以说分析仪器是测量物质的化学组成、结构及某些物理特性的一类仪器。

所谓物质的化学组成和结构是指一种化合物或混合物是由哪些分子、原子或原子团组成的，这些分子、原子或原子团的含量各有多少，它们在物质中是怎样排列或相互之间是怎样结合起来的。

某些物理特性是指与物质组成有密切关系的一些特性，如固体和液体的含水量、气体的湿度、物质的密度、粘度、沸点、凝固点、闪点等等，而不是所有的物理特性。

目前自然界已经发现了亿万种物质，在利用或改变它们特性的过程中，需要对它们的存在、组成、结构及特性进行了解，这就是分析仪器的任务。

二、分析仪器有哪些特点

简单归纳一下，可以说它具有以下几个特点：

- (1) 工作原理多种多样，涉及的范围很广；
- (2) 品种繁多；
- (3) 对于元件材料的要求比较高，工艺比较复杂等。

为什么说工作原理涉及的范围很广呢，目前的实际情况是物理学中的各个学科原理几乎无所不及，化学领域中的许

多部分，特别是电化学也用得十分广泛。后面我们将介绍分析仪器的分类，从分类中就可以清楚地看到这个特点。

化学组成的分析任务包括两个方面，一个是定性分析，一个是定量分析。定性分析是研究并确定物质究竟由哪些分子、原子及原子团组成的。定量分析是确定这些分子、原子或原子团存在于被分析物质中的相对含量。我们知道各种物质的物理性质和化学性质都具有质或量的差异，定性分析正是基于这种差异作为确定某种物质特征的。如果某两种物质在某种物理或化学性质方面存在质的差异，例如，一种是顺磁性介质（在磁场中受磁场的吸引），而另一种物质是逆磁性物质（在磁场中受磁场的排斥），那么要区分这两种物质就比较简单了。然而，这类情况并不多见，往往是在待测试样中各组分在各种性质上并没有质的不同，而只有量的差异，甚至是这种差异并不大。例如，各种物质都能传导热量，只不过传导热量的速度不同而已。这就是说它们的导热能力这一物理特性只有量的差异。如果两种物质的导热能力相差比较大，那么还有可能利用导热能力这一特性对它们进行定性分析。如果差异不大，那就难于利用这一特性来区别这两种物质了。因此就不得不寻求其他物理或化学特性，例如，在电学方面、力学方面、光学方面在质上的不同或在量上有较大的差异，以此区分它们的某种特性。由于存在的各种物质数以百万计，因此只有充分利用各方面的特性才有可能区分它们。同样道理，如果对试样中某一物质进行比较精确的定量分析，就要尽可能利用这种物质同试样中可能存在的其他主要物质间差异较大（如有质的差异更好）的某种物理或化学特性。这样就造成了分析仪器应用物理及化学原理十分广泛的这一特点。

分析仪器是利用物质种种特性的差异，通过不同的途径

测量时,所取得的信号往往是很微弱的。如在转变为电流时,信号可能低达 10^{-10} 安培或更低;在转变为电阻值的变化时可能低到 10^{-5} 欧,在转变为温度变化时可能小到 10^{-5}°C 这样一个数量级。对于这样一些微小的变化量,要求测量的结果稳定可靠,就要对构成仪器的元件、材料、加工及装配工艺提出比较严格的要求。这就是分析仪器制造难度高,精度一般比较低的一个重要原因。

三、分析仪器在国民经济中的作用

近二十多年来,分析仪器发展的速度是非常快的,在仪器仪表行业中占有重要地位。现在我们就从科学技术的发展和国民经济生产来看看分析仪器的重要作用。

科学技术的发展意味着人类对改造大自然和驾驭这个物质世界的能力不断加强,分析仪器在这方面起着十分重要的作用。例如,人类已开始离开地球进入太空,在宇宙飞行器上就带有大量的分析仪器,探测地球以外的太空及其他星球上存在些什么物质以及它们的性质,研究生物在那里生存的可能性。

我们的祖先开创的中医科学,为人类与疾病作斗争、保证人类的健康和生存作出了伟大的贡献。随着医学科学的发展,为了进一步了解中药的内在规律,用分析仪器进行分析,并配合临床试验确定起作用的主要成分是什么,就有可能使用药在科学性上更进一大步,为人类的健康作出更大的贡献。这项工作在职务界已开展起来了;如果没有分析仪器就很难做好,甚至无法开展。因此,也可以说分析仪器在这一个方面促进了中医科学的进一步发展。

我们再看看工业生产,如钢铁生产。我们都知道钢中的

主要成分是铁,在铁中加入一定量的其他元素,如碳、镍、铬、钛、锰等金属就可以得到不同的钢。在铁中加入其他元素的过程是在炼钢炉内完成的。各种钢对于含有什么元素以及含量多少是有严格要求的。因此在炼钢过程中必须严格控制。过去有的是凭炼钢工人的经验,有的是靠化学分析。凭经验总是有误差,靠化学分析太慢,完成一个样品分析有时需要几十分钟甚至于几小时,这样炼钢的质量就得不到保证。如果应用原子吸收分光光度计和光电直读光谱仪等分析仪器,就可以在几分钟内完成样品的分析,因此可以更准确地控制生产,保证炼钢的质量。

生产过程自动化是提高生产率、保证产品质量和降低劳动强度的有效措施。随着科学技术的发展,自动化技术本身的水平也在不断提高。目前已经大量采用采样自动控制、信息控制,并和计算机联用的所谓计算机控制系统。对于这样一些新的控制技术,特别是计算机控制系统,分析仪器已成为不可缺少的重要组成环节。

在农业生产中,科学种田已经提上日程,科学种田的内容是很多的,土壤性质的测量和改良、科学施肥、品种改良等是其中的几项主要内容。这些工作内容无不需要研究成分,例如,土壤的酸碱性,土壤中其他元素的含量,种子中油分,蛋白质的含量等等,都需要首先知道,然后才能得出结论。这些都需借助于分析仪器来确定。还有一个例子,农业科学研究说明,如果保持稻子生长的气氛中含有 CO_2 的浓度为0.0024%,产量可以增长89%。这种气氛必须首先用分析仪器测出来。正因为这样,我国农业科学研究部门对分析仪器提出了迫切要求。

最后谈谈环境保护。随着工业生产不断扩大,人类生活

环境受到污染的严重事实已经提到议事日程，所以出现了环境保护科学。环境保护实际上是两个内容，首先是监测，然后是治理。没有监测，不知道大气、饮用水、食物中存在哪些有害于人类健康和动植物生长的物质以及这些有害物质存在多少就会构成危害，就谈不上治理。这些工作几乎全要靠分析仪器，没有分析仪器是寸步难行。正因为这样，目前环境保护部门对分析仪器的品种、数量和质量都提出了很高的要求。

上面我们只是介绍了少数几个具体例子，用以说明分析仪器对于科学技术的发展和在国民经济中各个部门的重要作用。随着科学技术和工农业生产的发展，它将更进一步发展起来。

四、分析仪器包括哪些内容

前面已经谈到，分析仪器应用的物理及化学的原理是非常广泛的，所以分析仪器的内容十分庞杂。正因为这样，关于分析仪器的分类也就成为一个很复杂的问题。1976年，我国分析仪器行业对这个问题进行了多次讨论，以仪器的工作原理为主，结合分析仪器发展的现状和我国分析仪器行业及使用部门的习惯，暂定将分析仪器分为如下九类：

(一) 电化学式分析仪器。其中又分为：

电导式分析仪器；

电量式分析仪器；

电位式分析仪器。

(二) 热学式分析仪器。其中又分为：

热导式分析仪器；

热化学式分析仪器；

热谱分析仪器。

(三)磁式分析仪器。其中又分为:

磁性氧分析器;

磁共振波谱仪。

(四)光学式分析仪器。其中又分为:

吸收式光学分析仪器;

发射式光学分析仪器;

其他光学分析仪器。

(五)射线式分析仪器。其中又分为:

X 射线分析仪器;

放射性同位素分析仪器。

(六)色谱仪。其中又分为:

气相色谱仪;

液相色谱仪。

(七)电子光学和离子光学式分析仪器。其中包括:

电子探针;

质谱计和离子探针等。

(八)物性测定仪器。其中包括:

温度计;

水分计;

粘度计;

密度计等等。

(九)其他[⊖]:

分类本身就是一个复杂的问题,对于分析仪器,由于牵涉的物理及化学原理极为广泛,因此有关它的分类争论就更多。这里不仅是分类的科学性及合理性,而且对于所包括的内容似乎尚有各种不同的看法。应该注意到任何一种分类法都会

⊖ 其他类分析仪器的内容较杂,大多数不太重要,故本书不作专门介绍。

有它的局限性。因此只要做到在科学上是正确的,并且有利于生产及管理就行了。同时还应该看到事物总是在发展的,任何一种分类法都将随着科学技术的发展不断完善。

以下各章就对各类分析仪器(除其他类外)进行一些简单介绍。要说明的是由于各类分析仪器中又包括许多小类,在《分析仪器丛书》的各分册中还将作比较详细的介绍,所以本书只就各大类中的某些较重要和有代表性的小类从原理上作些说明,使读者在看完这本书后对分析仪器及其所包括的内容有个概括的了解。

五、分析仪器的主要组成环节

前面我们谈到有九大类分析仪器,尽管各类仪器的作用原理互不相同,结构的复杂程度也大有差别,但是,它们都是由一些共同环节组成的,并且对这些共同环节的技术要求也是一致的。这些基本环节是:

取样装置;

预处理系统;

分离装置;

检测器及检测系统;

测量及信号处理系统;

显示装置;

补偿装置;

保证操作条件的辅助装置。

下面我们分别作些简单介绍。

(一)取样装置

它的任务是待分析的样品引入仪器。对于实验室仪器取样装置往往就是进样器。进样器有手动和自动的,如在色

谱仪中进样器就是针筒,不过容积较小,有些分析仪器对于进样器要求进样量精确,但大多则要求不高。

对于流程用的分析仪器,取样装置就要复杂得多。流程中的样品主要是气体或液体状态。对于气体,还必须考虑系统是正压还是负压,如果是负压,则必须有抽吸装置,把样品抽吸到仪表中来,例如,测量烟道气时就有这个问题。这样,取样装置还包括一个抽吸器。

一般取样装置的结构并不复杂,大多数用多孔陶瓷之类的物质,以便对待分析的样品进行一次过滤,减少进入系统的机械杂质,以免堵塞和沾污管道及检测器等。

对于取样系统的要求,首先要能经受生产过程中的恶劣条件,如高温、高压、腐蚀等,同时要保证不要与样品中的任何成分发生化学反应,防止样品失真。因此必须根据样品的性质及条件选择材料。

其次,从使用的角度,必须注意取样装置取得的样品要具有代表性,因此取样装置安装的位置必须慎重考虑。

取样装置及抽吸装置的结构是多种多样的,这里就不作详细介绍了。

(二)预处理系统

这主要是针对流程分析仪器而言。预处理系统的任务是从生产过程中取出的样品加以处理,以满足检测系统对样品的状态——样品的温度、压力等的要求,有时往往尚需进一步除去机械杂质及水蒸汽。如果样品中存在对待分析组分有干扰的组分时,还必须预先采取化学或物理的办法把干扰组分去掉,以保证仪器的精度。预处理系统一般包括冷却器或恒温器,过滤器或净化器以及保持仪器选择性的某种化学方法或物理方法的处理装置,如气化转化、裂解等。例如,用来

分析烟道气中二氧化碳含量的热导式分析器，就有硫化物过滤器以除去样品中的硫化物气体；有棉花过滤器，一方面供检查硫化物是否已过滤干净，同时起着除去机械杂质的作用；有氢燃烧炉，把氢气烧掉，防止氧气对二氧化碳测量的干扰；有冷却器除掉水蒸气等等。

总之，预处理系统的任务是要求进入检测器的是一分有代表性、干净、符合检测器技术要求，没有干扰组分的样品。

(三)分离装置

这里所说的“分离”是广义的。在各种能同时分析多种组分的分析仪器里都有“分离”装置。我们在前面已经提到过，分析仪器所以能对不同的物质进行分析，主要是利用不同形式的能量与物质相互作用所表现出来的不同特征。所以这里所指的“分离”既包括样品本身各组分的分离，也包括能量的分离，如光学式分析仪器中的分光系统（或称单色器、色散器等）。质谱仪器中利用磁场强度或电场强度及其变化使带一定电荷的，不同质量数的离子沿不同的轨迹运动而被分离，则既含有组分分离而又含有能量分离的因素。

总之，我们把仪器内将样品各个组分加以机械分离或物理区分的装置都归之为分离系统。如色谱仪中的色谱柱，光学式分析仪器中的分光系统，质谱仪器中的离子光学系统，电子探针中的电子光学系统。

对于分离系统的要求，主要是分辨率，多组分分析仪器的分辨率的高低主要就取决于分离系统。

在分析仪器中装置分离系统的设想并不是新东西，因为人们从分析化学中早已得到启示。在分析化学中，有时要对某一成分进行定性或定量分析的基本手段之一就是分离。因此在分析仪器中装置分离系统以实现多组分快速测量的问题

已越来越引起重视,预期将会得到新的发展。

(四)检测器及检测系统

检测器是仪表的核心部分,根据试样中待分析组分的含量发出相应的信号。这种信号多数是以电参数输出。

许多分析仪器中的检测器是显而易见的,例如,热导式分析器中的热导池,磁性氧分析器中的环室,电导式分析器中的电导池等。但在有些分析仪器中检测器并不很明显,例如,在不分光红外线吸收式气体分析器中,从信号发出来说是接收气室,但是样品却不通过它而是通过工作气室。在这种情况下,我们就把工作气室,接收气室和光源加在一起统称之为检测系统。

一台仪器的技术性能,特别是单组分分析仪器的技术性能,在很大程度上取决于检测器。因此对于检测器的设计,使用和维护必须给以充分注意。

(五)测量及信号处理系统

从检测器送出来的信号是多种多样的,常见的是电阻的变化、电容的变化、电感的变化、电流的变化、电压的变化,频率的变化、温度的变化,压力的变化等。特别是前面几种电参数的变化尤为普遍,只有测量出这些参数的变化才能间接地确定组分含量的变化。我们就把测量这些变化的线路或装置统称之为测量系统。

在分析仪器中,由于成分及含量变化引起上述物理量的变化往往是很小的,如电阻变化可以低到 10^{-5} 欧姆,电流的变化可能低到 10^{-10} 安培,乃至更低。因此往往要经过放大器加以放大后才能显示出来。

此外输出的信号往往是非线性的,即输出信号的变化值与待测组分浓度的变化不成比例关系,有时还有必要加以线