



全国高等农业院校教材

全国高等农业院校教材指导委员会审定

# 现代仪器分析

---

● 严衍祿 主编

● 农业院校理、工、农科专业用

北京农业大学出版社

全国高等农业院校教材

全国高等农业院校教材指导委员会审定

# 现代仪器分析

严行祿 主编

农业院校理、工、农科专业用

北京农业大学出版社

## 图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析/严衍禄主编. -2 版(修订本)· -北京:北京农业大学出版社,1995. 10

ISBN 7-81002-731-X

I. 现… I. 严… III. 仪器分析 IV. 0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(95)第 16516 号

**北京农业大学出版社出版**

(北京市海淀区圆明园西路 2 号)

北京飞达印刷厂印刷 新华书店经销

1995 年 10 月第 1 版 1995 年 10 月第 1 次印刷

开本:787×1092 毫米 1/16 印张:14.75

字数:365 千字 印数:0~3000 册

定价:11.50 元

## 内 容 简 介

本书是高等农业院校《仪器分析》教材的修订本,内容与大学物理与大学化学相衔接,以化学信息学为基础,介绍了农业和生物学中,常用仪器分析的原理、特点、技术与应用。本书还对现代仪器分析的总体、光谱分析、色谱分析与计算机在仪器分析中的应用作概括的介绍,适合作为高等院校现代仪器分析技术的基础教材,也可供各个领域的分析工作者参考。

## 前 言

高等农业院校教材《仪器分析》于1987年出版以来,仪器分析学科有了极大的发展,该课程在农业院校中也已普遍开设.为了适应教学的要求,对原教材作了全面修订,改名《现代仪器分析》出版。

现代仪器分析是以化学信息学为基础,包含许多分支学科,并和很多相关学科交叉的一门庞大的学科。本教材可作为现代仪器分析技术基础课的教材。内容自始至终贯穿依据分析信息、利用分析信号、达到分析目标的观点,分别介绍常用仪器分析技术的基本理论与方法。力求使学生理解各种分析技术、分析方法的本质与内在的联系,并能用于分析实践。

按照对仪器分析技术概括的程度,教材的内容可分为三个层次:

(1)绪论部分,在大学物理及化学的基础上用化学信息学的理论,概括地介绍现代仪器分析学科的体系框架、本学科的基本内容方法、应用范围和发展趋势。

(2)在光谱分析和色谱分析的两个导论中,运用学生已有的经典物理学、量子论与热力学的概念、理论和方法,概括介绍这两类分析技术的信息、信号特征,以及基本理论与方法。第12章介绍现代仪器分析重要的信号处理技术。

(3)各论部分为第3、4、5、6、7、8、10、11等8章,分别用统一的观点,介绍紫外可见光谱、原子吸收、原子发射、红外、核磁共振、质谱、气谱与高压液相色谱的信息、信号特征、主要的仪器技术与测试技术,及其在农业、生物学与其它领域中的应用;由于篇幅的限制,省略了电化学分析部分。

本教材不强调过多的数学推导,也不过分强调记忆具体的分析方法,而注重培养学生有关现代仪器分析的基本技术与思想方法,提高分析能力,为实际运用或继续进一步学习各种专门的仪器分析技术,打下一个良好的基础。在农业院校授课时要考虑学生的实际水平,适当降低起点、深入浅出、着重概念和基本理论与技术的学习。

“仪器分析”是一门实验技术性很强的课程,因此,实验课所占的比重要足够高;实验课应注重基本技能的训练和能力的培养。

参加本教材编写的有北京农业大学的严衍禄(第1、2、3、6章),张晔晖(第4、5章),闵顺耕(第7章),彭运生(第8章),吉海彦(第12章)与华中农业大学的吴谋成(第9、10、11章)等老师。本教材主审清华大学的邓勃教授对本书的总体与许多章节提出了很多宝贵意见;审阅本教材的清华大学郁鉴源教授、宁永成教授、陈培榕教授,北京农业大学的梁渡湘教授、金仲辉教授、盛毅副教授,对各有关章节提出了很多中肯的意见,对他们表示深切的谢意。

与本教材配合,有一套计算机辅助教学软件,如有需要可与北京农业大学基础科技学院应用物理系联系。

限于编者的水平与经验,本教材难免有不妥之处或错误,恳请应用本教材的教师、学生与读者提出批评指正。

作 者

1995年春于北京农业大学

**主 编：**严衍禄（北京农业大学）

**副主编：**吴谋成（华中农业大学）

彭运生（北京农业大学）

**编 著 者：**吉海彦（北京农业大学）

闵顺耕（北京农业大学）

张晔晖（北京农业大学）

**主 审 人：**邓 勃（清华大学）

**责任编辑：**吴肖菊

**版式设计：**吴肖菊

# 目 录

<b>1</b>	<b>绪论</b> .....	(1)
1.1	仪器分析学科的性质、内容与分类 .....	(1)
1.1.1	仪器分析与分析化学 .....	(1)
1.1.2	仪器分析学科的性质 .....	(1)
1.1.3	仪器分析的基本内容 .....	(2)
1.1.4	仪器分析技术的分类 .....	(2)
1.2	仪器分析的一般过程 .....	(3)
1.2.1	分析流程 .....	(3)
1.2.2	分析过程的信息传递链 .....	(4)
1.3	分析仪器 .....	(5)
1.3.1	基本结构 .....	(5)
1.3.2	分析测定的误差 .....	(6)
1.4	仪器分析的应用与学科发展的趋势 .....	(6)
1.4.1	仪器分析的应用 .....	(6)
1.4.2	发展的趋势 .....	(7)
<b>2</b>	<b>光谱分析导论</b> .....	(8)
2.1	概述 .....	(8)
2.2	光与光谱 .....	(9)
2.2.1	光的波动性 .....	(9)
2.2.2	光波在频率域与时间域中的表征 .....	(11)
2.2.3	光的粒子性 .....	(12)
2.2.4	电磁波谱 .....	(13)
2.3	光与物质相互作用的微观过程 .....	(14)
2.3.1	光与物质相互作用的经典解释 .....	(14)
2.3.2	光与物质相互作用的量子解释 .....	(16)
2.3.3	物质发光的量子解释 .....	(19)
2.4	物质光谱的测定及其解析 .....	(20)
2.4.1	光谱的基本类型 .....	(20)
2.4.2	光谱仪 .....	(21)
2.4.3	光谱数据与图谱的解析 .....	(23)
<b>3</b>	<b>紫外-可见吸收光谱分析</b> .....	(26)
3.1	信号和信息的特征 .....	(26)
3.1.1	分子外层电子的分子轨道与能级结构 .....	(26)
3.1.2	紫外-可见吸收光谱的信息 .....	(27)
3.1.3	信息负载的宏观过程 .....	(30)
3.2	紫外-可见分光光度计的基本组成与结构 .....	(31)

3.2.1	基本组成 .....	(31)
3.2.2	紫外-可见分光光度计整机的光路结构 .....	(36)
3.3	紫外-可见吸收光谱法的基本实验技术 .....	(37)
3.3.1	分光光度计的选用与性能的调试 .....	(37)
3.3.2	分光光度计的校正 .....	(39)
3.3.3	分析条件的设定 .....	(41)
3.3.4	定量分析的方法 .....	(42)
3.3.5	定量分析结果的评价 .....	(43)
3.3.6	提高定量分析准确度的方法 .....	(44)
3.4	紫外-可见吸收光谱的应用 .....	(45)
3.4.1	定性分析 .....	(45)
3.4.2	定量分析 .....	(46)
3.4.3	其它应用 .....	(47)
<b>4</b>	<b>原子吸收光谱法</b> .....	<b>(49)</b>
4.1	概述 .....	(49)
4.2	原子吸收光谱法的基本原理 .....	(49)
4.2.1	原子光谱理论 .....	(49)
4.2.2	基态与激发态原子的分配关系 .....	(53)
4.2.3	原子吸收与原子浓度的关系 .....	(54)
4.2.4	原子吸收线的宽度和原子吸收的测量 .....	(55)
4.3	原子吸收分光光度计 .....	(57)
4.3.1	光源 .....	(58)
4.3.2	原子化系统 .....	(59)
4.3.3	单色器与检测系统 .....	(62)
4.4	原子吸收光谱法中的干扰及其抑制 .....	(62)
4.4.1	光谱干扰 .....	(62)
4.4.2	电离干扰 .....	(64)
4.4.3	化学干扰 .....	(64)
4.4.4	物理干扰 .....	(65)
4.5	定量分析方法 .....	(66)
4.5.1	分析方法 .....	(66)
4.5.2	测定条件的选择 .....	(67)
<b>5</b>	<b>发射光谱法</b> .....	<b>(70)</b>
5.1	原子发射光谱法 .....	(70)
5.1.1	基本原理 .....	(70)
5.1.2	原子发射光谱仪 .....	(71)
5.1.3	定性定量分析方法 .....	(76)
5.2	荧光光谱法 .....	(77)
5.2.1	荧光光谱法的基本原理 .....	(77)
5.2.2	荧光测量仪器 .....	(83)
5.2.3	荧光分析方法 .....	(86)
5.3	原子荧光分析法 .....	(86)



<b>6</b>	<b>红外吸收光谱分析</b>	(88)
6.1	概述	(88)
6.2	红外光谱分析原理	(88)
6.2.1	双原子分子的振动与振动光谱	(88)
6.2.2	多原子分子的振动和振动光谱	(89)
6.2.3	简正振动	(90)
6.2.4	基团频率及谱带强度	(91)
6.2.5	分子的结构对振动的影响	(91)
6.3	有机物红外吸收光谱的解析	(93)
6.3.1	有机物红外吸收光谱	(93)
6.3.2	有机物红外吸收光谱的解析	(98)
6.4	红外分光光度计	(99)
6.4.1	色散型红外分光光度计	(99)
6.4.2	傅里叶变换红外分光光度计	(101)
6.5	红外吸收光谱的测量技术与应用	(103)
6.5.1	红外吸收光谱的测量技术	(103)
6.5.2	红外光谱分析的应用	(106)
<b>7</b>	<b>核磁共振波谱法</b>	(109)
7.1	基本原理	(109)
7.1.1	核自旋与核磁矩	(109)
7.1.2	核磁能级与核磁共振现象	(111)
7.1.3	饱和与弛豫	(111)
7.2	核磁共振波谱仪	(112)
7.2.1	基本结构	(112)
7.2.2	连续波 NMR 谱仪	(113)
7.2.3	脉冲-傅里叶变换核磁共振仪	(113)
7.2.4	制样技术与试剂	(114)
7.3	NMR 谱的信息	(114)
7.3.1	化学位移	(115)
7.3.2	自旋偶合(自旋裂分)	(117)
7.3.3	峰面积	(118)
7.3.4	弛豫时间	(118)
7.4	核磁共振氢谱( $^1\text{H-NMR}$ )	(119)
7.4.1	常见含氢基团的化学位移及影响因素	(119)
7.4.2	偶合常数	(120)
7.4.3	一级 $^1\text{H-NMR}$	(120)
7.4.4	复杂 $^1\text{H-NMR}$ 谱的简化	(121)
7.5	$^1\text{H-NMR}$ 解析	(125)
7.6	其它原子核的 NMR 谱	(127)
7.6.1	$^{13}\text{C}$ 的 NMR 谱(CMR)	(127)
7.6.2	其它核的核磁共振	(130)

7.7	多维 NMR 谱 .....	(131)
<b>8</b>	<b>质谱分析</b> .....	(136)
8.1	概述 .....	(136)
8.2	质谱法的基本原理 .....	(136)
8.2.1	质谱分析法 .....	(136)
8.2.2	质谱法基本原理(只讨论 $\Phi_m = 180^\circ$ 的扇形磁场) .....	(137)
8.2.3	单聚焦和双聚焦原理 .....	(138)
8.3	质谱仪器组成 .....	(141)
8.3.1	进样系统 .....	(141)
8.3.2	离子源 .....	(142)
8.3.3	质量分析器 .....	(142)
8.3.4	检测器 .....	(142)
8.4	质谱分析 .....	(143)
8.4.1	简单分子或单原子分子的质谱分析 .....	(143)
8.4.2	有机化合物的主要离子峰类型 .....	(143)
8.5	质谱法的应用 .....	(145)
8.5.1	分子离子峰的识别和确定 .....	(145)
8.5.2	分子式的测定 .....	(146)
8.5.3	结构鉴定 .....	(147)
8.5.4	混合物的定量分析 .....	(148)
8.5.5	常见官能团的核磁、红外、质谱和紫外图谱的比较 .....	(149)
8.6	几种现代质谱仪的简介 .....	(151)
8.6.1	应用于有机化学分析中的色谱-质谱联用仪 .....	(151)
8.6.2	应用固体表面成分分析的离子探针质谱仪 .....	(151)
8.6.3	同位素比值测定质谱仪 .....	(152)
8.6.4	质谱-质谱联用技术 .....	(152)
<b>9</b>	<b>色谱法导论</b> .....	(154)
9.1	色谱法概述 .....	(154)
9.1.1	色谱法的发展历史 .....	(154)
9.1.2	色谱法的分类 .....	(155)
9.1.3	各种色谱方法的共同特点 .....	(155)
9.2	色谱图的重要参数 .....	(157)
9.2.1	色谱峰及峰宽 .....	(157)
9.2.2	组分在色谱系统中的保留值 .....	(157)
9.2.3	分离度 .....	(158)
9.2.4	容量因子(质量分配比 $k'$ )和相比( $\beta$ ) .....	(158)
9.2.5	相对保留值( $\alpha$ ) .....	(159)
9.3	色谱理论 I —— 塔板理论 .....	(159)
9.3.1	塔板模型的基本假设 .....	(159)
9.3.2	塔板理论方程式 .....	(161)
9.3.3	塔板理论的讨论 .....	(162)
9.4	色谱理论 II —— 速率理论 .....	(163)

9.4.1	涡流扩散项 .....	(163)
9.4.2	分子纵向扩散项 .....	(164)
9.4.3	传质阻力项 .....	(164)
9.5	分离度 .....	(168)
9.5.1	分离度与组分被分离的纯净度 .....	(168)
9.5.2	分离度方程及分离度的控制 .....	(169)
<b>10</b>	<b>气相色谱法</b> .....	(173)
10.1	气相色谱仪 .....	(173)
10.1.1	气路系统 .....	(173)
10.1.2	进样系统 .....	(174)
10.1.3	分离系统 .....	(175)
10.1.4	检测系统 .....	(175)
10.1.5	记录及数据处理系统 .....	(175)
10.1.6	温度控制系统 .....	(175)
10.2	固定相 .....	(176)
10.2.1	固体固定相 .....	(176)
10.2.2	液体固定相 .....	(177)
10.2.3	色谱柱的制备 .....	(182)
10.3	气相色谱检测器 .....	(183)
10.3.1	检测器的性能指标 .....	(183)
10.3.2	热导池检测器 .....	(184)
10.3.3	氢火焰离子化检测器 .....	(186)
10.3.4	电子捕获检测器 .....	(186)
10.3.5	火焰光度检测器 .....	(187)
10.3.6	氮磷检测器 .....	(188)
10.3.7	光离子化检测器 .....	(188)
10.4	气相色谱定性分析 .....	(189)
10.4.1	利用已知物定性 .....	(189)
10.4.2	与其它分析仪器结合定性 .....	(189)
10.5	气相色谱定量分析 .....	(190)
10.5.1	定量分析的理论依据 .....	(190)
10.5.2	峰面积的测量方法 .....	(190)
10.5.3	定量校正因子的测定 .....	(191)
10.5.4	各种定量方法 .....	(191)
10.6	色谱定量分析允许误差范围 .....	(193)
<b>11</b>	<b>高效液相色谱法</b> .....	(194)
11.1	高效液相色谱法简介 .....	(194)
11.2	HPLC 的类型及类型的选择 .....	(195)
11.2.1	液-液色谱法 .....	(195)
11.2.2	液-固色谱 .....	(195)
11.2.3	离子交换色谱 .....	(196)
11.2.4	凝胶色谱 .....	(196)

11.2.5	液相色谱的简单模型 .....	(196)
11.2.6	分离类型的选择 .....	(197)
11.3	高效液相色谱仪 .....	(197)
11.3.1	流动相输送系统 .....	(198)
11.3.2	进样系统 .....	(199)
11.3.3	色谱分离系统 .....	(199)
11.3.4	检测记录数据系统 .....	(200)
11.4	高效液相色谱固定相 .....	(200)
11.4.1	液-固色谱固定相 .....	(200)
11.4.2	液-液色谱固定相 .....	(201)
11.4.3	离子交换剂 .....	(202)
11.4.4	凝胶色谱固定相 .....	(202)
11.5	液相色谱流动相 .....	(203)
11.5.1	对流动相的要求 .....	(203)
11.5.2	溶剂强度 .....	(203)
11.5.3	液-固色谱流动相的选择 .....	(204)
11.5.4	液-液色谱流动相的选择 .....	(204)
11.5.5	离子交换色谱流动相的选择 .....	(205)
11.5.6	凝胶色谱流动相的选择 .....	(205)
11.6	高效液相色谱检测器 .....	(206)
11.6.1	紫外吸收检测器 .....	(206)
11.6.2	示差折光检测器 .....	(206)
11.6.3	荧光检测器 .....	(206)
11.6.4	二极管阵列检测器 .....	(207)
<b>12</b>	<b>现代仪器分析中的背景消除及化学计量学简介 .....</b>	<b>(209)</b>
12.1	仪器分析中的背景及消除方法 .....	(209)
12.1.1	系统背景的消除和降低 .....	(209)
12.1.2	随机背景的消除与降低 .....	(215)
12.2	多组分分析及其在分析中的意义 .....	(221)
12.2.1	经典多组分分析 .....	(222)
12.2.2	化学计量学简介 .....	(222)
	<b>参考文献 .....</b>	<b>(224)</b>

# 1 绪 论

## 1.1 仪器分析学科的性质、内容与分类

### 1.1.1 仪器分析与分析化学

仪器分析(instrumental analysis)是研究有关物质分析的理论与技术的一门科学,它与化学分析同属于分析化学的范畴。分析化学(analytical chemistry)是一门历史悠久的科学,其传统定义是研究物质的分离、鉴定与测定原理和方法的一门学科,研究的对象是物质的化学组成和结构,研究的方法是用化学分析的方法。分析化学主要经历了三次大发展阶段:以四大平衡为基础的经典化学分析阶段、以仪器分析为主的近代分析化学阶段,近些年来分析化学进入了以化学信息学科为特征的新阶段。

由于生产与现代自然科学技术,尤其是生命科学、环境科学与材料科学的发展,对分析化学提出了一系列新的要求;另一方面,以系统论、信息论、控制论为代表的系统科学的发展与成熟,以及与之相关的计算机等技术学科的发展,使得人们对分析化学本质的认识有了新的发展:与其它化学分支学科不同,分析化学的对象不是直接研究和提供某种具体的有机或无机材料,而是要研究和提供对象的化学组成和结构的信息,因此,分析化学的本质是化学信息科学。现代分析化学的定义是利用自然科学的方法,获得有关物质系统的信息,并且对其解释、研究和应用的一门学科。分析化学的这个定义从范围、对象、方法与任务等各方面都极大地扩大了学科的范围。

按照这个定义,根据分析所依据的信息不同,分析化学可分为化学分析与物理物化分析两大类(见表 1-1)。化学分析方法的理论与技术比较成熟,也称为经典分析方法,目前大量分析工作由化学分析完成。物理物化分析方法是在吸收了物理学、电子学等学科成就的基础上发展起来,是根据物质的物理性质和物化性质(如物质的光学、电学、热学性质)来进行分析的;这类分析方法一般要依靠仪器来完成,所以习惯上称为仪器分析。因此,仪器分析这个名词不能从词面来理解。

### 1.1.2 仪器分析学科的性质

仪器分析研究的对象是物质的化学组成与结构,依据的是物质的物理、物化性质,利用的是物理学、化学与数学的原理与方法,运用的手段主要是分析仪器(硬件)技术与分析测试(软件)技术,因此本学科与现代化学、物理学、数学等基础自然科学的理论有着深刻的联系,与许多技术学科有广泛的交叉;从这个意义上讲,本学科实际是分析科学而不只是分析化学。

仪器分析取得的结果是一种信息,因此,可以脱离具体的能量形态或物质形态,按照信息处理的方法,对分析信息进行采集、传输、处理和利用,可以最大限度地应用当代信息技术的成就,有时可以直接移植有关信息技术的数学模型、算法与技术到仪器分析中来,这对现代仪器

分析起着重要的作用。

分析化学的现代定义强调了要解释和研究所获得的信息,这就使分析人员的作用发生了深刻的变化:分析人员不再只是提供分析测定的原始数据,而且还要研究和解释分析测试数据,以便发现隐含在分析数据中信息和客观事物的规律性。现代一些高难度的分析(如在复杂背景下或复杂的结构中测定微量成分、测定快速变化的瞬间过程,以及复杂的生物样品测定等)要求现代仪器分析的人员,不但应熟悉化学理论与技术,还必需掌握有关物理学、电子学、数学、统计学及计算机科学等方面的理论与技术,而且要求与各有关应用科学、技术科学的人员协同工作,才能从硬件技术和软件技术各方面一起完成分析任务。现代仪器分析不再只是以分析为特征,而且,在分析的基础上要不断的综合,体现了本学科的交叉性与综合性。

### 1.1.3 仪器分析的基本内容

按化学信息学的观点可对仪器分析学科的内容与分类作一般的讨论。

仪器分析科学中可以简单地把某一事物的某种信息(information)理解为该事物在某一方面的特征;所谓分析信息是指分析所依据的待测物的某种或某些特征。

任何一种事物,总是具有多方面的特征,一般可分为性质特征与数量特征。定性分析和结构分析依据物质的性质特征,定量分析依据数量特征。不同的仪器分析技术依据样品的不同特征信息中的某一类。由于依据信息的量、信息的强度与信息的特征性不同,决定了各种仪器分析技术的特点。

仪器分析的过程一般是通过测定样品的某种化学、物理或物化性质,将分析信息负载到分析信号(signal)。分析信号是负载分析信息的载体,它通常是具有某种能量形式的物理量,如光、电、热、声等。分析所依据的性质特征与数量特征分别由分析信号的性质参数与数量参数来表征。例如,用红外光谱鉴定某种有机物时,样品分子内原子间振动的特征是分析信息,红外光是分析信号;通过测定样品的红外吸收光谱,将样品的有关信息负载到样品光谱;分别由光谱的频率与强度参数表征样品的性质与数量(浓度)特征。

仪器分析学科的基本内容是研究物质的性质特征、数量特征(信息)与其结构、组成的关系,并研究运用仪器技术与测试技术,通过这些关系由分析信息进行定性、定量的方法。

### 1.1.4 仪器分析技术的分类

仪器分析中要区分分析技术(analytical technique)与分析方法(analytical method)两种概念。分析技术是指能提供物质结构与组分的某种有用信息的基本科学手段;分析方法是指利用某种分析技术,解决某一分析问题的方法,将于下一节再作讨论。

正确选用一种仪器分析技术需要了解其分类。根据不同分析技术所直接依据的信息与运用信号的特点,仪器分析可分为光学分析、电化学分析、质谱分析、色谱分离分析……等等。其中光学分析所依据的原信息是样品分子或原子的能量(或运动)状态,负载信息的分析信号是光(辐射)。光学分析再依据应用的光信号谱区的不同,分为紫外、可见、红外分析等等;依据光和物质相互作用的方式不同,再分为吸收、发射、散射分析等等。电化学分析所依据的信息是物质的热力学状态,负载信息的是电信号,依据电信号的不同又可分为电位分析、电导分析等等。

按分析目的,仪器分析可大体分成两类:一类是分析测定样品的结构与组成的技术;另一类是对样品中各个组分实行分离的技术(如色谱),有的兼有两种功能(如质谱分析)。复杂样品

分析常需两种以上技术的结合,例如,色谱-质谱联机、色谱-红外光谱联机。

表 1-1 是分析化学按信息与信号的特点分类,其中带“\*”的是本教材重点介绍的内容。

表 1-1 分析化学按信息、信号分类

分析化学	分析信息	测定的信号	分析技术
化学分析	化学性质	质量	重量化学分析法、离心分离
		容积	容量化学分析法
仪器分析	分子或原子的量子信息	辐射的吸收*	分子吸收光谱法(紫外、可见、红外)、原子吸收光谱法、核磁共振波谱法和电子自旋共振波谱法
		辐射的发射*	原子发射光谱法(X射线、紫外、可见)、分子发射光谱法、荧光法、磷光法、放射化学法
		辐射的散射	浊度法、散射浊度法,拉曼光谱法
		辐射的折射	折射法
		辐射的衍射	X射线衍射法和电子衍射法
		辐射的旋转	偏振法、旋光色散和圆二色谱法
		质荷比*	质谱法
		热	电位法、电位滴定、计时电位法
		电导	电导法
		电流	极谱法、溶出伏安法、电流滴定
	电量	库仑法(恒电位、恒电流)	
	热性质	热导法、热焓法	
	固定相与流动相中分配比*	气相色谱法、液相色谱法、薄层色谱法	
	电场中迁移率	电泳分离	

## 1.2 仪器分析的一般过程

### 1.2.1 分析流程

仪器分析的测试技术通过分析方法来实现,后者可用分析流程(或过程)来描述,一个完整的分析过程大致可用下列流程图来表示。

由图 1-1 可见,进行某项分析的首要问题是要根据样品的情况与分析目的,明确分析需要取得什么信息,由此并依据分析条件确定采用什么分析技术,制定相应的分析方法。一个完整

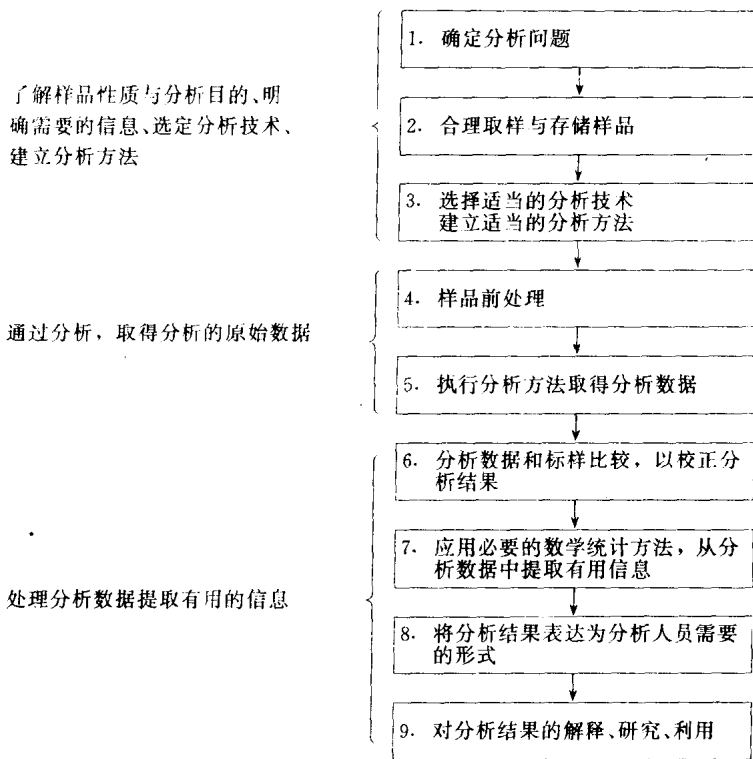


图 1-1 分析的流程

的分析方法应包括取样、样品的前处理(分离、提纯、制备等)、分析测定、分析结果的检验、分析数据处理、结果的表达、提供要求的分析报告,以及对分析结果的解释、研究、利用。分析结果的质量决定于分析全过程,其中,操作分析仪器,取得分析数据,只是整个分析过程中的一部分。

### 1.2.2 分析过程的信息传递链

按信息论的观点,仪器分析流程的本质是分析信息的采集、转换、传送、提取到最后表达解析的信息传输过程,这个过程可用分析信息传递链来描述。仪器分析过程中的分析信息传递链大体包括四个环节:

第一环是分析信息的负载:在信息和信号变换过程中,直接依据的或利用的、最初形式的信息和信号分别称为原信息和原信号。信息传递链的第一环就是将分析依据的原信息负载到原信号上。

第二环是分析信号的转换、变换与处理:分析的原信号通常是各种形式的物理模拟量,如光、热……,不便于直接处理;为了便于通过各种处理,从中取出所需要的有用信息,分析过程中常需要对分析信号进行各种变换与转换,形成各种中间处理信号,特别是计算机对分析数据的处理,需要转变成数字信号。如光谱分析中最初负载信息的是光,由检测器转换为电信号,再由记录仪转换成机械位移,最后产生光谱图,或转换成数字信号存入计算机。

第三环是分析信息的表达:各种仪器分析技术经常用图谱或数据的形式表达分析结果。

第四环分析结果的解析:从作为分析结果的图谱或数据确定样品的结构和组成。

这个信息传递链实际包含了分析过程的两个基本步骤:信息传递链的前三环是为了取得



真实反映样品特征的分析数据或图谱,就是分析信息的采集,然后,第四环依据分析数据确定样品的结构与组成,就是信息的分析。表 1-2 以光谱定性、定量分析与色谱分析为例,说明仪器分析的信息传递链。

表 1-2 吸收光谱与色谱分析中的信息传递

信息传递链	分子吸收光谱分析		色谱分离分析
	定性分析	定量分析	
原分析信息 ↓ 负载	分子内部某一层运动特征 频率或能级结构	分子的数目即浓度	热力学性质(分配比)的差别
原分析信号 ↓ 转换	对应谱区分析光的特征吸收频率	对特征频率光的吸收强度	样品内不同组分在色谱柱内的迁移速度差
转换的信号表 ↓ 达	不同形式的中间转换信号,如电信号、机械位移信号、数字信号等		决定于检测器的类型
图谱或数据 ↓ 解	分子吸收光谱的峰位	分子吸收光谱的峰高或峰面积	色谱图的峰位与峰的高度或峰面积
组分与结构	按特征吸收峰位或对照标准谱,确定样品结构	按比耳定律由吸光度计算出样品的浓度	与标样的色谱相比以定性,用内标、外标等法以定量

### 1.3 分析仪器

分析信息传递链的前三环都是在分析仪器中实现的;分析仪器是实现分析信息传递链的硬件基础,本质上是一种信息处理系统。

#### 1.3.1 基本结构

运用分析仪器技术的基础是了解其基本结构。分析仪器与传递信息的通讯系统相似,一般包含四个基本部分:分析信号发生器、输入转换器(检测器)、信号处理器与信号显示器,并通过分析信号的三种形式:原信号、转换信号与结果信号,将它们联系起来。分析仪器的结构框图见图 1-2。

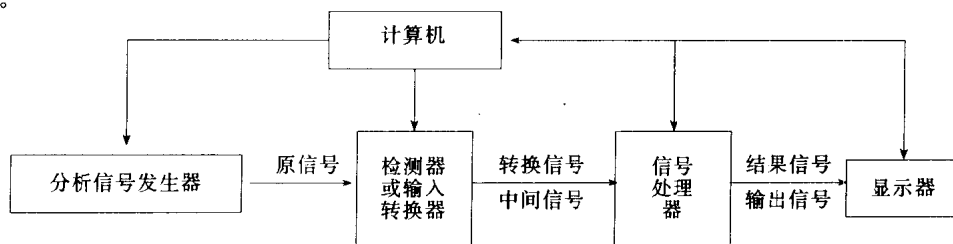


图 1-2 分析仪器结构框图

图 1-2 中分析信号发生器起信息负载的作用,通过使样品和某种作用能量(如光、电或热等)相互作用,产生负载了分析信息的原分析信号。检测器、信号处理器分别起信号转换与表达