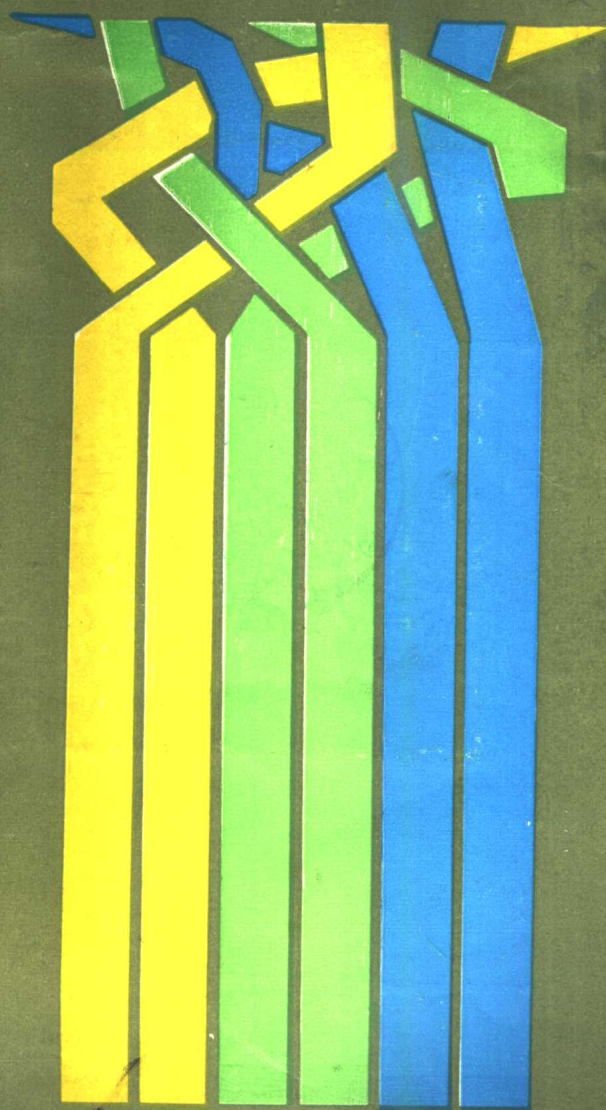


918963

精密分析仪器及应用

四川省分析测试技术联合服务中心

上册



四川科学技术出版社

精密分析仪器及应用

(上册)

陈复生 主编

四川科学技术出版社

一九八八年 成都

责任编辑：李世勋 杜 宁
封面设计：张 苏
版面设计：康利华

精密分析仪器及应用（上册）

精密分析测试技术联合服务中心编

出版：四川科学技术出版社

印刷：成都七二三四工厂

经销：四川省新华书店

开本：787×1092毫米 1/16

印张：24.75 插页：

字数：570（千）

印数：1—5000

版次：1989年9月第一版

印次：1989年9月第一次印刷

定价：9.80 元

ISBN7-5364-0364-2 / TH·11

前 言

80年代以来,我国生产和进口了不少大型精密分析测试仪器。这些仪器大都是微机化的,自动化程度较高,功能也较齐全,但它们鲜为人知,使用率较低。为了让这些先进仪器能在四化建设中充分发挥作用,在四川省科委的大力支持下,由四川省分析测试技术联合服务中心,组织了一部分在大专院校和科研单位长期从事仪器分析的科技人员,也是这些仪器的管理和操作者,集体执笔,集成此书。

本书介绍了大型精密分析测试仪器共40余种,包括各式光谱仪、色谱仪、X射线衍射仪、核磁共振及顺磁共振波谱仪、固体及气体质谱仪、色质联用仪、电子显微镜及图象仪等。对每种仪器,以介绍其功能、结构、原理、使用、维护为主,并辟专节论述其在各行各业中的应用。章末列表介绍此种仪器在国内外的生产型号及性能指标,以便读者在选购或选用时参考。每章所介绍的参考文献,是为读者进一步学习服务的。

本书的主要服务对象是大专院校师生和具有高中文化程度、与分析测试有关的科技人员、管理人员、职业中学师生、工人、农民及有志的知识青年。本书既可作为参考读物,也可作为大专院校及某些职业中学的教材。

本书在编写过程中,承中国科学院成都分院岳奎元,中国科学院成都有机化学所李玉珍,成都地矿所蒋素荣、颜端文,四川省农业科学院于锡沼、文素光、郑孔琳,华西医科大学雷幼导,成都科技大学张铭诚、罗湘捷、冯光熙、黄华、王晋、许晓明、田清权、翁浙杭、杨晓燕等同志分别审校了有关章节,提出了许多宝贵意见,不少同志为本书绘制了图表,缮写了书稿,国内外一些仪器生产单位还寄来了产品资料,谨此一并致谢。限于作者的水平,本书缺点错误在所难免,请读者批评指正。

编者

一九八六年六月

编委会成员

主 编 陈复生 (华西医科大学)
副主编 张兴栋 (四川大学)
王 晰 (中国科学院成都分院)

编 委 (以姓氏笔划为序)

傅绍清 (四川省农业科学院)
石殿英 (成都科技大学)
陈继镛 (四川大学)
袁基典 (成都地矿所)
熊大述 (中国科学院成都有机化学所)
戴述文 (四川省科学器材服务公司)

作 者 (按章节顺序排列)

陈复生 (华西医科大学)
童式国 (四川大学)
傅绍清 (四川省农业科学院)
李文通 (中国科学院成都有机化学所)
羊彦衡 (成都科技大学)
谢 蕙 (四川大学)
赵绩莲 (中国科学院成都分院)
黄天荃 (四川大学)

朱居木（四川大学）
王龙书（中国科学院成都分院）
何家清（中国科学院成都分院）
石殿英（成都科技大学）
周宗华（四川大学）
张建国（四川大学）
周宗远（中国科学院成都分院）
周正中（成都地矿所）
陈德本（四川大学）
黄和孝（成都科技大学）
牟文萱（华西医科大学）
张义光（华西医科大学）
陈德贞（成都地矿所）
胡述楫（四川省农业科学院）
胡谟彪（四川省农业科学院）
李 果（四川省农业科学院）
万国祥（中国科学院成都有机化学所）
邓正华（中国科学院成都有机化学所）
刘绍芳（华西医科大学）
方鲁延（华西医科大学）

目 录

第一章 发射光谱分析仪器

§ 1.1 摄谱法所用的仪器	(3)
§ 1.2 ICP光源和ICP光谱仪	(10)
§ 1.3 光谱分析方法	(20)
§ 1.4 分析应用	(23)
参考文献	(25)
附表	(25)

第二章 原子吸收分光光度计

§ 2.1 分析原理	(30)
§ 2.2 仪器结构	(32)
§ 2.3 仪器类型	(38)
§ 2.4 仪器性能	(42)
§ 2.5 应用范围	(44)
参考文献	(46)
附表	(47)

第三章 紫外分光光度计

§ 3.1 分子光谱概述	(49)
§ 3.2 紫外及可见光光度计的原理及结构	(52)
§ 3.3 紫外分光光度计的使用和维护	(58)
§ 3.4 有机化合物的紫外光谱和化学结构的关系	(60)
§ 3.5 紫外分光光度法的应用	(65)
参考文献	(67)
附表	(69)

第四章 分子荧光及磷光光谱仪

§ 4.1 荧光及磷光光谱仪检测的对象——光致发光	(75)
§ 4.2 荧光光谱仪	(78)
§ 4.3 磷光光谱仪	(87)
§ 4.4 荧光及磷光光谱仪的应用	(88)
参考文献	(91)
附表	(93)

第五章 红外光谱仪

§ 5.1 红外吸收光谱原理	(100)
§ 5.2 红外光谱仪的工作原理	(105)

§ 5.3 红外光谱与分子结构	(110)
§ 5.4 红外光谱的应用	(114)
参考文献	(124)
附表	(125)
第六章 近红外光谱分析仪器	
§ 6.1 近红外光谱快速定量分析原理	(127)
§ 6.2 近红外反射光谱仪的结构和工作原理	(131)
§ 6.3 近红外光谱定量分析仪器的进展	(133)
§ 6.4 近红外光谱定量分析仪器的应用	(134)
§ 6.5 订购仪器注意事项及部分近红外光谱分析仪器简介	(136)
参考文献	(137)
附表	(138)
第七章 激光拉曼光谱仪	
§ 7.1 拉曼光谱的基本原理	(139)
§ 7.2 晶体的拉曼散射介绍	(143)
§ 7.3 仪器装置	(147)
§ 7.4 激光拉曼光谱的应用	(150)
参考文献	(156)
附表	(157)
第八章 光声光谱仪	
§ 8.1 光声光谱	(158)
§ 8.2 光声光谱仪	(161)
§ 8.3 光声光谱仪的应用	(168)
§ 8.4 光声显微镜及其应用	(173)
参考文献	(174)
第九章 X射线衍射仪	
§ 9.1 晶体学基础和X射线的性质	(175)
§ 9.2 晶体对X射线的衍射和衍射仪原理	(181)
§ 9.3 X射线衍射仪装置	(185)
§ 9.4 X射线衍射仪主要附件	(192)
§ 9.5 应用	(193)
参考文献	(202)
第十章 四圆单晶衍射仪	
§ 10.1 概述	(203)
§ 10.2 四圆单晶衍射仪系统结构及性能指标	(206)
§ 10.3 四圆测角仪的基本原理	(209)
§ 10.4 R 3 M/E型和CAD 4—PD P _{11/44} 型四圆单晶衍射仪简介	(216)
§ 10.5 结构分析原理与程序操作简介	(217)
§ 10.6 应用	(222)
参考文献	(223)

附表	(224)
第十一章 X射线荧光光谱仪	
§ 11.1 X射线光谱分析的基本原理	(227)
§ 11.2 X射线荧光光谱仪	(229)
§ 11.3 X射线荧光光谱分析的应用	(232)
参考文献	(240)
附表	(242)
第十二章 小角激光光散射仪	
§ 12.1 高分子溶液光散射的基本原理	(244)
§ 12.2 小角激光光散射仪	(247)
§ 12.3 小角激光光散射仪的应用	(252)
参考文献	(260)
附表	(260)
第十三章 热分析仪	
§ 13.1 概述	(264)
§ 13.2 热重仪 (TG)	(267)
§ 13.3 差热分析仪 (DTA)	(275)
§ 13.4 差示扫描量热仪 (DSC)	(280)
§ 13.5 DTA及DSC的应用举例	(283)
参考文献	(289)
第十四章 极谱仪	
§ 14.1 极谱分析的基本原理	(291)
§ 14.2 极谱定量分析	(294)
§ 14.3 示波极谱仪	(297)
§ 14.4 笔录式极谱仪 (883型极谱仪)	(301)
§ 14.5 溶出伏安法	(303)
§ 14.6 催化极谱	(305)
§ 14.7 极谱催化波的应用	(310)
参考文献	(315)
附表	(317)
第十五章 凯氏定氮仪	
§ 15.1 定氮原理	(319)
§ 15.2 凯氏定氮仪基本结构和工作原理	(320)
§ 15.3 凯氏定氮仪的使用特点及保养	(322)
§ 15.4 凯氏定氮仪的应用	(324)
参考文献	(326)
附录 目前国内外生产的凯氏定氮仪简介	(325)
第十六章 动态粘弹谱仪	
§ 16.1 概述	(327)
§ 16.2 聚合物粘弹性的基本知识	(327)

§ 16-3 动态力学测量方法与仪器装置·····	(330)
§ 16-4 应用·····	(333)
参考文献·····	(336)
附表·····	(337)
第十七章 液体闪烁计数器	
§ 17-1 液体闪烁计数器的测量原理·····	(338)
§ 17-2 液体闪烁计数器的有关问题·····	(346)
§ 17-3 液体闪烁计数器的应用·····	(351)
参考文献·····	(355)
附表·····	(356)
第十八章 超速冷冻离心机	
§ 18-1 离心机的原理及构造·····	(363)
§ 18-2 差速离心法·····	(366)
§ 18-3 密度梯度离心·····	(368)
§ 18-4 梯度材料·····	(371)
§ 18-5 离心转头·····	(373)
§ 18-6 离心机的安装、操作与应用·····	(376)
参考文献·····	(377)
附表·····	(378)

第一章 发射光谱分析仪器

本书介绍的各种分析测试仪器,都是用于测定样品的物质组成和数量关系的。一般的物质均由分子、原子组成,而各种原子又由原子核及核外绕行电子组成,这些分子、原子、原子核、电子均处于不停地运动中,在一定条件下,它们都具有一定的能量(也称为处于一定的能级)。从量子力学的观点来看,它们可能具有的能级是不连续的,当吸收外界供给的能量,则由低能级 E_1 跃迁至高能级 E_2 。这一过程称为激发,受激后称为处于激发态。在激发态下由于所具有的能量较高,很不稳定,会自发地直接或经中间能级后返回低能级 E_1 ,并同时把受激时所吸收的能量 $\Delta E (= E_2 - E_1)$ 以电磁波的形式释放出来,这一过程称为退激。根据量子理论

$$\Delta E = h\nu = h \frac{C}{\lambda} \quad (1-1)$$

式中, h 为普朗克常数; ν 、 λ 、 C 分别表示辐射出来的电磁波的频率、波长、波速(即光速)。从式中可见:退激时,如 ΔE 愈大,则辐射出的电磁波的频率愈高,波长愈短,反之亦然。

由于各种分子、原子、原子核、电子所处的运动状态不同,它们可能具有的能量范围必然不同,因而退激(或激发)时在能级跃迁中可能辐射(或吸收)的电磁波的波长也不相同。例如,原子核的能级跃迁,可以辐射(或吸收) γ 射线,原子内层电子的能级跃迁,可以辐射(或吸收) x 射线,原子中价电子的能级跃迁,可以辐射(或吸收)近红外、可见光至紫外范围内的电磁波;分子的振动能级跃迁,可以辐射(或吸收)中红外至近红外范围内的电磁波;分子的转动能级跃迁,可以辐射(或吸收)微波至远红外范围内的电磁波;分子中所含未配对电子,在外磁场作用下,将使电子的自旋产生定向能级跃迁,从而辐射(或吸收)微波段的电磁波;具有磁性的原子核,在外磁场中的进动能级跃迁,可以辐射(或吸收)射频段的电磁波等等,其详细情况见表1-1。

如上所述,与退激过程相反,如以电磁波作能源进行激发,则各种分子、原子、原子核、电子由于可能具有不同的能量范围,因而受激时将吸收不同波长的电磁波,并且它们在退激过程中所辐射的波长正是在同样状态下受激时所吸收的波长,测定了这些电磁波的波长和强度,即可对样品的物质组成及数量进行定性和定量分析。在实践中为了便于对某一波段的电磁波进行准确的测量,一般都设计有专用的分析测试仪器,本书后续各章,将分别予以介绍(见表1-1)。

本章将要讨论的发射光谱分析仪器,是在光源中使被测样品的原子或离子激发,并测定退激时其价电子在能级跃迁中所辐射出来的电磁波(主要为近紫外及可见光),再根据其光谱组成和强度分布情况来定性或定量地确定样品的元素组成和数量。在现代的发射光谱分析中,对光谱的检测方法有摄谱法和光电法两种,它们所用的仪器也各不相同,摄谱法所用的仪器包括光源、摄谱仪、光谱投影仪、测微光度计等;而光电法所用的仪器则为光源、分光

表 1—1 各电磁波段的产生原因及有关测试仪器

波长①	波数②	波 段	产 生 原 因	本书将要介绍的有关仪器	这些仪器在本书中的章次
10cm	0.1	射频	核自旋	核磁共振波谱仪	十九
1cm	1.0		电子自旋	电子顺磁共振波谱仪	二十
0.1cm	10	微波	分子转动		
100 μ	10 ³				
10 μ	10 ⁵	红外线	远红外	中、远红外光谱仪	五
1 μ	10 ⁶		中红外		
			近红外	近红外光谱仪	六
100m μ	10 ⁸	可见光	分子振动	激光拉曼光谱仪	七
100 μ	10 ⁸		价电子跃迁	发射光谱分析仪器	一
100 $\text{\AA}$	10 ⁸	紫外线		原子吸收分光光度计	二
10 $\text{\AA}$	10 ⁷		近紫外	紫外分光光度计	三
1 $\text{\AA}$	10 ⁸	X射线	真空紫外	分子荧光及磷光光谱仪	四
0.1 $\text{\AA}$	10 ⁹		软X射线		
0.01 $\text{\AA}$	10 ¹⁰	Y射线	硬X射线		
			内层电子跃迁	X射线衍射仪	九
				X射线荧光光谱仪	十一
				四圆单晶衍射仪	十
				液体闪烁计数器	十七
			核跃迁		

注① $1\mu=10^{-4}\text{cm}$, $1\text{m}\mu=10^{-7}\text{cm}$, $1\text{\AA}=10^{-8}\text{cm}$.

②波数是每cm内波的数目, 单位用 cm^{-1} .

仪、光电倍增管、检测系统（有的同时带有专用微型计算机）等。其具体情况如图 1—1 所示。本章将把这两种方法所用的仪器，分节予以介绍，章末再辟专节讨论发射光谱分析仪器的应用。

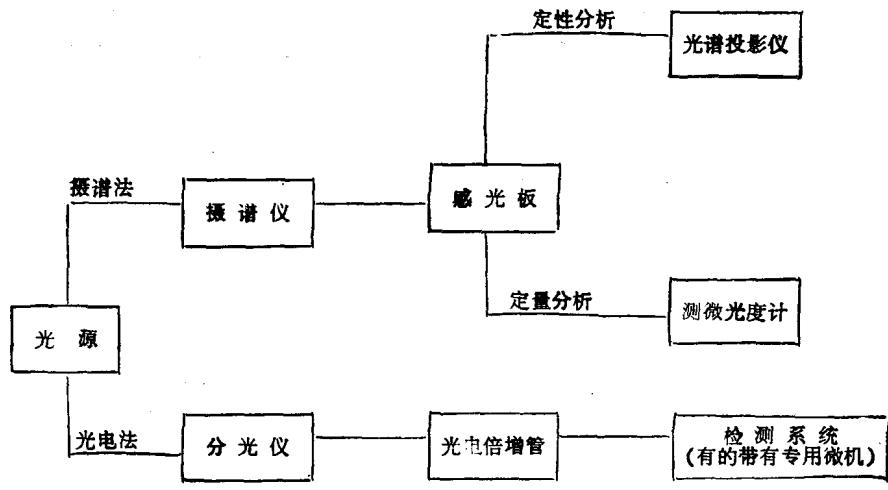


图 1—1 发射光谱分析的过程及其所用的仪器装置

§ 1.1 摄谱法所用的仪器

一、光源

在发射光谱分析中，光源的作用主要是为蒸发和激发试样而提供所需的能量，使之产生原子光谱。由于它对分析的准确度起着重要作用，因而一直受到光谱分析工作者的重视，通过不断地改进，到目前为止已被采用的光源有火焰，交、直流电弧，火花，电感耦合等离子体（简称 ICP）光源，直流电弧等离子喷焰，辉光放电〔包括空心阴极放电管和格里姆（W.Grimm）放电管〕，激光光源等。这些光源既可用于摄谱法中，也可用于光电法中，为了叙述的方便和节省篇幅，本节只讨论交、直流电弧和火花，ICP 光源在下节中讨论，火焰及空心阴极放电管在第二章中介绍，至于其它的光源，目前还使用得不够普遍，故从略，读者如有兴趣，可参看有关资料〔1〕。

1. 直流电弧发生器 图 1—2 为其电路的示意图。由其它整流装置供给约 300V 的直流电压，经电抗线圈 L 及选择开关 K 后，直接加在电极的电弧隙上，用适当方式将电弧隙短暂地短路，使电极头发热，即可在隙间形成电弧。电路中的直流电流，可经 K 选用不同的串联电阻加以调节，其大小可从安培计 A 上直接读出。在一般的分析工作中，电流强度多用数

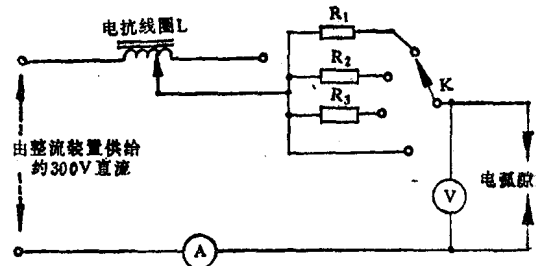


图 1—2 直流电弧发生器的电路示意图

A至20 A, 电弧温度可达4000~7000°K, 如在电弧中引入了试样, 即可使之激发而发射出相应的光谱。

这种发生器的优点是线路简单, 并能使试样中经电弧分解的阳离子在阴极附近富集, 形成一个发射强度大为增加的阴极富集区, 从而使分析的绝对灵敏度很高, 可用来分析痕量元素。但由于电极头的温度很高, 将对试样引起严重的选择性挥发, 同时电极本身也挥发较快, 造成谱线——背景比很高。另外, 电弧常在弧隙间晃动和闪烁不定, 加入了如图1—2中的L, 虽可以减轻这种不稳定性, 但分析的再现性仍然较差, 因此这种发生器多用在定性分析中。

2. 交流电弧发生器 如把220V的市用交流电直接加在电极的电弧隙上, 由于电压太低, 不足以引燃电弧, 即使用某种方法点燃, 但在交流电过零时, 电弧仍然要熄灭, 因此交流电

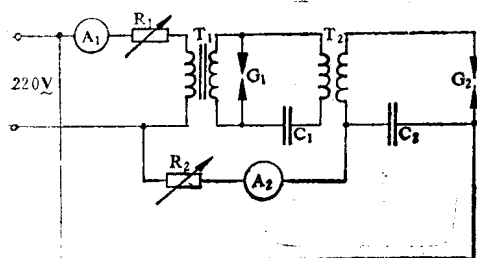


图1—3 交流电弧发生器的电路示意图
(上图中变压器 T_2 的左边为 L_1 , 右边为 L_2)

弧发生器中除有低压放电回路外, 还必须包括能按需要击穿弧隙的激发器。图1—3为交流电弧发生器的示意图, 市电经升压变压器 T_1 升至数千伏后, 加在由两个相隔一定距离(可以在外部加以调节)的钨质圆盘组成的辅助间隙 G_1 上, 同时通过高频变压器 T_2 的初级线圈 L_1 给电容 C_1 充电, 当电压升至 G_1 的击穿电压时, G_1 被击穿而成通路, C_1 即经 G_1 、 L_1 放电, 形成高频振荡电流, 在 T_2 的次级线圈 L_2 中感应出高达1~2万伏的高频电压, 此高频高压通过 C_2 把弧隙(又称分析间隙) G_2 击穿, 使之成为导电通路, 但每次击穿时间只能维持 $10^{-6} \sim 10^{-4}$ 秒左右。为了控制导通后 T_1 、 T_2 中电流的大小, 还在 T_1 的供电回路中联入了可调电阻 R_1 。由此可见, 这部分电路组成了用以击穿弧隙的激发器。 G_2 一经击穿, 低压回路 R_2 — G_2 — L_2 也成为通路, 市电即可在 G_2 中燃弧, 并一直维持到市电在过零点附近, 燃弧才停止, 到市电的下半周期内, 激发器再次击穿 G_2 , 电弧又重新点燃。

交流电弧的分析灵敏度虽较直流电弧稍低, 但稳定性高得多, 是定量分析中经常使用的光源。

3. 火花发生器 火花和电弧不同, 它是瞬间的高电流密度的气体放电, 在放电通道中, 电流密度可达 $10^5 \sim 10^6$ A/cm², 因此放电能量极大, 激发温度很高, 但引起的电极温升很低(与电弧引起的相比)。

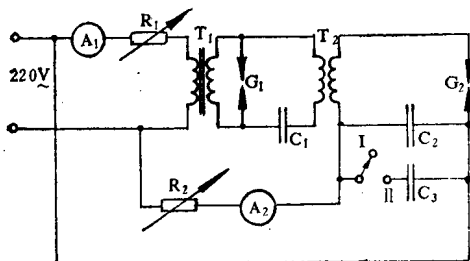


图1—4 低压火花发生器的电路示意图
(上图中变压器 T_2 的左边为 L_1 , 右边为 L_2)

火花可分为低压火花(一般为400~1000V)和高压火花(一般>8000V)两类。低压火花发生器的电路如图1—4所示, 它与图1—3相比, 大同小异, 只是在 C_2 (一般只有0.2μF)上并联了一组大电容 C_3 (一般为2~10μF), 当开关K在位置I时, C_3 未接入, 这时电路为交流电弧状态, 只有转向位置II时, C_3 才与 C_2 并联, C_3 与 C_2 后的电容远较 C_2 为大, 在 G_2 未被击穿前, 可充入更多的电量, 当 G_2 被击穿后, 它通过 L_2 、 G_2 放电而产生的高频振荡电流 I_2 将大大增强, 虽然此时 G_2 中仍有由市电引起的低频电流 I_1 , 但起主导作用的是 I_2 , 由于它的放电时间短, 可获得很大的电流密度, 因而可使放电成为火花性。

高压火花发生器除放电回路的电压较高外, 放电回路中的电感、电容和电阻一般均可调

节,从而产生不同性质的火花以供不同分析目的之用。随着控制放电间隙方式的不同,又可分为静止间隙控制火花和转动间隙控制火花两类,前者的典型产品有英国FS—138型、国产WPF—3型、苏联ЙГ—2、ЙГ—3型等;后者的典型产品有东德FF—20、HFO—1、HFO—2等。高压火花发生器的电路较复杂,读者如有兴趣,可参看上述产品的说明书。

在现代的高压火花中还有一种高压整流火花,它是把高压变压器的交流输出经整流后才向电容器充电,因此得到的高压火花就具有单向放电的性质,例如日本CS—1型组合光源、美国的“高性能光源”等都包含有这种光源。70年代以来,在高压整流火花的基础上,有的再加调谐电路以控制放电回路的阻尼振荡,从而进一步提高放电的稳定性;有的还在分析间隙上并联高压整流管以改善放电特性等,由于采取了这些措施,虽然不用转动间隙控制,但放电稳定性仍然很好,这种光源,一般称为控制波形高压火花光源,现美国、日本、英国、东德等均有商品出售,我国北京第二光学仪器厂也已试制成功。

综上所述,低压火花的特点是,放电性能可以在较宽范围内调节,即可从电弧过渡到火花,其分析灵敏度比高压火花为高,但放电的稳定性远不如高压火花;高压火花的特点是,放电稳定性很高,分析结果的再现性很好,并且由于激发温度很高,因而可以激发试样中一些难于激发的元素,但引起电极的温升低,单位时间内蒸发的试样很少,故分析灵敏度低,只适宜作高含量元素的定量分析。

二、摄谱仪

摄谱仪是把来自光源的复色光展开成光谱并用感光板摄取的仪器,因此它实质上是一种用感光板摄取光谱的分光仪器。

1. 摄谱仪的组成部分 一般均由四部分组成,现分述如下,

(1) 照明系统:它的主要作用是截取并会聚光源中的某一部分光,用以照明入射狭缝。常见的有单透镜聚光和三透镜聚光两种形式,单透镜聚光是截取辐射光源的一部分直接成像

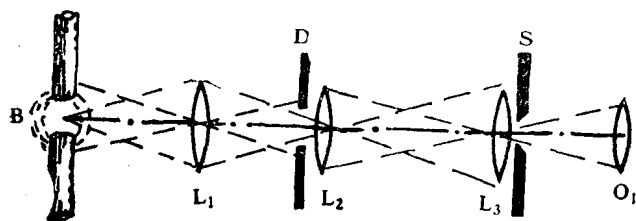


图 1—5 三透镜聚光系统

在入射狭缝上,它会聚的光量较少,对入射狭缝的照明也不均匀;另一种为三透镜聚光,如图 1—5 所示。第一透镜 L_1 将光源 B 成象于遮光板 D 上,由 D 遮去电极头的象, D 上的窗口只让来自分析间隙的光通过,并经第二透镜 L_2 均匀会聚于入射狭缝 S 上,

第三透镜在 S 前,它把 D 中窗口处的象会聚于准光镜 O_1 上,这样,既会聚更多的光量入射,也可使 S 得到均匀照明。

(2) 准光系统:一般包括入射狭缝 S 和准光镜 O_1 。S 由两片可同时平行移动的不锈钢顎片组成,其间隙宽度的最小调节单位可达 1μ ,是一个十分精密的机械结构,所摄得谱线的质量与它密切相关,因此在摄谱仪的使用过程中应充分重视对它的维护。准光镜 O_1 为一球面透镜或一凹面反射镜,其作用是把来自 S 的光变成平行光而投射到色散元件上。

(3) 色散系统:它主要由色散元件构成,在摄谱仪中所用的色散元件有棱镜和光栅两种,因此随着所用色散元件的不同,可分为棱镜摄谱仪和光栅摄谱仪两大类。由于光栅摄谱

仪具有色散率均匀、分辨本领高、散射光少等优点，并随着各种新型光栅的问世，棱镜摄谱仪有逐渐被取代的趋势。

(4) 摄象系统：它主要包括成象物镜 O_2 、感光板 F 及暗箱等，其作用是把色散后的单色光聚焦在 F 上，使 F 能把按波长顺序排列的光谱记录下来，以供分析之用。

2. 几种具有代表性的摄谱仪的光路结构 目前国内、外生产的商品摄谱仪种类繁多，我国已经引进或生产了的也不少（详见本章附表），现介绍其中有代表性的一部分如下：

(1) Q—24型中型石英棱镜摄谱仪：其光路结构如图1—6所示。图中1为光源；2、

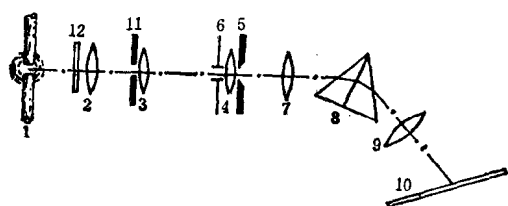


图1—6 Q—24型棱镜摄谱仪光路图

3、4为三透镜照明系统；11为遮光板；12为保护镜，它是一块两面平行的水晶片，能隔离光源的高热以免直接加到透镜2上；5为入射狭缝；6为限制光谱高度的光栏，操作者可通过对它的调节而在感光板上获得不同高度的光谱，也可以在此处加入阶梯减光器以获得上下曝光量不等的光谱；7为准光镜；8为色散

棱镜，本仪器采用考组（Corun）棱镜，它是由一个右旋水晶棱镜和一个左旋水晶棱镜组合而成，这是因为水晶对自然光有双折射现象，两束折射光的折射率不同，只用一种水晶作棱镜，经它分光后将得到两个平移了一定距离的光谱象，显然，这在光谱分析工作中是不允许的。为消除这种双象，再加一个能使光谱象向相反方向平移的水晶棱镜，这样就使两个象又

合二为一了；另一种消除这种双象的方法，是在水晶棱镜的一个面上镀上金属薄膜，构成反射层（或在水晶棱镜外加反射镜），使反射光按入射光相反的方向出射，由于光线在同一水晶棱镜中往返了一次，因而也就不会产生双象了，这种结构也称为利特罗（Littrow）棱镜，在下面介绍的自准式棱镜摄谱仪中将会见到它的应用；9为成象物镜；10为感光板。这种摄谱仪的特性指标已列入本章附表中。

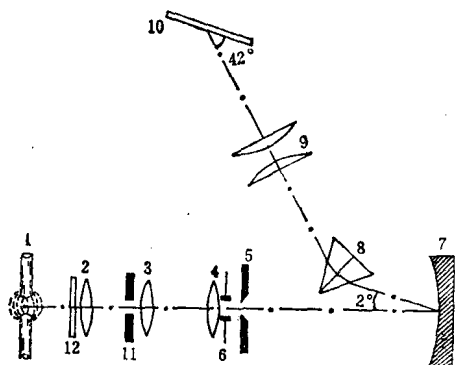


图1—7 ИСП—28型棱镜摄谱仪光路图

(2) ИСП—28型中型石英摄谱仪：其光路结构如图1—7所示，各组成元件已在图中说明。与Q—24型摄谱仪相比，大同小异，其主要不同处在于其准光镜为一镀铝凹球面反射镜，而不是如图1—6中的球面透镜7。这种摄谱仪的特性指标已列入本章附表中。

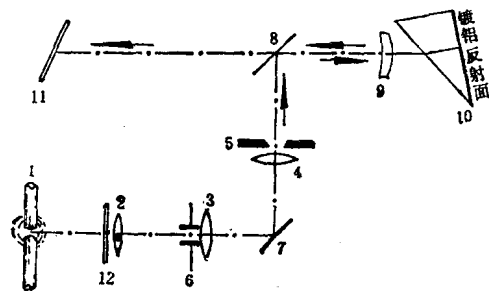


图1—8 KCA—1型自准式棱镜摄谱仪光路图

(3) KCA—1型自准式大型棱镜摄谱仪：其光路结构如图1—8所示，各组成元件已在图中说明。与上两种中型摄谱仪相比，由于它的色散率较高，故称为大型摄谱仪；另一个特点是它用利特罗棱镜作分光元件，除备有水晶棱镜外，还有玻璃棱镜以供在可见光范围内摄谱。其特性指标可参看本章附表。

(4) WSP—1型平面光栅摄谱仪：其光路结构如图1—9所示，光源 S 发出的光通过

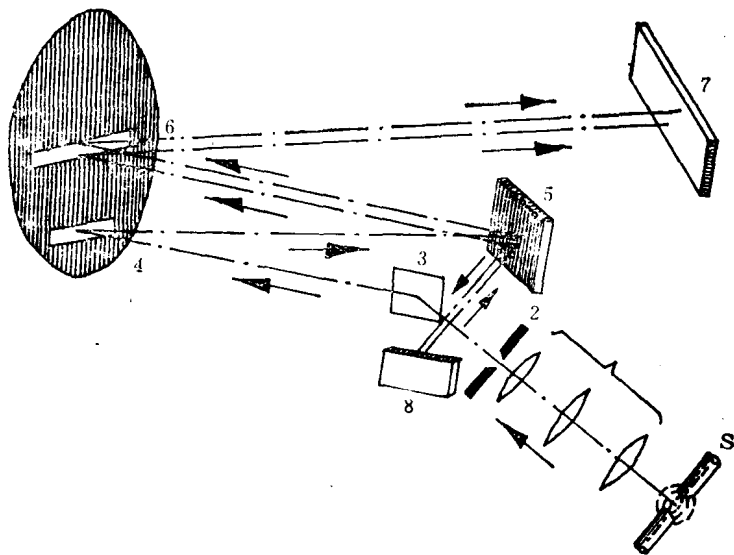


图1-9 WSP-1型平面光栅摄谱仪光路图

三透镜照明系统1，均匀照明入射狭缝2，再经小反射镜3折向大球面反射镜（即准光镜）4的下部后成平行光，投射到光栅5上，经它分光后的各单色光，再射向大球面反射镜中央的成像物镜6上，经它反射，最后成象在感光板7上。本仪器还采用了二次分光技术，当把“二次光谱”反射镜8置入光路后，经光栅5一次分光后的各单色

光，由8把它们再反射回来，经光栅5二次分光，最后在感光板上可得到“二次光谱”，从而提高了仪器的色散率和分辨率。

除平面光栅摄谱仪外，还有凹面光栅摄谱仪，由于国内未见组织生产，引进国外产品也不多，故略，读者如有兴趣，可参看有关资料(2)。

3. 摄谱仪的光学性能指标 主要有色散率、分辨率和聚光本领，现分述如下：

(1) 色散率：指摄谱仪能分开不同波长的光谱线的能力，常用线色散率 $\Delta l / \Delta \lambda$ 表示，即当波长改变 $\Delta \lambda$ （埃）时，在感光板上反映出 Δl （mm）的距离变化。习惯上为了直观，多以它的倒数 $\Delta \lambda / \Delta l$ 来表示，意即感光板上间隔1mm的两条谱线的波长差。比值愈小，则摄谱仪的色散率愈大，在感光板上可能摄得的谱线也愈多，并受到背景的干扰愈小，从而使分析的灵敏度更高。

平常按色散率的大小，把摄谱仪分成大型、中型和小型三类，但不论那种类型的棱镜摄谱仪，其色散率均随波长而改变，同一个摄谱仪，对波长愈长的谱线，其色散率就愈小，例如中型棱镜摄谱仪，对波长太大的谱线，往往由于色散率太小、谱线相互重叠而使之无法进行分析。

与棱镜摄谱仪相反，不论那种类型的光栅摄谱仪，其色散率基本不随波长改变，对波长大的谱线，其色散率大大优于棱镜摄谱仪，这也正是光栅摄谱仪的主要优点。

(2) 分辨率：是指摄谱仪能清晰分辨两条紧邻谱线的能力，常用 $\bar{\lambda} / \Delta \lambda$ 表示， $\Delta \lambda$ 为摄谱仪恰能分辨的两条紧邻谱线的波长差， $\bar{\lambda}$ 为它们的平均波长。 $\bar{\lambda} / \Delta \lambda$ 是一个无单位的比值，它由摄谱仪整个光学系统的质量和使用时调节的情况决定，同时还与感光板乳剂的粒度有关。其值愈大，说明摄得的谱线愈明锐，能分辨的谱线也愈多。

(3) 聚光本领：是指摄谱仪的光学系统聚集入射光的能力，常用 d/f 表示， d 为成像物镜的通光孔径， f 为其焦距。聚光本领愈大，感光板上得到的照度也愈大，只需较短的曝光时间即可达到预期的曝光量，因此，聚光本领也被称为照象速率。