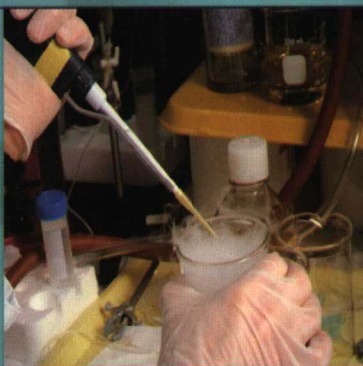




全国高职高专教育“十一五”规划教材



陈 宏 主编
于翠艳 副主编

常用分析仪器 使用与维护



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

全国高职高专教育“十一五”规划教材

常用分析仪器 使用与维护

陈 宏 主 编

于翠艳 副主编

高等教育出版社

内容提要

本书是根据最新高等职业教育化工技术类专业人才培养目标编写而成的,体现了“以技能培养为主线”的原则。

本书紧紧围绕分析仪器使用与维护这个中心,较为系统地介绍了各类分析仪器的分类、基本结构、重点操作、一般操作规程、安装调试、维护保养、故障分析与排除等内容。全书共分6章,涉及的常用分析仪器涵盖了紫外-可见分光光度计、红外分光光度计、原子吸收分光光度计、电化学分析仪、气相色谱仪、高效液相色谱仪等。

本书适用于应用性、技能型人才培养的各类教育的分析检验类专业及相关专业,也可供从事分析检验工作的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

常用分析仪器使用与维护/陈宏主编. —北京:高等教育出版社,2007.4

ISBN 978-7-04-021201-3

I. 常... II. 陈... III. ①分析仪器-使用-高等学校:技术学校-教材②分析仪器-维修-高等学校:技术学校-教材 IV. TH830.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 027807 号

策划编辑 王 冰 责任编辑 薛 玥 封面设计 于 涛 责任绘图 朱 静
版式设计 王艳红 责任校对 姜国萍 责任印制 尤 静

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 化学工业出版社印刷厂

开 本 787×1092 1/16
印 张 15.5
字 数 370 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landracom.com>
<http://www.landracom.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2007 年 4 月第 1 版
印 次 2007 年 4 月第 1 次印刷
定 价 22.10 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 21201-00

前 言

分析仪器是人类认识自然、改造自然的重要工具。现代科技和产业的快速发展,促进了分析测试仪器的迅猛发展。近年来,分析仪器的发展异常迅速,分析仪器的应用范围越来越广,分析仪器的作用越来越突出,从事分析仪器使用和管理工作的人员也越来越多。

分析仪器使用者的任务是“用好”分析仪器,充分发挥仪器的作用。作为一名优秀的分析仪器使用者,既要了解仪器的分类及特点,又必须十分熟悉仪器的基本结构及各组成部件的作用;既要能够进行一般的安装调试,还要了解仪器的全面性能检定;既要熟悉仪器的一般操作规则,更要熟练掌握主要操作技术;既要懂得仪器的日常维护与管理,又要掌握一般的故障分析与排除技术。本书正是为了满足分析仪器使用者的上述需要而编写的。本书在编写过程中,力求体现以下特色:

1. 仪器选择上突出通用性、层次性和典型性。本书选择通用性很强、目前被广泛使用的紫外-可见分光光度计、红外分光光度计、原子吸收分光光度计、电化学分析仪器、气相色谱仪和高效液相色谱仪作为介绍的对象。在每类仪器选择上,充分考虑不同层次使用的需求,既介绍了中、小企业中使用较为普遍的低、中档仪器,也介绍新型的高档次的仪器;既介绍国产仪器,也介绍部分在国内使用较广泛的国外产品。在每个层次仪器的选择上,精心挑选该层次具有典型代表性的仪器做重点介绍。

2. 教材内容安排上突出实用性、技能性和共性。全书突出仪器的规范操作,注重仪器的维护保养,强调仪器的故障分析与排除,全面强化技能培养。每类仪器的选材都把重点放在该类仪器使用与维护的共性介绍上,而不是放在若干型号仪器的使用与维护的分别介绍上。每类仪器的编写都按照仪器的分类、基本结构、一般操作程序、重点操作提示、安装调试、维护保养、故障分析和排除来展开。

3. 实现资格证书考试要求和学历要求相融合。教材的知识点是根据分析检验类高等职业教育专业的教学内容和化学检验工国家职业标准进行选取,每章后附有仪器操作技能量化考核标准,兼顾了考证需要和学历要求。

4. 突出教材的直观性和新颖性。在教材中插入大量仪器结构原理图和电路图等,并用图表的形式对每一章进行了小结;在每一章都加入了“知识窗”等小栏目,使学生从中能了解到分析仪器发展的最新动态。

本书由辽宁石化职业技术学院陈宏担任主编并统稿,大庆石油学院于翠艳担任副主编。具体编写分工如下:陈宏编写绪论和第一章至第四章;于翠艳编写第五章;辽宁石化职业技术学院刘永生编写第六章。本书由辽宁工学院李居参教授担任主审,并提出了许多宝贵意见和建议;在编写过程中,得到了教育部高等学校高职高专化工技术专业教学指导委员会、中国职业技术教

育学会教学工作委员会化学教学研究会(高职)、高等教育出版社的大力支持;许多仪器生产厂家为本书提供了大量的参考资料,在此一并表示衷心的感谢。

由于编者水平所限,缺点和不足之处在所难免,恳请广大读者批评指正。

编者

2006年12月

目 录

绪论	1	及比色皿成套性的检查	28
一、分析仪器的种类、组成和特点	1	训练 1-2 紫外分光光度法测定	
二、分析仪器的主要性能指标	3	水中硝酸盐	30
三、分析仪器的的发展趋势	4	紫外-可见分光光度计操作技能	
		量化考核标准	32
第一章 紫外-可见分光光度计	6		
第一节 紫外-可见分光光度计的		第二章 红外分光光度计	34
基本结构	6	第一节 红外分光光度计的基本	
一、紫外-可见分光光度计的分类	6	结构	34
二、紫外-可见分光光度计的基本		一、色散型红外光谱仪	34
结构	10	二、傅里叶变换红外光谱仪(FTIR)	36
第二节 紫外-可见分光光度计的		第二节 红外分光光度计的使用	39
使用	14	一、红外分光光度计的性能检定	39
一、紫外-可见分光光度计的检定	14	二、红外分光光度计的主要操作提示	41
二、紫外-可见分光光度计的主要		三、红外分光光度计的一般操作程序	44
操作提示	15	四、天光 TJ270-30 型红外分光	
三、紫外-可见分光光度计的一般		光度计的使用	45
操作程序	17	五、AVATAR360 型红外光谱仪的	
四、722B 光栅分光光度计的使用	17	使用	46
五、UV-2000 型紫外-可见分光		知识窗 远红外光谱和近红外光谱	
光度计的使用	18	简介	47
六、UV-VIS8500 紫外-可见分光		第三节 红外分光光度计的	
光度计的使用	19	维护与保养	49
知识窗 紫外-可见分光光度计		一、红外光谱仪的安装	49
仪器的最新进展	21	二、红外光谱仪的日常管理和维护	51
第三节 紫外-可见分光光度计的		三、红外光谱仪常见故障的处理	53
维护与保养	22	本章小结	55
一、仪器的安装要求	22	学习思考	55
二、仪器的日常维护、保养	23	技能训练	56
三、常见故障的诊断与排除	23	训练 2-1 固体、液体样品红外吸收	
本章小结	27	光谱的测绘	56
学习思考	28	训练 2-2 醛和酮的红外光谱	57
技能训练	28	红外分光光度计操作技能	
训练 1-1 721 型可见分光光度计的调校		量化考核标准	58

第三章 原子吸收分光光度计	60	四、GC-7890II型气相色谱仪的使用	112
第一节 原子吸收分光光度计		知识窗 全二维气相色谱法简介	118
的结构	60	第三节 气相色谱仪的维护与保养	120
一、原子吸收分光光度计的分类	60	一、气相色谱仪的安装	120
二、原子吸收分光光度计的结构	61	二、气相色谱仪的维护与保养	121
第二节 原子吸收分光光度计		三、气相色谱仪常见故障的诊断与	
的使用	65	排除	122
一、原子吸收分光光度计的性能检定	65	本章小结	129
二、原子吸收分光光度计的一般		学习思考	129
操作提示	70	技能训练	130
三、原子吸收分光光度计的一般		训练 4-1 色谱柱的安装和性能	
操作程序	71	试验	130
四、WFX-320 型原子吸收分光		训练 4-2 载气流速及柱温变化对分离	
光度计的使用	72	度的影响	131
五、AA320 型原子吸收分光		训练 4-3 气相色谱中最佳载气流速的	
光度计的使用	74	测定	133
知识窗 原子荧光光谱分析	77	气相色谱仪操作技能量化考核标准	136
第三节 仪器的维护与保养	78		
一、仪器的安装要求	78	第五章 高效液相色谱仪	137
二、仪器的维护和保养	79	第一节 高效液相色谱仪的结构	137
三、常见故障的分析与排除	80	一、高效液相色谱仪的分类	137
本章小结	84	二、高效液相色谱仪的结构	138
学习思考	84	第二节 高效液相色谱仪的使用	146
技能训练	84	一、高效液相色谱仪的检定	146
训练 3-1 火焰原子吸收法最佳实验		二、高效液相色谱仪的主要	
条件的选择	84	操作提示	148
训练 3-2 无火焰原子吸收光谱法测定		三、高效液相色谱仪的一般	
人体指甲中的铜和最佳实验		操作步骤	151
条件的选择	87	四、Waters515 型高效液相色谱仪的	
原子吸收分光光度计操作技能量化		使用	152
考核标准	90	知识窗 计算机辅助液相色谱方法的	
		发展	153
第四章 气相色谱仪	92	第三节 高效液相色谱仪的维护与	
第一节 气相色谱仪的结构	92	保养	155
一、气相色谱仪的分类	92	一、仪器的安装要求	155
二、气相色谱仪的基本结构	93	二、仪器的维护保养	155
第二节 气相色谱仪的使用	103	三、常见故障的诊断与排除	156
一、气相色谱仪的检定	103	本章小结	159
二、气相色谱仪的主要操作提示	107	学习思考	159
三、气相色谱仪的一般操作程序	111	技能训练	160

训练 5-1 高效液相色谱柱效能的测定	160	二、库仑分析仪的使用	199
训练 5-2 用反相液相色谱法分离芳香烃	162	三、WK-2D 型微库仑综合分析仪	202
高效液相色谱仪操作技能		四、化学试剂及溶液的配制	207
量化考核标准	163	本章小结	208
第六章 电化学分析仪器	165	学习思考	208
第一节 酸度计	165	技能训练	208
一、酸度计的结构	165	训练 6-1 酸度计的校正及溶液 pH 的测定	208
二、酸度计的使用	167	训练 6-2 自动电位滴定仪主要性能的检定和连续测定 I^- 和 Cl^- 的含量	213
三、pHS-3D 型 pH 计	171	训练 6-3 电导率仪的主要性能指标的检定及水样电导率的测定	218
第二节 自动电位滴定仪	174	训练 6-4 微库仑仪主要性能的检定及样品中微量硫的测定	224
一、自动电位滴定仪的结构	175	酸度计操作技能量化考核标准	228
二、自动电位滴定仪的使用	179	自动电位滴定仪操作技能量化考核标准	229
三、ZD-2 型自动电位滴定仪	181	电导率仪操作技能量化考核标准	230
知识窗 离子选择性电极的发展过程	186	微库仑仪操作技能量化考核标准	232
第三节 电导率仪	187	参考文献	234
一、电导率仪的结构	187		
二、电导率仪的使用	189		
三、DDS-307A 型电导率仪	191		
第四节 库仑分析仪	195		
一、库仑分析仪的结构	195		

绪 论

一、分析仪器的种类、组成和特点

1. 分析仪器的种类

分析仪器是人类认识自然、改造自然的重要工具,现代科学的进步越来越依靠尖端分析仪器的发展。当今发展最快的科技领域,如生命科学、生物工程、环境科学和生态保护、现代医学和中医药物、纳米科技等领域的基础研究和应用工作,都离不开各种类型的分析测试仪器。分析仪器已经成为最基础的设备之一,其对国民经济的重要作用比其他任何方法与手段所无法替代的。现代科技和产业的发展,也极大地促进了分析测试仪器的发展和推广。随着新原理、新技术、新材料和新工艺的广泛采用,分析仪器得到了日新月异的发展,分析仪器的数量也相应地快速增加。目前分析仪器的种类、型号繁多,根据原理一般可将分析仪器分为八类(见表 0-1)。

表 0-1 分析仪器的分类

仪器分类	仪 器 品 种
电化学仪器	离子计、酸度计、电位滴定仪、库仑计、电导仪、极谱仪等
热学仪器	热导式分析仪(SO ₂ 测定仪、CO 测定仪等)、热化学式分析仪(酒精测定仪等)、差热分析仪等
磁式仪器	热磁分析仪、核磁共振波谱仪、电子顺磁共振波谱仪等
光学仪器	紫外-可见分光光度计、红外光谱仪、原子吸收分光光度计、原子发射光谱分析仪、荧光计、磷光计等
机械仪器	X 射线分析仪、放射性同位素分析仪、电子探针等
离子和电子光学仪器	质谱仪、电子显微镜、电子能谱仪
色谱仪器	气相色谱仪、液相色谱仪
物理特性仪器	密度计、水分测定仪、浊度仪、气敏式分析仪等

2. 分析仪器的组成

分析仪器(analytical instrument)一般由信号发生器、检测器、信号处理器和信号读出装置组成,如图 0-1 所示。部分常用分析仪器的基本组成如表 0-2 所示。

信号发生器(signal generator)使样品产生分析信号,它可以是样品本身,如分析天平的信号为样品的质量,酸度计的信号就是溶液中的氢离子活度,而分光光度计的信号发生器包括样品、入射光源和单色器等。

检测器(detector)是将某种类型的信号转变为可测定信号的装置,如光电倍增管(photomultiplier, PMT)将光信号变换成便于测定的电流信号,热电偶可以把辐射热信号转变为电压,离子选择性膜电极则将离子的活度转化为电位信号等。

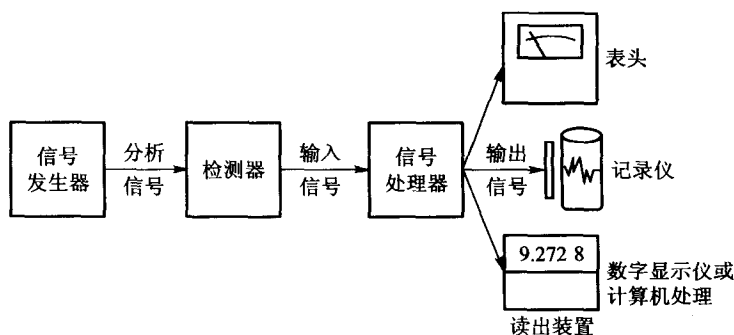


图 0-1 分析仪器的组成方框图

表 0-2 部分常用分析仪器的基本组成

仪器名称	信号发生器	分析信号	检测器	输入信号	信号处理器	读出装置
分光光度计	样品、光源	衰减光束	光电倍增管	电流	放大器	表头、记录仪
化学发光仪	样品	相对光强	光电倍增管	电流	放大器	打印机、显示器
气相色谱仪	样品	电阻或电流	热导池或氢焰	电阻	放大器	工作站或数显
离子计	样品	离子活度	选择性电极	电位	放大器	数显
库仑计	电源、样品	电量	电极	电流	放大器	记录仪或数显

信号处理器(signal handler)通常是将微弱的电信号通过电子线路加以放大、微分、积分或指数增加,使之便于读出或记录。

读出装置(readout device)将信号处理器放大的信号显示出来,它可以是表针、记录仪、打印机、数显、示波器或计算机显示器。较高档的仪器通常装备有功能较齐全的全程工作站,通过多媒体软件,对整个分析过程进行程序控制和信号处理,自动化程度较高。

3. 分析仪器的特点

仪器分析之所以近年来能获得迅速发展并得到广泛应用,是因为分析仪器具有以下特点。

(1) 分析速度快,适于批量样品的分析 许多仪器配有连续自动进样装置,采用数字显示和电子计算机技术,可在短时间内分析几十个样品,适于批量分析。有的仪器可同时测定多种组分,如 Leeman Labs 公司的 PS 3000 扫描/直读联合 ICP 发射光谱仪,直读部分采用阵列式光电倍增管设计,扫描分析和直读分析共享同一光学系统,可同时测定 45 种元素。

(2) 灵敏度高,适于微量成分的测定 相对灵敏度由 $10^{-4}\%$ 发展到 $10^{-7}\%$,甚至达到 $10^{-10}\%$,绝对灵敏度由 $1 \times 10^{-4} \text{ g}$ 发展到 $1 \times 10^{-10} \text{ g}$,甚至达到 $1 \times 10^{-14} \text{ g}$,可进行微量分析和痕量分析。

(3) 容易实现在线分析和遥控监测 在线分析以其独特的技术和显著的经济效果引起了人们的关注与重视,现已研制出适用于不同生产过程的各种不同类型的在线分析仪器。例如,中子水分计就是一种较先进的在线测水仪器,可在不破坏物料结构和不影响物料正常运行状态下准确测量,并用于钢铁、水泥和造纸等工业流程的在线分析。又如,高聚物的高熔点和高黏度,使聚合物生产过程的本身及聚合物改性直至形成产品的一系列过程都要在高温、高压条件下进行,这使对聚合物的采样分析十分困难。利用光纤探头式分光光度计可监测聚合过程中聚醚的羟基浓

度,反射式探头直接插入反应罐内,仪器离探测点 50 m。

(4) 用途广泛,能适应各种分析要求 除能进行定性分析及定量分析外,还能进行结构分析、物相分析、微区分析和价态分析等。

(5) 样品用量少 且常可进行不破坏样品的分析,并适于复杂组成样品的分析。

分析仪器也有其不足之处,如仪器设备复杂,价格比较昂贵,对维护及环境要求较高等。

二、分析仪器的主要性能指标

1. 精密度

精密度(precision)是指在相同条件下对同一样品进行多次平行测定,各平行测定结果之间的符合程度。同一人员在同一条件下分析的精密度叫重复性,不同人员在各自条件下分析的精密度叫再现性。通常所说的精密度是指前一种情况。

精密度一般用标准偏差 S (对有限次测定)或相对标准偏差 $RSD(\%)$ 来表示,其值越小,平行测定的精密度越高。

标准偏差 S 的计算公式如下

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (0-1)$$

式中 n 为测定次数; x_i 为个别测定值; $\bar{x}$ 为平行测定的平均值; $(n-1)$ 为自由度。

相对标准偏差 RSD 的计算公式如下。

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (0-2)$$

2. 灵敏度

仪器或方法的灵敏度(sensitivity)是指被测组分在低浓度区,当浓度改变一个单位时所引起的测定信号的改变量,它受校正曲线的斜率和仪器设备本身精密度的限制。两种方法的精密度相同时,校正曲线斜率较大的方法较灵敏,两种方法校正曲线的斜率相等时,精密度好的灵敏度高。

根据国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)的规定,灵敏度的定义是指在浓度线性范围内校正曲线的斜率,各种方法的灵敏度可以通过测量一系列的标准浓度来求得。

3. 线性范围

校正曲线的线性范围(linear range)是指定量测定的最低浓度到遵循线性响应关系的最高浓度间的范围。在实际应用中,分析方法的线性范围至少应有两个数量级,有些方法的线性范围可达 5~6 个数量级。线性范围越宽,样品测定的浓度适用性越强。

4. 检出限

检测下限称检出限(detection limit),是指能以适当的置信度被检出的组分的最低浓度或最小质量(或最小物质的量)。它是由最小检测信号值推导出的。设测定的仪器噪声的平均值为 $\bar{A}_0$ (空白值信号),在与样品相同的条件下对空白样进行足够多次的平行测定(通常 $n=10\sim20$)的标准偏差为 S_0 ,在检出限水平时测得的信号平均值为 $\bar{A}_L$,则最小检测信号值为

$$\bar{A}_L - \bar{A}_0 = 3 S_0 \quad (0-3)$$

最小检出量 q_L 或最低检出浓度 c_L 计算如下

$$q_L = \frac{3 S_0}{m} \quad (0-4)$$

$$c_L = \frac{3 S_0}{m} \quad (0-5)$$

式中, m 为灵敏度即校正曲线的斜率。检出限和灵敏度是密切相关的, 但其含义不同。灵敏度指的是分析信号随组分含量的变化率, 与检测器的放大倍数有直接关系, 并没有考虑噪声的影响。因为随着灵敏度的提高, 噪声也会随之增大, 信噪比和方法的检出能力不一定会得到提高。检出限与仪器噪声直接相联系, 提高测定精密密度、降低噪声, 可以改善检出限。

5. 选择性和准确度

选择性(selectivity)是指分析方法不受样品基体共存物质干扰的程度。然而, 迄今为止, 还没有发现哪一种分析方法绝对不受其他物质的干扰。选择性越好, 干扰越少。准确度(accuracy)是多次测定的平均值与真值相符合的程度, 用误差或相对误差描述, 其值越小准确度越高。实际工作中, 常用标准物质或标准方法进行对照实验确定, 或者用纯物质加标进行回收率实验估计, 加标回收率越接近 100%, 分析方法的准确度越高, 但加标回收实验不能发现某些固定的系统误差。

三、分析仪器的的发展趋势

现代科技和产业的发展, 促进了分析仪器的迅猛发展和推广使用。当前, 分析仪器的仪器拥有量增加很快, 据统计, 2002 年分析仪器全球销售额比 2000 年增长了 23%。我国分析仪器进口额, 2002 年比 2000 年增长了 78%。分析仪器的应用范围也越来越广, 特别是在营养与食品安全、药物与代谢产物、生态环境、材料科学、石化与油田化学、公共卫生等直接关系到人类生存和发展的各学科和领域的应用, 更受到普遍的关注。同时, 由于新原理、新技术、新材料和新工艺的广泛采用, 分析仪器得到了日新月异的发展。仪器的小型化、微型化、智能化发展十分迅速; 为适应过程分析要求, 各种实时、非侵入式在线分析仪器得到快速发展, 科学仪器也正从通用型转向专用型; 各种新技术、新方法的广泛应用, 使仪器灵敏度更高、分析速度更快、适用范围更广; 仪器可靠性和自动化程度不断提高, 仪器的操作更为简便。目前, 分析仪器的主要呈下列趋势。

1. 自动化和智能化

“光、机、电一体化”已不能涵盖分析仪器科技和产业的知识结构和技术内涵。分子层次现代化学成果, 基因层次现代生物学成果, 光纤、超导、超快激光、多光谱高分辨等现代物理学成果, 纳米技术、微传感器、微机械、微电子、计算机、网络、远程通讯等领域最新技术成果都将成为现代分析仪器的构成元素。从分析工作中不可缺少的制样、进样的工作开始, 到送样的数量、温度的过程监控、仪器控制、数据的采集和处理, 直到动态实时显示和最终结果报告等均可以计算机程序的方式输入操作指令来执行, 最大限度上实现智能化。有些仪器带有数据处理软件包, 可自动进行数据处理并大大增加了使用者所需要的信息量。有些仪器备有自诊断软件, 使用者可以通过计算机方便地解决使用中出现的各种故障。

2. 小型化、专用化和便携式

由于环境、野外、海洋深水现场分析测试等的需要, 开发小型化、便携式仪器是一个趋势。仪

器从落地式、台式、可移动式向便携式、袋装式、芯片实验室方向发展。芯片实验室,就是在一个小芯片上实现采样、分离、处理、反应、分析的全过程。美国的海洋公司(Ocean Optics)2001年推出了USB接口的USB2000微型光度计,只有200 g,采用2 048位元的CCD检测器,最快积分时间只有0.003 s。

3. 在线、实时、非侵入式、非破坏性检测

离线的分析检测不能瞬时、直接、准确地反映生产实际和生命环境的情景实况,不能及时控制生产、生态和生物过程。运用先进的技术和分析原理研究建立有效而实用的实时、在线和高灵敏度、高选择性的新型动态分析检测和非破坏性检测将是21世纪仪器分析发展的主流。目前,生物传感器如酶传感器、免疫传感器、DNA传感器、细胞传感器等不断涌现;纳米传感器的出现也为活体分析带来了机遇。

4. 多种分析仪器的联用,向高、精、尖、成套化方向发展

多种分析仪器的联合使用可以使每种方法的优点得以发挥,缺点得以克服,展现了仪器分析在各领域的巨大生命力。以气相色谱与质谱和红外光谱的联用为例,色谱是目前分离分析混合物最为强有力的工具,但其定性能力仍存在不足之处。色谱法最根本的定性指标是组分在色谱柱内的滞留时间。但该定性方法只能获得该样品中没有某物质或可能含有某物质的结论。相反,如质谱(MS)、红外光谱(IR)等谱学方法具有很强的结构鉴定能力,但只是针对于纯物质,缺乏必要的分离能力。采用色谱与谱学方法联用,结合两者的优势,已成为解决复杂混合物分析问题的重要手段。目前已经出现了电感耦合高频等离子-原子发射光谱(ICP-AES)、气相色谱-质谱(GC-MS)、液相色谱-质谱(LC-MS)、气相色谱-傅里叶变换红外光谱-质谱(GC-FTIR-MS)等联用技术。

第一章 紫外-可见分光光度计

知识目标:

- 了解紫外-可见分光光度计的分类及各类仪器的特点
- 熟悉紫外-可见分光光度计的基本结构及各主要部件的作用
- 掌握紫外-可见分光光度计一般操作程序和具体操作要求
- 掌握紫外-可见分光光度计的安装要求和维护保养知识

能力目标:

- 能根据仪器使用说明书,对具体仪器进行安装、调试,并能验证其技术参数是否达到规定要求,具备仪器安装与调试技能
- 能正确使用紫外-可见分光光度计,具备熟练的操作技能
- 能正确分析和处理紫外-可见分光光度计常见故障,具备一定的故障分析和排除技能

第一节 紫外-可见分光光度计的基本结构

一、紫外-可见分光光度计的分类

紫外-可见分光光度计(UV-Vis spectrophotometer)是量度介质对紫外、可见光区波长的单色光吸收程度的分析仪器,按不同的分类标准所做的分类如表 1-1。

表 1-1 紫外-可见分光光度计的分类

分 类 标 准	分 类	分 类 标 准	分 类
根据工作波段的不同分类	1. 真空紫外分光光度计(0.1~200 nm)	根据同时提供波长数的不同分类	1. 单波长分光光度计
	2. 可见分光光度计(350~700 nm)		2. 双波长分光光度计
	3. 紫外-可见分光光度计(185~900 nm)	根据扫描速度的不同分类	动力学分光光度计
	4. 紫外-可见-近红外分光光度计(185~2 500 nm)		
根据光度学和记录系统不同分类	1. 单光束手动式分光光度计 2. 双光束自动记录式分光光度计	根据是否分光分类	1. 傅里叶变换紫外-可见光谱仪 2. 色散型紫外-可见分光光度计

目前,国际上一般按紫外-可见分光光度计的仪器结构将其分为单光束、准双光束、双光束和双波长四类。本节将对这四者之间的主要区别、各自的特点进行简单介绍。

(一) 单光束紫外-可见分光光度计

1945年美国 Beckman 公司推出的世界上第一台成熟的紫外-可见分光光度计商品仪器,就是单光束紫外-可见分光光度计。顾名思义,单光束紫外-可见分光光度计只有一束单色光,一只比色皿,一只光电转换器(又称光接收器)。其光电转换器通常采用硅光电池、光敏三极管或光电管,其结构简单、价格便宜,但因其杂散光、光源波动、电子学的噪声等都不能抵消,故单光束紫外-可见分光光度计的光度准确度差。国外的 DU70、PU8700 等及我国生产的 721、722、723、727、751、752、753、754 等紫外-可见分光光度计都是单光束仪器,它们属于低档仪器。单光束紫外-可见分光光度计的技术指标比较差,特别是杂散光、光度噪声、光谱带宽等主要技术指标比较差,分析误差较大,在使用上受到限制。一般来讲,要求较高的制药行业、质量检验行业、科研行业等不宜使用单光束紫外-可见分光光度计。

单光束紫外-可见分光光度计的组成如图 1-1 所示。

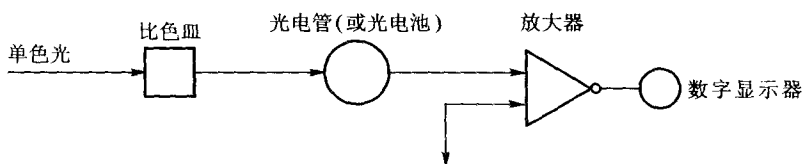


图 1-1 单光束紫外-可见分光光度计

(二) 准双光束紫外-可见分光光度计

所谓准双光束紫外-可见分光光度计,就是有两束光,但只有一只比色皿的紫外-可见分光光度计。其中,一束光通过比色皿,另一束光不通过比色皿。不通过比色皿的那束光,主要起抵消光源波动对分析误差影响的作用。

准双光束紫外-可见分光光度计有两种类型:一种是两束单色光,一只比色皿,两只光电转换器;另一种是一束单色光,一束复合光,一只比色皿,两只光电转换器。

1. 两束单色光的准双光束紫外-可见分光光度计

这种准双光束紫外-可见分光光度计比较多,目前国内外市场上或用户正在使用的准双光束紫外-可见分光光度计,基本上都是这种类型的仪器,它属普及型的常规仪器。这种准双光束紫外-可见分光光度计,一般都用硅光电池或光电管做光电转换器。不通过比色皿的这一束光,除作为参考光束外,还有一个很重要的作用,就是用来抵消光源波动,以提高仪器的稳定性。这种仪器的结构也较简单,价格较便宜。我国企业目前正在生产的 TU-1800、TU-1800S、TU-1800PC、TU-1800SPC、UV-762、UV-1600 等紫外-可见分光光度计都属于这种类型的仪器。

两束单色光,一只比色皿,两只光电转换器的准双光束紫外-可见分光光度计的组成如图 1-2 所示。

2. 一束单色光,一束复合光的准双光束紫外-可见分光光度计

这种结构的准双光束紫外-可见分光光度计,不通过比色皿的那束参考光束为复合光,它不经过分光器,直接进入光电转换器。所以,参考光束的能量比较大(要比样品光束强得多),经过

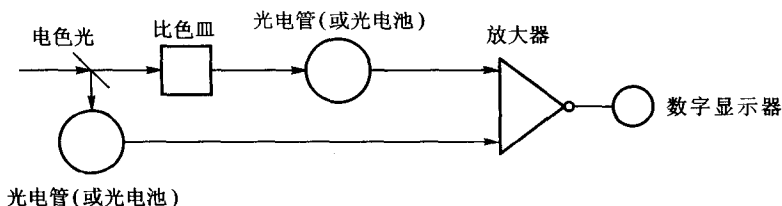


图 1-2 两束单色光的准双光束紫外-可见分光光度计

光电转换器后, 电信号也比较强。因为两束光的强度相差太多, 复合光的强度过大, 单色光的强度较小, 很难达到抵消光源波动对分析误差影响的作用, 甚至加大了这种影响。目前, 一束单色光和一束复合光的准双光束紫外-可见分光光度计已很少见。

一束单色光, 一束复合光, 一只比色皿, 两只光电转换器的准双光束紫外-可见分光光度计的组成如图 1-3 所示。

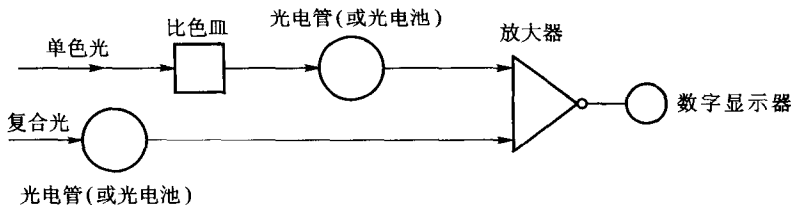


图 1-3 一束单色光, 一束复合光的准双光束紫外-可见分光光度计

(三) 双光束紫外-可见分光光度计

顾名思义, 双光束紫外-可见分光光度计就是有两束单色光的紫外-可见分光光度计。它也有两种类型: 一种是两束单色光, 两只比色皿, 两只光电转换器; 另一种是两束单色光, 两只比色皿, 一只光电转换器。这两种类型的双光束紫外-可见分光光度计, 所用的光电转换器基本上全部是光电倍增管(PMT)。目前, 国内外的双光束紫外-可见分光光度计中, 两只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计仪器已很少见, 绝大多数都是一只光电转换器的仪器, 特别是高档双光束紫外-可见分光光度计, 都是一只光电转换器的仪器。

1. 两只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计

使用两只光电倍增管的双光束紫外-可见分光光度计, 光源波动、杂散光、电噪声的影响都能部分抵消, 所以定点测量时, 光度准确度好, 但结构较复杂、价格较贵。同时, 因光电倍增管的光谱响应特性不可能完全配对, 所以, 光谱扫描时测量误差很大, 一般不用这种双光束紫外-可见分光光度计来扫描。此外, 因一束光分成两束, 所以每束光的能量低, 信噪比不如单光束紫外-可见分光光度计好。目前, 我国市场上的 TY-1880、TY-8500、UV/FL-1 型等仪器属于此类双光束紫外-可见分光光度计。

两束单色光, 两只比色皿, 两只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计的组成如图 1-4 所示。

2. 一只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计

目前, 国际上的高档双光束紫外-可见分光光度计都是两束光、两只比色皿, 一只光电转换器

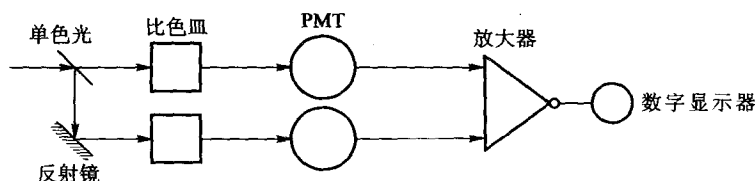


图 1-4 两只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计

的仪器。如美国的 Lambda900、Lambda9、Cary6000、Cary500、Cary5 型和日本的 UV-2450、UV-3101、U-3400 型以及我国的 TU-1901、TU-1900、UV-2100、UV-763 型双光束紫外-可见分光光度计等都是如此。这类双光束紫外-可见分光光度计的技术指标大多都很先进。由于有两束光，对光源波动、杂散光、电子学噪声等的影响都能部分抵消，所以其杂散光、光度噪声都很小。因此，一只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计的最大优点就是光度准确度好。

因一束单色光被分成两束，所以每束光的能量降低了一半。因此，一只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计的信噪比不如单光束紫外-可见分光光度计大。但因两束光路对噪声可相互抵消，所以其灵敏度仍然很好。其缺点是其结构较复杂、价格较贵。

一只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计的组成如图 1-5 所示。

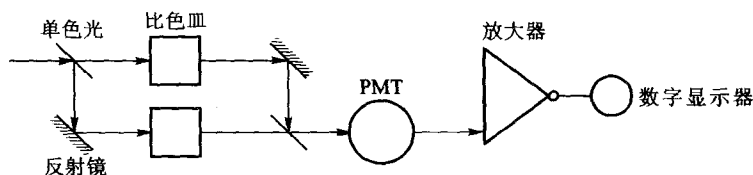


图 1-5 一只光电转换器的双光束紫外-可见分光光度计

在紫外-可见分光光度计中，单光束和双光束各有其特点，详见表 1-2。

表 1-2 单光束和双光束紫外-可见分光光度计的比较

项 目	单光束	双 光 束
光源波动引起的误差	不可消除(抵消)	可消除(抵消)
机械结构	简单	复杂
光能量损失	光能量损失小	光能量损失大(一束光分成两束)
灵敏度	较高(信噪比较大)	一般(信噪比较小)
漂移	大	小
光度准确度	差	较高
杂散光	大	小
价格	较低	较高

(四) 双波长紫外-可见分光光度计

双波长紫外-可见分光光度计的组成如图 1-6 所示。由同一光源发出的光被分成两束，分别经过两个单色器，得到两束不同波长(λ_1 和 λ_2)的单色光；利用切光器使两束光以一定的频率