

普通高等教育“十一五”国家级规划教材同步教材



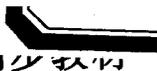
# 现代仪器分析 学习指导与问题解答

主编 刘约权 李敬慈



高等教育出版社

普通高等教育“十一五”国家级规划教材



# 现代仪器分析学习指导与 问题解答

主编 刘约权 李敬慈



高等教育出版社

## 内容提要

本书是与普通高等教育“十一五”国家级规划教材《现代仪器分析》(第二版)(刘约权主编)配套的同步教材。

本书共20章,第1至第18章与《现代仪器分析》(第二版)相对应,分别对各章中的基本概念、基本内容、基本理论进行了高度的概括和总结,并根据各章的内容设置“问题”,通过“问题”的解答,帮助学生学习和掌握本章的内容。各章均留有一定数量的复习题和能力训练题及参考答案;第19和第20章分别为本科生及硕士研究生仪器分析考试模拟试卷及参考答案。

书中精选了具有代表性和典型性的问题及试题,共约1500道。题目规范、解题简明、思路清晰,便于学生自学和自我检查,是教学中的好帮手。本书可作为非化学专业开设仪器分析课程的教学用书及研究生入学考试的参考用书。

## 图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析学习指导与问题解答 / 刘约权, 李敬慈  
主编. —北京: 高等教育出版社, 2007. 7  
ISBN 978 - 7 - 04 - 021804 - 6

I. 现… II. ①刘…②李… III. 仪器分析 - 高等学校 - 教学参考资料 IV. O657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 088529 号

策划编辑 郭新华 责任编辑 刘佳 封面设计 李卫青 责任绘图 朱静  
版式设计 马静如 责任校对 朱惠芳 责任印制 毛斯璐

---

出版发行	高等教育出版社	购书热线	010 - 58581118
社 址	北京市西城区德外大街 4 号	免费咨询	800 - 810 - 0598
邮政编码	100011	网 址	<a href="http://www.hep.edu.cn">http://www.hep.edu.cn</a>
总 机	010 - 58581000		<a href="http://www.hep.com.cn">http://www.hep.com.cn</a>
		网上订购	<a href="http://www.landaco.com">http://www.landaco.com</a>
经 销	蓝色畅想图书发行有限公司		<a href="http://www.landaco.com.cn">http://www.landaco.com.cn</a>
印 刷	国防工业出版社印刷厂	畅想教育	<a href="http://www.widedu.com">http://www.widedu.com</a>
开 本	787 × 960 1/16	版 次	2007 年 7 月第 1 版
印 张	21.75	印 次	2007 年 7 月第 1 次印刷
字 数	400 000	定 价	22.90 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 21804 - 00

# 《现代仪器分析学习指导与问题解答》编委会

主 编	刘约权	李敬慈		
副主编	王 志	杨丽华	高向阳	赵晓松
	赵晓农	吕雪娟	陈学泽	周冬香
	葛 兴	胡兹苓	张永忠	祁 超
	白 玲	陈 炜	王凤阳	尹洪宗
编 委	(按姓氏笔画为序)			
	王五军	王宇昕	边瑞环	朱丽珺
	孙 涛	吴东平	张冬暖	杨 军
	杜 丽	李 芝	李越敏	郑燕英
	周 欣	胡 笳	赵 冉	唐然肖
	黄晓书	崔朋雷		

# 前 言

在教育部审定的“面向 21 世纪课程教材”及“普通高等教育‘十一五’国家级规划教材”——《现代仪器分析》(刘约权主编,高等教育出版社出版)出版发行以来,陆续收到一些读者来信,希望能编著一本配套的同步教材。为此,在 2005 年修订《现代仪器分析》的同时,开始启动和运作编著这本书,历时一年多,现将有关情况介绍如下。

一、本书是根据教学需要而编著的,是参与编著《现代仪器分析》教材的 15 所高校(按笔画为序,依次为:上海水产大学,大连水产学院,山东农业大学,中南林学院,东北农业大学,北京农学院,江西农业大学,西北农林科技大学,吉林农业大学,华中师范大学,华南农业大学,河北农业大学,河南农业大学,南京林业大学,海南大学)共同编著的,内容丰富,结构新颖,汇集和融合了众多高校教师指导学生学仪器分析课程的教学经验、教学思路和教学方法,覆盖面广,适应性强。

二、本书共分 20 章,第 1 至第 18 章分别与《现代仪器分析》教材内容相对应,为避免与教材重复,本书只撰写、归纳、总结了各章的基本概念,基本内容,并以“问题及解答”为主线,根据各章的基本内容设置“问题”,通过“问题”的解答,帮助和指导学生学习复习和掌握各章的教学内容。

三、书中各章留有适当的复习题与能力训练题,并为所有(包括《现代仪器分析》教材中)的习题做出了答案,供学生自主学习和自我检查时参考,同时在最后两章(第 19 和第 20 章)分别给出了本科生和研究生仪器分析考试模拟试卷及其参考答案,对于指导学生全面系统学习和掌握本门课程教学内容及报考研究生参加仪器分析考试有着重要的参考价值。

四、在编著本书时,力求做到既有指导学生复习教材的功能,又能给予学生解答问题的思路和方法。因此我们坚持“出题规范,解题简明,思路清晰”的原则,明确指出每一章要复习和掌握什么,不出偏题和怪题。阅读本书就是复习教材内容,就是逐步掌握学习仪器分析课程的方法和过程。

五、在编著本书过程中,广泛参考和引用了部分教材和参考书的内容,在此谨向有关作者表示衷心感谢。另外,田庆海、冯涛同志参与了书稿的后期整理、校对和绘制插图等编委工作,特此致谢。

六、为了适应更多高校和专业的需要,本书在个别内容上较《现代仪器分

析》有所拓宽,为便于区分,书中以“\*”表示。

尽管我们很认真地进行了审阅和校对,但仍难免出现错误及欠妥之处,恳请读者批评指正。最后,谨向使用本书的师生及读者致以诚挚的谢意。

编者于2007年元月

# 目 录

<b>第 1 章 绪论</b> .....	1
1.1 内容提要 .....	1
1.2 问题及解答 .....	4
1.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	7
<b>第 2 章 光学分析法导论</b> .....	13
2.1 内容提要 .....	13
2.2 问题及解答 .....	16
2.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	17
<b>第 3 章 原子发射光谱法</b> .....	21
3.1 内容提要 .....	21
3.2 问题及解答 .....	23
3.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	27
<b>第 4 章 原子吸收光谱法</b> .....	33
4.1 内容提要 .....	33
4.2 问题及解答 .....	37
4.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	38
<b>第 5 章 紫外-可见吸收光谱法</b> .....	45
5.1 内容提要 .....	45
5.2 问题及解答 .....	49
5.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	54
<b>第 6 章 红外吸收光谱法</b> .....	60
6.1 内容提要 .....	60
6.2 问题及解答 .....	65
6.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	69
<b>第 7 章 分子发光分析法</b> .....	75
7.1 内容提要 .....	75
7.2 问题及解答 .....	79
7.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	82
<b>第 8 章 核磁共振波谱法</b> .....	88
8.1 内容提要 .....	88
8.2 问题及解答 .....	90

8.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	93
<b>第9章 其他光分析法</b> .....	102
9.1 内容提要 .....	102
9.2 问题及解答 .....	106
9.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	107
<b>第10章 质谱分析法</b> .....	112
10.1 内容提要 .....	112
10.2 问题及解答 .....	115
10.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	118
<b>第11章 电化学分析法导论</b> .....	127
11.1 内容提要 .....	127
11.2 问题及解答 .....	129
11.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	130
<b>第12章 电位分析及离子选择性电极分析法</b> .....	136
12.1 内容提要 .....	136
12.2 问题及解答 .....	140
12.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	142
<b>第13章 极谱与伏安分析法</b> .....	151
13.1 内容提要 .....	151
13.2 问题及解答 .....	154
13.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	157
<b>第14章 其他电化学分析法</b> .....	164
14.1 内容提要 .....	164
14.2 问题及解答 .....	168
14.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	171
<b>第15章 分离分析法导论</b> .....	179
15.1 内容提要 .....	179
15.2 问题及解答 .....	182
15.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	185
<b>第16章 气相色谱法</b> .....	192
16.1 内容提要 .....	192
16.2 问题及解答 .....	195
16.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	201
<b>第17章 高效液相色谱法</b> .....	207
17.1 内容提要 .....	207
17.2 问题及解答 .....	210
17.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	213

<b>第 18 章 其他分离分析法</b> .....	218
18.1 内容提要 .....	218
18.2 问题及解答 .....	221
18.3 复习题和能力训练题及参考答案 .....	222
<b>第 19 章 本科生仪器分析考试模拟试卷</b> .....	227
19.1 试卷(1)及参考答案 .....	227
19.2 试卷(2)及参考答案 .....	233
19.3 试卷(3)及参考答案 .....	237
19.4 试卷(4)及参考答案 .....	242
19.5 试卷(5)及参考答案 .....	247
19.6 试卷(6)及参考答案 .....	251
19.7 试卷(7)及参考答案 .....	255
19.8 试卷(8)及参考答案 .....	260
19.9 试卷(9)及参考答案 .....	264
19.10 试卷(10)及参考答案 .....	270
<b>第 20 章 研究生仪器分析考试模拟试卷</b> .....	275
20.1 试卷(1)及参考答案 .....	275
20.2 试卷(2)及参考答案 .....	281
20.3 试卷(3)及参考答案 .....	286
20.4 试卷(4)及参考答案 .....	292
20.5 试卷(5)及参考答案 .....	297
20.6 试卷(6)及参考答案 .....	304
20.7 试卷(7)及参考答案 .....	309
20.8 试卷(8)及参考答案 .....	315
20.9 试卷(9)及参考答案 .....	321
20.10 试卷(10)及参考答案 .....	328
<b>主要参考资料</b> .....	335

# 第 1 章 绪 论

## 1.1 内 容 提 要

### 1.1.1 基本概念

分析化学——研究物质的组成、含量、状态和结构的科学，称为分析化学。

化学分析——化学分析是利用化学反应及其计量关系进行分析测定的一类分析方法。

仪器分析——仪器分析是以物质的物理性质或物理化学性质及其在分析过程中所产生的分析信号与物质的内在关系为基础，并借助于比较复杂或特殊的现代仪器，对待测物质进行定性、定量及结构分析和动态分析的一类分析方法。

准确度——指多次测定的平均值与真值(或标准值)之间的符合程度。常用相对误差  $E_r$  来描述，其值越小，准确度越高。

$$E_r = \frac{x - \mu}{\mu} \times 100\%$$

式中， $x$  为样品多次测定的平均值； $\mu$  为真值(或标准值)。

精密度——指在相同条件下用同一方法对同一样品进行多次平行测定结果之间的符合程度。

误差——测量值与真实值之差。

偏差——测量值与平均值之差。用来衡量精密度的高低。为了说明分析结果的精密度，以测量结果的平均偏差  $\bar{d}$  和相对平均偏差  $\bar{d}_r$  表示。单次测量结果的偏差  $d_i$ ，用该测量值  $x_i$  与其算术平均值  $\bar{x}$  之差来表示。

$$d_i = x_i - \bar{x}$$
$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \cdots + |d_n|}{n}$$
$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

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

相对标准偏差——指标准偏差在平均值中所占的比例,常用  $S_r$  或 RSD 表示:

$$S_r = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

灵敏度——仪器分析方法的灵敏度是指待测组分单位浓度或单位质量的变化所引起测定信号值的变化程度,以  $b$  表示。

$$b = \frac{\text{信号变化量}}{\text{浓度(质量)变化量}} = \frac{dx}{dc(\text{或 } dm)}$$

检出限——即检测下限,是指某一分析方法在给定的置信度可以检出待测物质的最小浓度或最小质量(或最小物质的量),以  $D$  表示。

$$D = 3S_0/b$$

标准曲线——标准曲线是待测物质的浓度或含量与仪器响应(测定)信号的关系曲线。

一元线性回归法——把反映物质浓度  $c$  与其响应信号的测量值  $A$  之间关系的一组相关的分析数据,用一元线性回归方程( $A = a + bc$ )表示出来的方法。其中:

$$a = \bar{A} - b\bar{c}, \quad b = \frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})(A_i - \bar{A})}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2} \quad \left( \bar{c} = \frac{\sum_{i=1}^n c_i}{n}, \quad \bar{A} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n} \right)$$

式中,  $b$  为回归系数即回归直线的斜率;  $a$  为直线的截距;  $\bar{c}$  为浓度(或含量)的平均值;  $\bar{A}$  为响应信号测量值的平均值。

相关系数——是标准溶液浓度所对应的响应信号测量值  $A$  与浓度  $c$  之间线性关系的好坏程度的统计参数,通常以相关系数  $\gamma$  来表征。

样品的采集——从大量的不均匀的待测物质中采集能代表全部待测物质的分析样品的过程。

样品的制备——样品的粉碎、混匀、缩分的过程,称为样品的制备。

样品的提取——采用适当的溶剂和方法,将样品中不同成分从中分离出来的过程,称为提取。

样品的消解——把难溶或难解离的化合物的待测样品转化为便于测定的物质称为样品的消解。

样品的纯化——在测定之前,除掉样品中杂质的操作,称为纯化。

样品的浓缩——在测定前除去过多的溶剂,提高待测组分的浓度的过程称

为浓缩。

样品的衍生——使用化学反应将某种仪器分析方法无法测定的待测组分定量地转化为另一种可以分析测定的化合物(衍生物)的过程称为样品的衍生。

微波压力釜消解法——将样品放于压力釜消解容器内,加入消解试剂,密封后置于专用微波炉内在一定的功率挡进行消解的方法。具有大批量、快速消解和转化的优点。

### 1.1.2 基本内容

#### 1. 仪器分析法分类

光分析法——利用待测组分的光学性质(如光的发射、吸收、散射、折射、衍射、偏振等)进行分析测定的一种仪器分析方法,其理论基础是物理光学、几何光学和量子力学。

电化学分析法——利用待测组分在溶液中的电化学性质进行分析测定的一种仪器分析方法,其理论基础是电化学与化学热力学。

分离分析法——利用物质中各组份间的溶解能力、亲和能力、吸附和解吸能力、渗透能力、迁移速率等性能方面的差异,先分离后分析测定的一类仪器分析方法,其主要理论基础是化学热力学和化学动力学。

其他分析法——利用热学、力学、声学、动力学性质进行测定的仪器分析方法。其中最主要的有质谱法(MS),利用带电粒子质荷比的不同进行分离、测定的分析方法。另外,还有热分析法、动力学分析法、中子活化法、光声光谱分析法和电子能谱分析法等等。

#### 2. 仪器分析在高等教育中的作用

仪器分析一直是我国高校化学专业的基础课,伴随着科技的不断飞速发展及各学科的交叉渗透,仪器分析越来越受到重视并逐渐扩展应用到相关领域,成为目前高校化学系、生物系、医药系、食品系的必修课及其他相关专业的选修课。

#### 3. 仪器分析方法的重要评价指标

精密度,准确度,灵敏度,选择性,标准曲线的线性及线性范围,检出限。

#### 4. 仪器分析样品的预处理步骤

样品的采集与制备,样品的提取与消解,样品的纯化与浓缩,样品的衍生化。

#### 5. 计算机在仪器分析中的应用

利用计算机模拟仪器分析实验(既可以节省试剂,又可以防止环境污染,尤其是可以模拟一些人不能直接操作的实验),利用计算机技术,提高仪器分析方法的准确度、灵敏度、选择性、降低检出限;利用计算机进行数据处理;利用计算机建立仪器分析工作站;利用计算机网络获取仪器分析相关信息数据等。

## 1.2 问题及解答

问题 1. 如何利用一元线性回归方程手工绘制标准曲线?

答: 测定浓度(或含量)分别为  $c_1, c_2, c_3, c_4, c_5, \dots$  的标准系列所对应的响应

信号的测量值分别为  $A_1, A_2, A_3, A_4, A_5, \dots$ , 利用  $A = a + bc$ ;  $\bar{c} = \frac{\sum_{i=1}^n c_i}{n}$ ;  $\bar{A} =$

$$\frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n}; b = \frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})(A_i - \bar{A})}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}; a = \bar{A} - b\bar{c}; \text{求得 } a, \bar{c}, \bar{A} \text{ 值, 过 } (0, a) \text{ 和 } (\bar{c}, \bar{A}) \text{ 两}$$

点, 在  $c$  的浓度(或含量)范围内作一条直线即为给定的数据组  $(c_i, A_i)$  所确定的一条最为可靠的标准曲线。

问题 2. 称取  $0.351 \text{ g}(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  于  $500 \text{ mL}$  容量瓶中, 加少量水溶解, 再加入  $20 \text{ mL}$   $1:4$  的  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 最后用蒸馏水定容, 所配溶液为铁标准溶液。取  $V$ (单位:  $\text{mL}$ ) 铁标准溶液于  $50 \text{ mL}$  容量瓶中, 用邻二氮菲显色后加蒸馏水稀释至刻度, 分别测得其吸光度列于下表:

铁标准溶液 $V/\text{mL}$	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
吸光度 $A$	0	0.085	0.165	0.248	0.318	0.398

吸取  $5.00 \text{ mL}$  试液, 稀释至  $250 \text{ mL}$ , 再吸取此稀释液  $2.00 \text{ mL}$  于  $50 \text{ mL}$  容量瓶中, 与标准溶液相同条件显色定容后, 测得吸光度  $A=0.281$ 。(1) 试写出该标准曲线的一元线性回归方程, 并求出试液中铁的含量;(2) 计算相关系数。已知  $M[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 392.17 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ,  $M(\text{Fe}) = 55.85 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

答:(1) 铁标准溶液的浓度为

$$\rho_{\text{Fe}} = \frac{0.351 \text{ g} \times 55.85 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \times 10^3 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}}{500 \text{ mL} \times 392.17 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} = 0.1000 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$$

显色后标准溶液中铁的浓度为

铁标准溶液 $V/\text{mL}$	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
$\rho_{\text{Fe}}/(10^{-3} \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	0.40	0.80	1.20	1.60	2.00
吸光度 $A$	0.085	0.165	0.248	0.318	0.398

$$\text{则 } \bar{\rho} = \frac{\sum_{i=1}^n \rho_i}{n} = 1.20 \times 10^{-3} \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}, \quad \bar{A} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n} = 0.243,$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})(A_i - \bar{A})}{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})^2} = \frac{0.3116 \times 10^{-3}}{1.6 \times 10^{-6}} \text{ mL} \cdot \text{mg}^{-1} = 1.95 \times 10^2 \text{ mL} \cdot \text{mg}^{-1}$$

$$a = \bar{A} - b\bar{\rho} = 0.243 - 1.95 \times 10^2 \times 1.20 \times 10^{-3} = 0.009$$

$$A = a + b\rho = 0.009 + 1.95 \times 10^2 \rho$$

当  $A = 0.281$  时,  $\rho = 1.39 \times 10^{-3} \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$

考虑到这一浓度是原始试液经稀释、显色定容后的浓度,故原试液的浓度为

$$\rho_{\text{Fe}} = \frac{1.39 \times 10^{-3} \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1} \times 50 \text{ mL} \times 250 \text{ mL}}{2.00 \text{ mL} \times 5.00 \text{ mL}} = 1.74 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$$

(2) 相关系数为

$$\gamma = \frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})(A_i - \bar{A})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})^2 \sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}} = 0.9978$$

**问题 3.** 某标准样品的质量浓度为  $2.51 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。分别测定样品三次,结果为  $2.50 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $2.49 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $2.47 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。求分析结果的平均值以及它的绝对误差和相对误差。

$$\text{答: 平均值为 } \bar{x} = \frac{2.50 + 2.49 + 2.47}{3} \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} = 2.49 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$$

$$\text{绝对误差为 } E_a = \bar{x} - \mu = 2.49 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} - 2.51 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} = -0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$$

$$\text{相对误差为 } E_r = \frac{E_a}{\mu} = \frac{-0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}}{2.51 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}} \times 100\% = -0.80\%$$

**问题 4.** 测得某标准样品的质量浓度分别为  $0.2001 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $0.2003 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $0.2004 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $0.2005 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。计算其标准偏差  $S$  和相对标准偏差  $S_r$ 。

$$\text{答: 其平均值为 } \bar{x} = \frac{0.2001 + 0.2003 + 0.2004 + 0.2005}{4} \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} = 0.2003 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$$

$$\text{标准偏差为 } S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} = 2.16 \times 10^{-4} \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$$

$$\text{相对标准偏差为 } S_r = \frac{S}{\bar{x}} = \frac{2.16 \times 10^{-4} \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}}{0.2003 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}} \times 100\% = 0.11\%$$

**问题 5.** 一个热导检测器由于使用较久,灵敏度减少至原来的  $3/5$ ,峰与峰间的噪音水平是原来的  $1.5$  倍,计算此时对化合物的检出限有多大影响。

**答:** 检出限的计算公式为  $D = \frac{3S_0}{b}$ , 则使用前与使用后的检出限的比值为

$$\frac{D_2}{D_1} = \frac{S_{0,2}}{S_{0,1}} \cdot \frac{b_1}{b_2} = 1.5 \times \frac{1}{3/5} = 2.5$$

检出限是原来的  $2.5$  倍。

**问题 6.** 如何采集分析样品(采集的原则和方法)?

**答:** 采样原则:要有代表性;即从大量的不均匀的待测物质中采集能代表待测物质的分析样品。采集方法:因分析对象性质差异,通常采用随机取样与代表性取样相结合的方式。

**问题 7.** 微波压力釜消解法有何优点?

**答:** (1) 消解反应快速完成; (2) 适用于大批样品同时进行消解反应; (3) 可用于各种生物样品的消解。

**问题 8.** 现代仪器分析法有何特点? 试与化学分析法相比较。

**答:** 仪器分析与化学分析相比,具有如下特点:

- (1) 灵敏度高;
- (2) 操作简便,分析速度快;
- (3) 选择性好;
- (4) 所用样品量少;
- (5) 用途广;
- (6) 相对误差较大。

**问题 9.** 现代仪器分析法有哪些方法,使用列表进行归纳总结。

**答:**

分析方法	基本原理	理论基础	包含的分析方法
光分析法	利用待测组分的光学性质(如光的发射、吸收、散射、折射、衍射、偏振等)	物理光学、几何光学、量子光学	吸收光谱法、发射光谱法、散射光谱法以及旋光(偏振光)法、折射(光)法、比浊法、光导纤维传感法、X射线及电子衍射法
电化学分析法	利用待测组分在溶液中的电化学性质	电化学与化学热力学	电位法、极谱与伏安法、电导法、电解法及库仑法

续表

分析方法	基本原理	理论基础	包含的分析方法
分离分析法	利用物质中各组分间的溶解能力、亲和能力、吸附和解吸能力、渗透能力、迁移速率等性能方面的差异	化学热力学和化学动力学	气相色谱法、高效液相色谱法、薄层色谱法和离子色谱法、超临界流体色谱法、高效毛细管电泳法、毛细管电动力学法以及色谱-光谱、色谱-质谱、毛细管电泳-质谱等联用方法
其他分析法	利用物质中各组分间的热学、力学、声学、动力学性质以及带电粒子的质荷比的差异	热学、力学、声学、动力学	质谱法、热分析法、动力学分析法、中子活化法、光声光谱分析法和电子能谱法

**问题 10.** 为什么要学习和了解计算机在仪器分析中的应用?

**答:** 可以利用计算机模拟仪器分析实验; 利用计算机技术, 提高仪器分析方法的准确度、灵敏度、选择性、降低检出限; 利用计算机进行数据处理; 利用计算机建立仪器分析工作站; 利用计算机网络获取仪器分析相关信息数据库等。

## 1.3 复习题和能力训练题及参考答案

### 1.3.1 复习题和能力训练题

#### 一、判断题

- ( ) 1. 现代分析仪器通常都是由信号发生器, 信号处理器, 信号检测系统, 信号显示及处理系统等部件组成。
- ( ) 2. 分析仪器的灵敏度就是待测组分能被仪器检出的最低量。
- ( ) 3. 仪器分析方法的主要不足是绝对误差大。
- ( ) 4. 提高仪器的信噪比, 就是不但要提高仪器的灵敏度, 还要设法降低噪声。
- ( ) 5. 待测组分能被检出的最小信号大于噪声信号 1 倍, 才能保证分析

检测时不发生误判。

( )6. 标准曲线就是用标准溶液体积绘制的曲线。

( )7. 分析方法的线性范围就是该方法的标准曲线的直线部分所对应的待测物质浓度(或含量)的范围。

( )8. 分析方法的精密度的通常用测定结果的标准偏差  $S$  或相对标准偏差  $S_r$  表示,  $S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$ ,  $S_r = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$ ,  $S$  和  $S_r$  值越大, 精密度越差。

( )9. 分析方法的选择性是指该分析方法不受样品中基体共存物质干扰的程度。

( )10. 分析方法的检出(下)限是指该分析方法在给定的置信度可以检出待测组分的最高浓度(或最高质量)。

## 二、选择题

- 对仪器灵敏度和检出限之间关系描述不正确的是\_\_\_\_\_。
  - 灵敏度高则检出限必然低
  - 由于噪声的存在, 单纯灵敏度高并不能保证有低的检出限
  - 消除仪器噪声是提高仪器灵敏度和降低检出限的前提
  - 灵敏度和检出限之间不存在必然联系
- 提高分析仪器性能的关键是\_\_\_\_\_。
  - 提高仪器的自动化程度
  - 降低仪器的噪声
  - 提高仪器灵敏度
  - 提高仪器信噪比
- 空白信号(当样品中无待测组分时仪器所产生的信号)与本底信号(没有样品时仪器所产生的信号)的不同主要是由于\_\_\_\_\_。
  - 仪器周围磁场的干扰所致
  - 样品中除待测组分外的其他组分的干扰所引起的
  - 仪器随机噪声的存在
  - 溶剂的干扰所引起的
- 仪器分析法的主要不足是\_\_\_\_\_。
  - 样品用量太少
  - 选择性差
  - 相对误差大
  - 重现性低
- 仪器分析法的主要特点是\_\_\_\_\_。
  - 分析速度快但重现性低, 样品用量少但选择性不高
  - 灵敏度高但重现性低, 选择性高但样品用量大
  - 分析速度快, 灵敏度高, 重现性好, 样品用量少, 选择性高
  - 分析速度快, 灵敏度高, 重现性好, 样品用量少, 准确度高
- 同一人员在相同条件下, 测定结果的精密度称为\_\_\_\_\_。