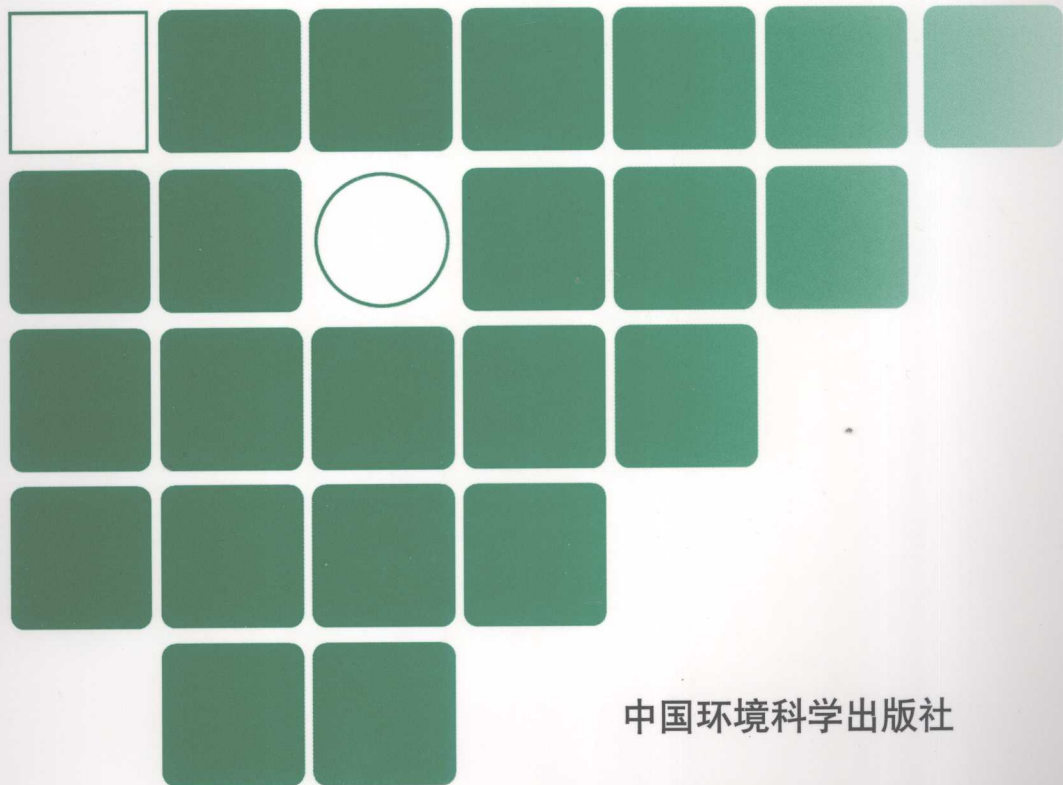


分析仪器及维护

赵联朝 主编
董正荣

教育部高等学校高职高专环保与
气象类专业教学指导委员会

推荐教材



中国环境科学出版社

图中国环境科学出版社 (CIP) 教材系列高等职业学校高等环境类系列教材

分册仪器分析：主编：赵联朝、董正荣；北京：中国环境科学出版社，2007.6

(高) 环境类系列教材 (高职高专)
12814978-7-80309-244-1

I. 分... II. 赵... III. 董... IV. 仪器分析... V. 环境类... VI. 教材... VII. 中国环境科学出版社

分析仪器及维护

主 编 赵联朝 董正荣

主 审 齐文启

责任编辑：李王男
封面设计：刘静
文字编辑：董正荣

出版发行：中国环境科学出版社
(北京东城区门内大街16号) 100005

网 址：http://www.cesp.cn
联系电话：010-67152802 (总编室)
发行部：010-67152803

北京环境科学出版社有限公司

各 地 经 销 处
2007年7月第1版
2007年7月第1次印刷

印 数 1-3000

开 本 16

印 张 14.5

字 数 260千字

定 价 20.00元

中国环境科学出版社·北京

【版权所有，侵权必究】

未经许可，不得转载或复制，违者必究。

图书在版编目 (CIP) 数据

分析仪器及维护/赵联朝主编. —北京: 中国环境科学出版社, 2007.6

(高职高专环境类系列教材)

ISBN 978-7-80209-544-1

I. 分… II. 赵… III. 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 055540 号

董 颖 主 编

王 颖 审 主

责任编辑 黄晓燕 李卫民

责任校对 扣志红

封面设计 中通世奥

出版发行 中国环境科学出版社
(100062 北京崇文区广渠门内大街 16 号)

网 址: <http://www.cesp.cn>

联系电话: 010-67112765 (总编室)

发行热线: 010-67125803

印 刷 北京东海印刷有限公司

经 销 各地新华书店

版 次 2007 年 7 月第一版

印 次 2007 年 7 月第一次印刷

印 数 1—3000

开 本 16

印 张 14.25

字 数 260 千字

定 价 20.00 元

【版权所有。未经许可请勿翻印、转载, 侵权必究】

如有缺页、破损、倒装等印装质量问题, 请寄回本社更换

会 编 审 人 员 从

主 编 赵联朝

洛阳理工学院

董正荣

昆明冶金高等专科学校

主 审 齐文启

中国环境监测总站

参 编 卫应亮 周国强 宋 霞

洛阳理工学院

丛 书 编 委 会

主 任 林振山

副 主 任 李 元 王京浩 王国祥

委 员 (以姓氏拼音字母排序)

白建国 陈 文 湛永红 崔树军 傅 刚

高红武 高 翔 顾卫兵 关荐伊 郭 正

姜成春 蒋云霞 李党生 李树山 廉有轩

刘海春 刘建秋 刘晓冰 卢 莎 马 英

倪才英 苏少林 孙 成 孙即霖 王 强

汪 葵 相会强 谢炜平 薛巧英 姚运先

张宝军 张 弛 赵联朝 周长丽 周 清

丛书统筹 黄晓燕

前言

随着生产和科研的发展,分析仪器在分析检测工作中所占地位越来越重要,分析仪器的应用范围越来越宽广。因此,分析仪器课程在高等院校的化工类、环境类专业课程设置中的地位日益显得重要。为了满足高等院校相应专业教学的需要,同时,也为操作与使用分析仪器的工作人员提供参考用书,我们编写了这本书。

在编写过程中,我们特别关注了以下几个方面:

1. 内容选择的科学性 对于各种类型仪器的学习,我们既关注仪器工作原理、仪器基本结构及仪器基本组成部分内容的学习,同时又重视学习仪器的使用与维护及仪器常见故障的诊断与排除等技能知识。目的是让学生在建立不同类型仪器基本知识结构的基础上掌握仪器的使用及维护技能。

2. 内容编排的科学性 本书对于每一种分析仪器的学习,按照基本理论、仪器工作原理、仪器结构、仪器使用注意事项及仪器的维护与保养的顺序来编排内容,即依照知识之间的内在联系组织材料。这种循序渐进、层层深入的内容编排形式符合人们的认识规律。

3. 注意知识的结构化 对于各个知识单元,本书在内容编排及内容顺序安排上注意突出它们之间的共性,目的在于强化不同单元知识之间的联系,以形成知识的有机统一体,从而降低学习难度,使学习者形成结构化的知识体系。

4. 强调实用性 本书对不同类型分析仪器的基本结构与工作原理、仪器使用注意事项、仪器常见故障的可能起因与故障的排除方法都作了比较详尽的介绍。其用意是使本书能够成为相关专业在校学生的良师益友并同时成为分析仪器使用与操作人员的一个好帮手。

本书第一章、第三章以及第二章、第三章、第八章的训练由赵联朝编写;第

目 录

第一章 分析仪器的基本知识	1
第一节 分析仪器的特点及分类	1
第二节 分析仪器的一般结构	3
第三节 分析仪器的主要性能指标	4
第四节 分析仪器的发展趋势	8
第二章 电化学分析仪器	10
第一节 电位分析仪器概述	10
第二节 pXD-2 型离子计	13
第三节 pHs-2 型酸度计	16
第四节 ZD-2 型电位滴定仪	20
第五节 库仑分析仪器	25
第三章 紫外-可见分光光度计	40
第一节 概 述	40
第二节 紫外-可见分光光度计的主要组成部分	45
第三节 722 型分光光度计	53
第四节 7530 型紫外-可见分光光度计	56
第五节 756MC 型紫外-可见分光光度计	62
第六节 仪器的使用及维护	65
第四章 红外分光光度计	78
第一节 概 述	78
第二节 色散型红外分光光度计的结构原理	80
第三节 4010 型红外分光光度计	90
第四节 傅里叶变换红外分光光度计	94
第五章 原子吸收分光光度计	104
第一节 概 述	104

第二节	仪器的结构.....	107
第三节	仪器安装、调试与验收.....	116
第四节	仪器的维护和保养.....	122
第六章	原子发射光谱分析仪器.....	131
第一节	概 述.....	131
第二节	发射光谱分析仪器装置.....	133
第三节	感耦等离子体发射光谱仪.....	143
第四节	仪器的维护和保养.....	151
第七章	X 射线荧光分光光谱仪.....	159
第一节	概 述.....	159
第二节	X 射线荧光分光光谱仪.....	161
第三节	使用技术.....	168
第八章	气相色谱仪.....	175
第一节	概 述.....	175
第二节	色谱柱和柱箱.....	181
第三节	常用检测器.....	183
第四节	数据处理系统和控制系统.....	186
第五节	仪器使用技术.....	187
第九章	高效液相色谱仪.....	195
第一节	概 述.....	195
第二节	高压输液泵和梯度洗脱装置.....	196
第三节	进样系统.....	204
第四节	几种常用的检测器.....	206
第五节	仪器使用技术.....	212
参考文献		220

第一章

分析仪器的基本知识

从广义上讲, 分析仪器是一种装置或设备, 这种装置或设备的作用是把人们想知道但又通常不易或不能被人直接检测和理解的信息转变成可以被人检测和理解的形式。因此, 分析仪器是一种“工具”, 利用这种工具可以提高人的感知能力, 扩大人的感知信息范围。

在人类认识和洞察物质世界的过程中, 分析仪器扮演了重要角色, 起到了至关重要的作用。正是由于 20 世纪 60 年代分析仪器的崛起, 才使得分析化学对物质世界的“认知”产生了一次大飞跃, 解决了传统的化学分析不能解决的诸如: 状态分析、结构分析、单细胞分析、表面分析等种种难题, 使得人们对物质世界的认识向前迈进了一大步, 推动了自然科学的各个领域如生命科学、环境科学、材料科学、电子科学等获得前所未有的发展。

如今, 随着科学技术的发展, 分析仪器在新化合物的结构与特征、活体检测、环境监测、污染物分析、新材料结构与性能分析、天然药物的有效成分与结构、药效关系研究、外层空间探索等领域正在发挥着不可替代的作用。因此, 分析仪器的水平标志着人类对物质世界认知能力的发展水平。分析仪器的发展推动和影响着科学技术的发展。

近几年来, 随着计算机技术的发展, 分析仪器处在快速的更新和发展阶段, 新的分析仪器不断被开发和利用, 分析仪器的性能正在不断地得到改善和提高, 分析仪器的应用范围不断得到拓展。

第一节 分析仪器的特点及分类

一、分析仪器的特点

分析仪器的应用与发展是由分析仪器的性能特点所决定的。尽管不同类型分析仪器的结构和组成不同、其性能也有差异, 但它们都具有如下几方面的特点和特征:

(1) 结构复杂 分析仪器一般是集光、机、电(目前一些分析仪器已超出光、机、电)为一体的一种装置或设备。因此, 分析仪器大都是由不同部件构成的一个复杂体系。而且, 仪器的功能越强大、性能越好、自动化程度越高, 仪器的组成与

结构就越复杂。

(2) 科技含量高 分析仪器总是紧跟相关学科的最新发展而发展, 及时容纳和接收科技发展的最新成果。而且, 分析仪器一般是电子、机械、光学、计算机、材料等多学科多领域技术相互渗透相互融合的产物。所以, 分析仪器的革新和发展一般是最新科技发展成果的应用和转化。

(3) 灵敏度高 分析仪器大都具有非常高的灵敏度。分析仪器通常的检测范围为: 被测组分在样品中的质量分数为 $0.1\% \sim 10^{-6}\%$, 甚至可达 $10^{-10}\%$ 。分析仪器由于具有非常高的灵敏度, 所以, 在超纯物质中杂质浓度的测定、环境监测中微量和痕量成分的分析中, 分析仪器都起着不可替代的作用。

(4) 选择性好 选择性好是分析仪器的又一突出特点。分析仪器往往可以进行多组分的同时测定而无须考虑组分间的相互干扰。分析仪器的这一特点不仅可以提高分析测定速度, 提高分析测定的工作效率; 而且, 可以简化分析试样的分离处理工作, 大大地降低分析人员的劳动强度。

(5) 分析速度快 现代分析仪器中广泛采用包括计算机技术在内的高新科技成果, 可以实现分析操作自动化、数据处理自动化、分析结果记录自动化。分析仪器往往在数秒或几分钟内即可完成一项测试工作。分析仪器的一机多用和多机联用技术的发展, 使分析仪器的测试速度越来越快, 分析的项目和分析的范围也越来越宽。有一些分析仪器可一次测定多种组分, 大大提高了分析速度和分析效率。

(6) 应用范围广 分析仪器的另一个突出特点是应用范围广。不同类型分析仪器的的工作原理和测量对象彼此不一样。因此, 不同类型分析仪器适用的工作范围各不相同。由于分析仪器种类繁多, 因而其应用的范围非常广, 适用性特别强。分析仪器不仅可以用于常规的测量分析, 而且可以用于结构状态、空间分布、微观分布的分析以及用于微区分子水平分析和遥控分析。分析仪器不仅可以执行定性分析, 而且可以进行定量分析。

二、分析仪器的分类

分析仪器种类繁多, 不同类型分析仪器的的工作原理和组成结构各不相同。因此, 如何对分析仪器进行分类是一个极为重要的问题。对于分析仪器的分类, 不同学者观点不一样。这里根据相关的原则将分析仪器分为以下 8 种类型 (见表 1-1)。

表 1-1 分析仪器的分类

仪器的类型	仪器的实例
电化学分析仪器	离子计、酸度计、电位滴定计、库仑计、极谱仪等
光学式分析仪器	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、原子发射光谱分析仪、原子荧光分析仪、荧光分光光度计等

仪器的类型	仪器的实例
磁学式分析仪器	核磁共振波谱仪、热磁分析仪、电子顺磁共振波谱仪等
热学式分析仪器	热导式分析仪、热化学式分析仪、差热分析仪等
色谱类分析仪器	气相色谱仪、液相色谱仪、离子色谱仪等
离子和电子光学式仪器	质谱仪、电子显微镜、电子能谱仪等
射线式分析仪器	X 射线衍射仪、X 射线荧光仪、放射性同位素分析仪、电子探针等
物性分析仪器	黏度计、密度计、水分测定仪、浊度仪等

第二节 分析仪器的一般结构

对于不同类型的分析仪器，其测量原理不同、仪器的内部组成及外形结构不一样。但是，从总的方面来看，无论哪一种分析仪器其根本的功能是一样的，即都是一种信息的转换装置。因此，基于这一点考虑，所有的分析仪器其基本的结构是一样的，它们都是由信号源、信号检测器、信号处理器和信号记录显示装置等组成。分析仪器的一般结构如图 1-1 所示。

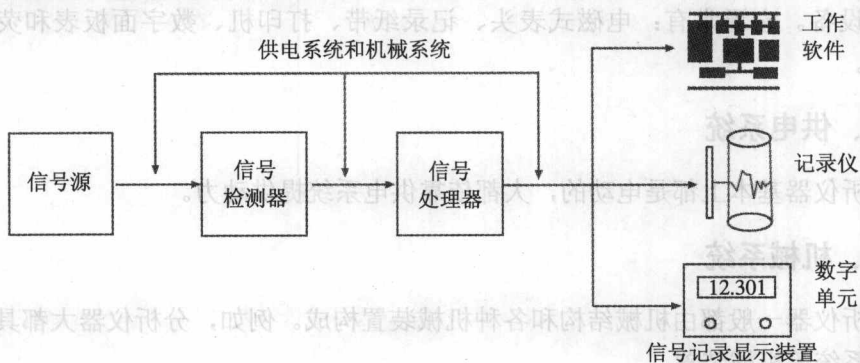


图 1-1 分析仪器的一般结构

一、信号源

信号源产生分析仪器检测的信号。信号源可以是被测试样自身，如：加热的钠原子发出黄色辐射。但是，在大多数情况下，信号源比较复杂，它通常是包括试样在内的一个信号发生器系统。如：在紫外-可见分光光度计中，信号源一般由光源、单色器、样品吸收池和试样共同组成。

二、信号检测系统

由于信号检测器和信号处理器在仪器的结构中总是紧密相连的两个部分，因此，为了学习和讨论的方便通常将信号检测器和信号处理器合称为信号检测系统。

信号检测器是一种能量转换装置，通过这种装置把其他类型的信号转变成为易于处理的一种形式（一般是电信号）。例如，紫外-可见分光光度计中的光电管将光信号转变成电流信号，红外光谱仪中的检测器热电偶将红外光信号转变成了电压信号等。

信号处理器是将检测器转换后的信号进行调整处理的装置或设备。它通常是由电子元件组成的电路系统。它工作的目的是将检测器转变后的信号进行调整处理以使其更加适合于通过显示器显示并且易于为人们所理解。它对信号的处理方式通常包括：对弱信号进行放大，实现信号交、直流的转化，扣除影响信号的背景，实现信号对数转换等。

三、记录显示装置

记录显示装置是将检测系统转化处理后的信号以适当方式显示并记录出来的装置或设备。它通常有：电磁式表头、记录纸带、打印机、数字面板表和荧光屏等形式。

四、供电系统

分析仪器基本上都是电动的，大都依靠供电系统提供动力。

五、机械系统

分析仪器一般都由机械结构和各种机械装置构成。例如，分析仪器大都具有自动进样系统等机械装置。

第三节 分析仪器的主要性能指标

不同的分析仪器在分析测量中表现出来的分析和测试能力不一样。分析仪器的这种分析和测试能力通常以性能指标的形式来表示。只有熟悉分析仪器的性能指标，才能在实际工作中，根据分析任务的要求及试样的情况扬长避短选择出适合的分析仪器，采用恰当的分析方法，从而获得正确的分析结果。分析仪器常用的性能指标有：精密度、灵敏度、检测极限、线性范围、精度、选择性、稳定性、响应时间等。

一、精密度

精密度是指在相同条件下仪器对同一样品进行多次平行测定，所测得结果之间的偏离程度。它是表示随机误差大小的一个物理量。同一人员在同一条件下所测得的精密度叫重复性，不同人员在各自条件下测得的精密度叫再现性。所以，有时把仪器的精密度说成重复性。

按照国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）的有关规定，精密度通常用标准偏差 S 或相对标准偏差 RSD （%）来量度，其值越小，精密度就越高，随机误差就越小。标准偏差 S 、相对标准偏差 RSD 的计算公式分别表示如下：

标准偏差 S 的计算公式为：

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

式中： n ——测量次数；

x_i ——单次测量值；

$\bar{x}$ ——平行测量的平均值。

相对标准偏差 RSD 可按以下公式计算：

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-2)$$

二、灵敏度

灵敏度是指分析仪器在稳定条件下对被测试样量变化的响应，或者说是仪器的输出量与输入量之比。灵敏度的大小取决于校正曲线的斜率和分析仪器的精密度。相同精密度条件下，校正曲线斜率大的灵敏度高，同样，校正曲线斜率相同条件下，精密度好者灵敏度高。

国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）规定：以浓度测量的线性范围内校正曲线的斜率作为灵敏度的定义。所以，分析仪器的灵敏度可以通过一系列标准溶液的测定而获得。

显然，在一般条件下，灵敏度值越高，仪器越灵敏。但是，即使是同一台仪器，针对不同的测定对象或测定对象相同但测定条件不同，其灵敏度不一样。要比较仪器的灵敏度必须给出相应的条件，否则，只看数值的大小没有实际意义。

三、检测限

检测限又叫检出限，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）。检测限是衡量分析仪器性能优劣的又一项技术指标。它比

灵敏度更具实际意义,它考虑到了仪器噪声(波动性)的影响,而且,明确地指出了测定的可靠性。

检测限可由最小检测信号推导出来。假设仪器的噪声平均值为 $\bar{A}_0$ (空白信号值),在检出限水平测得样品信号的平均值为 A_i ,在与样品测定相同的条件下,对空白样进行足够多次的平行测定(一般测定次数为 11 次),所得的标准偏差为 S_0 。

则可以检出的最小信号为: $A_i - \bar{A}_0 = 3 S_0$

最小检出量(q_L)或最低检出浓度(c_L)计算方法如下:

$$q_L = \frac{3S_0}{m} \quad (1-3)$$

$$c_L = \frac{3S_0}{m} \quad (1-4)$$

式中, m 为灵敏度,从式(1-3)和式(1-4)可以看出,检测限与灵敏度是紧密相关的两个量,灵敏度越高,检测限越低。但两者的意义是不同的。灵敏度指分析信号随组分浓度的变化而产生的变化的大小,它同检测器的放大倍数有直接的关系,它没有考虑噪声的影响。检测限是指定量分析可能检测的最低量或最低浓度,它与噪声的大小直接有直接的关系。

由以上可知,要想改善检测限,在提高仪器灵敏度的同时,要最大限度地抑制仪器的噪声和减少试剂空白。如果单纯地提高仪器的灵敏度,那么,仪器的噪声也会成比例地增大,这样一来,通过提高仪器的灵敏度来降低仪器的检测限是行不通的。

四、线性范围

线性范围是指仪器检测系统的检测信号与被测物质质量浓度或质量呈线性关系的范围。如图 1-2 所示,从 A 到 B,曲线对应的物质质量浓度范围为线性范围,低于 B 或高于 A,曲线开始弯曲,不属于线性范围。

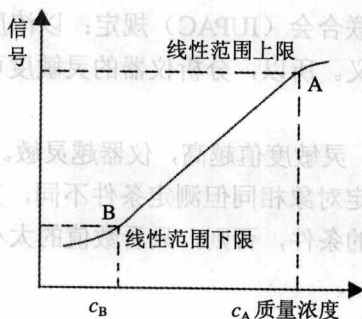


图 1-2 线性范围示意图

人们总是希望一台分析仪器具有线性特性,这样既可以使指示部分刻度均匀,又可以使仪器在整个测量范围内具有相同的灵敏度。实际应用中,分析方法的线性范围至少应有两个数量级,某些可达5~6个数量级。

五、精度

精度是分析仪器的一项重要指标,通常用误差来表示。精度和误差是同一问题的两种不同表示方法。误差越小,说明仪器精度越高;误差越大,说明仪器精度越低。误差的表示方法有两种。一种是绝对误差,它表示仪器指示值偏离真实值的程度,通常又称为准确度。另一种是相对误差,用仪器绝对误差的平均值与量程范围之比的百分数来表示。

对于仪器的误差,还有一种表示方法是精度等级。精度等级表示使用该仪器在规定的测量条件下测量误差的最大值。通常把仪器的精度等级分为10级,即:1.0、1.5、2.0、2.5、4.0、5.0、6.0、10.0、15.0、20.0。等级数值越大,误差越大。精度等级实际意义是:相对误差去掉百分号和“±”号后的值。

六、选择性

选择性是指分析仪器区分被测组分与非被测组分的能力,它反映仪器在测定中对基体成分的抗干扰能力。仪器选择性好,区分被测组分与非被测组分的能力强。选择性通常用选择性系数来表示。

七、稳定性

稳定性是分析仪器的又一项重要指标,它指在测量条件不变的条件下,仪器连续运行规定长的时间而保持示值不变的能力。稳定性常用一定时间内仪器漂移满量程值的百分数来表示。也有分析仪器用漂移、波动、噪声等来表示仪器的稳定性。

八、响应时间

响应时间反映当被测信号发生变化后,仪器输出信号能否及时、准确地跟随被测信号的变化而变化的能力。通常响应时间以从被测信号发生变化时开始到仪器响应达到最后指示值的90%时所需要的时间来表示,单位为s。响应时间的另一种表示方法是时间常数(单位为s),它指仪器从被测信号变化开始到响应达到仪器最大指示值的63%时所需要的时间。

为了使仪器输出显示值能快速跟上试样量的变化,我们总是希望分析仪器的响应时间越短越好。

第四节 分析仪器的发展趋势

生产和科研的发展,尤其是医药、生化、环保等产业的快速发展为分析仪器的发展提供了巨大的市场空间。新型号新性能分析仪器的研制和开发越来越受到重视,现有分析仪器的更新换代越来越快。生命科学、材料科学、生物科学、信息科学等学科和计算机技术的发展为分析仪器的发展提供了强大的物质和技术基础。目前,分析仪器正处于一个蓬勃的发展阶段,其发展趋势具有以下特点。

一、仪器的自动化和智能化

随着计算机及软件技术在分析仪器设计制造上的日益全面的渗透与应用,分析仪器正在朝着高灵敏度、高稳定性、高精度、多功能、全自动的智能型发展。越来越多的分析仪器采用人机对话方式(即通过仪器显示屏显示及键盘操作)实现对仪器的调节与控制,完成分析测量任务。从分析工作开始的制样、进样、进样的数量控制到仪器测定条件的设置、温度的监控、仪器工作状态的调节、测量数据的采集和处理以及最终结果的报告等均可以计算机程序的方式输入操作指令来执行。许多分析仪器还具有工作状态的自我诊断、自我检验以及意外情况的自动报警功能。

二、仪器的微型化

随着科技与经济的发展,分析仪器的一个明显发展趋势是由技术驱动改为市场驱动满足用户的需要。目前,分析仪器科技和产品的应用范围已经由传统领域向非传统领域拓展。分析仪器应用范围的拓宽,要求分析仪器具有尺寸小、重量轻、耐恶劣环境、使用方便、物美价廉等特点,以满足特定应用环境的需要。因此,便携式、微型化分析仪器的开发和利用受到关注是市场驱动的直接结果。

三、仪器的在线分析

离线的分析检测不能及时、准确地反映实际生产或生命环境的真实情况。因此,也就不能实现生产及生产质量的及时控制与生态和生物过程的及时控制。所以,综合运用现代科技发展的优秀成果,建立有效实用的、在线和高灵敏度、高选择性的、新型的动态分析检测系统将是分析仪器发展的一个主流方向。每个重点城市的空气质量检测和重点流域的地表水监测,都是由自动在线监测系统完成。

四、仪器的综合与联用

充分利用现代科技发展的优秀成果,将多种分析仪器优化组合、联合使用,从而