



普通高等院校规划教材

PUTONG GAODENG YUANXIAO GUIHUA JIAOCAI

食品仪器分析 实验指导

主编 ● 高义霞 周向军

SHIPIN YIQI FENXI
SHIYAN ZHIDAO



河南科技大学出版社

普通高等院校规划教材

食品仪器分析实验指导

主编 高义霞 周向军

参编 (按姓氏汉语拼音排序)

焦成瑾 王倩宁



西南交通大学出版社

· 成 都 ·

内容简介

本书是在总结我校仪器分析理论和实验教学的基础上,以国家标准为主线,参考近年来国内外仪器分析理论和实验技术的最新进展,并结合部分老师的科研成果编写而成。

全书分为基本理论、仪器分析实验及仪器操作规程三部分。基本理论包括光谱分析、电分析化学、色谱分析、质谱分析、热分析、流动注射分析和微流控技术。实验部分包括 13 个基础实验、16 个综合实验和 15 个设计实验题目。仪器操作规程部分包括 11 种常见大型仪器的操作方法。

本书可作为高等学校食品质量与安全、生物科学、药学及农学等相关专业的仪器分析实验教材或教学参考书,亦可供相关研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

食品仪器分析实验指导 / 高义霞, 周向军主编. —
成都: 西南交通大学出版社, 2016.4
普通高等院校规划教材
ISBN 978-7-5643-4669-0

I. ①食… II. ①高… ②周… III. ①食品分析—仪器分析—实验—高等学校—教材 IV. ①TS207.3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 089726 号

普通高等院校规划教材
食品仪器分析实验指导
主编 高义霞 周向军

责任编辑 牛君
封面设计 何东琳设计工作室

出版发行 西南交通大学出版社
(四川省成都市二环路北一段 111 号
西南交通大学创新大厦 21 楼)
发行部电话 028-87600564 028-87600533
邮政编码 610031

印刷 四川森林印务有限责任公司
成品尺寸 185 mm × 260 mm
印张 17.5
字数 429 千
版次 2016 年 4 月第 1 版
印次 2016 年 4 月第 1 次
书号 ISBN 978-7-5643-4669-0
定价 39.80 元

课件咨询电话: 028-87600533

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

前 言

近年来,随各种新的仪器、分析方法和分析技术的不断出现,以光谱分析、电分析化学、色谱分析及其他分析方法为核心的现代仪器分析,已成为解决化学化工、生命科学、医学、药学、材料、环境及刑侦等领域众多问题的重要手段。在高校相关专业开设仪器分析理论及实验课程,对于学生加深理解仪器分析原理,培养分析和解决问题的能力,形成科学思维和创新精神等都具有不可替代的作用。

仪器分析理论及实验课在生物、食品、药学、地理及农林科学等非化学专业已被陆续列为必修专业基础课之一。我校自2013年开始在食品质量与安全专业开设仪器分析理论和实验课程,为配合该课程的理论和实验教学,根据我校仪器设备的客观条件编写而成本教材。为了使该教材适应食品质量与安全等专业的需要,便于学生学习,本书简要介绍了各种仪器分析方法的基本理论、实验及仪器操作规程。本书分为三部分,第一部分为基本理论,简要介绍了仪器的基本原理,仪器构造及定性、定量测定等;实验集中编写在第二部分,包括基础实验、综合实验和设计实验题目;第三部分为仪器操作规程,考虑到学时、实验室条件的限制及学生使用的方便,本书对一些仪器的操作方法进行了简要介绍。编写本书旨在使学生通过对仪器分析理论和实验的学习和实践,加深其对仪器分析中各方法的原理、仪器构造及适用范围等的理解,帮助学生提高分析和解决食品或生物相关专业具体问题的能力,培养其严谨的科学态度。

本书编写分工如下:第一部分由周向军编写,第二部分基础实验中实验12和综合实验中实验25由焦成瑾编写,第二部分综合实验中实验14、15、16由王倩宁编写,其他部分由高义霞编写。全书由高义霞统稿。

参加本书编写的作者都是我校从事仪器分析理论和实验教学的一线教师和教辅人员。本书由天水师范学院生物工程与技术学院焦成瑾教授审阅,焦成瑾教授对该教材内容的修改和补充等提供了许多宝贵的建议和意见,在此深表感谢。

本书的编写得到天水师范学院“青蓝工程人才”项目(编号:TS201406)资助。

由于编者学识水平和实践有限,书中难免存在错漏之处,敬请各位专家和读者批评指正。

编 者

2015年10月于天水

目 录

第一部分 基本理论

1 绪论	3
1.1 仪器分析的发展历史和趋势	3
1.2 仪器分析方法的分类	6
1.3 仪器分析方法的评价指标	9
1.4 试样的采集与处理	11
1.5 仪器分析实验教学目的、要求	13
1.6 仪器分析实验数据处理	14
2 光谱分析	17
2.1 光谱学导论	17
2.2 紫外-可见分光光度法	18
2.3 红外吸收光谱法	34
2.4 拉曼光谱法	47
2.5 分子发光分析法	50
2.6 原子发射光谱法	59
2.7 原子吸收光谱法	66
2.8 核磁共振光谱法	77
3 电分析化学	86
3.1 电分析化学导论	86
3.2 电位分析法	89
3.3 电导分析法	94
3.4 电解和库仑分析法	96
4 色谱分析	99
4.1 色谱法导论	99
4.2 气相色谱法	106
4.3 高效液相色谱法	113
4.4 毛细管电泳	122
4.5 超临界流体色谱法	129
5 质谱分析	133
5.1 基本原理	133
5.2 质谱表示方法	134

5.3	质谱仪	135
5.4	离子的类型及影响其形成的因素	138
5.5	质谱裂解规律	140
5.6	定性分析	140
5.7	定量分析	142
6	热分析	143
6.1	热重分析法	144
6.2	差热分析法	145
6.3	差示扫描量热法	146
7	流动注射分析和微流控技术	148
7.1	流动注射分析	148
7.2	微流控技术	149

第二部分 仪器分析实验

8	基础实验	153
实验 1	比色法测定油脂的过氧化值 (参考 GB/T 5009.37—2003)	153
实验 2	紫外分光光度法测定饮料中的咖啡因含量 (参考 GB/T 5009.139—2003)	155
实验 3	有机化合物的红外光谱测定与谱图分析	158
实验 4	多维葡萄糖粉中维生素 B ₂ 含量的测定 (荧光法)	160
实验 5	石墨炉法原子吸收法测定食品中的铜元素含量 (参考 GB/T 5009.13—2003)	162
实验 6	直接电位法测定水溶液的 pH	164
实验 7	乙酸的电位滴定分析及其解离常数的测定	167
实验 8	库仑滴定法测定食品中的砷含量	170
实验 9	外标法测定奶茶中胆固醇的含量	172
实验 10	气相色谱法测定白酒中的杂质醇含量	174
实验 11	液相色谱法测定奶茶、可乐中咖啡因含量	177
实验 12	外标法测定鲜肉类食品中肌苷酸含量	178
实验 13	酚氨咖敏药片中各组分的核磁共振法定量测定	181
9	综合实验	183
实验 14	邻二氮菲法测定大豆中铁的含量	183
实验 15	分光光度法同时测定果蔬中维生素 C 和维生素 E 的含量	186
实验 16	荧光分光光度法测定猕猴桃中总抗坏血酸含量 (参考 GB/T 5009.86—2003)	189
实验 17	原子荧光光谱法测定水产品中硒元素含量	191
实验 18	火焰原子吸收分光光度法测定食品中钙含量 (参考 GB/T 5009.92—2003)	194
实验 19	鱼类中有害物质铅和镉含量的测定 (参考 GB/T 5009.75—2003 和	

	GB/T 5009.15—2003)	197
实验 20	离子选择性电极法测定饮用水中的氟含量 (参考 GB/T 7484—1987)	200
实验 21	食品中有机磷农药残留量的测定 (参考 GB/T 5009.20—2003)	204
实验 22	气相色谱-质谱联用法测定维生素 E 胶囊中维生素 E 的含量	207
实验 23	气相色谱-质谱联用法测定苹果的香气成分	208
实验 24	高效液相色谱法测定畜、禽肉中的土霉素、四环素和金霉素含量 (参考 GB/T 5009.116—2003)	210
实验 25	高效液相色谱法测定山豆素 β -N-草酰-L- α , β -二氨基丙酸	212
实验 26	氨基酸自动分析仪法测定食品中氨基酸的含量 (参考 GB/T 5009.124—2003)	214
实验 27	基于羰基价的检测鉴别地沟油 (参考 GB/T 5009.37—2003)	218
实验 28	植物油中苯并芘的检测 (参考 GB/T 5009.27—2003)	220
实验 29	原料乳及乳制品中三聚氰胺的检测 (参考 GB/T 22388—2008)	223
10	自主设计实验	226

第三部分 仪器操作规程

11	岛津 UV-1800 型紫外-可见分光光度计操作规程	229
12	岛津 UV-2450 型紫外-可见分光光度计操作规程	231
13	RF5301 荧光分光光度计操作规程	235
14	Nicolet iS5 型傅里叶变换红外光谱仪操作规程	238
15	U3000 高效液相色谱仪操作规程	240
16	Thermo Fisher Trace 1300 气相色谱仪操作规程	242
17	日立 L-8900 全自动氨基酸分析仪操作规程	245
18	ICE3500 原子吸收光谱仪标准操作规程	247
19	ICS-1100 型离子色谱仪操作规程	248
20	Agilent1100 高效液相色谱仪操作规程	251
21	Agilent 7890 A/ 5975C 气相色谱-质谱联用仪操作规程	254
	参考文献	257
	附录	259

第一部分

基本理论

1 绪论

分析化学是研究物质的化学组成、结构和各种分析方法的科学，一般分为化学分析和仪器分析。仪器分析是在化学分析的基础上逐渐发展起来的一类分析方法。化学分析法是利用化学反应及其计量关系进行分析的一类分析方法，而仪器分析则是利用复杂的仪器，测量物质的某些物理性质或物理化学性质，及其变化过程中产生的信号与待测物质的内在关系和规律来进行定性和定量分析的测定方法。仪器分析与化学分析并非相互独立，而是相互联系的，化学分析法适合含量大于 1% 的常量组分分析，而仪器分析则常用来分析微量、痕量组分。仪器分析具有灵敏度高、检出限低、选择性好及分析速度快等优点。

仪器分析实验是仪器分析理论课程的重要组成部分，是一门实践性很强的课程，掌握实验原理、仪器构造、注意事项及测定范围等，对于加深仪器分析理论课的理解具有重要作用。该课程不仅要求学生具备扎实的理论基础，还要求具备大量的实践操作经验和对结果进行分析的能力。仪器分析实验是食品科学、食品质量与安全、生物科学及生物技术等专业非常重要的专业基础课之一，对学生学好高年级专业课及将来从事科研或生产工作具有不可忽视的作用。通过该课程的学习，学生可以加深对常见分析仪器的原理、构造、分析范围、灵敏性及定性和定量应用等的理解；能结合所学的各种仪器分析方法，学会分析各种实验结果。另外，学生还应了解仪器分析方法的发展趋势和新方法、新技术等，增强自身的创新意识和能力。仪器分析实验操作复杂、影响因素多、内容信息量大，需要通过大量的实验数据和谱图解析才能获得有用信息，这对于学生实践能力和分析能力的提高很有帮助。

目前，仪器分析已不单纯应用于化学领域的分析，而是更为广泛地用于研究和解决物理、化学、生物、食品、农业、医药、环境及其他学科领域的理论和实际问题，已展现出极强的应用性和良好的发展前景，如新化合物的表征及分子水平分析，活细胞实时动态检测，生物大分子分离分析、结构鉴定和 DNA 测序，环境监测和环境污染物的分析、结构和性能的表征，天然药物有效成分的分离及结构鉴定，兴奋剂检测，食品添加剂和农残检测及法医鉴定等。

1.1 仪器分析的发展历史和趋势

仪器分析是伴随分析化学的发展而出现的，分析化学起步于 19 世纪末，其发展历史经过三次较大的变革。19 世纪末至 20 世纪 40 年代，分析化学重点发展了重量^①分析、容量分析

^① 实为质量，包括后文的称重、恒重等。但在现阶段的农林、食品、医药等分析领域的实际操作中一直沿用，为使学生了解、熟悉本行业生产、科研实际，本书予以保留。——编者注

和比色分析,同时,还引入酸碱、配位、氧化还原和沉淀四大反应平衡理论,建立了自己的理论基础,从一门操作技术发展成为一门科学。20世纪40年代至70年代,由于物理学和电子技术的飞速发展,其理论、方法和技术被引入分析化学,仪器分析诞生并得到了大力发展。这一时期出现了一系列重大科学发展,如核磁共振技术、极谱分析法及色谱理论的建立等,极大地加速了仪器分析的发展,逐渐改变了传统的分析化学以化学分析为主的特点,为分析化学的发展提供了许多新的理论和技术经验。20世纪70年代以来,计算机信息技术、材料科学以及生命科学等领域的飞速发展,极大地促进了分析化学进入第三次变革期。这一阶段的特点是计算机、数学、物理、化学、材料科学等多学科交融,实现了智能化、自动化及微量、痕量分析;同时也出现了一系列多仪器联用分析方法,极大地提高了仪器分析的准确度、灵敏度和选择性。特别是仪器分析逐渐进入应用领域,欧洲发生的二噁英污染饲料和畜禽产品、疯牛病和口蹄疫,亚洲出现的禽流感及农药残留超标等均与仪器分析密切相关。仪器分析发展中的诺贝尔奖获得者见表1.1。

表 1.1 与仪器分析发展有关的诺贝尔奖

年份	姓名	内容
1901	Rontgen, et al	发现了 X 射线的存在
1901	Van' t Hoff, et al	发现了化学动力学的法则及溶液渗透压
1902	Arrhenius, et al	对电解理论的贡献
1906	Thomson, et al	对气体电导率的理论及实验研究
1907	Michelson, et al	制造光谱精密仪器及对天体的光谱研究
1914	Von Laue, et al	发现结晶体 X 射线的衍射
1915	Bragg, et al	应用 X 射线技术研究晶体结构
1917	Barkla, et al	发现了各种元素 X 射线辐射的不同
1922	Aston, et al	利用质谱法发现并测定同位素
1923	Pregl, et al	有机物质的微量分析
1924	Einthoven, et al	发现了心电图机制
1924	Siegbahn, et al	X 射线仪器方面的发现和研究
1926	Svedberg	超速离心机
1930	Raman, et al	拉曼效应
1939	Lawrence, et al	回旋加速器
1944	Rabi, et al	共振方法记录原子核的磁性
1948	Tiselius, et al	利用电泳和吸附分析法分离人血清蛋白的五个组分
1952	Bloch, et al	核磁共振精细测量法
1952	Martin, et al	建立气相分配色谱法
1953	Zernike	相差显微镜
1959	Heyrovsky, et al	建立极谱分析法

年份	姓名	内容
1972	Moore	氨基酸自动分析仪
1977	Yalow, et al	放射免疫分析法
1979	Cormack	X 射线断层扫描 (CT)
1981	Siegbahn, et al	高分辨率电子光谱学用于化学分析
1982	Klug, et al	对晶体电子显微镜的发展
1986	Bloembergen, et al	开创激光光谱分析法
1986	Bining, et al	扫描隧道显微镜
1991	Ernst, et al	高分辨率核磁共振方法的发展
1999	Ahmed, et al	飞秒相干光谱法
2002	Fenn, et al	生物大分子的质谱分析法
2003	Lauterbur, et al	磁共振成像

目前,材料科学、医药、生命科学及食品科学等自然科学的飞速发展,对仪器分析的准确度、灵敏度、选择性、分析速度和可靠度等提出了更高的要求,对仪器分析的理论研究,特别是仪器设备研发的要求也越来越高,出现了一系列新趋势:越来越注重开发新的仪器分析方法;仪器的智能化、微型化、实时原位动态分析及多仪器联用技术等受到极大关注。

下面主要从生命科学、材料科学、化学化工、食品科学及环境科学等学科领域介绍近年来仪器分析的研究热点内容及发展趋势。

1.1.1 生命科学领域

生命科学的飞速发展对仪器分析技术的依赖越来越明显。多肽、蛋白质、核酸及糖等生物大分子和生物活性物质的质谱分析、三维结构的核磁共振分析、人类基因组计划、转录组学及蛋白质组学等研究中的关键技术平台及瓶颈问题均是依赖仪器分析方法的突破而得以实现的。特别是目前以色谱、质谱、核磁共振、荧光分析及化学、生物传感器技术以及生物电化学分析技术为主的各种分析手段,不仅在整体上,而且在分子和细胞水平上对认识和研究生命过程中某些重要的大分子及活性物质的功能等具有极其重要的支撑作用。

1.1.2 材料科学领域

材料的宏观物理性能如强度、硬度等,化学性能如催化活性等,除了与元素的种类和含量有关外,还与材料中各原子的微观排列等有关。电子能谱、扫描电镜、原子力显微镜等表

面分析技术就是通过微观分析,使材料科学得到极大发展。如表面形态观察时常用扫描电镜、透射电镜、扫描探针显微镜及原子力显微镜等;表面元素组成、定量及分布分析采用电子探针微区分析及X射线光电子能谱技术;分析材料表面的化学结构、元素存在状态等常采用X射线光电子能谱、二次离子质谱及拉曼光谱等。

1.1.3 化学化工领域

在化学化工领域及相关企业中,利用仪器分析进行分析检测是保证产品质量的重要手段。从原料采集、生产加工到最后成品的包装等环节均需要仪器分析技术提供理论和技术支持,特别是产品检验,其是企业必不可少的一个环节,对最终产品质量控制具有非常重要的作用。

1.1.4 食品科学领域

电分析化学是食品生产和质量控制的重要研究工具,如电势溶出法适合分析痕量金属及酱油、醋等食品中的砷含量;原子吸收光谱技术可测定食品中的常规元素,也可测定稀有元素,非常适合食品分析、食品营养、食品毒理及食品化学等方面的研究;近红外光谱可对食品中水分、蛋白质、脂肪、氨基酸、蛋白质、纤维素及灰分等进行检测,目前已列入国家标准;气相色谱及气-质联用技术用于食品风味的研究;液相色谱可用于食品组分如维生素等的分析,在食品污染物、添加剂及毒素等方面的检测应用较为广泛;质谱法可用于食品中挥发性成分、糖、蛋白质、氨基酸、风味成分及有毒有害成分的分析,液-质联用还可对非挥发性的农残、氨基酸、糖等进行研究;核磁共振光谱用于食品中的油脂、水分、淀粉糊化、回生或玻璃态转化等研究;生物芯片技术广泛应用于食品微生物检测、食品卫生监测、食品毒理学、营养学及转基因产品检测。

1.1.5 环境科学领域

非破坏性红外线遥感技术在大气污染、烟尘及汽车尾气等监测方面具有重要作用。对水质检测,各种电化学分析方法如电导、溶解氧等传感技术的发展也起到了推动作用。遥感技术应用较多的是激光散射、共振荧光及傅里叶变换红外光谱等。

1.2 仪器分析方法的分类

常用的仪器分析方法包括光学分析法、电化学分析法、色谱分析法及其他分析法。仪器分析方法及其基于的理化性质见表1.2。

表 1.2 仪器分析方法及其基于的理化性质

分类	方法	利用的理化性质
光学分析法	原子发射光谱、原子荧光光谱	电磁波的发射
	分子荧光、放射性同位素	电磁波的发射
	原子吸收光谱	电磁波的吸收
	紫外-可见光谱	电磁波的吸收
	红外光谱	电磁波的吸收
	核磁共振光谱	电磁波的吸收
	质谱	质荷比
	比浊、拉曼光谱	电磁波的散射
	折射、干涉	电磁波的折射
	X 射线衍射、电子衍射	电磁波的衍射
	偏振	电磁波的旋转
	电化学分析法	电位法
电导法		电导
极谱法、伏安法		电流-电压
库仑法		电量
色谱分析法	气相色谱法	分配系数或吸附作用力
	液相色谱法	分配系数或吸附作用力
	薄层色谱法	分配系数或吸附作用力
	离子色谱法	离子间作用
	毛细管电泳法	电荷
	毛细管电色谱法	电荷
表面分析法	电子显微镜与电子探针	电子性质
	电子能谱法	电子性质
	扫描隧道显微镜	隧道效应
	原子力显微镜	物体间力
热分析法	热导法	热性质
	热重法	热性质
	差热分析	热性质

引自：杜一平编，《现代仪器分析方法》。

1.2.1 光学分析法

光学分析法是通过电磁波辐射的能量作用于物质后产生的各种辐射信号或所引起的变化而建立的分析方法。根据测量信号是否与能级跃迁有关，光学分析法可分为光谱法和非光谱法两类。根据能量作用对象的不同，光谱法分为分子光谱和原子光谱，分子光谱由分子的电

子能级、振动能级和转动能级跃迁产生，表现为带谱，主要有紫外-可见光谱、红外光谱、分子荧光光谱和分子磷光光谱；而原子光谱是由原子内层或外层电子能级跃迁产生的，表现为线谱，主要有原子发射光谱、原子吸收光谱、原子荧光光谱和 X 射线荧光光谱。

非光谱法是基于测量能够改变电磁波传播方向、速度等光的其他物理性质变化的分析方法，其并不涉及能级跃迁。它主要包括辐射的折射：折射法和干涉法；辐射的衍射：X 射线衍射法和电子衍射法；辐射的旋转：偏振法和圆二色法等。折射法是基于测定物质的折射率来获得其某些信息的方法，与密度、熔点和沸点一样，折射率是物质的一种物理常数；比浊法是基于光通过胶体溶液或悬浊液后的散射光强度来进行定量分析的，常用于 BaSO_4 及 AgCl 等胶体溶液的浓度测定；旋光法是基于测定物质旋光度来研究分子非对称性的方法。

从广义光谱概念出发，质谱法以及其他与表面分析技术有关的光谱技术也属于光谱分析研究范围。质谱法是基于试样在离子源中被离子化为分子离子后，根据其质荷比进行分析的方法，常用于相对分子质量测定及有机化合物的结构鉴定等。质谱与上述的紫外光谱、红外光谱及核磁共振光谱并称为“四大谱”（但必须注意的是，质谱的原理与其他三种光谱不同）。

1.2.2 电化学分析法

电化学分析是基于物质在溶液中或电极上的电化学性质（电位、电荷、电导、电流及电阻）而建立的一种分析方法，包括电位法、电导法、电解和库仑法、极谱与伏安分析法等，其中，电导分析法选择性差，应用较少。

1.2.3 色谱分析法

色谱分析法是根据待分离组分在两个互不相溶的相中的吸附能力或分配系数的差异而建立的分离分析方法，包括气相色谱、液相色谱、超临界流体色谱及毛细管电泳法等。现代仪器分析方法的发展，促使各种用于分离的色谱仪器与用于分析的光谱仪器联用，解决了一系列复杂物质的分离和分析问题，已成为仪器分析发展的一个重要方向。

1.2.4 其他分析方法

其他分析方法包括热分析法、质谱法、放射性同位素法及流动注射分析法等。热分析法是测定物质的质量、体积或反应热等与温度的关系而建立的分析方法，其主要用于热力学和化学反应机理的研究。放射性同位素法是利用核衰变过程中产生的 α 、 β 、 γ 辐射和电子俘获等对物质的作用及物质对射线的作用进行研究的方法。流动注射分析法是建立在物理和化学均不平衡的条件下，将试液以试样塞的形式注入连续流动的试剂载流中，从而进行动态分析测定的微量湿化学技术。

1.3 仪器分析方法的评价指标

1.3.1 精密度

精密度 (precision) 是在相同条件下, 利用同一方法对同一试样进行多次平行测定, 所得数据间的一致性程度。它是表征随机误差的一个量。同一工作人员测得结果的精密度为重复性, 不同工作人员在不同实验室测得结果的精密度称为再现性。精密度通常用标准偏差 d 和相对标准偏差 d_r (RSD%) 量度, 即

$$d = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1.1)$$

$$d_r = \frac{d}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1.2)$$

式中 x_i ——测定值;
 \bar{x} —— n 次测定的平均值;
 d ——标准偏差;
 d_r ——相对标准偏差。

1.3.2 准确度

准确度指重复多次测定的平均值与真实值 (标准值) 的相对误差, 它是基于精密度的系统误差与随机误差的综合量度。准确度越高, 结果越可靠。准确度可表示为

$$E_r = \frac{\bar{x} - \mu}{\mu} \times 100\% \quad (1.3)$$

式中 E_r ——相对误差;
 \bar{x} ——多次测定的平均值;
 μ ——真实值。

1.3.3 标准曲线的线性范围

标准曲线是待测组分的浓度 x 与仪器响应信号值 y 之间的关系曲线, 即 $y = a + bx$ 。线性范围 (linear range) 是指从最低浓度至校正曲线偏离线性浓度的范围。公式如下:

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (1.4)$$

表示时称为绝对检出限。最小检出信号 X_L 及检出限 D 的计算式如下：

$$X_L = \bar{X}_b + kd_b \quad (1.8)$$

$$D = \frac{X_L - \bar{X}_b}{S} = \frac{3d_b}{S} \quad (1.9)$$

式中 \bar{X}_b 和 d_b ——空白信号的平均值和标准偏差；

k ——系数，IUPAC 建议为 3；

S ——灵敏度；

X_L ——最小检出信号；

D ——检出限。

检出限可通过提高精密度或降低噪声来改善。灵敏度越高，精密度越好，检出限越低。检出限是灵敏度和精密度的综合指标，它是评价仪器性能和分析方法的主要技术指标。

1.4 试样的采集与处理

仪器分析的完整过程包括试样采集、样品预处理、分离分析、数据或图谱分析等。试样的采集与预处理直接关系到整个实验结果是否可靠或误差的大小等，因此，必须引起足够的重视。由于不同材料所处的状态及其纯品的纯度不同，具体操作中应积极采纳或参考国家标准或企业标准。现介绍一些试样采集与处理的共性问题。

1.4.1 试样的采集与制备

试样的采集首先应有代表性。其次，采集方法的选择应根据分析对象来选择，具体包括随机取样和代表取样。采样的步骤分采集、综合和抽取三步。试样的制备包括粉碎、混匀等过程，对液体试样，采用搅拌等混匀；对固体试样，采用粉碎、研磨等制成均匀状态，并及时装瓶密封，编号等。

1.4.2 试样的预处理

1.4.3 试样的溶解及消解

本书仅介绍与生命科学和食品科学相关的溶解法与消解法，其他如熔融法、烧结法等可查阅有关资料。