

高等院校环境类系列教材

仪器分析 实验教程

蔡艳荣 主编



**A COURSE ON INSTRUMENTAL
ANALYSIS EXPERIMENT**

中国环境科学出版社

高等院校环境类系列教材

仪器分析实验教程

蔡艳荣 主编

中国环境科学出版社·北京

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验教程/蔡艳荣主编. —北京: 中国环境科学出版社, 2010.8

(高等院校环境类系列教材)

ISBN 978-7-5111-0348-2

I. ①仪… II. ①蔡… III. ①仪器分析—实验—高等院校—教材 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 158139 号

责任编辑 黄晓燕 陈雪云

责任校对 扣志红

封面设计 玄石至上

出版发行 中国环境科学出版社
(100062 北京东城区广渠门内大街 16 号)
网 址: <http://www.cesp.com.cn>
联系电话: 010-67112735
发行热线: 010-67125803, 010-67113405 (传真)

印 刷 北京东海印刷有限公司

经 销 各地新华书店

版 次 2010 年 8 月第 1 版

印 次 2010 年 8 月第 1 次印刷

印 数 1—3 000

开 本 787×960 1/16

印 张 17.5

字 数 300 千字

定 价 28.00 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

前 言

本书是为高等院校化学、化工、环境、商检专业学生编写的仪器分析实验教材。全书共十章，涵盖 27 个教学实验。内容包括紫外—可见光谱、原子吸收光谱、原子发射光谱、电位分析、极谱、气相色谱、高效液相色谱、红外光谱、X 射线粉末衍射分析法等内容。

每章重点介绍一种分析方法的基本原理、仪器构造、操作说明和仪器使用注意事项，同时各章配有一定的教学实验内容。

全书由蔡艳荣主编，第二章由顾佳丽编写，第五章、第六章由马占玲编写，第七章由王敏编写，第八章和第十章由鲁奇林编写，第九章由孙曙光编写，第一章、第三章和第四章由蔡艳荣编写，最后由蔡艳荣统稿。

本书是化学实验教学中心长期工作在仪器分析实验教学第一线的教师和教辅人员共同劳动的成果。有些教师因其他工作任务，没能参与本书的编写工作，但是他们都为本书的出版付出过辛勤劳动。

本书在编写过程中借鉴了大量同行业书籍和相关国家标准，在此一并向作者表示感谢！

由于编者的学识水平所限，书中的缺点和错误在所难免，敬请各位读者批评指正。

目 录

第一章 绪 论	1
第一节 概述	1
第二节 数据处理方法	2
第二章 紫外—可见吸收光谱法	10
第一节 概述	10
第二节 紫外—可见吸收光谱原理	10
第三节 紫外—可见分光光度计	12
第四节 实验内容	17
实验一 邻二氮菲分光光度法测定样品中微量铁	17
实验二 有机化合物的紫外—可见吸收光谱及溶剂效应	20
实验三 紫外—可见分光光度法测定苯酚	22
实验四 维生素 B ₁₂ 注射液的定性分析与定量分析	24
实验五 紫外分光光度法对某一药品的定性鉴别与含量测定	27
第三章 原子发射光谱法	34
第一节 概述	34
第二节 原子发射光谱原理	34
第三节 原子发射光谱仪	37
第四节 原子发射光谱分析方法	42
第五节 实验内容	46
实验一 电感耦合等离子体发射光谱法测定废水中铅、镉、 铬的含量	46
实验二 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定白酒中的锰	48
第四章 原子吸收光谱法	50
第一节 概述	50
第二节 原子吸收光谱原理	50

第三节 原子吸收光谱仪	56
第四节 实验内容	69
实验一 火焰原子吸收分光光度法测定自来水中镁	69
实验二 石墨炉原子吸收分光光度法测定废水样品中铜	74
第五章 电位分析法	77
第一节 电位测定法	77
第二节 电位滴定法	91
第三节 实验部分	94
实验一 用氟离子选择性电极测定自来水中微量氟离子 ——标准曲线法	94
实验二 磷酸溶液的电位滴定	97
第六章 极谱分析法	105
第一节 经典极谱法	105
第二节 单扫描示波极谱法	113
第三节 实验部分	115
实验一 极谱催化波测定样品中微量钼	115
实验二 示波极谱法测定样品中铅含量	117
实验三 单扫描示波极谱法测定样品中铅和镉	119
第七章 气相色谱法	121
第一节 概述	121
第二节 气相色谱原理	122
第三节 气相色谱仪	141
第四节 实验内容	148
实验一 气相色谱填充柱的制备	148
实验二 流动相速度对柱效的影响	151
实验三 气相色谱的定性和定量分析	154
实验四 邻二甲苯中杂质的气相色谱分析	157
实验五 气相色谱法测定白酒中的杂醇	161
第八章 高效液相色谱法	164
第一节 概述	164

第二节 高效液相色谱原理	165
第三节 高效液相色谱仪	177
第四节 分析方法的建立和实验技术	188
第五节 实验内容	194
实验一 高效液相色谱法测定面粉中增白剂的含量	194
实验二 高效液相色谱法测定乳制品中的三聚氰胺	202
实验三 高效液相色谱法测定土壤中多环芳烃	208
实验四 高效液相色谱法测定蔬菜中喹诺酮类抗生素	213
第九章 红外吸收光谱法	217
第一节 概述	217
第二节 红外光谱分析原理	220
第三节 红外吸收光谱仪	228
第四节 红外光谱法的应用	231
第五节 实验内容	234
实验一 苯甲酸红外吸收光谱的测定——KBr 晶体压片法	234
实验二 苯甲酸和水杨酸的红外光谱测定	237
第十章 X 射线粉末衍射分析法	240
第一节 概述	240
第二节 X 射线粉末衍射原理	242
第三节 X 射线粉末衍射仪	248
第四节 分析方法的建立和实验技术	251
第五节 实验内容	258
实验一 X 射线衍射法分析 ZSM-5 晶体化合物	258
实验二 X 射线衍射内标法测定铁矿石中 FeO 含量	265
参考文献	269

第一章

绪论

第一节 概述

一、仪器分析实验的作用

仪器分析实验是化学相关专业的基础课程之一，是在学生学习和掌握了仪器分析课程的基本原理之后，将仪器分析理论与操作应用技能融合在一起的一门独立开设的基础实验课程。实验内容包括光谱分析（紫外—可见吸收光谱、原子吸收光谱、原子发射光谱、红外光谱）、电化学分析（电位分析、极谱分析）、色谱（气相色谱、液相色谱）等仪器分析实验技术。

二、仪器分析实验课的任务

通过仪器分析实验课程的学习，使学生加深对仪器分析方法基本原理的理解，对仪器分析领域有较全面的了解，掌握主要仪器的结构、功能和特点，能根据不同的分析对象和要求选择合适的分析方法。

三、对仪器分析实验的基本要求

为了使学生掌握仪器分析实验的基本知识和技能，学会正确使用分析仪器，正确处理实验数据和表达实验结果，培养学生严谨求实的科学态度和独立工作的能力，对仪器分析实验提出一些基本的要求。

1. 实验课前

实验课前要求学生准备一个预习记录本，认真做好预习，写好预习报告。

由于实验室的仪器设备台数有限，无法使理论教学与实验教学同步进行，实验只能采取轮流的方式进行，学生要进行实验时，有时理论课还没讲到相应部分，这就要求学生除了预习实验讲义和实验教材的内容，还需要把理论知识

部分提前预习，明白仪器的工作原理。实验前对实验内容、实验步骤都有了充分的了解，设计好实验记录数据表格和实验注意事项，做到对该实验内容心中有数。

2. 实验课中

(1) 熟悉实验室有关规章制度。进入实验室应认真阅读实验室的有关规章制度，并严格遵守。

(2) 操作要规范。实验过程中应遵守实验室纪律，严格按照仪器的操作规程认真操作，仔细观察实验现象，并及时做好记录，积极进行思考。

对不了解的仪器设备，要事先仔细阅读有关资料，了解其使用方法，不可随意动手调节仪器设备，以免损坏仪器。凡损坏仪器设备的，应及时报告指导教师并进行登记。

(3) 应及时进行实验记录。应在实验预习本上及时记录实验条件、实验现象和实验数据，不能使用单张纸记录或记录在书本上。实验数据不能随意取舍或涂改，如有改动应在旁边备注原因。

(4) 打扫实验室。实验课程结束后值日生应认真打扫实验室，关好门、窗、水、电、气，指导教师检查后方可离开实验室。

3. 实验课后

(1) 及时完成实验报告。实验报告是整个实验过程的一个重要环节。实验报告一般包括实验的基本信息（实验名称、实验日期、实验人、同组者、实验地点、实验性质、实验学时等）和实验的主要内容（实验目的、实验原理、实验仪器和试剂、实验步骤、实验数据处理、结果与讨论、思考题）。

(2) 及时补充学习相应的理论知识。由于实验采取轮流的方式进行，理论教学与实验教学无法同步进行，学生即便实验课前进行了预习，有些原理部分仍然不能完全理解。通过实验课上对仪器的了解和使用，课下再补充相应的理论知识，进一步理解和掌握仪器分析实验的原理和操作。

第二节 数据处理方法

一、有效数字

1. 有效数字位数

在分析工作中通过直读获得的准确数字叫做可靠数字，通过估读获得的数字叫做存疑数字，测量结果中能够反映被测量大小的带有一位存疑数字的全部数字

叫做有效数字。

实验过程中，有效数字的取舍对实验结果的表达有很大的影响，一般的有效数字取舍原则可参考口诀“四舍六入五考虑，五后非零则进一，五后皆零视奇偶，五前为偶应舍去，五后为奇则进一”。

计算时有效数字的取舍，加减法以小数点后位数最少的数为依据，乘法以有效数字位数最少的数为依据。在计算过程中，可以暂时多保留一位可疑数字，得到最后结果时，再弃去多余的数字。

2. 可疑数据取舍

在实验过程中，可能会歪曲试验结果，但尚未经检验断定其是离群数据的测量数据称为可疑数据。对于明显歪曲实验结果的测量数据称为离群数据。

对离群数据要进行统计检验才能决定是否取舍。若未知标准差，可以采取狄克逊检验和格拉布斯检验方法进行。若已知标准差，可以采用奈尔检验法。

(1) 狄克逊检验 (Dixon, 单侧检验, $3 \leq \text{样本量} \leq 30$)。该检验方法适于一组测量值的一致性检验和剔除离群值。

① 将一组测量数据从小到大顺序排列为 $X_1, X_2, X_3, \dots, X_n$, X_1 和 X_n 分别为最小可疑值和最大可疑值。

② 根据表 1-1 计算公式求 D 值。

表 1-1 狄克逊检验统计量 D 计算公式

n 值范围	3~7	8~10	11~13	14~30
可疑数据为最小值 X_1 时	$D = \frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$	$D = \frac{X_2 - X_1}{X_{n-1} - X_1}$	$D = \frac{X_3 - X_1}{X_{n-1} - X_1}$	$D = \frac{X_3 - X_1}{X_{n-2} - X_1}$
可疑数据为最大值 X_n 时	$D = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}$	$D = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_2}$	$D = \frac{X_n - X_{n-2}}{X_n - X_2}$	$D = \frac{X_n - X_{n-2}}{X_n - X_3}$

③ 根据给定的检出水平 α 和样本容量 n 从表 1-2 中查得临界值 $D_{1-\alpha}(n)$ 。

④ 若 $D > D_{1-\alpha}(n)$ 则可疑值为离群值；否则判定未发现离群值。

表 1-2 单侧狄克逊检验的临界值

α n	0.90	0.95	0.99	0.995
3	0.885	0.941	0.988	0.994
4	0.679	0.765	0.889	0.920
5	0.557	0.642	0.782	0.823

$n \backslash \alpha$	0.90	0.95	0.99	0.995
6	0.484	0.562	0.698	0.744
7	1.434	0.507	0.637	0.680
8	0.479	0.554	0.684	0.723
9	0.441	0.512	0.635	0.676
10	0.410	0.477	0.597	0.638
11	0.517	0.575	0.674	0.707
12	0.490	0.546	0.642	0.675
13	0.467	0.521	0.617	0.649
14	0.491	0.546	0.640	0.672
15	0.470	0.524	0.618	0.649
16	0.453	0.505	0.597	0.629
17	0.437	0.489	0.580	0.611
18	0.424	0.475	0.564	0.595
19	0.412	0.462	0.550	0.580
20	0.401	0.450	0.538	0.568
21	0.391	0.440	0.526	0.556
22	0.382	0.431	0.516	0.545
23	0.374	0.422	0.507	0.536
24	0.367	0.413	0.497	0.526
25	0.360	0.406	0.489	0.519
26	0.353	0.399	0.482	0.510
27	0.347	0.393	0.474	0.503
28	0.341	0.387	0.468	0.496
29	0.337	0.381	0.462	0.489
30	0.332	0.376	0.456	0.484

(2) 格拉布斯 (Grubbs) 检验: 适于多组测量值的均值的一致性检验和剔除离群均值。

① 有 l 组测定值, 每组 n 个测定值的均值分别为 $\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_l$, 则最大均值记为 \bar{X}_{\max} , 最小均值记为 \bar{X}_{\min} 。

② 由 n 个均值计算总均值 $\bar{\bar{X}}$ 和标准偏差 $S_{\bar{X}}$ 。

$$\bar{\bar{X}} = \frac{1}{l} \sum_{i=1}^l \bar{X}_i \quad S_{\bar{X}} = \sqrt{\frac{1}{l-1} \sum_{i=1}^l (\bar{X}_i - \bar{\bar{X}})^2} \quad (1.1)$$

$$\textcircled{3} \text{ 可疑均值为最大值 } \bar{X}_{\max} \text{ 时: } G = \frac{\bar{X}_{\max} - \bar{\bar{X}}}{S_{\bar{X}}}, \quad (1.2)$$

$$\text{可疑均值为最小值 } \bar{X}_{\min} \text{ 时: } G = \frac{\bar{\bar{X}} - \bar{X}_{\min}}{S_{\bar{X}}}. \quad (1.3)$$

④ 根据测定值组数和给定的显著性水平 α , 从表 1-3 查得临界值 $G_{1-\alpha}(n)$ 。

⑤ 若 $G > G_{1-\alpha}(n)$, 则可疑均值为离群均值, 应予剔除, 即剔除含有该均值的—组数据, 否则判定未发现离群值。

表 1-3 格拉布斯 (Grubbs) 检验的临界值

α n	0.90	0.95	0.975	0.99	0.995	α n	0.90	0.95	0.975	0.99	0.995
3	1.148	1.153	1.155	1.155	1.155	27	2.519	2.698	2.859	3.049	3.178
4	1.425	1.463	1.481	1.492	1.496	28	2.534	2.714	2.876	3.068	3.199
5	1.602	1.672	1.715	1.749	1.764	29	2.549	2.730	2.893	3.085	3.218
6	1.729	1.822	1.887	1.944	1.973	30	2.563	2.745	2.908	3.103	3.236
7	1.826	1.938	2.020	2.097	2.139	31	2.577	2.759	2.924	3.119	3.253
8	1.909	2.032	2.126	2.221	2.274	32	2.591	2.773	2.938	3.135	3.270
9	1.977	2.110	2.215	2.323	2.387	33	2.604	2.773	2.938	3.135	3.270
10	2.036	2.176	2.290	2.410	2.482	34	2.616	2.799	2.965	3.164	3.301
11	2.088	2.234	2.355	2.485	2.564	35	2.628	2.811	2.979	3.178	3.316
12	2.134	2.285	2.412	2.550	2.636	36	2.639	2.823	2.991	3.191	3.330
13	2.175	2.331	2.462	2.607	2.699	37	2.650	2.835	3.003	3.204	3.343
14	2.213	2.371	2.507	2.659	2.755	38	2.661	2.846	3.014	3.216	3.356
15	2.247	2.409	2.549	2.705	2.805	39	2.671	2.857	3.025	3.216	3.356
16	2.279	2.443	2.585	2.747	2.852	40	2.682	2.866	3.036	3.240	3.381
17	2.309	2.475	2.620	2.785	2.894	41	2.692	2.877	3.046	3.251	3.393
18	2.335	2.504	2.651	2.821	2.932	42	2.700	2.887	3.057	3.261	3.404
19	2.361	2.532	2.681	2.854	2.968	43	2.710	2.896	3.067	3.271	3.415
20	2.385	2.557	2.709	2.884	3.001	44	2.719	2.905	3.075	3.282	3.425
21	2.408	2.580	2.733	2.912	3.031	45	2.727	2.914	3.085	3.292	3.435
22	2.429	2.603	2.758	2.939	3.060	46	2.736	2.923	3.094	3.302	3.445
23	2.448	2.624	2.781	2.963	3.087	47	2.744	2.931	3.103	3.310	3.455
24	2.467	2.644	2.802	2.987	3.112	48	2.753	2.940	3.111	3.319	3.464
25	2.486	2.663	2.822	3.009	3.135	49	2.760	2.948	3.120	3.329	3.474
26	2.502	2.681	2.841	3.029	3.157	50	2.768	2.956	3.128	3.336	3.483

(3) 奈尔 (Nair) 检验法 ($3 \leq \text{样本量} \leq 100$)。

① 将一组测量数据从小到大顺序排列为 $X_1, X_2, X_3, \dots, X_n$, X_1 和 X_n 分别为最小可疑值和最大可疑值。

② 计算统计量 R_n 的值。

$$\text{可疑均值为最大值 } X_{\max} \text{ 时: } R_n = \frac{X_{\max} - \bar{X}}{\sigma}, \quad (1.4)$$

$$\text{可疑均值为最小值 } X_{\min} \text{ 时: } R_n = \frac{\bar{X} - X_{\min}}{\sigma}. \quad (1.5)$$

式中, σ 为已知的总体标准差; \bar{X} 为样本均值。

③ 根据测定值给定的显著性水平 α , 从表 1-4 查得临界值 $R_{1-\alpha}(n)$ 。

④ 若 $R_n > R_{1-\alpha}(n)$, 则可疑均值为离群均值, 否则判定未发现离群值。

表 1-4 奈尔 (Nair) 检验的临界值

$n \backslash \alpha$	0.90	0.95	0.975	0.99	0.995	$n \backslash \alpha$	0.90	0.95	0.975	0.99	0.995
3	1.497	1.738	1.955	2.215	2.396	27	2.616	2.843	3.053	3.310	3.493
4	1.696	1.941	2.163	2.431	2.618	28	2.630	2.856	3.065	3.322	3.505
5	1.835	2.080	2.304	2.574	2.764	29	2.643	2.869	3.077	3.334	3.516
6	1.939	2.184	2.408	2.679	2.870	30	2.656	2.881	3.089	3.345	3.527
7	2.022	2.267	2.490	2.761	2.952	31	2.668	2.892	3.100	3.356	3.538
8	2.091	2.334	2.557	2.828	3.019	32	2.679	2.903	3.111	3.366	3.548
9	2.150	2.392	2.613	2.884	3.074	33	2.690	2.914	3.121	3.376	3.557
10	2.200	2.441	2.662	2.931	3.122	34	2.701	2.924	3.131	3.385	3.566
11	2.245	2.484	2.704	2.973	3.163	35	2.712	2.934	3.140	3.394	3.575
12	2.284	2.523	2.742	3.010	3.199	36	2.733	2.944	3.150	3.403	3.584
13	2.320	2.557	2.886	3.043	3.232	37	2.732	2.953	3.159	3.412	3.592
14	2.352	2.589	2.806	3.072	3.261	38	2.741	2.962	3.167	3.420	3.600
15	2.382	2.617	2.834	3.099	3.287	39	2.750	2.971	3.176	3.428	3.608
16	2.409	2.644	2.860	3.124	3.312	40	2.759	2.980	3.184	3.436	3.616
17	2.434	2.668	2.883	3.147	3.334	41	2.768	2.988	3.192	3.444	3.623
18	2.458	2.691	2.905	3.168	3.355	42	2.776	2.996	3.200	3.451	3.630
19	2.480	2.712	2.926	3.188	3.374	43	2.784	3.004	3.207	3.458	3.627
20	2.500	2.732	2.945	3.207	3.392	44	2.792	3.011	3.215	3.465	3.644
21	2.519	2.750	2.963	3.224	3.409	45	2.800	3.019	3.222	3.472	3.651
22	2.538	2.768	2.980	3.240	3.425	46	2.808	3.020	3.229	3.479	3.657
23	2.555	2.784	2.996	3.256	3.440	47	2.815	3.033	3.235	3.485	3.663
24	2.571	2.800	3.011	3.270	3.455	48	2.822	3.040	3.242	3.491	3.669
25	2.587	2.815	3.026	3.284	3.468	49	2.829	3.047	3.249	3.498	3.675
26	2.602	2.829	3.039	3.298	3.481	50	2.836	3.053	3.255	3.504	3.681

二、误差和偏差

1. 误差

误差是表示测定结果准确度的一种方法。

(1) 定义。误差是指测量值与真实值之间的差值。真值是指客观值或实际值，包括理论真值、约定真值和相对真值等。

(2) 分类。误差可以分为系统误差、偶然误差和过失误差。

系统误差，又称可测误差、恒定误差，一般是由测定方法、仪器、试剂、恒定人员或环境造成的。

偶然误差，又称随机误差、不可测误差，一般是由测定过程中各种随机因素的共同作用所造成，服从正态分布。

过失误差，又称粗差，是由测量过程中犯了不应有的错误所造成。

(3) 表示方法。

绝对误差 = $X - X_t$ ，即测量值 - 真实值；

$$\text{相对误差} = \frac{X - X_t}{X_t} \times 100\% \quad (1.6)$$

2. 偏差

偏差是指个别测定值 X_i 与多次测定均值 (\bar{X}) 的偏离程度，是表示测定结果精密度的方法。在实际实验数据处理中，常用以下量表示：

$$\text{绝对偏差 } d: d = X_i - \bar{X}; \quad (1.7)$$

$$\text{相对偏差: } \frac{d}{\bar{X}} \times 100\%; \quad (1.8)$$

$$\text{算术平均偏差: } \bar{d} = \frac{1}{n} \sum |d_i|; \quad (1.9)$$

$$\text{相对平均偏差: } \frac{\bar{d}}{\bar{X}} \times 100\% = \frac{\bar{d}}{\bar{X}} \times 1000\%; \quad (1.10)$$

$$\text{样本标准偏差: } s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} = \sqrt{\frac{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}}{n-1}}; \quad (1.11)$$

$$\text{样本相对标准偏差 (变异系数): } C_v = \frac{s}{\bar{X}} \times 1000\%; \quad (1.12)$$

$$\text{总体标准偏差: } \sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^n (X_i - \mu)^2} = \sqrt{\frac{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}}{N}} \quad (1.13)$$

式中, N 为总体容量; μ 为总体均值。

三、直线相关和回归

在进行数据分析时常用到标准曲线法, 最常用的标准曲线就是直线, 下面简单介绍一下直线相关。

1. 相关和直线回归方程

变量之间既有关系又无确定性关系, 称为相关关系, 它们之间的关系式称为回归方程式, 最简单的直线回归方程为 $y = ax + b$, 式中 a 、 b 为常数, 可根据最小二乘法求出来。

$$a = \frac{\sum xy - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad b = \frac{\sum x^2 \cdot \sum y - \sum x \cdot \sum xy}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad (1.14)$$

2. 相关系数

相关系数是表示两种变量之间关系的密切程度的指标, 符号“ r ”, 其值在 $-1 \sim +1$ 。

$$r = \frac{\sum(x - \bar{x}) \cdot (y - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x - \bar{x})^2 \cdot (y - \bar{y})^2}} \quad (1.15)$$

若 x 增大, y 也相应增大, x 与 y 正相关, $0 < r < 1$; 若 $r = 1$, 称完全正相关。若 x 增大, y 相应减小, x 与 y 负相关, $-1 < r < 0$; 若 $r = -1$, 称完全负相关。若 y 与 x 变化无关, 称 x 与 y 不相关, $r = 0$ 。

四、实验室常用的几个术语

1. 准确度

准确度是测定值与真值之间符合程度的度量, 它是反映分析方法或测量系统存在的系统误差和随机误差两者的综合指标, 误差的大小是衡量准确度高低的尺度。

2. 精密度

精密度是指用一特定分析程序在受控条件下重复分析同一样品所得测定值的一致程度, 偏差的大小是衡量精密度高低的尺度。

在实验室进行精密度测量时常进行平行性、重复性和再现性实验。

平行性是指在同一实验室中, 当分析人员、分析设备和分析时间都相同时,

用同一分析方法对同一样品进行双份或多份平行样测定结果之间的符合程度。

重复性是指在同一实验室中，当分析人员、分析设备和分析时间三因素中至少有一项不相同，用同一分析方法对同一样品进行的两次或两次以上独立测定结果之间的符合程度。

再现性是指在不同实验室（分析人员、分析设备甚至分析时间都不相同），用同一分析方法对同一样品进行多次测定结果之间的符合程度。

3. 灵敏度

分析方法灵敏度是指该方法对单位浓度或单位量的待测物质的变化所引起响应量变化的程度，可以用仪器的响应量或其他指示量与对应的待测物质的浓度或量之比来描述，因此常用标准曲线的斜率来度量灵敏度的大小。如原子吸收光谱、紫外—可见光光谱。利用标准曲线法进行分析时，都可以利用斜率来表示分析方法的灵敏度大小。

4. 空白试验

空白试验是在不加试样的情况下，以蒸馏水代替试样，按照试验的分析步骤和条件而进行分析的试验。

5. 对照试验

对照试验是用来检查系统误差的方法，以标准物质代替试样，按照试验的分析步骤和条件而进行分析的试验。

6. 校准曲线

校准曲线是指用于描述待测物质的浓度或量与相应的测量仪器的响应量或其他指示量之间的定量关系的曲线。绘制校准曲线的标准溶液的分析步骤与样品分析步骤完全相同时称为工作曲线，绘制校准曲线的标准溶液的分析步骤与样品分析步骤相比有所省略时称为标准曲线，比如省略样品的前处理。

7. 检测限

某一分析方法在给定的可靠程度内可以从样品中检测待测物质的最小浓度或最小量。

8. 测定限

测定限分为测定下限和测定上限。

测定下限指在测定误差能满足预定要求的前提下，用特定方法能够准确地定量测定待测物质的最小浓度或量。

测定上限指在测定误差能满足预定要求的前提下，用特定方法能够准确地定量测定待测物质的最大浓度或量。

第二章

紫外—可见吸收光谱法

第一节 概述

紫外—可见吸收光谱法 (UV-VIS) 是根据溶液中物质的分子或离子对紫外和可见光谱区辐射能的吸收来研究物质的组成和结构的方法。

紫外光是波长 $10\sim 380\text{ nm}$ 的电磁辐射, 它可分为远紫外光 ($10\sim 200\text{ nm}$) 和近紫外光 ($200\sim 380\text{ nm}$)。远紫外光能被大气吸收, 不易利用。所以, 这里讨论的紫外光, 仅指近紫外光。可见光区则是指其电磁辐射能被人的眼睛所感觉到的区域, 即波长为 $400\sim 780\text{ nm}$ 的光谱区。紫外—可见吸收光谱法通常是指研究 $200\sim 780\text{ nm}$ 光谱区域内物质对光辐射吸收的一种方法。

紫外吸收光谱法和可见吸收光谱法在基本原理和仪器构造方面基本相似, 由于工作波段的不同导致所用仪器部件和分析对象的差异。紫外吸收光谱法不仅可用于无机化合物的分析, 更重要的是许多有机化合物在紫外区具有特征的吸收光谱, 从而可以用来进行有机物的鉴定及结构分析。

紫外—可见吸收光谱法是一类历史悠久、应用十分广泛的分析方法。具有灵敏度高、选择性好、通用性强、设备和操作简单、价格低廉、分析速度快、准确度较好等优点。

第二节 紫外—可见吸收光谱原理

可见吸收光谱法是利用物质的分子对光的选择性吸收进行定量测定的分析方法。即当一定波长的单色光照射有色物质溶液时, 由于有色物质分子吸收一部分光能使透射光的强度减弱, 记录照射前后光强度随波长的变化情况, 即可得到该物质的吸收光谱。因为各种物质分子的组成和结构的差异, 他们的吸收光谱也不同。