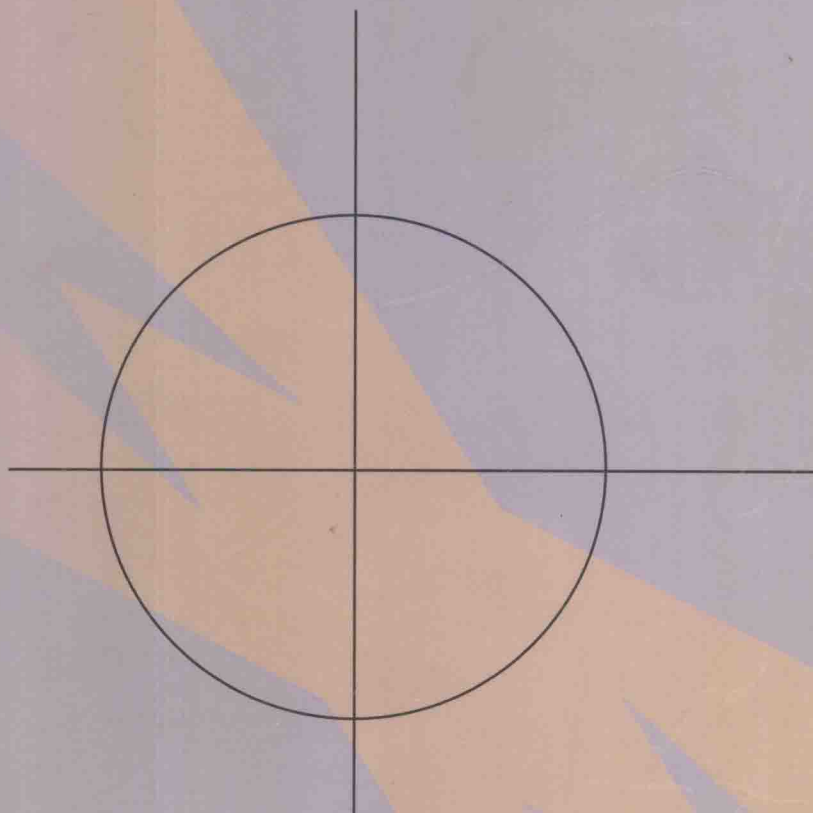


云南省教育厅组编

现代分析仪器 导引



云南大学出版社

现代分析仪器导引

云南省教育厅组编



云南大学出版社

2000 年 12 月·昆明

责任编辑：周永坤

封面设计：金 梅

责任校对：朱光辉

责任印制：张继荣

现代分析仪器导引

云南省教育厅组编

云南大学出版社出版发行

(云南大学校内)

昆明新星印刷厂印装

开本：787×1092 1/16 印张：22.75 字数：554000 字
2000 年 12 月第一版 2000 年 12 月第一次印刷

印数：0001 - 1055 册

ISBN 7-81068-228-8/O·41 定价：40.00 元

若发现图书缺页、倒页、错页等印装质量问题，请与承印厂联系调换。

《现代分析仪器导引》编委会

主 编：曾昭权

副主编：李 翔 邹 平 孙耀武 邓兴桐

编 委：(以姓氏笔画为序)

张国华	张作良	李杰森	李庆春	邱林友
吴德喜	袁 波	龚光林	谢怀昆	鲍慈光
阚家德				

参加编写人员：(以姓氏笔画为序)

马 衡	王守良	王天相	王 扬	刘剑虹
邓兴桐	孙耀武	刘宇君	许世学	安清聪
张鹏翔	张家琪	张希麟	张 曦	李杰森
李琦华	李庆春	李景天	陈 钢	吴德喜
邱林友	邱 玲	杨爱民	杨庆周	欧阳明
俞 帆	俞志成	祖恩东	袁 波	莫 威
浦卫琼	萧怡玲	谢 勇	阚家德	熊 杰

出版说明

为了充分发挥云南省高等学校现代精密分析仪器设备的利用,实现资源共享,促进跨单位、跨学科的教学、科研合作,并积极开展为经济建设服务,在云南省教育厅高教处的直接领导和支持下,由云南省高等学校联合分析测试中心,组织部分在高等院校长期从事教学、科研工作并进行仪器分析的专家、教授、教师和科技人员撰稿,集成此书。

本书共分八章,七个附录,介绍了云南省高校拥有的精密分析测试仪器共37种,包括各式光谱、波谱分析仪,色谱分析仪,质谱分析仪,X射线衍射仪,图像、热分析仪,电子显微镜,生化、环境分析仪,生物技术分析仪等。对每种仪器,以介绍其功能、结构、原理、使用、维护为主,并论述其在各行各业中的应用。在现代仪器分析标准一章中,详细介绍了现代仪器分析应用中的标准物质、标准样品、标准图谱和标准分析方法等。七个附录分别列有云南省高等学校大型分析仪器一览表、云南省高校联合分析测试中心简介以及云南省所属高等学校五个重点实验室的简介。

为把此书编写成一本缜密、严谨的教学、科研参考用书,在编写过程中,我们力求做到以辩证唯物主义为指导,坚持理论联系实际的原则,认真总结我省高等学校广大教师和科技人员在实验技术方面丰富的实践经验,力求从理论和实践的结合上探索出规律性的认识,使本书内容新颖丰富,具有一定的科学性、先进性、实践性、针对性和较强的可应用性。

本书的主要服务对象是与分析测试有关的科技人员、管理人员,大专院校师生,职业中学师生,以及工矿企业的工程技术人员,可供教育、科研及厂矿企业等单位参考使用,从而更好地为我省教学、科研和经济建设服务。本书既可作为各类分析测试、科技人员和实验技术人员的培训教材,也可作为教学、科研工作中的指导性参考读物。

本书在编写过程中得到了全省各高等院校的大力支持,许多同志为本书编写了书稿,并参阅了国内外的有关资料,在此一并致谢。由于编写组织工作时间仓促,本书的结构、内容难免有不足之处,敬请读者批评指正。

编 者

2000年11月

绪 言

科学技术的进步,为科学研究和生产技术部门制造并提供了先进的科学仪器;反之,先进、尖端的科学仪器必将大大促进科学技术的进一步发展。这种互为因果、相互促进的关系,已为无数生动的事实所证实。自20世纪70年代以来,由于计算机和电子技术的广泛应用,使科学技术发生了巨大变化。作为科学技术重要分支的分析仪器技术处于重大变革时期,并达到了前所未有的水平。许多新型的尖端科学仪器相继出现,仪器技术性能和指标不断提高,数据采集处理能力和速度、测试灵敏度和准确性、仪器运行的自动化和智能化程度、分析测试涵盖的学科领域等都远远超过了原来理化分析的范围,为我们提供了更多、更全面、更深入、更有用的信息,大大拓展了仪器的应用范围,从而实现了从常规到超痕量分析;从单组分到多组分检测;从宏观采样到微区分析;从表面分析到逐层分析;从宏观结构到微观结构和超微观结构分析;从静态分析到时间分解动态分析;从破坏试样到无损检测;从离线检测到在线检测;从离体到在体测试;从单学科到多学科交叉应用等一系列重大进步。毫无疑问,科学仪器和实验技术所取得的这些惊人的成就,是我们实施科教兴国、努力发展高新科学技术的重要技术支持。

按测量原理和应用目的,现代分析仪器可以分为十类,即:①光谱与波谱分析仪器;②色谱分析仪器;③电化学分析仪器;④质谱分析仪器;⑤X射线和其他放射线分析仪器;⑥热分析仪器;⑦光学与电子显微镜;⑧超声、热成像及计算机图像分析仪器;⑨各种联用分析仪器;⑩其他仪器。

以上只是一种粗略的划分,按这种简单分类,以下对其中的主要类型给出概要的说明。

1. 光谱与波谱分析仪器

光谱与波谱分析仪器是所有各类分析仪器中,应用最广泛、应用成效最显著的一类。

物质原子、分子的结构和光谱性质,在电磁波谱的不同波段,表现出不同的特征。

射频波段 包括无线电的厘米波、亚毫米波和毫米波段。在此波段内,气体微波波谱仪、电子顺磁共振仪和核磁共振仪是三种典型的射频波谱仪器。气体微波波谱仪用于研究轻分子的转动结构;电子顺磁共振仪用于研究物质的磁性和顺磁、铁磁结构;核磁共振仪用于测定物质的结构,特别在有机分子结构的研究中,核磁共振仪占有十分重要的地位。由于电磁体的饱和效应,早期核磁共振仪的频率不超过100兆赫。超导磁体的应用,使核磁共振仪频率达到750兆赫或更高。目前,已有INOVA1000兆赫核磁共振仪问世,仪器性能指标大大提高,并配有多核探头附件,除了常规测定 ^{13}C 、 ^1H 、 ^{15}N 、 ^{17}O 、 ^{19}F 等核磁共振谱外,还可测定Be、Pt、Cu等金属元素和 ^{31}P 等核的化学位移和弛豫效应,其中 ^{31}P 的化学位移约为 ^1H 的数十倍,相互重叠的机会少,在生物医学工程研究中十分有用。由于高超导核磁共振仪大大提高了谱图的信噪比,又能解决生物大分子信号的重叠问题,再加上多通道、多维谱技术的应用,就为研究蛋白质、核酸及糖类的精细结构,研究生物大分子与药物小分子的相互作用,各种代谢现象、溶液构象及动力学问题等开辟了广阔前景,其与

X 射线结构分析互为补充，成为研究大分子结构的有力工具。

红外波段 紧接着射频波段的短波方面，属于光谱的红外波段，包括从 2.5 微米至 25 微米（即 4000 波数至 400 波数）的中红外和 25 微米（400 波数）以下的远红外区域，与之相应的是中红外光谱仪和远红外光谱仪。物质分子的振动态之间的跃迁大都位于红外光谱波段，特别是红外光谱的 100~1800 波数区域包含了反映物质分子振动与分子结构的绝大部分有用信息。因此，红外光谱仪器是研究分子结构十分有用的工具。红外光谱仪经历了棱镜、光栅和傅里叶变换分光三个发展阶段，目前商用产品以傅里叶变换光谱仪占统治地位。由于该仪器采用干涉调频原理解析光谱，从而避免了光谱仪狭缝对光谱强度和分辨率的限制，使仪器灵敏度、信噪比、光谱分辨率大为提高，有效光谱范围大为扩展，有的仪器包含了从 30000 至 10 波数，相当于从远红外、中红外至可见光这广阔的范围，可以获得分子结构的大量信息，在生化、临床医学、药物及食品分析中得到广泛应用。傅里叶红外光谱仪与气相色谱联用，扩大了该仪器在研究多元混合物领域中的应用。如果加上红外显微附件，它还是一种微区分析仪器。

除红外光谱仪外，分子振动与分子结构信息还可以从拉曼光谱分析中得到。拉曼光谱技术发展较晚，但令人瞩目的是，拉曼光谱技术具有许多独特的优点。首先，由于水分子拉曼散射带在 3200~3400 波数附近，且强度很弱，对绝大多数物质的拉曼散射信息几乎不产生干扰，因此，拉曼分析特别适合于研究水溶液或含水化合物的分子结构，如医学生物样品，而这一点红外光谱分析却十分忌讳。其次，拉曼光谱低波数段正好与红外光谱的远红外区域相当，拉曼光谱实验的常规观测范围覆盖了红外光谱的远红外和中红外波段，一次实验就能得到相当于从中红外到远红外光谱的信息，避免了因波段范围转换时需重新调整仪器之不便。第三，拉曼光谱的激励与记录均在可见光波段内进行，光学系统可按可见光学零件的质量要求制作，成本低，制造工艺规范，便于维护，仪器使用直观。第四，拉曼光谱与偏振光分析结合，测定不同偏振分量的退偏振度，可以用来研究分子的立体构象和物质结构的对称性。近年来，将共焦显微镜与拉曼光谱仪联用进行微区拉曼分析，空间分辨率达 1 微米左右，并能进行逐层分析。拉曼光谱成像仪可以测定被研究物质分子的面分布。可见，拉曼分析是继红外光谱后，新近发展起来的重要的分析测试手段，特别在生物医学研究中得到广泛应用，并有望通过拉曼分析获得生物组织病变或某些遗传病的早期诊断标准。

真空紫外、紫外可见、近红外波段 真空紫外指 160 至 190 纳米波段。由于空气氧分子的吸收，这一波段的辐射几乎不能从空气中通过，为此，实验仪器内必须保持真空。真空紫外、紫外可见至近红外（小于 2.5 微米波长的辐射）波段范围内，包含了物质分子的电子吸收带和高温等离子体的原子、离子的电子跃迁发射光谱，其光谱特征反映了分子或原子的电子结构与电子跃迁，是测定物质组分含量和结构特征的重要方面，而以测定元素或组分含量见长。相应的有常规发射光谱分析仪，感应耦合等离子体发射光谱仪，原子吸收分光光度计，紫外可见、近红外分光光度计等。

原子或分子吸收光后产生的荧光辐射，大多数也位于可见近红外波段，检测荧光光谱的荧光分光光度计，具有灵敏度高，选择性好。因此，该仪器被广泛用于基础和应用研究，诸如微量或超微量未知分子结构表征和定量测定，微量有机、无机阴阳离子测定，光化学研究等。近年来，利用生物组织的自体荧光诊断疾病的研究取得了重大进展，对心血

管组织、肿瘤组织的自体荧光光谱测量结果表明, 荧光光谱分析是一种实时、在体、快速、可靠的诊断技术。

真空紫外的短波方面是 X 射线和 γ 射线, 相应于物质原子内层电子跃迁和核衰变产生的辐射, 同属于统一电磁波谱的组成部分, 但习惯上将这类仪器归属为射线仪器, 这里不予赘述。

2. 色谱分析仪器

色谱仪器集分离与检定于一体, 以分离功能见长, 是多组分物质分离、纯化与检测的重要手段。薄层色谱、离子色谱、气相色谱和高效液相色谱, 是色谱仪器的四种基本类型, 氨基酸、蛋白质分析仪为专用色谱分析设备。为满足不同学科的研究目的而发展起来的超流体色谱和多维色谱, 大大增加了系统的峰容量, 使样品各种组分得到充分分离。色谱技术与质谱和红外光谱仪联用, 大大提高了检测能力。其中色谱质谱联用仪在有机化学和生物大分子分析方面取得了长足的进步, 英国 VG 公司最新推出的 BIO-Q 专用质谱仪, 可测定的最大分子量高达 66000。在药物研究、生物体液中的药物、麻醉剂及其代谢产物分析等方面将发挥越来越大的作用。

常速、高速和超速离心机是除色谱外的另一类分离、纯化与分析仪器, 常用于医学、生化样品的制备和分离。

带电粒子在缓冲液中的定向运动, 称做电泳。平板和毛细管电泳仪是 80 年代后期迅速发展起来的又一种分离分析技术。毛细管电泳的分离效率高, 所需样品少, 在生命科学、生物技术、医学药物和环境科学等领域显示了极其重要的应用前景。

3. 显微分析仪器

显微技术的每一项进展, 都为科学工作者提供了对生物组织的功能和物质微观结构研究的新透视方法。16 世纪末, 光学显微镜的发明, 使人们能够观察到动植物的细胞结构。20 世纪初, X 射线晶相学的发展, 使人们首次获得原子水平的物质图像。电子显微镜的发明, 使人们可以直接观察病素的表面结构和物质结构的原子图像。虽然光学显微镜受光的衍射效应限制, 空间分辨率不能进一步提高, 无法分辨物体上小于 100 纳米的细节, 但至今在许多领域, 光学显微仍然是十分重要的研究工具, 为了特殊应用而研制的像衬显微镜、共焦显微镜、偏光显微镜、金相显微镜、荧光显微镜、扫描激光显微镜等仍是不可取代的工具, 继续发挥着十分重要的作用。

电子显微镜突破了光学显微镜衍射效应的限制, 可以获得很高的分辨率。通常扫描电子显微镜的分辨率优于 50 纳米; 透射电子显微镜的分辨率优于 0.2 纳米, 能观察到光学显微镜根本无法看到的微观世界的细微末节 (包括原子图像)。电子显微镜的成功应用, 堪称是显微分析术的一次重大革命。而能谱仪和波谱仪与电子显微镜联用, 使电子显微镜不仅可以观察微观形貌, 同时还具有分析功能, 这是电子显微镜技术的又一重大进步。

电子显微镜要求真空操作, 难于观察活样品和潮湿生物样品, 同时, 高能电子束的轰击, 对样品也有明显的损伤。这些不足之处, 促使人们寻求新的显微分析技术途径。其一是根据近场光学原理制造的原子力显微镜, 它不需要真空, 可提供原子分辨率的实空间图像, 不受可见光衍射效应的限制, 易于将成熟的光学光谱技术联合应用, 实现显微分析与物质结构光谱分析一体化。另外, 20 世纪 70 年代发展起来的 X 射线显微镜, 具有很高的空间分辨率、能谱分辨率和时间分辨能力, 新近问世的频闪软 X 射线显微镜, 可以在生

物活细胞被破坏之前,得出其内部结构和表面特征的图像,这是电子显微镜无法得到的。

4. X 射线、 γ 射线分析仪

X 射线源于物质原子内层电子间的跃迁, γ 射线源于核衰变产生的辐射,它们是电磁波谱的极短波部分。由于波长短、穿透力强,传统的射线仪器的一大类属于透视和无损探伤仪器,在医疗和工业部门得到广泛应用。另一类利用射线穿过物质时输出的次级信息测量物质的结构和元素的含量,典型的有穆斯堡尔谱仪、X 射线荧光光谱仪、X 射线多晶衍射和 X 射线单晶衍射仪等。

穆斯堡尔谱仪用 Co60 做放射源,产生的穆斯堡尔谱用于铁磁材料等的结构与掺杂研究。

X 射线荧光光谱仪利用 X 射线穿过物质时产生的荧光辐射,用来测定物质元素的含量,测量灵敏度达 ppm 级,适用于周期表中 Na 至 U 之间的所有元素。它和原子吸收分光光度计、感应耦合等离子体发射光谱、扫描电镜能谱仪等同是元素含量测定的重要手段。X 射线荧光特别适用于工业部门做矿物原料分析。

X 射线通过物质时的衍射效应,提供了检测物质结构的重要信息。X 射线多晶衍射仪可以给出固体物质的相结构、晶格常数与面间距、晶体结构对称性等,应用面很广,已经积累了丰富的多晶衍射图谱和完备的资料卡片。在做未知物鉴别时,多晶衍射是一种十分重要的手段。如果带上单晶衍射和微区附件,可以在该仪器上做分子结构测定和微区分析。

X 射线单晶衍射仪是目前真正能够完成物质分子结构测定的仪器,它可以给出分子的空间构像、分子中原子间的键长和键角等。从 20 世纪 30 年代以来,已测定了大量物质的分子结构;70 年代初,开始用单晶衍射仪测定蛋白质大分子的结构,1971 年首次完成血红蛋白分子结构测定,此后将 X 射线结构分析与三维核磁共振方法结合,已经有数万个蛋白质分子的一级结构被测定,但研究任务仍然十分艰巨,许多生物大分子有待于进行 X 射线结构测定。

5. 超声图像、热成像及计算机图像分析仪

超声具有透射功能,超声波探伤、超声波临床诊断已是众所周知的事。热成像仪器所产生的热图形,有很高的温度分辨率和非接触测定等优点,已经被广泛应用于工业、医疗诊断、资源评价、环境检测和军事目的。计算机图像分析是 70 年代以来,由于计算机技术日益进步而新生的一门学科分支,也称做计算机体视学,常用于定量金相分析和定量组织细胞的测定。通过光学显微镜或光学摄像头,将微观或宏观图像输入计算机,由计算机完成各种几何参数(如大小、面积、周长)和光学参数(如图像灰度、彩色编码)等的测定,得到物质图像定量的形貌特征或某种特征的统计分布,从而可以更准确认识该物质的特性。

6. 热分析仪

热分析是一种传统的分析方法,它通过对物质的物理性质与温度间的关系的测定,达到研究物质性质的目的。目前,扫描量热(DSC)、差热分析(DTA)和热重分析(TGA)等方法用得较多,主要用于测定物质成分及其稳定性、研究催化反应和反应动力学、鉴定材料质量等。

7. 质谱仪器

带电粒子在电磁场中因荷质比不同而经受不同的偏转，据此制成的同位素质谱仪，在同位素分析方面的应用已有许多年的历史了。因有机结构分析而发展起来的色谱与质谱联用仪，前已述及，不再赘述。

8. 各种联用仪器

目前，分析仪器技术发展的一种趋势是开发各种联用仪器。气相色谱仪与质谱仪联用（GC-MS）首先获得成功，并得到迅速普及，预示着联用仪技术具有强大的生命力。高效液相色谱质谱联用仪（LC-MS）、气相色谱—傅里叶红外联用仪（GC-FTIR）相继推出。后又有气相色谱微波等离子体发射光谱仪（GC-MES）、气相色谱质谱傅里叶变换红外光谱仪（GC-MS-FTIR）、超临界流体色谱核磁共振仪（SFC-NMR）相继投入使用。应用结果表明：联用仪器能优势互补，相辅相成，使分析能力更加完善。

除上述各种仪器外，尚有电化学分析仪器、旋光仪、圆二色分析仪、表面分析仪器……等等多种多样的仪器，本书不能一一述及。

编者根据云南省高校现有仪器配置，从中选出 37 种（台件），分七章逐一加以介绍。为叙述方便，前五章按仪器工作原理划分，后二章按所属的应用学科归类。介绍内容包括：仪器结构特点、技术性能、主要技术指标；样品及样品制备简要要求；应用范围（较详细介绍该仪器的广泛应用领域、成熟应用范围及潜在的或正在开发中的应用）；仪器维护与常见故障排除等。现代仪器分析中的标准，即标准物质、标准样品、标准图谱及标准分析方法，与分析仪器的硬件同等重要，是顺利完成分析检测任务的重要条件之一，建立完善的标准和数据库，在完成分析测试任务时可收到事半功倍的效果，为此，本书专辟一章（即第八章）专门讨论现代仪器分析中的标准，并向读者推荐。

21 世纪已经来临，新世纪伊始，在实施“科教兴国”战略和发展高新科技的潮流中，编者奉献此书，愿对科学技术进步能起到推波助澜的作用。

目 录

出版说明	(1)
绪言	(1)
第一章 光谱与波谱分析仪器	(1)
§ 1.1 概述	(1)
§ 1.2 发射光谱仪	(2)
§ 1.3 电感耦合高频等离子体发射光谱仪	(11)
§ 1.4 全谱直读等离子体光谱仪	(16)
§ 1.5 原子吸收分光光度计	(19)
§ 1.6 紫外可见和近红外分光光度计	(23)
§ 1.7 拉曼光谱仪	(29)
§ 1.8 准分子激光器	(37)
§ 1.9 脉冲傅里叶变换核磁共振仪	(40)
§ 1.10 傅里叶变换红外光谱仪	(44)
§ 1.11 荧光分光光度计	(54)
第二章 色谱分析仪	(59)
§ 2.1 概述	(59)
§ 2.2 气相色谱仪	(60)
§ 2.3 高效液相色谱仪	(62)
§ 2.4 薄层色谱扫描仪	(74)
§ 2.5 离子色谱仪	(78)
§ 2.6 气相色谱—质谱联用仪	(81)
§ 2.7 元素分析仪	(86)
第三章 X 射线衍射仪、X 射线荧光光谱仪	(89)
§ 3.1 概述	(89)
§ 3.2 X 射线衍射仪	(91)
§ 3.3 X 射线荧光光谱仪	(101)

第四章 电子显微镜	(118)
§ 4.1 概述	(118)
§ 4.2 透射电子显微镜	(122)
§ 4.3 扫描电子显微镜	(134)
第五章 生化、环境分析仪器	(148)
§ 5.1 概述	(148)
§ 5.2 液体闪烁计数器	(149)
§ 5.3 血液气体分析仪	(158)
§ 5.4 日立 835-50 型氨基酸分析仪	(163)
§ 5.5 MODEL 384B-4 型多功能极谱仪	(170)
§ 5.6 磁天平	(175)
第六章 生物技术分析仪器	(182)
§ 6.1 概述	(182)
§ 6.2 全自动 DNA 合成仪	(182)
§ 6.3 全自动 DNA 测序仪	(185)
§ 6.4 DNA 扩增仪	(189)
§ 6.5 微量蛋白纯化色谱系统	(192)
§ 6.6 全自动快速水平电泳系统	(195)
§ 6.7 脉冲电场凝胶电泳仪	(198)
§ 6.8 毛细管电泳分析仪	(202)
§ 6.9 索氏脂肪高温分析仪	(204)
§ 6.10 费伯克纤维分析仪	(206)
§ 6.11 凯氏蛋白质自动分析仪	(208)
第七章 图像分析仪和热分析仪	(211)
§ 7.1 概述	(211)
§ 7.2 图像分析仪	(212)
§ 7.3 热分析仪	(227)
第八章 现代仪器分析中的标准	(245)
§ 8.1 概述	(245)
§ 8.2 标准方法	(246)
§ 8.3 标准物质	(300)
§ 8.4 标准数据(图谱)	(313)
附一 中华人民共和国法定计量单位	(316)
附二 云南省高校联合测试中心标准图谱一览表	(318)

附录一	云南省高等学校联合测试中心简介	(319)
附录二	云南省植物病理重点实验室简介	(320)
附录三	云南省农村能源工程重点实验室简介	(322)
附录四	云南省动物营养与饲料重点实验室简介	(324)
附录五	云南省天然药物药理重点实验室简介	(326)
附录六	云南省工业微生物发酵工程重点实验室简介	(328)
附录七	云南省高等学校大型分析仪器一览表	(330)

第一章 光谱与波谱分析仪器

Spectrometer and micro - wave spectrometer

§ 1.1 概 述

本章概要叙述利用光的发射、吸收和散射等原理构造的光学分析测试仪器,其中包括发射光谱仪、电感应耦合等离子体发射光谱仪、直读光谱仪、原子吸收分光光度计、紫外可见近红外分光光度计、拉曼光谱仪、准分子激光器、脉冲傅里叶变换核磁共振仪、傅里叶红外分光光度计、荧光分光光度计等。这类仪器基本上都是由光源、样品池、单色器、检测读出系统四大部分组成。发射光谱仪与其他光谱仪的差别是:样品池既是容器又是特征辐射的发射体,各类光谱仪使用的目的不同,各部件的构造和特性也有所差异,但其功能却大体相似。

发射光谱仪 是测量物质受电能、热能激发后发射出的特征光辐射。谱线的波长用作定性分析,谱线的强度可用作定量测量,发射光谱的选择性很高,一次激发摄谱能同时获得数十个元素的全分析,特别适合于矿石中共存元素的检验和高纯金属中杂质的测定。

电感应耦合等离子体发射光谱仪 是用高频感应加热原理所制的等离子炬作为光源的发射光谱仪。具有稳定性好、试样组分影响小、线性范围宽、检出限低、能在同一样液中连续扫描或同时测定数十个元素的特点。可用于物质中常量、微量、痕量元素的定量全分析,对稀土元素的测定更显优越。

直读光谱仪 是光源、单色器和读出系统连为一体的发射光谱仪,云南农业大学引进的二维阵列检测器代替光电倍增管的全谱直读光谱仪,能同时在同一样液中进行数十个元素的定量全分析,不仅快速,且具有良好的精确度。

原子吸收分光光度计 测量物质所产生的基态原子蒸气对特征谱线的吸收。具有快速、灵敏、准确、抗干扰能力强、测定元素广泛等优点。但每测一个元素须更换一次空心阴极灯和相应的测量条件,对多个元素的连续测定仍稍有不便,主要用于各种试样中元素的定量分析。

紫外可见近红外分光光度计 是物质吸收紫外、可见、近红外光区的光辐射后引起电子能级跃迁而产生的吸收光谱。广泛应用于无机化合物、有机化合物的定性分析、定量分析以及配合物的组成和稳定常数的确定。紫外分光光度法对蛋白质、核酸、酶机理研究尚具独特的作用。

拉曼光谱仪 物质受光辐照后,光子与分子间发生能量交换获得散射光,在与光源成一定角度的方向测量光的弹性或非弹性散射。利用拉曼散射的波长,对液体、固体、晶体、非晶体物质的结构进行分析,是目前宝石鉴定、毒品检测、古文物识别等无损监测的重要手段,即使指纹中痕量的毒品,也能在显微拉曼光谱仪中直接测量,它被人们称为物

质鉴别的“指纹”。

准分子激光器 是高脉冲能量、高频率、波长范围在紫外光区的脉冲激光器。在航天科技、半导体技术、汽车工业、医疗设备制造等方面有广泛的应用，在激光溅射镀膜、激光微加工、表面清洗、改性处理等方面具独特的优越性。

脉冲傅里叶变换核磁共振仪 核磁共振是在外磁场作用下，原子核产生自旋跃迁时对射频波的吸收。具有不破坏试样，直接进行测定的特点，可用于有机、无机化合物的结构测定、未知物的剖析、有机化学的反应动力学及反应机理的研究。

傅里叶红外分光光度计 物质分子吸收了红外区的光辐射，转变为分子振动和转动能级跃迁，为了记录这些跃迁相应的光谱，使用棱镜或光栅分光的，称为色散型红外吸收光谱仪。光源照射经迈克尔逊干涉仪转换成干涉图，利用这种干涉调频原理制成的光谱仪，称为傅里叶红外光谱仪。作为有机化合物检测“指纹”的红外光谱，已经积累了大量的标准图谱，广泛应用于物质结构、定性、定量分析，在目前环境监测、交通事故、公安鉴定等方面发挥着重要的作用。

荧光光谱分析仪 是测量物质受光照射激发后，再发射出与波长相同或不同的特征辐射强度的仪器。应用于物质未知分子的结构表征和定量测定，是有机化合物、生物化学、药物检测的有效工具，对农副产品中的致癌物质如黄曲霉素的测定等十分简捷。

近年来引进的精密测试仪器，大都采用电子计算机控制，不仅提高了分析测试的灵敏度和准确度，且能自动检索、数据处理、结果显示等，操作简便，有些仪器实现了智能化的无人操作。

综上所述，我省高等院校现有的光学分析测试仪器，基本上能满足从有机化合物到无机化合物的定性结构和定量分析、从痕量元素到纯物质的含量、从大宗试样到微量样品以及某些特殊分析的要求，能为工农业的发展和科技现代化提供快速、准确、可靠的图谱和数据。

§ 1.2 发射光谱仪

Emission spectrometer

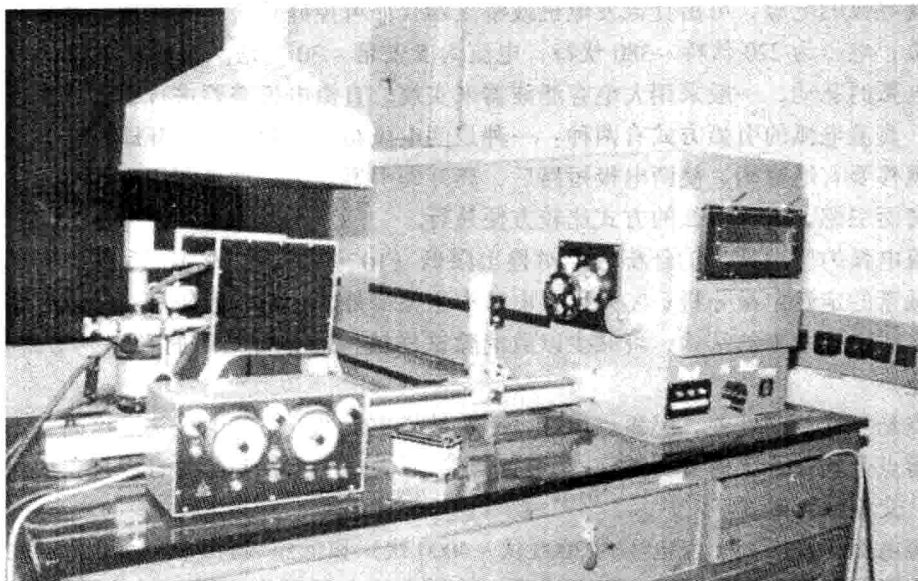
发射光谱分析的仪器设备，主要由光源、分光系统（摄谱仪）及观测（测量）系统三部分组成。

1.2.1 光源

发射光谱分析中，光源是指试样被激发后产生一定波长范围电磁波的发光体。光源的主要作用，是给试样提供蒸发和激发所需要的能量，如火焰、电弧和火花等等光源。

1. 火焰光源

火焰光源属热光源，它是借氧化反应来完成的。如乙炔同氧化合燃烧发光，形成火焰光源。用火焰作为激发光源时，通常先将试样经过化学处理，制成溶液，再引入火焰进行。也有将粉末试样用压缩气体吹成雾状，带到喷口，进入火焰。但这类光源温度低，只能激发电离电位低的碱金属和碱土金属，而且往往不能使分子分解成原子，因而光谱中有



31W II 两米平面光栅摄谱仪

分子带光谱。

常见的火焰装置有扩散型火焰、预混型火焰两种。

将燃气和助燃气在燃烧前混合的称为预混型火焰，如果混合发生在燃烧区本身的称为扩散型火焰。目前使用较多的是预混型火焰，这种火焰装置带有一个预混分离室，大部分分析溶液没有进入火焰，而被分离下来从废液口流出去。预混型火焰只有部分雾粒进入燃烧器，大部分较粗雾粒回流。进入燃烧器的雾粒比较细，稳定性较好，但容易产生回火，操作时应注意（气体流速必须大于或等于火焰燃烧的速度，才不会出现回火）。扩散型火焰使分析溶液全部进入火焰燃烧区，有较高的气体速度，没有回火的危险。它的缺点是：由于气体速度快，雾化液滴在火焰中停留时间比较短，大量溶剂进入火焰，使火焰温度降低。同时燃烧器喷口容易出现盐类堵塞和火焰不稳。根据不同要求，燃烧器采用不同的材质，如玻璃、不锈钢或石英等等来制造。

火焰光谱谱线强度与雾化程度、燃气种类和混合比例、喷样流速、燃烧方式及溶剂、燃烧器的形式等因素有关。

虽然火焰光源的温度低，但和其他光源相比，设备简单，稳定性好，作分析较快，人们用它来测定钾、钠、锂等碱金属和碱土金属，只需配上较简易的光学设备，一样能得到令人满意的结果，在医学、农业土壤、化工和环境科学等领域仍然受到欢迎。

2. 电弧光源

电弧光源属于电光源类，分为直流电弧和交流电弧，试样为固体。

(1) 直流电弧光源。

直流电弧的温度可达 $5000^{\circ}\text{C} \sim 7000^{\circ}\text{C}$ 。直流电弧广泛应用于矿物原料，以及金属材料的定性、定量分析中，特别是痕量元素的定量分析，如电解铜中的杂质分析。又如贵金属铂、钯、铑、铱中的杂质分析，即是将其先转化为相应的海绵状物质，再在直流电弧中进行蒸发激发的。

直流电弧的电源，可由直流发电机或整流器（如可控硅整流）来实现。硅整流供电的直流电弧，电压为 220 伏特 ~ 380 伏特，电流为 5 安培 ~ 30 安培。整流器提供的电源，为了减弱电弧的脉动，一般采用大电容滤波器来实现。直流电弧需要进行引弧才能使电弧进行工作，直流电弧的引弧方式有两种：一种是两电极相互接触后，离开即燃弧，或者用一碳棒（碳棒要有绝缘柄）使两电极短路后，离开即引燃。另一种是利用高频引弧，使放电间隙电离而引燃，这种引弧的方式比较方便易行。

直流电弧的优点是：①分析的绝对检出限低（ $10^{-3}\% \sim 10^{-5}\%$ ），适用于痕量元素和难挥发元素的定性定量分析；②除因碳电极产生氰带外，一般背景较小；③电极头温度较高，破坏了试样原来的结构，可减少以致消除试样结构对分析结果的影响；④设备简单，操作安全。

缺点是：①稳定性差，燃弧点漂移，测定结果重复性差；②电极头温度高，不宜直接用作低熔点金属及合金的分析测定；③对试样破坏大；④谱线易产生自吸现象。

（2）交流电弧光源。

交流电弧有高压（工作电压为 2000 伏 ~ 4000 伏）和低压（110 伏 ~ 220 伏）之分。高压交流电弧利用高压电把弧隙击穿而燃弧，低压交流电弧要靠高频引弧装置使弧隙引燃。高压交流电弧设备费用较高，操作比较危险，已经很少使用。低压交流电弧由于其发生器的构造简单，操作安全，所以被广泛使用。但这里应指出，一切电器设备都必须有良好的接地，以确保安全。低压（以下都是指低压）交流电弧发生器由电弧电路和小功率高频引燃电路两部分组成。

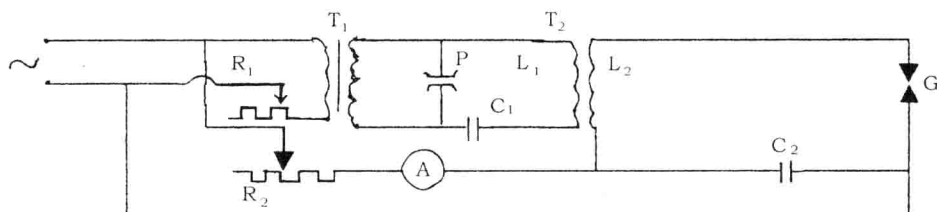


图 1.1 交流电弧原理图

在电路中，交流电通过变阻器 R_2 、电流表 A 和高频变压器 T_2 的次级线圈 L_2 加于分析间隙 G 上，但因电压低，不能击穿 2 毫米左右的分析间隙产生电弧。高频引燃电路通过高压变压器 T_1 ，使放电间隙 P 击穿，在 $L_1 C_1$ 电路中产生高频振荡电流，经 L_2 耦合到电弧电路，使分析间隙 G 击穿，电弧点燃。旁路电容 C_2 构成高频引弧电流的通路，且可防止高频电流进入低压电弧电路的供电电路。交流电弧与直流电弧相比：①放电呈间隙性。在交流电的每半周中强制点弧，因而与直流电弧相比，其燃烧稳定性较好，放电的电流密度较大，弧温较高（但蒸发温度比直流电弧低），电极温度较低。②试样呈交替的极性。在一个交流半周是阴极激发，而在另一个半周是阳极激发，得到平均取样的效果。交流电弧与直流电弧相比，其稳定性好，但检出限稍差。电金、电银、电铜、粗铜及许多矿物原料的分析都可用交流电弧来完成。电金、电银只要将其浇铸成一定直径的金属电极，用细钢锉将其电极头一端锉成半球形，组成金属对电极，或金属 - 碳对电极，即可用交流电弧来完