《仪器分析》课程组

张志清

教授,博导,博士,理论教学 黎杉珊

副教授,硕导,博士,课程负责人,理论、实验教学 申光辉

讲师, 硕导, 博士, 实验教学

实验地址:食品学院第八教学楼2楼210,201

E—mail:

lishanshan.812@163.com(黎杉珊) shenghuishen@163.com(申光辉) zqzhang721@163.com(张志清)

下页







课程性质

- 课程性质: 必修、推荐选修课
- 先修课程:有机化学,无机化学,分析 化学等化学相关课程。
- 适用专业:食品质量与安全、食品科学与工程、食品科学与工程(教育)、包装工程、生物工程、生物科学等。

课程考核方式

- 1、平时考勤5% 缺勤一次2%,迟到一次1%,5次缺勤取消 考试资格
- 2、实验报告30%(部分实验报告需按照川农本科毕业论文要求完成)
- 3、课堂考核15%
- 4、考试50% (机考)

几个问题?

- 食品安全评价及监管的依据?
- 法律法规标准制定?
- 科学研究的判断依据?
- 疾病诊断的依据?

定性 定量







仪器分析的作用

仪器分析在矿物学、地质学、海洋学、生物学和医

药学等多学科方面得到广泛应用

• 工业方面:资源勘探,产品检验,环境监测

• 农业科技:土壤普查,作物营养的诊断

• 食品科学:质量检验,安全性评价

· 生命科学: DNA测序; 活体检测

• 仪器分析作为现代分析测试手段和科学工具,日盖广泛地为上述领域向的科研和生产提供大量的物质组成和结构方面的信息,已经广泛地应用于工农业生产之中

教学内容:

- (1)各类分析方法基本原理,仪器的基本结构和工作原理。
- (2)定性、定量分析技术及其干扰的消除方法。
- (3)各类分析方法的主要测定对象,优缺点及其局限性及其方法的选择(上述3点是理论教学主要内容)。
- (4)实践能力,加强基本操作和使用技术培训(实验教学主要内容)。

理论部分内容体系

第一章绪论 第二章分子吸光分析法(UV-vis, FT-IR) 第三章分子发光分析法(ML) 第四章原子光谱分析法(AES, AAS) 第五章色谱分析导论 第六章气相色谱法(GC) 第七章高效液相色谱法(HPLC) 第八章质谱法(MS)

第一章 绪 论 Introduction

- 分析化学的发展和仪器分析的产生
- 仪器分析的历史发展概况
- 仪器分析的分类
- 分析仪器的主要性能参数
- 前景展望

一. 分析化学的发展和仪器分析的产生

•什么是仪器分析?

仪器分析是指采用比较复杂或特殊的仪器设备, 通过测量物质的某些物理或物理化学性质的参数及 其变化来获取物质的化学组成、成分含量及化学结 构等信息的一类方法。

这些方法一般都有独立的方法原理及理论基础。

随着科学技术的发展,分析化学在方法和实验技术方面都发生了深刻的变化,特别是在新的仪器分析方法不断出现,且其应用日益广泛,从而使仪器分析在分析化学中的比重不断增长,并成为现在实验化学中的重要支柱。

因此, 仪器分析的一些基本原理和实验技术已 经成为化学工作者所必须掌握的基础知识和基本技 能。

仪器分析的产生

- · 宏观——微观 (测定相对含量低于1%的微量 痕量组分)
- · 性状——原因(解释生命科学领域的若干问题)

• 是科学技术发展的需要、必然,也是科学技术发展的结晶。

- 1.仪器分析是化学分析的技术延伸
- 2.仪器分析不是一门独立的学科,在分析理论上与 其他学科相互渗透、相互交叉、有机融合。
- 3.仪器分析是化学及生物研究的重要工具,尤其是与生命科学有关的分析技术正在促进着分析化学的迅猛发展。
- ! 在进行仪器分析之前,时常要用化学方法对试样进行预处理。
- !一般都需要以标准物质进行校准。

仪器分析与化学分析差异:

- ✓ 仪器分析一般都具有较强检测能力;
- ✓ 仪器分析取样量较少;
- ✓ 仪器分析分析效率高,分析速度较快;
- ✓ 仪器分析用途广阔,除定性定量外,还可用于价态、形态及结构分析,无损分析,表面及微区分析,在线分析、活体分析等;
- X 仪器分析方法准确度一般不如化学分析(不表示准确度 不好);
- X 仪器分析设备复杂,价格高,对使用者要求高。

二. 仪器分析的历史发展概况

2.1 发展历史 (三次巨大变革)

• 分析天平的发明

•16世纪天平的出现。分析化学具有了科学的内涵;20世纪初,依据溶液中四大反应平衡理论,形成分析化学的理论基础。分析化学由一门操作技术变成一门科学。

·这是第一次巨大变革

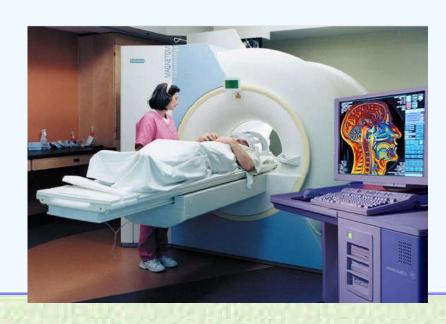
20世纪40年代之前,化学分析占主导地位。





第二次巨大变革

- 第二次是世界大战前后,二十世纪四十年代(电子技术的引入),从以化学反应为主的经典分析化学到以仪器分析为主的现代分析化学
- 物理学和电子技术的发展为仪器分析奠定了基础。
 核磁共振(NMR),质谱(MS),色谱等





第三次变革

·计算机的发明 尤其微型计算机的发展,给仪器分析带来了全新的革命。



2.2 仪器分析的特点

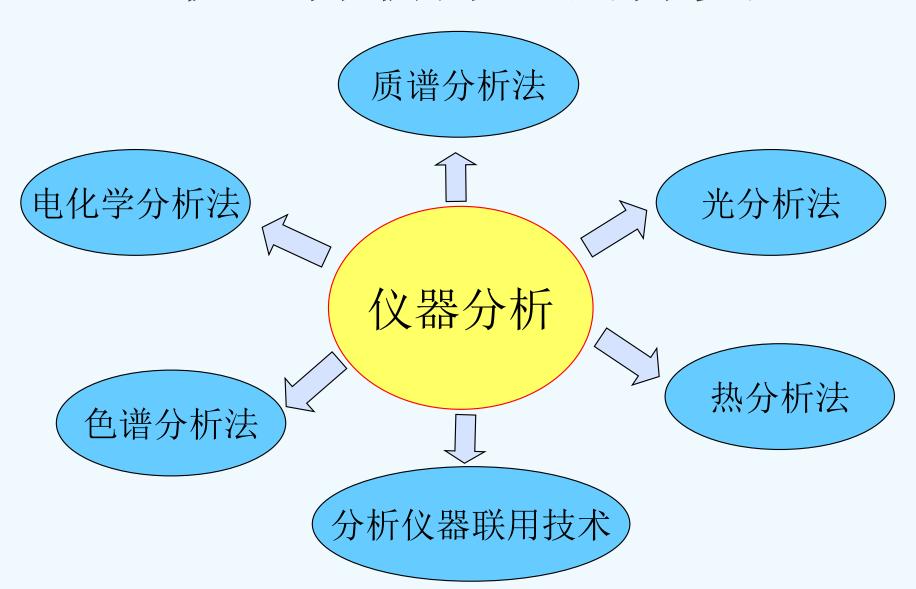
- 1. 灵敏度高,检出限低。
- 2. 选择性好。
- 3. 操作简便,分析速度快,易于实现自动化。
- 4. 相对误差一般较小。
- 5. 价格一般来说比较昂贵。

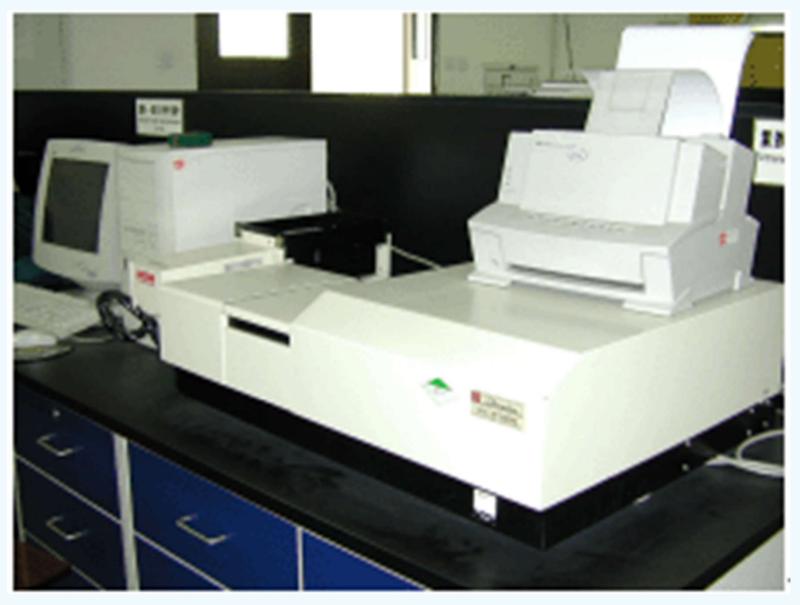
2.3 分析仪器的组成

分析仪器是被研究体系向分析工作者提供准确、可靠信息的一种装置和设备。

- ◆ 信号发生器(如紫外分光光度计的光源和比色皿,产生光强度的变化的差异)
- ◆检测器(光电倍增管,光电电池等)
- ◆ 信号工作站(信号处理器,信号读出装置,计算机工作软件)
- ◆通用型分析仪器(高效液相色谱仪;紫外分光光度计)
- ◆专用型分析仪器(氨基酸分析仪; 核酸蛋白分析仪)

三、仪器分析方法的分类





UV-vis光谱仪



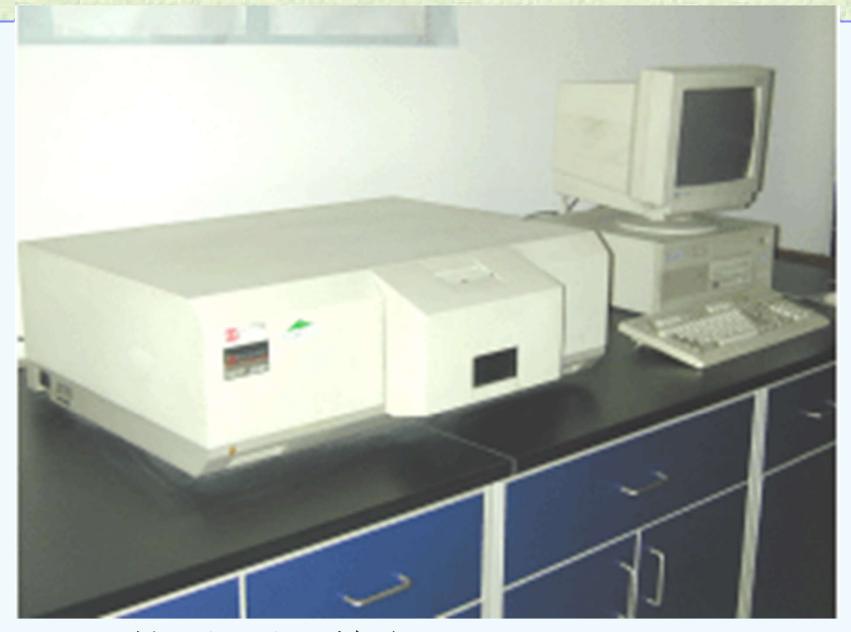
ICP质谱仪



岛津GC-2010



HP-1100液相色谱仪



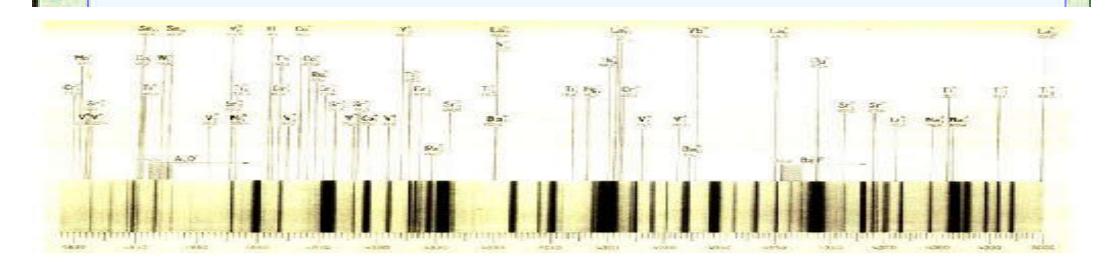
荧光光谱仪LS-50B

三. 仪器分析方法的分类

1.光分析法 (包括光谱法和非光谱法)

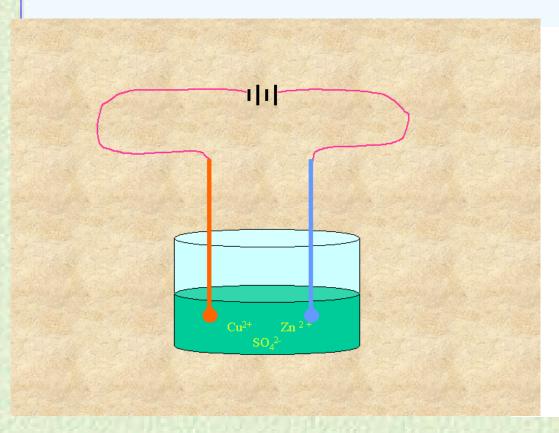
非光谱法是指那些不以光的波长为特征的信号,仅通过测量电磁幅射的某些基本性质(反射,折射,干射,衍射,偏振等)。

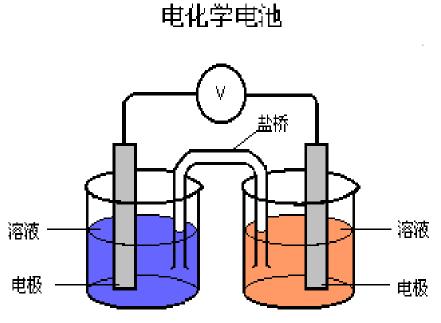
光谱法则是以光的吸收,发射和拉曼散射等作用而建立的光谱方法。这类方法比较多,是主要的光分析方法。如原子吸收方法,原子发射方法,紫外分光光度法,红外光谱分析等等。



2. 电化学分析方法

以电讯号作为计量关系的一类方法, 主要有五大类: 电导、电位、电解、库仑及伏安。

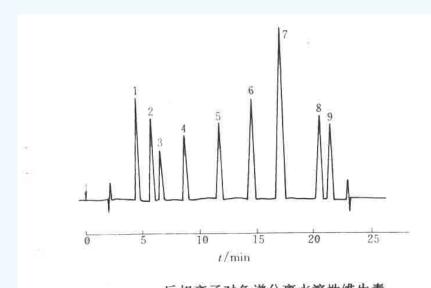




3. 色谱法(分离分析法)

以物质在两相(流动相和固定相)中分配比的差异而进行分离和分析的方法,主要有气相色谱法和液相色谱法等,色谱法与现代各种分析方法连用,是解决复杂物质中各组分连续测定的有效途径。





反相离子对色谱分离水溶性维生素
1-维生素C; 2-维生素B₁; 3-维生素B₆; 4-烟酸; 5-维生素K₃(亚硫酸氢钠甲基奈醌); 6-烟酰胺; 7-对羟基苯甲酸; 8-维生素B₁₂; 9-维生素B₂

4. 其它仪器分析方法

- ① **质谱法**:根据物质质荷比(质量与电荷的比值)进行 定量、定性和结构分析的方法,是研究有机化合物结构 的有利工具。
- ② 热分析:依据物质的质量、体积、热导反应热等性质与温度之间的动态关系,该法可用于成分分析,但更多于热力学、动力学和化学反应机理的研究,主要方法有热重量法,差热分析法、差示扫描电热法
- ③ 放射分析:依据物质的放射性。同位素稀释法、活化分析法,放射性滴定法

四. 分析仪器的主要性能参数

1.精密度

精密度:相同条件下,使用同一方法,对同一试样进行 多次测定所得测定结果的一致程度,用标准偏差*S(有限次测定)或相对标准偏差RSD*(%)表示,值越小,精密度越高。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \overline{x})^2}{n-1}} \qquad \text{RSD} = \frac{S}{\overline{x}} \times 100\%$$

同一分析人员在同一实验条件下测定结果的精密度又称为重复性;不同实验室所得测定结果又称为再现性。

2. 灵敏度

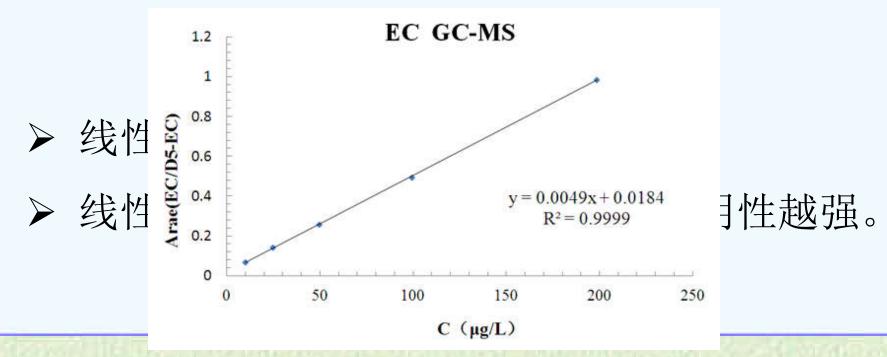
物质单位浓度或单位质量的变化引起相应信 号值变化的程度,称为方法的灵敏度,用S表示。

$$S = \frac{dx}{dc} \qquad S = \frac{dx}{dm}$$

- ◆ **灵敏度就是标准曲线的斜率**:标准曲线的斜率越大,方法的灵敏度越高。
- ◆ 许多方法灵敏度随实验条件变化较大,现在 一般不用于方法评价指标。

3.线性范围

指定量测定的最低浓度到遵循线性 响应关系最高浓度间的范围,是可以分 析的浓度范围。



4. 检出限

某一方法在给定的置信水平上可以检出被测物质的最小浓度或最小质量,称为这种方法对该物质的检出限。

检出限表明被测物质的最小浓度或最小质量的响应信号可以与空白信号相区别。

检出限和灵敏度密切相关,但含义不同。

5.选择性与准确度

- ◆ 选择性: 选择性系数,分析方法不受试样集体 共存物质干扰的程度。
- ★准确度: 试样含量的测定值与真实值(或标准值)相符合的程度称为准确度,常用相对误差来衡量。

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

五. 前景展望

- 1. 要求分析化学能提供更多更复杂的信息 分析试样中的痕量,超痕量分析,微区中结合态及空间分布,表面分析
- 2. 生命科学研究对分析化学提出高的要求。活体分析,单细胞分析,基因分析及药物的检测
- 3. 学科渗透和新技术引入, 开拓了新领域, 新方法。

等离子体发射光谱、等离子体质谱、傅里叶变换红外光谱、傅里叶变换核磁共振,激光拉曼光谱、微波等等。

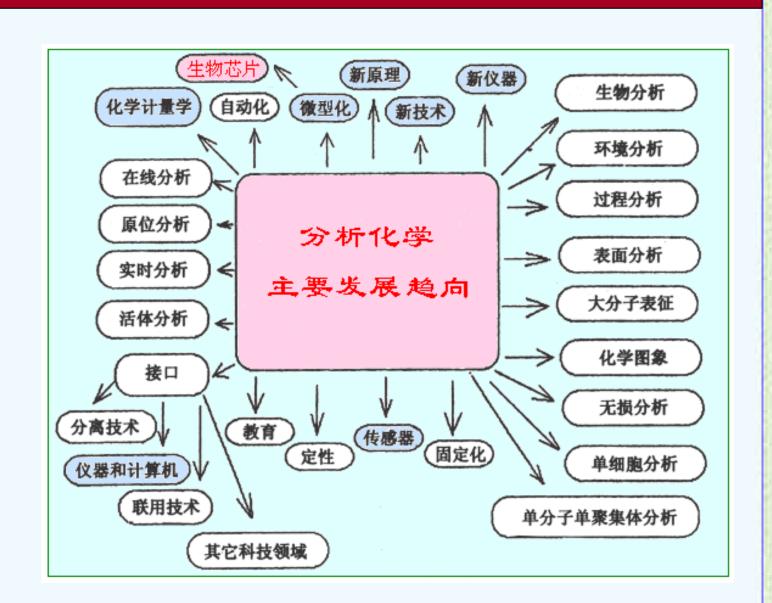
- 4. 联用分析技术成为当前仪器分析发展的主要方向之一。 分离技术(色谱法)和鉴定方法(质谱、红外分析)的联用
- 5. 计算机技术成为现代分析仪器不可分割的部件。

分析工作者可利用计算及完成数据采集,分析、计算以及动态分析及报表生成等工作。

自动化智能化微型化

仪器分析发展方向

微高的分智能



- ◆ 人类基因组是智慧人种的基因组。人类只有一个 基因组,大约有5-10万个基因。
- ◆ 组成24种染色体,分别是22个体染色体、X染色体与Y染色体。
- ◆ 需测试30亿个DNA碱基对。
- ◆ 没有基因测序仪等分析仪器 的发展,无法完成!



