

色谱分析

师宇华 费 强 于爱民 张寒琦 编



科学出版社

色 谱 分 析

师宇华 费 强 于爱民 张寒琦 编



科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本书是编者根据教学改革实践和教学发展需要,结合多年的教学实践而编写的。全书共7章,主要包括:绪论、色谱法的理论基础、气相色谱法、液相色谱法、高效毛细管电泳法、毛细管电色谱法和色谱联用技术。

本书可以作为高等学校化学专业高年级本科生和研究生的教材以及科研院所、企事业单位分析工作者的参考书。相信以此书为依托,通过深入学习色谱分析的原理和技术,有助于科研工作的深入开展。

图书在版编目(CIP)数据

色谱分析/师宇华等编. —北京:科学出版社, 2015.10

ISBN 978-7-03-045953-4

I. ①色… II. ①师… III. ①色谱法-化学分析 IV. ①O657.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 241229 号

责任编辑:郭慧玲 丁 里 / 责任校对:张小霞

责任印制:赵 博 / 封面设计:迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

三河市骏杰印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015年11月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2015年11月第一次印刷 印张:19 1/2

字数:484 000

定价:69.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

传统分析化学的三大领域包括光谱法、色谱法和电化学法。其中色谱法经历了 100 多年的发展，经久不衰，生命力旺盛。

色谱分析是理工院校化学相关专业高年级本科生和研究生的一门必修课。借助于吉林大学“高水平研究生课程体系和研究生核心课程”建设项目的资助，并在所授“色谱分析”课程讲稿的基础上，编者编写了《色谱分析》一书。

本书涉及色谱分析的内容较为全面。全书配有图片 215 张，主要为色谱分析仪器的结构图，以便读者掌握色谱分析仪器的原理和构造，从而提高仪器使用的效率。本书收集了国内外色谱研究领域的发展前沿、新发展、新成果，以便读者掌握当今色谱分析发展的动向、拓展色谱分析理论与实践的结合。

全书共 7 章。第 1 章为绪论，介绍色谱法发展的历史、色谱法在分析化学中的地位和作用、国内外主要的色谱期刊。第 2 章介绍色谱法的理论基础。从色谱图上可以得到色谱峰描述的基本信息。塔板理论和速率理论描述了影响柱效的因素和提高色谱分离柱效的途径。分离度理论给出了影响物质分离的因素。第 3 章介绍气相色谱法，首先介绍气相色谱的类型和仪器的主要部件。其次介绍毛细管柱气相色谱法，与填充柱色谱法相比，它具有更好的分离效能。顶空气相色谱法适用于液体或固体试样中的挥发性物质的分析。裂解气相色谱法的核心部件是裂解器，它将高分子聚合物裂解成相对分子质量小的挥发性物质，进行气相色谱分析。当分析多组分混合物或者复杂样品时，常采用程序升温操作，使不同沸点的组分逐渐流出色谱柱，分离效果更佳。有些仪器的气化室也可以进行程序升温。制备色谱的目的在于分离制备一种或多种纯物质，用于进一步的定性鉴别。最后介绍定性和定量方法以及气相色谱法的特点和局限性。第 4 章介绍液相色谱法，首先介绍纸色谱法和薄层色谱法，这些方法简单，可以作为液相色谱法的初探。其次介绍高效液相色谱法的流程和主要部件。液固色谱法的固定相为固体吸附剂，利用组分和固定相与溶剂间的竞争吸附原理分离，适于分析几何异构体。离子交换色谱法是利用组分对离子交换树脂亲和力的不同进行分离的，适于分析离子型化合物，对水中的阴离子进行分离是离子交换色谱法的重要应用之一。将离子对萃取的技术引入色谱分析领域，发展了离子对色谱法或离子对分配色谱法，适于分析离子型化合物和疏水性化合物共存的样品体系。排阻色谱法是根据凝胶填料对组分的空间排阻能力的不同进行分离，适于物质的相对分子质量以及官能团的测定。类似于制备气相色谱法和制备液相色谱法部分，主要介绍一些制备技术。超临界流体色谱法不属于气相色谱法和液相色谱法，由于涉及的内容不多，本书将超临界流体色谱法归为液相色谱法的一部分。然后介绍液相色谱法的定性和定量方法。针对如此多的液相色谱分离技术，选择何种方法进行分析应遵循一定的原则，本章最后介绍分离类型的选择。第 5 章介绍高效毛细管电泳法，重点介绍毛细管电泳的理论基础、仪器构造和部件、分离模式以及应用与进展。第 6 章介绍毛细管电色谱法，它是高效液相色谱法和高效毛细管电泳法的有机结合，重点介绍毛细管电色谱法的基本原理、实验条件的选择以及毛细管电色谱柱的制备。第 7 章介绍色谱联用技术，主要是色谱与

质谱、傅里叶变换红外光谱、原子光谱的联用以及多维色谱技术，可以解决定性和难分离组分的分离问题。两种仪器各自独立，关键在于连接。本章的重点是掌握这些接口技术。

本书经过了编者近十年的努力，不断充实、完善、提高，最终成文。在本书的编写过程中，参考了一些国内外出版的有关教材和著作，在此向有关作者表示谢意。感谢吉林大学化学学院的领导特别是分管教学的徐家宁教授以及分析化学系的所有同事对本书编写的帮助和支持。刘金荣同学参与了本书图片的制作，在此表示感谢！

由于编者水平有限，难免存在不足之处，恳请同行和专家批评指正！

编 者

2015 年 4 月

目 录

前言

第 1 章 绪论	1
1.1 色谱法的发展简史	1
1.2 色谱法在分析化学所面临任务中的作用	3
1.2.1 分析化学的任务	3
1.2.2 仪器分析和化学分析的关系	3
1.2.3 分析化学的内容	4
1.2.4 分析化学发展的趋势、特点和研究的范围	7
1.3 色谱法的定义与分类	7
1.3.1 两相的状态	8
1.3.2 固定相的固定方式	8
1.3.3 分离原理	8
1.3.4 应用领域	9
1.4 色谱法在工业生产和科学研究中的作用	9
1.4.1 色谱法的特点	10
1.4.2 色谱法的不足	10
1.4.3 色谱法的应用	10
1.5 国内外主要的色谱期刊	11
习题	12
第 2 章 色谱法的理论基础	13
2.1 分配系数和分配比	14
2.1.1 分配系数	14
2.1.2 分配比	15
2.1.3 相比	16
2.1.4 分配比的表达式	16
2.2 色谱流出曲线和色谱峰	17
2.2.1 色谱流出曲线	17
2.2.2 色谱峰	18
2.2.3 色谱峰所描述的信息	19
2.3 塔板理论	22
2.3.1 塔板理论的建立	22
2.3.2 理论塔板数	24
2.3.3 有效塔板数	26
2.3.4 塔板理论的特点和不足	27

2.4 速率理论	27
2.4.1 气相色谱法的速率理论	28
2.4.2 液相色谱法的速率理论	31
2.4.3 速率理论的要点	34
2.5 分离度	35
2.5.1 分离度的定义	35
2.5.2 分离度方程	36
2.5.3 分离度的影响因素	37
2.5.4 提高分离度的途径	37
2.5.5 分析时间的估算	38
习题	38
第3章 气相色谱法	40
3.1 气相色谱仪的基本类型	40
3.1.1 实验室通用型	40
3.1.2 简易型	40
3.1.3 携带型	40
3.1.4 专用型	40
3.1.5 工业用	40
3.2 气相色谱仪的基本组成	41
3.2.1 气路系统	41
3.2.2 进样系统	47
3.2.3 分离系统	52
3.2.4 检测系统	62
3.2.5 数据处理系统	75
3.2.6 温控系统	75
3.3 毛细管柱气相色谱法	75
3.3.1 发展历史	75
3.3.2 毛细管柱的类型	76
3.3.3 基本理论	76
3.3.4 毛细管柱的操作	77
3.3.5 毛细管柱与填充柱的比较	80
3.3.6 毛细管色谱柱的制备方法	81
3.3.7 毛细管柱的结构和性能指标	88
3.3.8 毛细管柱色谱系统	90
3.4 顶空气相色谱法	94
3.4.1 理论基础	94
3.4.2 顶空取样的方式	95
3.4.3 影响灵敏度的因素	95
3.4.4 应用	96

3.5 制备气相色谱法	96
3.5.1 制备气相色谱法的基本理论	96
3.5.2 制备色谱柱的制备	98
3.5.3 制备色谱系统	99
3.6 裂解气相色谱法	101
3.6.1 发展历史	101
3.6.2 特点和局限性	102
3.6.3 基本原理	102
3.6.4 裂解器	103
3.6.5 影响裂解反应的因素	106
3.6.6 应用	107
3.7 程序升温气相色谱法	108
3.7.1 概述	108
3.7.2 基本理论	109
3.7.3 程序升温气相色谱系统	113
3.7.4 应用	114
3.8 气相色谱法的定性定量	115
3.8.1 定性	115
3.8.2 定量	117
3.9 气相色谱法的特点和局限性	119
3.9.1 特点	119
3.9.2 局限性	120
3.9.3 气相色谱法与化学分析法的比较	120
3.9.4 气相色谱法与光谱法、质谱法的比较	120
习题	121
第4章 液相色谱法	122
4.1 纸色谱法	122
4.1.1 方法原理	122
4.1.2 流程	123
4.1.3 特点与局限性	124
4.1.4 定性定量	125
4.1.5 应用	125
4.2 薄层色谱法	126
4.2.1 概述	126
4.2.2 基本原理	128
4.2.3 仪器装置和条件选择	133
4.2.4 应用	138
4.3 高效液相色谱法	138
4.3.1 概述	139

4.3.2	高效液相色谱仪	141
4.3.3	流程和主要部件	141
4.3.4	应用	168
4.4	液固色谱法	169
4.4.1	分离原理	169
4.4.2	吸附剂的分类	169
4.4.3	吸附剂的活化	170
4.4.4	线性容量	171
4.4.5	流动相	171
4.4.6	液固色谱法实验条件的选择	171
4.5	离子交换色谱法	172
4.5.1	分离原理	172
4.5.2	固定相	174
4.5.3	流动相	177
4.6	离子色谱法	179
4.6.1	离子色谱法与离子交换色谱法的区别	180
4.6.2	离子色谱法的类型	181
4.6.3	抑制型离子色谱法的原理	182
4.6.4	水中阴、阳离子的分离原理	183
4.6.5	应用	184
4.6.6	离子色谱法的局限性	184
4.7	离子对色谱法	185
4.7.1	正相和反相离子对色谱	185
4.7.2	离子对色谱的分配机理	186
4.7.3	离子对色谱的分离原理	187
4.7.4	影响保留的因素	187
4.7.5	应用	188
4.7.6	离子分离方式的选择	189
4.8	排阻色谱法	191
4.8.1	分离原理	191
4.8.2	洗脱体积	192
4.8.3	排阻色谱填料	193
4.8.4	流动相的选择	194
4.8.5	色谱柱和检测器	194
4.8.6	排阻色谱法的特点	195
4.8.7	应用	195
4.9	制备液相色谱法	196
4.9.1	制备色谱柱	196
4.9.2	固定相	197

4.9.3 流动相	197
4.9.4 样品前处理	197
4.9.5 制备液相色谱仪	198
4.9.6 制备技术	200
4.10 超临界流体色谱法	203
4.10.1 超临界流体的性质	204
4.10.2 超临界流体色谱法的优点	204
4.10.3 超临界流体色谱法的分离原理	204
4.10.4 超临界流体色谱的结构与流程	205
4.10.5 超临界 CO ₂ 的应用	206
4.10.6 超临界流体色谱法的应用	207
4.11 液相色谱法的定性与定量	208
4.11.1 定性分析	208
4.11.2 定量分析	209
4.12 分离类型的选择	210
习题	211
第5章 高效毛细管电泳法	212
5.1 概述	212
5.1.1 发展历史	212
5.1.2 电泳分析和电泳的分类	213
5.1.3 高效毛细管电泳	214
5.1.4 高效毛细管电泳的特点	215
5.2 高效毛细管电泳仪	215
5.2.1 高效毛细管电泳的流程和主要部件	215
5.2.2 实验条件的选择	221
5.2.3 高效毛细管电泳的基本操作	221
5.3 高效毛细管电泳法的理论基础	221
5.3.1 电泳迁移速度和电泳淌度	221
5.3.2 电渗现象与电渗流	222
5.3.3 影响电渗流的因素	225
5.3.4 淌度的表示	228
5.3.5 高效毛细管电泳法中的分析参数	229
5.3.6 影响谱带增宽的因素	232
5.4 高效毛细管电泳的分离模式	233
5.4.1 毛细管区带电泳	234
5.4.2 毛细管凝胶电泳	235
5.4.3 胶束电动毛细管色谱	236
5.4.4 毛细管等电聚焦	238
5.4.5 毛细管等速电泳	241

5.4.6	毛细管电色谱	242
5.4.7	其他毛细管电泳技术	243
5.5	高效毛细管电泳的应用与进展	244
5.5.1	离子分析	244
5.5.2	手性化合物分析	245
5.5.3	氨基酸、肽与蛋白质分析	246
5.5.4	核酸分析及 DNA 排序	248
5.5.5	在药物和临床医学中的应用	248
5.5.6	法理学应用	249
5.5.7	新进展及热点问题	250
	习题	251
第 6 章	毛细管电色谱法	252
6.1	概述	252
6.1.1	发展历史	252
6.1.2	装置	252
6.1.3	优点	253
6.1.4	分类	253
6.1.5	特点	254
6.2	基本原理	255
6.2.1	分离机理	255
6.2.2	保留机制	256
6.2.3	柱效率	257
6.3	实验条件的选择	257
6.3.1	操作电压	257
6.3.2	缓冲溶液的 pH	257
6.3.3	背景电解质的浓度	257
6.3.4	有机溶剂	258
6.3.5	柱温	258
6.4	毛细管电色谱柱的制备	258
6.4.1	填充毛细管电色谱柱的制备	258
6.4.2	开管毛细管电色谱柱的制备	260
6.4.3	整体毛细管电色谱柱的制备	261
6.4.4	三种毛细管电色谱柱的评价	263
6.5	检测器	263
6.5.1	紫外检测器	263
6.5.2	荧光检测器	263
6.5.3	电化学检测器	263
6.6	毛细管电色谱的应用	263
6.6.1	芳香烃及药物中间体的分离分析	263

6.6.2 手性分离	264
6.6.3 待测物的富集和预浓缩	264
习题	265
第7章 色谱联用技术	266
7.1 绪论	266
7.1.1 色谱联用技术概况	266
7.1.2 质谱简介	267
7.1.3 傅里叶变换红外光谱简介	269
7.1.4 原子光谱简介	270
7.2 色谱-质谱	271
7.2.1 GC-MS	271
7.2.2 LC-MS	277
7.2.3 CE-MS	281
7.2.4 CEC-MS	283
7.3 色谱-傅里叶变换红外光谱	283
7.3.1 GC-FTIR	283
7.3.2 LC-FTIR	285
7.3.3 SFC-FTIR	287
7.4 色谱-原子光谱	288
7.4.1 GC-原子光谱	288
7.4.2 LC-原子光谱	291
7.4.3 SFC-原子光谱	292
7.5 色谱-色谱	292
7.5.1 多维 GC	293
7.5.2 多维 HPLC	293
7.5.3 LC-GC	294
7.5.4 其他色谱-色谱联用技术	295
习题	296
主要参考文献	297

第1章 绪 论

1.1 色谱法的发展简史

1850年, Lunge将一滴染料混合溶液滴到吸墨纸上, 染料会扩散成一层层圆环形。1861年, Schoenbein将一滴无机盐混合溶液滴到滤纸上, 各种盐分以不同速度向四周扩散成层(因滤纸上含有等于自身质量20%的水分, 故滤纸相当于载体, 水相当于固定液, 盐混合液的溶剂相当于流动相, 这也是液液色谱法的雏形)。1897年, David Day将石油加压流过沸石(沸石相当于固定相, 是固体吸附剂), 石油分成数层。1900年, Kritka发现石油通过碳酸钙细粉柱时会被分成不同部分。人们发现了这些实验现象, 但在当时还没有人对这些现象进行深入剖析, 色谱法的发展还处在萌芽时期。

1903~1906年, 俄国植物学家 Tswett 在华沙大学为了测定菠菜绿叶色素的成分, 在研究植物色素的过程中, 在一根玻璃管的底部塞上棉花, 以纯净石油醚洗脱有色植物叶子的石油醚萃取液, 得到叶绿素等多种色带。他合理地描述和解释了实验的现象和本质, 首次系统地提出这一方法, 将色带称为色谱, 将分离方法称为色谱法, 将柱子称为色谱柱, 这就是最初的液固色谱法。1906年, Tswett 发表于德国《植物学》杂志上的文章这样描述: “当叶中色素用石油醚萃取后, 倒入一充满碳酸钙的管柱, 则不同的色素依其吸附性的强弱, 由上至下分成不同的色层, 若在同一管柱上倒入纯石油醚冲洗, 则分离效果更好, 各种色素在碳酸钙管柱上分离, 就如同光谱一样, 是遵照物理法则, 能被定性和定量, 我称之为色层谱, 而其方法则是色层分析法, 当然我描述的吸附现象不限于叶绿素, 所有无色和有色的物质均遵照同一法则。”色谱一词也因此得名: chroma 意为颜色, graphy 意为书写记录, 把颜色记录下来就形成了色谱法(chromatography)。Tswett 因此被称为色谱法的创始人。色谱分离的过程如图 1-1 所示。从此, 色谱法建立起来, 色谱法的发展进入了创建时期。

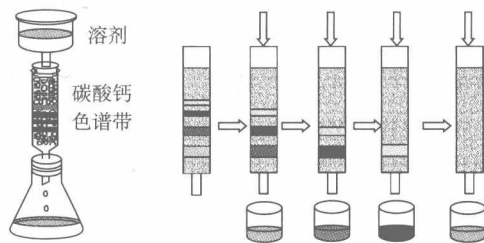


图 1-1 色谱分离的过程示意图

图 1-1 描述的是一种理想的分离过程, 而在实际的操作过程中, 往往会因样品的引入方式、固定相的不均匀性、固定相存在气泡、流动相的流速不均匀以及流动相的选择不当等原因造成各层谱带重叠。如果分离的目的是定性, 可舍弃谱带中重叠的部分, 选择其中的纯物质进行分析。如果分离的目的是定量, 只能将谱带中重叠的组分收集, 进行第二次层析或改用其他流动相或固定相分离。在当时只能实现离线的定性或定量。

Tswett 的实验中, 存在互不相溶的两相, CaCO_3 为固相, 石油醚为液相, 一相经过另一相运动。 CaCO_3 固定不动, 称为固定相; 石油醚不断经过 CaCO_3 流动, 称为流动相。混合物在两相间反复分配而分离。

Tswett 正确解释了色层分析的过程, 设计用纯溶剂冲洗以提高色层分离的效果, 把每

层的物质提取并收集,发展了制备方法,为化学家、生物学家、生理学家制备一些纯物质提供了新技术。因此,Tswett 的色谱法具有划时代的意义。因研究天然色素而获得 1937 年诺贝尔奖的 Karrer 说:“就影响有机化学的研究来说,没有其他任何发明能超过 Tswett 的色层分析方法,如果没有 Tswett 发明的这项新技术,则维生素、激素、类胡萝卜素和许多其他天然物的研究,无法进步如此神速,也无法得知自然界中存在许多非常类似的物质。”

Thalidomide 为一种药品的名称,1953 年在德国生产,1957 年上市,1958 年在英国获得批准。1961 年,澳大利亚医生首次注意到畸形婴儿出生率上涨,同年该药被禁止使用。

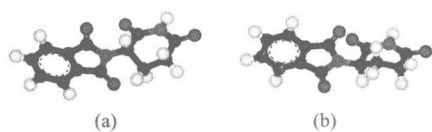


图 1-2 Thalidomide 的立体结构
(a)R 型;(b)S 型

药物的研制者不知道该药是两种手性异构体的混合物,R 型异构体对治疗孕妇的呕吐很有效,而 S 型异构体会对子宫内的胎儿产生严重的副作用。46 个国家的 10 000 名婴儿一出生就是残疾的,其中只有一半能存活下来。Thalidomide 的立体结构如图 1-2 所示。现在,R 型和 S 型异构

体可以用在手性固定相或流动相中添加手性试剂的方法进行拆分。所以,对自然界中类似物质的认识是随着分离与分析技术的发展而发展的一个过程。但是,这一技术从 1906 年出现,到 1931 年才应用起来,其发展长达 25 年之久。这主要有三个方面的原因:一是当时德国著名的两位科学家认为 Tswett 分离的叶绿素在分离过程中反应了,一种物质变成了两种或两种以上的物质,使色谱研究停止;二是制备纯物质的要求少,在新技术出现之际,人们还不知道分离出来的这些纯物质有哪些应用(找到其应用是新技术的突破口);三是当时正处在第一次世界大战期间,战争使研究者的主要精力用于研究武器和弹药,科学技术处在畸形发展中。

直到第二次世界大战期间,海军长期在海上作战,得不到人体必需的营养,出现了许多怪病,如口角溃烂、舌尖溃疡等。经诊断为吃不到蔬菜、缺少维生素造成的。奥地利化学家 Kuhn 采用色层分析技术,解决了维生素的分离与制备问题,海军的维生素缺乏症也得到了有效的治疗。因此,他获得了诺贝尔奖。从此,色谱法开始兴起并飞速发展起来。

1940 年,Martin 和 Synge 提出液液分配色谱法,以吸附在硅胶上的水作固定相,有机溶剂作流动相,实现了某些氨基酸的分离。1941 年,Martin 和 Synge 采用水饱和的硅胶为固定相,以含有乙醇的氯仿为流动相分离乙酰基氨基酸,他们在这一工作的论文中预言了用气体代替液体作为流动相来分离各类化合物的可能性。两人获得 1952 年的诺贝尔奖。1944 年,Consden 提出纸色谱法。1949 年,Maclean 在 Al_2O_3 中加入淀粉黏合剂作薄层板,发展了薄层色谱法(thin layer chromatography, TLC)。1952 年,James 和 Martin 发明气液色谱法,分析了脂肪酸和脂肪胺等混合物,并提出气相色谱法(gas chromatography, GC)塔板理论。1954 年,Ray 首次将热导检测器(thermal conductivity detector, TCD)用于 GC。1955 年,第一台商品化 GC 仪器由美国 Perkin Elmer 公司生产问世,采用 TCD 作为检测器。1956 年,Stahl 开发出薄层色谱板涂布器,使因手工涂布带来的实验误差大大降低,薄层色谱法得以广泛应用。1956 年,Van Deemter 发展了速率理论。1956~1957 年,Golay 开创了开管柱气相色谱法,习惯上称其为毛细管气相色谱法。1957 年,Holmes 等首次将 GC 与质谱(mass spectrometry, MS)联用。1965 年,Giddings 总结和扩展了前人的色谱理论,奠定了色谱的理论基础。1968 年,高压泵和化学键合固定相应用于液相色谱法(liquid

chromatography, LC), 发展了高效液相色谱法 (high performance liquid chromatography, HPLC)。20 世纪 80 年代初, 毛细管超临界流体色谱法发展起来。20 世纪 80 年代初, Jorgenson 集前人经验发展了毛细管区带电泳 (capillary zone electrophoresis, CZE)。20 世纪 90 年代, 人们集合 HPLC 和 CZE 的优点, 发展了毛细管电色谱法 (capillary electro chromatography, CEC)。2000 年 6 月, 人类基因组计划已经基本完成了工作草图, 其中 CZE 起到重要作用。

自 Tswett 创立色谱法以来, 色谱法的发展经历了 100 多年的时间, 但其还在发展之中。色谱法发展的历史就是新方法和新技术发展的历史。

Martin[图 1-3(a)]和 Synage[图 1-3(b)]对色谱法的发展做出了重要的贡献。Martin 于 1910 年 3 月 1 日出生于英国伦敦, 1932 年从剑桥大学毕业, 1935 年和 1936 年分别获得硕士和博士学位。Synage 于 1914 年 10 月 28 日出生于英国利物浦, 1936 年从剑桥大学毕业, 1939 年和 1941 年分别获得硕士和博士学位。1938 年, 他们共同制成了第一台液相色谱仪, 但有很大的缺陷。1940 年, Martin 改进设计出一台分配色谱仪。1941 年, Martin 和 Synage 联合发表了第一篇有关分配



(a)



(b)

图 1-3 Martin 和 Synage

(a)Martin; (b)Synage

层析的文章。1943 年, Synage 离开利兹, 但与 Martin 继续合作对分配层析法进行探索。1944 年, Martin 在上述探索的基础上用普通滤纸代替硅胶作为载体, 也获得了成功。分配色谱法和纸色谱法的发明和推广极大地推动了化学的发展, 特别是有机化学和生物化学的发展, 可以说是分析方法上一次了不起的革命。Martin 和 Synage 因此获得了 1952 年诺贝尔奖。

1.2 色谱法在分析化学所面临任务中的作用

色谱法是一种分离技术, 分离是一种假设的状态, 在这种状态下物质被完全分开。这种分离技术应用于分析化学就是色谱分析。

按照分析化学所依据的原理和应用的手段, 分析化学分为化学分析和仪器分析, 其中色谱分析法属于仪器分析的范畴; 按照研究对象, 分析化学分为无机化合物分析和有机化合物分析, 色谱分析法多用于有机化合物分析。

1.2.1 分析化学的任务

图 1-4 为分析化学的分类以及用于无机化合物和有机化合物分析的主要仪器分析方法, 从中可见色谱分析法在其中所处的地位。

1.2.2 仪器分析和化学分析的关系

仪器分析法并不能替代化学分析法。仪器分析法中所涉及的仪器的精度一般为 $X\%$, 这样的准确度对低含量组分的分析已能满足要求, 但对常量组分的分析就不能达到容量法和重量法所具有的高准确度。设想物质的含量就是 $X\%$, 使用仪器分析法是不能获得准确结果的, 误差会较大。而容量法和重量法的精度会更高。因而在方法选择上, 必须考虑到这一

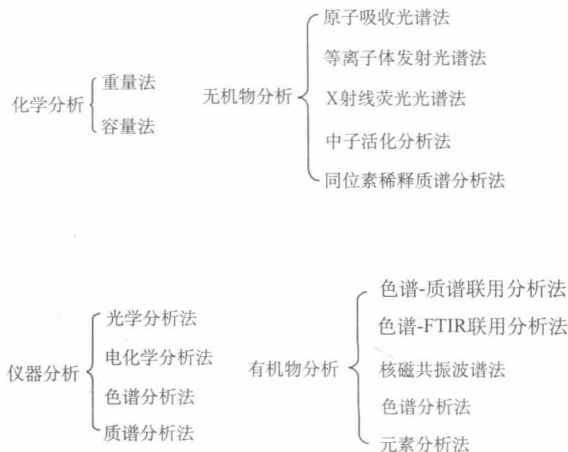


图 1-4 分析化学的分类及仪器分析方法的主要应用

点。在进行仪器分析之前，常用化学方法对试样进行预处理。仪器分析法一般都需要以标准物进行校准，而很多标准物需要用化学分析法来标定。因此，仪器分析法和化学分析法两者需要综合运用、取长补短、互相配合。

1.2.3 分析化学的内容

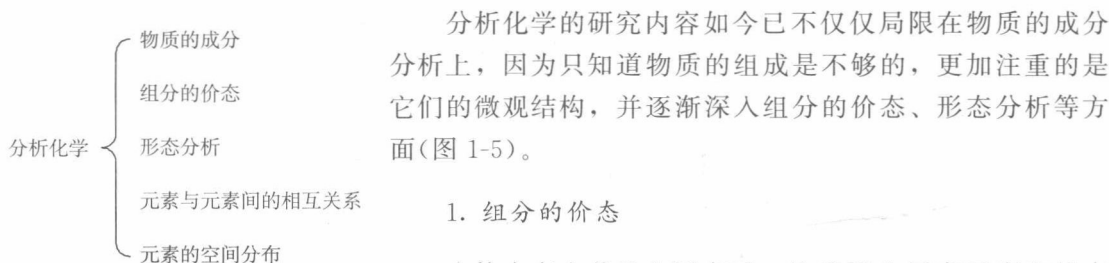


图 1-5 分析化学的内容

分析化学的研究内容如今已不仅仅局限在物质的成分分析上，因为只知道物质的组成是不够的，更加注重的是它们的微观结构，并逐渐深入组分的价态、形态分析等方面(图 1-5)。

1. 组分的价态

水体中存在着重金属离子，这些重金属离子有些是水体中的有益离子，有些则有很大的毒性。水体中存在的重金属离子主要来自采矿、冶炼、电镀、化工等工业废水，而且随着工业的迅速发展，水体中的重金属污染日趋严重。水体中的重金属离子有汞、镉、铬、铜、钴、锌等，它们都有一定的毒性。而这些重金属离子通过食物、饮用水或呼吸进入人体，且不易排泄，能在人体的一定部位积累，使人慢性中毒。所以，在环境污染的检测特别是水资源的检测中，重金属元素是必须检测的内容之一。为了保护环境和人体健康的需要，要建立对环境样品中超痕量重金属元素的检验方法。对重金属离子的螯合物进行的气相色谱法已经广泛地应用于对自来水、污水、海水、血液、尿、生物组织中重金属离子的检验，此法具有方法灵敏、选择性好、仪器较简单等优点。铬为有毒元素，长年吸入六价铬能引起鼻中隔穿孔，在肺组织内积存可能引起肺癌；连续饮用含铬的水，铬在肝、肾、脾脏中长期积累，也会对身体造成危害。

Cr^{3+} 、 Mn^{2+} 、 As^{5+} 无毒， Cr^{6+} 、 Mn^{7+} 、 As^{3+} 有毒。C 和 N 无毒， CN^- 有毒。因此，只检测出含有某种元素是不够的，要进一步检测出它们的价态。

