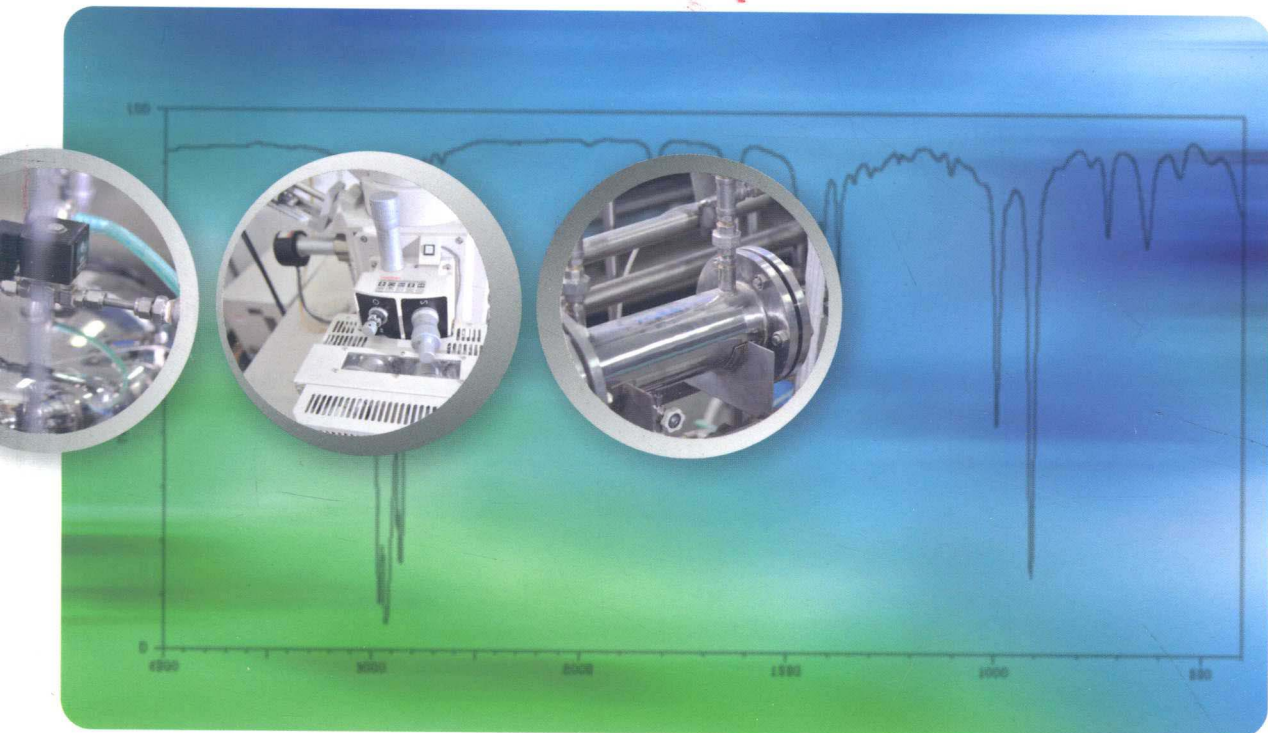


高等学校“十二五”规划教材



现代仪器分析

袁存光 祝优珍
田 晶 唐意红

主 编

XIANDAI YIQI FENXI



化学工业出版社

高等学校“十二五”规划教材

现代仪器分析

袁存光 祝优珍 主 编
田 晶 唐意红



化学工业出版社

· 北京 ·

本书充分考虑了化学、化工、环境、材料及相关专业和不同性质院校本科生、研究生的教育、教学特点,在教材体系、内容取材、仪器方法的深广度把握、基础知识和适用面等方面都有其独到之处。

全书内容包括光学分析法(紫外-可见吸收光谱分析法、红外吸收光谱分析法、分子发光法、核磁共振波谱分析法、原子发射光谱分析法、原子吸收光谱分析法、X射线光谱法等)、电化学分析法(电位分析法、库仑分析法、极谱及伏安分析法等)、色谱分析法(色谱原理、气相色谱分析、液相色谱法等)、质谱分析法、其它现代分析法(电子显微分析技术、热分析方法)和分析测定中的样品处理技术(样品的处理过程、沉淀分离法、萃取与蒸馏技术、离子交换技术和层析技术)等。

这是一本现代仪器分析内容比较新颖、宽泛的本科生和研究生教材,也可供仪器分析工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析/袁存光等主编. —北京:化学工业出版社, 2012.8
高等学校“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-14829-2

I. ①现… II. ①袁… III. ①仪器分析-高等学校教材 IV. ①O657

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第158897号

责任编辑:宋林青
责任校对:徐贞珍

装帧设计:关飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张27½ 字数703千字 2012年10月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:48.00元

版权所有 违者必究

前 言

随着科学技术日新月异的发展，仪器分析已经成为现代科学研究和实验化学的重要支柱。本书是中国石油大学（华东）、上海应用技术学院和大连工业大学三校合编的中国石油和化学工业联合会高等学校“十二五”规划教材，由中国石油大学（华东）理学院化学系6位、上海应用技术学院3位、大连工业大学4位富有多年课堂和实验教学实践经验的教师参与，经近3年的辛勤劳动、参考国内外有关教材编写而成。本书充分考虑了化学、化工、环境、材料及相关专业 and 不同性质院校本科生、研究生的教育教学特点，在教材体系、仪器方法广度、深度、内容、基础知识和适用面等方面都有与同类教材编写的不同之处。

本书涉及的仪器分析方法主要包括光学分析法（紫外-可见吸收光谱分析法、红外吸收光谱分析法、分子发光法、核磁共振波谱分析法、原子发射光谱分析法、原子吸收光谱分析法、X射线光谱法等）、电化学分析法（电位分析法、库仑分析法、极谱及伏安分析法等）、色谱分析法（色谱原理、气相色谱分析、液相色谱法等）、质谱分析法，并对电子显微分析方法、热分析方法和分析测定中的样品处理技术等做了简要介绍。这是一本现代仪器分析内容比较新颖、宽泛的本科生和研究生使用的教材，也可作为仪器分析工作者的参考书。

本书在编写过程中，得到了中国石油大学（华东）、上海应用技术学院和大连工业大学三校师生的支持，他们为本书提供了建设性意见。本教材吸取和借鉴了许多专著和前人所编写教材的内容，书中最后列出了相关的参考文献。在此对上述做出有益贡献的所有人表达编者的感谢和敬意！

本书编写人员及其负责编写的章节为：第2、第3章—于剑峰，第4章—卢立泓，第5、第6章—王芳，第7章—卢玉坤，第8~11章—祝优珍，第12、第14章—田晶，第13章—田晶、徐龙权，第15章—王宗廷，第16章—费旭，第17章—费旭、史非编写，孔庆池审读修改，第18章—费旭、史非编写，第19章19.1~19.3由唐意红编写，19.4、19.5由孔庆池编写。袁存光编写了第1章并对全书进行了最后修改定稿。

本书由多单位、多人员合编，加之编者的学识和水平限制，疏漏、不足之处在所难免，恳请同行专家和读者批评指正。

编者

2012年5月

目 录

第 1 章 绪 论 /1

1.1 仪器分析的发展与作用	1
1.2 仪器分析的特点	3
1.3 仪器分析的基本内容及分类	4
1.4 仪器分析的重要性	6
1.5 仪器分析的发展趋势	7
思考题	9

第 2 章 紫外-可见吸收光谱分析法 /10

2.1 紫外-可见吸收光谱法概述	10
2.2 光吸收基本定律	11
2.3 有机化合物的电子光谱	15
2.4 共轭烯烃 λ_{\max} 的经验计算	28
2.5 紫外-可见光谱法的仪器	29
2.6 显色反应与显色条件	31
2.7 吸光度测量条件	34
2.8 紫外-可见吸收光谱法的应用	35
思考题	42
习题	43

第 3 章 红外光谱法 /46

3.1 概述	46
3.2 红外光谱图的基本知识	47
3.3 红外光谱法的基本原理	49
3.4 红外光谱与分子结构的关系	54
3.5 各类有机物的红外光谱	60
3.6 红外光谱图解析	71
3.7 红外光谱的仪器	75
思考题	77
习题	78

第 4 章 分子发光分析法 /81

4.1 分子发光分析法概述	81
---------------------	----

4.2	荧光分析法的基本原理	81
4.3	荧光、磷光分析仪器	88
4.4	荧光、磷光分析法的应用	89
4.5	化学发光分析法	89
思考题		92
习题		92

第5章 原子发射光谱分析法 /93

5.1	原子发射光谱分析的发展和特点	93
5.2	原子发射光谱分析的基本原理	95
5.3	元素的光谱性质	96
5.4	发射光谱分析仪器	100
5.5	光谱定性方法	109
5.6	光谱半定量、定量方法	113
思考题		118
习题		118

第6章 原子吸收光谱分析法 /120

6.1	原子吸收光谱分析概述	120
6.2	原子吸收光谱分析基本原理	122
6.3	原子吸收分光光度计	128
6.4	定量分析方法	137
6.5	干扰的类型及其抑制方法	138
6.6	测量条件的选择	144
6.7	灵敏度及检出限	146
6.8	原子荧光光谱法简介	148
思考题		151
习题		151

第7章 X射线光谱法 /153

7.1	X射线光谱分析概述	153
7.2	X射线荧光光谱	159
7.3	X射线衍射分析	167
思考题		184
习题		184

第8章 电分析化学方法基础 /185

8.1	电分析化学方法概述	185
8.2	电分析化学方法基本理论	187
思考题		194
习题		195

第 9 章 电位分析法 /196

9.1 电位分析法基本原理	196
9.2 金属基电极	197
9.3 离子选择性电极	198
9.4 直接电位法	208
9.5 电位滴定法	213
思考题	215
习题	215

第 10 章 电解与库仑分析法 /217

10.1 电解与库仑分析法概述	217
10.2 电解分析法	221
10.3 库仑分析法	223
思考题	228
习题	229

第 11 章 极谱分析与伏安分析法 /230

11.1 经典极谱分析基本原理	230
11.2 直流极谱分析法的干扰电流及方法的局限性	238
11.3 极谱催化波	240
11.4 单扫描极谱法和循环伏安法	242
11.5 方波极谱法	245
11.6 脉冲极谱法	247
11.7 溶出伏安法	248
思考题	251
习题	251

第 12 章 色谱分析法原理 /253

12.1 色谱分析法概述	253
12.2 色谱分析法的基本理论	256
思考题	265
习题	265

第 13 章 气相色谱分析法 /267

13.1 气相色谱仪	267
13.2 固定相及其选择	269
13.3 气相色谱检测器	273
13.4 色谱分离操作条件的选择	281
13.5 气相色谱分析方法	283
13.6 毛细管气相色谱法	288

13.7 气相色谱分析的应用	289
思考题	292
习题	292

第 14 章 高效液相色谱分析法 /293

14.1 高效液相色谱分析概述	293
14.2 影响液相色谱柱效的因素	294
14.3 液相色谱法的主要类型及其分离原理	295
14.4 液相色谱固定相和流动相	299
14.5 高效液相色谱仪	302
14.6 高效液相色谱法的应用	307
14.7 液相制备色谱和毛细管电泳	308
思考题	310

第 15 章 核磁共振波谱法 /311

15.1 概述	311
15.2 核磁共振基本原理	312
15.3 核磁共振波谱与分子结构	315
15.4 谱图解析	327
15.5 核磁共振谱仪与核磁共振实验	333
15.6 碳核磁共振波谱 (^{13}C NMR)	335
15.7 核磁共振法在石油化工中的应用	336
思考题	338
习题	338

第 16 章 质谱分析法 /342

16.1 质谱分析概述	342
16.2 质谱分析基本原理	342
16.3 离子的类型	351
16.4 质谱定性分析及图谱解析	354
16.5 色谱-质联用技术	360
思考题	363
习题	363

第 17 章 电子显微分析技术 /364

17.1 电子显微分析技术概述	364
17.2 电子光学基础	364
17.3 透射电子显微镜	368
17.4 扫描电子显微镜 (SEM)	380
17.5 电子探针及其它显微分析方法	387
思考题	389

第 18 章 热分析方法 /390

18.1	热分析方法概述	390
18.2	热重法	390
18.3	差热分析	394
18.4	差示扫描量热法	396
思考题		399

第 19 章 分析测定中的样品处理技术 /400

19.1	分析测定样品的处理过程	400
19.2	沉淀分离法	405
19.3	溶剂萃取与蒸馏技术	407
19.4	离子交换技术	411
19.5	层析技术	418
思考题		426
习题		426

参考文献 /427

1.1 仪器分析的发展与作用

1.1.1 分析化学和仪器分析的产生与发展

分析化学是化学的一个重要分支，它是一门获得物质的化学组成、测定相关成分含量、鉴定物质的化学结构和状态的信息科学。分析化学是发展和应用各种分析方法、仪器技术和研究策略，解决物质在空间和时间方面的化学组成、性质和性状的一门科学，属于表征和量测科学。几乎任何科学研究和生产领域，只要涉及化学现象，都会涉及分析化学。分析化学是科学研究和工业生产各领域的“千里眼”、探测器，以至于成为当今时代直接解决实际问题的工具学科。分析化学包括化学分析和仪器分析两大重要分支。

分析化学成为一门独立学科是近代的事情，但早在中世纪，甚至远古时代，化学还远远没有成为独立学科时，已有很多人开始从事分析检验的研究和应用实践活动了。早期的制陶、玻璃生产、金属冶炼、炼丹术等都原材料的鉴别，治病所用药物的识别等都是原始的定性分析。随着商品交换的产生和发展，进行产品的质量和纯度的控制需要制定各种货物或商品的质量的检验方法，这便是早期的定量分析。当采用“金”作为等价交换物后，民间对金的“七青八黄九紫十赤”的成色描述，是原始鉴定金含量的定量方法。18世纪初奠定了矿物、岩石和金属的重量分析方法，18世纪70年代至19世纪50年代产生并发展了滴定分析的容量分析方法，19世纪末至20世纪初产生了比色分析。至此，分析化学利用溶液四大平衡建立了自己的定量分析基础。20世纪40年代开始，由于材料、冶金、能源、化工等领域和行业发展的需求，加之物理学、电子学和光学的飞速发展，仪器分析诞生并开始快速发展，相继产生了吸收光谱、发射光谱、荧光光谱等光谱分析，电位、库仑、极谱等电化学分析，质谱和色谱等技术，各种相应的仪器分析方法也得以迅速发展，分析化学从此告别了以化学分析为主的时代，使得快速、准确、灵敏的各类仪器分析方法得到了完善和扩充。20世纪70年代以来信息科学、生命科学、材料科学、航天航空和环境科学等领域的发展，使分析化学发生了巨大的变革，将计算机、数学、物理学、电子学、化学、材料等科学和相应的工程、工艺学等学科的最新成就、技术溶入仪器分析，广泛渗透，使仪器分析方法得到突飞猛进地发展。在此期间，各类新型的仪器技术、仪器分析手段和分析方法不断涌现和更新，传统的仪器分析方法不断改进和发展，针对各种仪器的特点取长补短，产生了很多的多

机联用仪器分析新技术。仪器分析方法的灵敏度、准确度获得了极大的提高，仪器分析的应用领域和范围也得到大大的拓宽。目前，分析化学在化学、数学、物理学、计算机科学、生命科学和信息科学的大幅度交叉和渗透中，选择优化仪器操作和实验条件，自动采集和处理数据，最大可能地获取各种样品信息，得以生机勃勃的迅猛发展。所以，现在的分析工作者已经从单纯的仪器操作和数据提供者变成了实际问题的解决者。

1.1.2 化学分析与仪器分析的关联和分工

分析化学从方法上分为化学分析法和仪器分析法两大类。根据化学反应原理，采用简单的量器或仪器设备来获得组分成分和含量信息的方法，通常称为化学分析法。应用物质的某一物理或物理化学的特征，采用较复杂的仪器设备进行分析的方法，统称为仪器分析法或物理分析法。但这二者的区别并不十分严格。例如测定油品中烯烃含量、利用溴与烯烃的加成反应、用碘量法滴定溴的消耗量来求得烯烃含量的方法叫做化学分析法；而如果用库仑计测定溴的消耗量来求烯烃含量时，就称为仪器分析法。因此化学分析法与仪器分析法密切相关，互为补充，相得益彰。

1.1.2.1 化学分析方法

化学分析包括定性分析和定量分析。针对某些无机离子、有机官能团，通过适当的化学分离和鉴定反应进行定性分析；针对一些能够瞬间达到反应完全（指在溶液中未反应的被分析物质浓度低于 $10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ）的酸碱反应、沉淀反应、配位反应、氧化还原反应的物质（含有机物和无机物）进行定量分析，包括酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法和氧化还原滴定法等容量分析方法和称量（重量）分析法。

在分析化学上，常常根据试样的用量和操作方法不同，将其划分为常量、半微量和微量分析等。这种划分见表 1-1。

表 1-1 各种分析方法的试样用量

方法	试样质量/g	试样体积/g
常量分析	≥ 0.1	≥ 10
半微量分析	0.01~0.1	1~10
微量分析	0.0001~0.01	0.01~1
超微量分析	< 0.0001	< 0.01

当然上述分类方法也不是绝对的。在无机定性化学分析中，一般采用半微量操作法，而在经典的定量化学分析中常采用常量操作法。

必须指出，此处所给出的常量、半微量和微量分析等概念，并不表示被测组分的含量。通常根据被测组分的百分含量，又粗略地分为常量（ $> 1\%$ ）、微量（ $0.01\% \sim 1\%$ ）和痕量（ $< 0.01\%$ ）成分的分析。定量化学分析属于被测组分含量在 1% 以上的常量分析。

1.1.2.2 仪器分析方法

仪器分析包括成分分析、结构分析和状态分析等方面。它要解决的问题是物质中含有哪些组分，各种组分的含量是多少，这些组分的结构特征是什么，在物质中是如何存在的？显然，要解决此类问题，不仅要研究物质的分析方法，还要研究有关的理论和与之匹配的仪器。

仪器分析是物理及物理化学分析的一部分，一般是使用一些大型仪器设备，开展的是物质结构、表面分析、晶体结构及动力学分析等。

仪器分析的操作多数为半微量和微量操作，个别分析技术采用常量或痕量操作。仪器分析中的定量分析则主要是微量和痕量成分的分析。

1.2 仪器分析的特点

仪器分析是从事现代科学研究必不可少的重要手段和工具。当代仪器分析的特点主要有以下几点。

(1) 速度快，适合于复杂混合物样品的成批分析

在仪器分析方法中，常常是把样品中某一组分的某些特有性质直接或间接转化为检测信号，受样品中其它组分的干扰小于化学法，可以省略分离过程和节省时间。由于仪器分析多是自动记录和处理数据，微机终端控制，可自动进样、测量和计算，若分析样品能满足仪器的要求，分析速度是很快的；试样经过预处理后，分析结果仅需数秒至十几分钟即可打印出来。其次，因为仪器的准备工作对于一个样品或成批类似的样品所需时间几乎是一样的，为了提高效率和节省试剂消耗，配合工艺分析的要求，一些仪器如气相色谱仪、原子吸收光谱仪和元素分析仪等都备有连续自动进样系统，一次就能分析几十甚至上百个样品。

(2) 信息多，有利于结构或表面状态分析

通常采用化学分析时，一次仅能得到一个结果，只能进行物质组成的整体定性、定量分析，一般不涉及被测组分在试样中的状态和分布情况。仪器分析除能进行物质组成的整体定性、定量分析外，还可以进行结构分析、价态分析、状态分析、微区分析、无损分析以及酸碱解离常数、配位化合物的配位数和稳定常数、反应速度常数、键常数等许多物理化学常数的测定。仪器分析大多数方法一次往往能提供若干个信息，如红外提供一系列特征吸收峰、核磁共振提供不同的化学位移和偶合常数、质谱提供特征裂片峰、光电子能谱可同时显示多种元素内层电子结合能的特征谱峰等，有利于阐明未知物所含官能团及结构排列或固体表面的形态分析。

(3) 灵敏度高，样品用量少

仪器分析的灵敏度比化学分析的高很多，仪器分析法的检出限一般在 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) 级，有的甚至可以达到 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ($\text{ng} \cdot \text{g}^{-1}$) 级（见表 1-2）。随着电子技术及计算技术与仪器分析方法原理的结合，使分析的灵敏度或最低检出限不断改进，有的可达 10^{-12} 甚至 10^{-23} 数量级，十分有利于超纯物质、环保及地质样品中的痕量或微量分析。另一方面，由于提高了灵敏度，在分析过程中也可以相应减少样品的用量，缩短样品预处理时间。

表 1-2 各类仪器分析方法的检出限和准确度

方法	检出限	准确度(相对误差)/%
原子发射光谱法(AES)	$10^{-6} \sim 10^{-12} \text{g}$	1~10
原子吸收光谱法(AAS)	$10^{-4} \sim 10^{-15} \text{g}$	0.1~5
紫外-可见光谱法(UV-Vis)	$10^{-5} \sim 10^{-8} \text{g}$	1~5
红外光谱法(IR)	10^{-6}g	1~5
X射线荧光法(XRF)	10^{-7}g	1~5
离子选择性电极分析法(ISE)	$10^{-7} \sim 10^{-8} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	1~5
极谱及伏安分析	$10^{-6} \sim 10^{-12} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	2~5
库仑分析法	10^{-9}g	0.01~1
气相色谱法(GC)	$10^{-8} \sim 10^{-14} \text{g}$	0.5~5
质谱分析法(MS)	10^{-12}g	0.1~5
核磁共振波谱法(NMR)	0.01g	2~10
电子能谱法(ES,PES,AES)	10^{-18}g	5~10

仪器分析测定时所用试样量很少，往往固体样品可以低至只需要几 μg 、液体样品只需要几 μL 试样的程度。

(4) 可实现非破坏性分析，还可用少量样品相继进行多种分析

很多仪器分析对样品都是非破坏性的，如色谱、核磁、红外、紫外等分析过程，样品均不受破坏，因而在每次分析以后可以回收，再做其它项目的分析，从而可以得到多方面的分析结果，包括理化性质、化学组成和官能团含量等。例如在润滑油行车试验过程中，非破坏性分析对于考察添加剂含量、磨损金属含量及油品理化性质的变化，都是十分有利的。

某些仪器方法还可以准确测定试样中的常量和高含量组分。

(5) 易于实现自动化

仪器分析所提供的信息，大部分是以电讯号输出，因此从样品的进入到最终数据的处理都有可能实现自动化，这样就促使很多分析技术由实验室转移到工业装置的在线仪表上去，以代替全部人工操作。

(6) 不足之处

仪器分析方法也存在一些不足之处。

多数仪器分析方法的准确度还不太理想，其误差常在百分之几，进行定量分析时仅能满足低含量组分测定的要求，不适合常量和高含量成分的测定。当然，也有准确度稍高的仪器分析方法，如电位滴定法的相对误差在 $\pm 0.1\%$ ，电解分析、库仑分析的相对误差 $\leq \pm 0.01\%$ ，这些分析方法既可用于微量成分分析，也可用于常量或高含量组分的测定。

仪器分析的另一不尽如人意之处是常需要较复杂的仪器设备、投资大、对仪器的维护及对环境的要求高、需要配备一定专业水平的操作人员和维修人员等。此外，仪器分析方法显示结果的直观性都较差，通常除了电解分析和库仑分析外都需要标准物质去对比，容易出现系统误差，因此经常注意积累标准物质和校验仪器是保证分析结果准确的关键。

随着科学发展的深入和世界经济的发展，21 世纪的生命科学和信息科学的发展又对仪器、仪器分析手段和方法的发展提出了更高的要求。伴随而来的是仪器的自动化、多元化、高速化、智能化、微型化和仪器分析方法的高灵敏性、高选择性等的更新和进步。

1.3 仪器分析的基本内容及分类

仪器分析方法的种类繁多，根据它们测量的物理量、原理和本课程的教材特点，大致可以将其内容归属为电化学分析、光学分析、色谱分析、质谱分析、表面分析等。

1.3.1 电化学分析法

通过测量试样溶液所构成化学电池（电解池或原电池）的电化学性质（电导、电位、电量、电流等）而求得物质的组成、含量的分析方法，总称为电化学分析法。电化学分析法习惯上又分为电导分析法、电位分析法、电解分析法、库仑分析法和伏安分析（极谱分析）法等。

1.3.2 光学分析法

通过测量物质发射、吸收、散射或衍射电磁辐射的波长、强度或分布情况来确定物质的性质、含量、结构或晶体形貌的分析方法，总称为光学分析法。它又可以分为原子光谱法

(包括原子发射、原子吸收和原子荧光等光谱法)、分子光谱法(包括紫外-可见吸收、红外吸收、分子荧光和拉曼光谱等)、X射线光谱法(包括X射线发射、吸收、衍射和荧光等)和核磁共振、顺磁共振波谱法等。

1.3.3 色谱法

借助物质在两相间的分配比不同,使混合物中各组分达到分离,随后再进行定性、定量测定的分离分析方法,总称为色谱法,也叫层析法。色谱法有很多种类,依据不同分类方法也不同。

(1) 按两相状态分类

用液体作为流动相的色谱法称液相色谱法。用气体作为流动相的色谱法称气相色谱法。

在液相色谱中,由于固定相不同又可分为液-液色谱法和液-固色谱法。同理,气相色谱法也有气-液色谱和气-固色谱法之分。

(2) 按固定相形式分类

按固定相的使用形式不同,可分为柱色谱法、纸色谱法和薄层色谱法等。

(3) 按分离机理分类

按分离过程的机理不同,色谱法可以分为吸附色谱、分配色谱、离子交换色谱和排阻色谱法等。

1.3.4 其它仪器分析法

除了上述广泛应用的三大类仪器分析法外,还有热分析法、质谱分析法、中子活化分析法、表面分析法等。

特别是近30年来,随着世界科学技术和经济的飞速发展,以及科研、生产的需要,大批新型的、具有特殊用途的仪器分析技术和方法不断涌现,各种分类方法难以包容一切。本教材仅将部分现代仪器分析方法种类列于表1-3。

表 1-3 部分仪器分析方法的分类

类别	被测物理化学性质	相应的分析方法
电化学分析法	电导	电导分析法
	电池电动势	电位分析法
	电流-电压特性	极谱分析法、伏安滴定法、溶出伏安法、循环伏安法
	电量	电解分析法、库仑分析法
光学分析法	荷电粒子迁移	毛细管电泳分析法
	辐射的发射	发射光谱法(X射线、紫外-可见)、火焰光度法、放射化学法
	辐射的吸收	分光光度法(X射线、紫外-可见、红外)、原子吸收光谱法、核磁共振波谱法、电子自旋共振波谱法
	辐射的散射	浊度法、拉曼光谱法
	辐射的折射	折射法、干涉法
	辐射的衍射	X射线衍射法、电子衍射法
色谱分析法	辐射的旋转	偏振法、旋光色散法、圆二向色性法
	两相间的分配	气相色谱法、液相色谱法、薄层色谱法
热分析法	热性质	热重分析法、差热分析法、差示扫描热量法、热显微镜分析法、测温滴定法、热机械分析法、逸出气分析法、热电化学法
表面分析方法	电子能量	电子能谱(光电子、俄歇电子、俄歇微探针)、电镜(扫描、透射)
其它方法	质荷比	质谱法
	核性质	中子截面法、同位素质量法

1.4 仪器分析的重要性

仪器分析是分析化学的重要组成部分，它在科学研究和国民经济建设的各个领域起着至关重要的作用。

1.4.1 仪器分析在科学研究中的作用

在现代和未来的科学技术发展过程中，仪器分析所涉及各类仪器及仪器分析方法扮演着极其重要的角色。21世纪，生命科学领域的研究已经开始进入鼎盛时期。1985年美国科学家率先提出人类基因组计划，该计划由美、英、法、德、日本和中国等国的科学家共同参与，并与1990年正式启动。“人类基因组计划”旨在对构成人类基因的30多亿个碱基进行精确测序，发现所有的人类基因并确定其在染色体上的位置和结构，破译遗传信息。参与该项研究计划的上述6个国家于2000年6月26日共同宣布人类基因组草图已经提前5年绘制完成。促进这一重要科学计划提前完成的是现代科学仪器——毛细管电泳DNA自动测序仪的诞生和使用。之前的DNA测序所用的最先进的凝胶电泳测序仪约8h测定1000个样品，而毛细管电泳DNA自动测序仪只需要15min就可完成。应该说，如果没有DNA自动测序仪和超级计算机就不会有基因组计划的顺利完成。在人类基因组计划被成功解读之后，作为生命科学中人类功能基因组学的另一种重要的功能物质群-蛋白质组计划又成为了生命科学界新的研究焦点。可想而知，实施蛋白质组学研究的技术关键仍旧是现代的仪器手段和方法，如生物大分子质谱分析和三维结构核磁共振仪器和分析技术的建立。

因此，在科学研究中，要知道自己研究的中间过程是否理想、结果是否符合预期目标等，不采用现代快速、准确的仪器和高速数据处理能力的计算机技术结合，上述问题都会遇到意想不到的困难，甚至无法解决。

1.4.2 仪器分析在工矿企业生产活动中的作用

在几乎所有化学化工、高分子材料、石油及石油化工、塑料、橡胶、精细化工、染织业、农药、医药等企业生产过程中，涉及到的原料、中间体、产品和相关物质的结构、含量等的过程和质量控制问题，现代仪器分析和对应的分析方法起着至关重要的作用。企业为保障产品的质量，往往是从原料开始抓起，在原料采购和进厂过程的每个环节都需要严格把关，而实现这一点的最好措施就是利用现代仪器方法进行检验。在生产过程中，对各个生产的工序和中间环节，如化工生产中的单元操作，需要经常采样，通过分析检验来了解各生产工序是否正常。最终产品的检验更是任何一个企业必不可少的重要环节。生产过程是否存在“三废”污染，为保护环境需要企业本身对其采取处理或治理措施，而要知道“三废”污染物质是什么、有多少，如何选择治理方式，治理后的排放是否达到标准等都需要对其采样检测。上述企业的生产、治理环节的各种检测，离开仪器分析是不可能的。因此，仪器分析在工业企业生产活动中起着不可替代的作用。

1.4.3 仪器分析在国民经济建设中的作用

仪器分析在国民经济建设的各个领域都起着重要的、不可替代的作用。在能源领域，如石油和煤炭的勘探与冶炼，新能源的开发利用等的研究、开发、利用的每个环节都离不开仪

器分析；地质行业中的各种地质勘探也需要仪器分析；冶金行业中的原材料选择、钢铁和有色金属冶炼的炉前分析等也都需要仪器分析；在轻工领域，造纸、纺织、印刷等行业的原料和各种添加剂分析也主要是靠仪器分析。仪器分析在食品行业中的食品和食品添加剂分析占有非常重要的地位，尤其是食品安全的检测、评价，对仪器分析方法的检测范围、检测速度、灵敏度和无损检测都提出了更高的要求。在农业领域，各种农药、化肥、喷洒药剂的分析，各种农作物、蔬菜、果品的蛋白质、糖分、营养物质成分和农药残留、重金属等有害成分的分析检测，基本上都是靠仪器分析解决问题。在医学行业，很多的临床检测（如 X 射线透视、CT、核磁共振、血液检验、病灶组织分析等）中有很多是通过仪器分析手段来实现的。医药行业的药物分析、中药解剖及有效成分测定等都离不开仪器分析。在材料科学领域，材料的成分和结构测定，新材料的研究、生产和使用，新型纳米材料的表征分析、粒径测定等都需要现代仪器分析来解决。

在环境科学领域，环境监测是其重要的组成部分，而绝大多数环境监测项目都是仪器分析方法。在公安、交通系统的案件侦破工作中，仪器分析也往往扮演者极其重要的角色。体育竞赛领域的尿液、血液中的药物监测也大都采用仪器分析方法。凡此种种，可以看出在国民经济建设的各行各业中，仪器分析占据着极其重要的位置，甚至起着其它手段无法替代的重要作用。

1.5 仪器分析的发展趋势

科学研究离不开分析化学，而当代分析化学的主体是仪器分析。分析化学已经发展到分析科学阶段，并且已经“走出了化学”，作为现代分析化学支柱的仪器分析的发展更加体现了当前科学技术的前沿。随着现代科学技术的进步和生产力的发展，尤其是航天航空、现代国防技术及生态、生命、环境、新能源等行业和食品安全等领域的发展，不仅对仪器分析方法的测定准确度、灵敏度、分析速度、选择性、应用范围以及仪器的自动化和智能化、操作的简便性等各个方面都不断提出更高的要求，而且还要求仪器能够对待测定的物质提供更多、更复杂的有用信息。从常量分析到微量、痕量分析；从整体成分分析到微区分析、表面分析和区域分析；从成分分析、结构分析到状态分析和分布分析；从静态分析到快速反应跟踪分析和生产在线分析等。对于近代仪器分析提出的这些新任务和新要求，大大促进了仪器分析领域的新仪器、新技术和新方法的发展。仪器分析已经成为代表和统领近代分析化学发展方向的主要分支。归纳起来，仪器分析的发展趋势主要表现在以下几个方面：

1.5.1 仪器分析进一步向综合化科学领域发展

21 世纪的分析化学已经发展成为分析科学，而且是多学科综合的一门科学。而它的内涵实际是以仪器分析科学发展为主。

仪器分析的飞速发展使它从定义、基础、原理、方法、仪器及技术发生了根本变化。与之密切相关的概念是化学计量学、传感过程控制、自动化分析、专家系统、生物技术和生物过程，以及微型分析引入的微电子学，集微光学和微工程学等。

现代仪器分析正把化学与数学、物理学、计算机科学、生物学结合起来，引进当代科学技术的最新成就，革新原有的仪器方法，开发新的仪器技术，发展成为一门多学科综合性科学。21 世纪上半叶的仪器分析研究热点将集中在以下几个领域：纳米技术在分析仪器领域

的应用及其纳米材料的系统测量技术、量子级激光技术的应用、近红外光谱分子结构分析技术和专用仪器、化学发光和电化学发光分析技术、仿生分析技术、生物芯片微型流动分析技术、离子淌度谱学技术、光谱视网膜技术等。

仪器分析已经由单纯的提供数据和结构，上升到从分析数据和结构、构型中获取有用的信息和知识，成为生产和科研中实际问题的解决者。

分析仪器的主要应用领域向生命科学或生物医学领域转移。随着人类基因组计划的实施和完成，以及人口老龄化问题的加剧，这个趋势肯定还会增强。多数学者认为：如果说生命科学是 21 世纪的一门基础科学，那么它的发展将绝对离不了作为 21 世纪技术科学——分析科学的帮助。人类基因组计划的实施和完成、蛋白质大分子摩尔质量测定和结构分析的成功就是最好的例证。

1.5.2 分析仪器的计算机化、小型化、自动化和智能化

目前，早已成功实现了仪器分析与计算机的结合，随着计算机科学的飞速发展，进一步强化软件功能，实现联网运作，结合覆盖全球的网络系统，创建虚拟仪器和能够利用全世界仪器资源的虚拟实验室已经在实施中了。

作为研究尖端科学问题用的大型精密仪器的专门化和大量应用型仪器的小型化，甚至微型化，比如质谱仪器已经有 $20\text{cm} \times 30\text{cm}$ 的小型仪器问世，2002 年匹兹堡会议上展示了一种只有皮鞋盒子大小的四极杆质谱仪和飞行距离只有 4cm 的飞行时间质谱仪，目前这些仪器已经上市使用。芯片上的离子阱质谱仪器也已经研制成功。有些质谱仪器总重量还不到 1kg。

现代仪器分析大多已经成功实现了部分分析过程的自动化。目前正在采用激光、纳米、生物、仿生、芯片、多维成像等高新技术，向全过程分析的自动分析、自动高速采集和处理数据、自动给出数据处理结果、自动控制科研或生产过程的高智能化方向发展。

1.5.3 仪器的多机联用、一机多用

将不同特点和用途的两种或两种以上的仪器联合使用，充分发挥各机的优势，“扬长避短”，从而实现复杂试样和难以实现的分析任务，是仪器分析的又一重要发展趋势。例如已经实现的色谱-质谱-计算机、色谱-红外-计算机联用仪器，就是利用色谱法的分离效果好、鉴定手段差，质谱和红外的鉴定能力强，计算机数据处理快捷的特点，大大提高了分析效能。色谱和四级杆、飞行时间等多级质谱串联可以大大提高复杂物质及复杂结构的样品分析的准确性。

科学生产的发展对分析仪器提出了实现一机多用分析的要求，即要求一种分析仪器既可以同时进行定性、定量分析，也可以一次实验同时获得多种组分的含量和结构、晶型、尺寸等信息。如等离子体发射光谱仪用一个样品既可一次同时给出 20~30 种元素的定性和定量结果；X 射线衍射仪可以同时晶体中的元素组成、晶体结构和晶面尺寸进行分析。

1.5.4 仪器的大众化和日用品化

在现代科学研究中，作为研究尖端科学问题使用的大型精密仪器还会有一定的需求，但大量需要的将是功能强大的小型分析仪器。分析仪器的公众化和日用商品化，实现分析仪器的家用和个人分析应用，比如家用空气污染物测定仪器等，制造可穿戴及植入式或埋入式分析仪器等仪器分析的普及应用是又一新趋势。