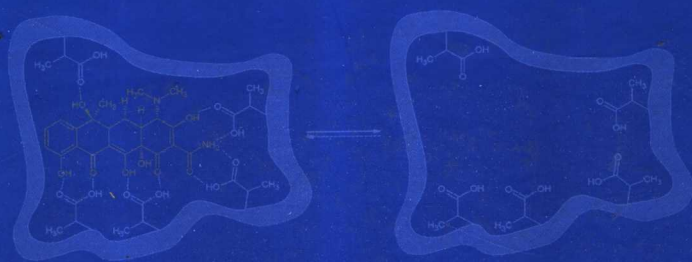


分析仪器使用与维护丛书

样品前处理 仪器与装置

李攻科 胡玉玲 阮贵华 等编著



化学工业出版社

本书是《分析仪器使用与维护丛书》的分册之一。书中全面系统地介绍了目前国际上各种先进的样品前处理技术,着重介绍样品前处理仪器与装置的结构、原理、使用维护方法及样品前处理方法的应用等,同时阐述了各种样品前处理仪器或装置与各类分析仪器的联用技术。

全书内容包括固相萃取、固相微萃取、微波辅助消解及微波辅助萃取、超临界流体萃取、加速溶剂萃取、膜分离、凝胶渗透色谱、热解吸、吹扫捕集、流动注射、薄层扫描、液相微萃取、高速逆流色谱等样品前处理仪器与装置及应用。

本书反映了样品前处理仪器与装置的基本原理、结构及国内外有关新成就、新技术,可供科研院所、大专院校、工矿企业、分析测试部门从事科学研究和分析测试的工作者参考,也可作为大专院校和科研院所相关专业师生的教学参考书。

图书在版编目(CIP)数据

样品前处理仪器与装置/李攻科等编著. —北京:化学工业出版社, 2007. 5

(分析仪器使用与维护丛书)

ISBN 978-7-122-00060-6

I. 样… II. 李… III. 样品-前处理-分析仪器 IV. TH83

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 031164 号

责任编辑: 杜进祥

文字编辑: 李姿娇

责任校对: 周梦华

装帧设计: 郑小红

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)

印刷: 大厂聚鑫印刷有限责任公司

装订: 三河市前程装订厂

720mm×1000mm 1/16 印张 21¼ 字数 402 千字 2007 年 5 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: 45.00 元

版权所有 违者必究

京化广临字 2007—12 号

序 (一)

科学技术发展的历史表明,科学仪器对认识自然界的规律,促进生产技术的进步和革命,起着非常重要的作用。科学仪器水平直接反映了一个国家科学技术和工业发展水平。世界发达国家都将科学仪器作为信息产业源头,列入新兴产业范畴,把发展科学仪器工业作为提高整个社会劳动生产力和社会效益的强有力的支柱。所以发展科学仪器对我国科技进步和经济、社会发展具有极为重要的战略意义。

分析仪器是科学仪器的重要组成部分。当前,分析仪器的仪器拥有量增加很快,据统计,2002年分析仪器全球销售额比2000年增长了23%。我国分析仪器进口额,2002年比2000年增长了78%。分析仪器的应用范围也越来越广,特别在营养与食品安全、药物与代谢产物、生态环境、材料科学、石化与油田化学、公共卫生等直接关系到人类生存和发展的各学科和领域的应用,更受到普遍的关注。同时,由于新原理、新技术、新材料和新工艺的广泛采用,分析仪器得到了日新月异的发展。仪器的小型化、微型化、智能化发展十分迅速;为适应过程分析要求,各种实时、非侵入式在线分析仪器得到快速发展,科学仪器也正从通用型转向专用型;各种新技术、新方法的广泛应用,使仪器灵敏度更高、分析速度更快、适用范围更广;仪器可靠性和自动化程度不断提高,仪器的操作更为简便。因此,加强分析仪器知识的继续教育,对分析仪器研究、开发、生产、使用者,乃至一切关心我国分析仪器发展的同志都是一个极为重要的问题。

为此目的,经化学工业出版社提议,中国仪器仪表学会分析仪器学会组织编写了《分析仪器使用与维护丛书》。这套丛书以“简明实用、选材新颖、特色鲜明、通俗易懂”为主导思想,着重介绍分析仪器结构、原理、应用领域,也扼要介绍仪器的使用方法、维护要求、故障处理与校正,力图反映分析仪器领域的基本知识、基本方法以及最新成果。这套丛书由长期从事仪器分析或分析仪器实际工作的专家撰写,其完整性、实用性非常突出,不失为从事和关心仪器分析的人员更好地了解和掌握分析仪器及其使用和维护保养知识的专业参考书。

中国仪器仪表学会分析仪器学会

王顺昌理事长

2004年10月

序（二）

现代科技和产业的发展，促进了分析测试仪器的迅猛发展和推广应用。当今发展最快的科技领域如生命科学、生物工程、环境科学和生态保护、现代医学和中医药物、纳米科技等领域的基础研究和应用工作，都离不开各种类型的分析测试仪器，分析仪器已成为最基础的设备之一，其对国民经济的重要作用是其任何方法与手段所无法替代的。

分析测试是科技与生产的眼睛，是衡量一个国家经济与科技发展水平的主要标志。随着我国科学技术的飞速发展，分析仪器的应用领域越来越广阔，越来越深入，从事分析仪器使用和管理工作的人员也在迅速增多。为了适应这一形势的需要，化学工业出版社与中国仪器仪表学会分析仪器学会组织编写了《分析仪器使用与维护丛书》，以帮助有关科技人员了解和掌握分析仪器的使用和维护保养，提高仪器使用效率与使用寿命。

这套丛书贯穿了“简明实用、选材新颖、特色鲜明、通俗易懂”的主导思想。不仅对于不同分析仪器的基本知识和基本方法扼要介绍，也重点对不同类型、用途分析仪器的使用方法、维护要点、故障处理与校正等作了较为详尽的介绍，为广大分析工作者提供了一套实用、便捷的案头书。

这套丛书的所有执笔者皆为长期从事仪器分析或分析仪器实际工作的专家学者，也有在第一线工作的年轻人。他们欲通过这套丛书把自己的经验与大家分享，因此当作者提出请我为《分析仪器使用与维护丛书》做序时便欣然应允。我真切地希望广大分析工作者可以通过这套书能更好地掌握和利用分析仪器，为各领域科研与生产，为提高国民经济总体目标服务。

张永成 2004.10.29

前 言

样品前处理是一个非常耗时、繁琐且容易引入分析测定误差的过程。随着科学技术的进步,分析技术和分析仪器不断发展,对分析的灵敏度、精密度和自动化程度要求越来越高,而耗时、费力和效率低的样品前处理已经成为整个分析过程的瓶颈,引起国内外分析学者的广泛重视,发展快速、高效、简单、绿色的样品前处理技术成为分析化学的前沿课题。迄今为止,不仅传统的样品前处理技术与装置得到改进和完善,而且出现了很多新的样品前处理技术与装置。

目前,尽管在很多分析化学书籍和文献中都涉及了各种样品前处理技术与装置的论述,但关于样品前处理仪器与装置方面的书籍很少。因此,我们根据多年来的研究实践并查阅近年来国内外的相关文献资料编写了本书,以求为科研院所、大专院校、工矿企业、分析测试部门从事科研和分析测试的人员提供参考,也为大专院校相关专业师生提供一本实用的教学参考书。

本书主要介绍了目前国际上多种先进的样品前处理技术,着重讲述了各种样品前处理装置及仪器的原理、结构、应用领域,也扼要说明了各种样品前处理装置的使用方法、维护要点等,力求反映样品前处理仪器与装置的基本原理、基本结构及最新成果。全书共分15章,分别介绍了目前广泛应用或具有良好发展前景的固相萃取、固相微萃取、微波辅助消解及微波辅助萃取、超临界流体萃取、加速溶剂萃取、膜分离、凝胶渗透色谱、热解吸、吹扫捕集、流动注射、薄层色谱、液相微萃取及高速逆流色谱等样品前处理仪器与装置及应用。

参加本书资料收集、编写、校核的人员均来自于中山大学化学与化学工程学院分析科学研究所的科研一线,其中李攻科、胡玉玲、阮贵华、汪军霞、张卓旻、胡小刚、黄健祥参加了资料收集、编写和校核工作;尹怡、蔡积进、郑彦婕、张宏峰、傅月理参加了资料收集、编写工作;杜甫佑、张毅、邓建朝、焦哲参加了部分校核工作。周小南为本书的图表制作做了大量而细致的工作。全书由李攻科统稿。

本书参阅和引用了大量中外文参考书籍和文献资料,主要的参考文献均列在每章的末尾。在此特向有关作者致以衷心的感谢。书中部分内容是作者及所带研究生从事研究的成果,这些研究多年来得到国家自然科学基金(编号为29977029、20375050和20575081)和广东省自然科学基金(编号为974078、990292、031586和06023094)等的资助,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限，加上一些领域的研究刚刚起步，无论从理论上还是技术上都有待于继续深入研究及完善，书中不妥、不足之处在所难免，恳请专家和读者批评指正。

编 者

2007 年 2 月于广州

目 录

第 1 章 绪论	1
1.1 样品前处理在分析化学中的地位	1
1.2 样品前处理的目的	1
1.3 样品前处理方法的评价标准	2
1.4 传统的样品前处理方法及其缺点	3
1.5 样品前处理技术的分类	4
1.5.1 固体样品前处理技术	4
1.5.2 液体样品前处理技术	5
1.5.3 气体样品前处理技术	7
1.6 样品前处理技术的发展	8
参考文献	10
第 2 章 固相萃取仪器与装置	12
2.1 概述	12
2.2 固相萃取的基本原理、分离模式及操作步骤	12
2.2.1 固相萃取的基本原理	12
2.2.2 固相萃取的分离模式	13
2.2.3 固相萃取的操作步骤	14
2.3 固相萃取装置	15
2.3.1 固相萃取的基本装置	15
2.3.2 圆盘固相萃取装置	18
2.3.3 真空多歧管固相萃取装置	20
2.3.4 全自动固相萃取仪	22
2.4 固相萃取联用装置	24
2.5 固相萃取吸附剂	26
2.5.1 固相萃取吸附剂的要求	26
2.5.2 常用固相萃取吸附剂	27
2.5.3 固相萃取吸附剂的选择	31
2.6 固相萃取溶剂的选择	32
2.6.1 固定相活化溶剂的选择	32
2.6.2 上样萃取溶剂的选择	33

2.6.3 淋洗溶剂的选择	33
2.6.4 洗脱溶剂的选择	33
2.7 固相萃取的应用	33
2.7.1 固相萃取在环境分析中的应用	33
2.7.2 固相萃取在生物样品分析中的应用	34
2.7.3 固相萃取在食品分析中的应用	34
参考文献	35

第3章 固相微萃取仪器与装置 36

3.1 概述	36
3.2 固相微萃取的基本装置和操作步骤	36
3.3 固相微萃取的理论基础及其发展	38
3.4 固相微萃取装置的进展	39
3.4.1 萃取头内部冷却装置	39
3.4.2 萃取头内部加热装置	40
3.4.3 萃取头形式的改进	41
3.5 固相微萃取气体采样装置	43
3.5.1 室内挥发性有机污染物固相微萃取采样装置	43
3.5.2 人体气味固相微萃取采样装置	46
3.6 固相微萃取联用技术进展	47
3.6.1 固相微萃取-气相色谱联用装置 (SPME-GC)	47
3.6.2 固相微萃取-高效液相色谱联用装置 (SPME-HPLC)	50
3.6.3 固相微萃取-毛细管电泳联用装置 (SPME-CE)	52
3.7 固相微萃取涂层	53
3.7.1 固相微萃取涂层的研究现状	53
3.7.2 固相微萃取涂层的萃取机理及其分类	58
3.7.3 固相微萃取涂层的选择	58
3.7.4 使用固相微萃取涂层时应注意的问题	59
3.8 固相微萃取的应用前景	59
参考文献	60

第4章 微波辅助样品前处理装置 64

4.1 概述	64
4.1.1 微波简介	64
4.1.2 微波加热机理及微波的特性	65
4.1.3 微波加热的特点	68
4.1.4 微波辅助样品前处理技术的发展历程	68
4.2 微波辅助样品前处理装置总论	69

4.2.1	微波辅助样品前处理装置的主要构件和作用	69
4.2.2	微波辅助样品前处理装置的基本结构	72
4.2.3	微波样品容器	74
4.3	微波辅助消解样品前处理装置	75
4.3.1	开罐聚焦微波样品消解系统	75
4.3.2	密闭高压微波样品消解系统	76
4.3.3	在线微波样品消解系统	79
4.3.4	其他微波辅助消解装置	80
4.4	微波辅助萃取样品前处理装置	80
4.4.1	密闭式微波辅助萃取装置	81
4.4.2	开罐式聚焦微波辅助萃取装置	84
4.4.3	微波辅助萃取技术与其他方法的联用	87
4.5	其他微波辅助样品前处理装置	89
4.6	选择微波辅助样品前处理装置的原则和安全防护	91
4.6.1	微波辅助样品前处理装置中功率、温度以及压力控制技术	91
4.6.2	微波辅助样品前处理装置的正确使用与维护	93
4.7	微波辅助样品前处理技术的应用	97
4.7.1	微波辅助消解技术的应用	97
4.7.2	微波辅助萃取技术的应用	99
	参考文献	100
第5章	超临界流体萃取仪	105
5.1	概述	105
5.1.1	超临界流体萃取技术的发展	105
5.1.2	超临界流体萃取技术的优点	105
5.1.3	超临界流体萃取与普通液体萃取的比较	106
5.2	超临界流体萃取的基本原理	106
5.2.1	超临界流体的定义	106
5.2.2	常用超临界流体物质的超临界性质	107
5.2.3	超临界流体萃取的基本原理	107
5.3	超临界流体萃取的仪器设备	109
5.3.1	超临界流体萃取的基本流程	109
5.3.2	超临界流体萃取的系统分类	110
5.3.3	超临界流体萃取仪的基本部件	111
5.3.4	超临界流体萃取的收集技术	112
5.4	超临界流体萃取技术的影响因素	114
5.4.1	超临界流体种类的选择	114

5.4.2	萃取压力和温度	116
5.4.3	萃取时间	117
5.4.4	超临界流体流量	117
5.4.5	萃取池的几何形状和尺寸	118
5.4.6	样品量和样品颗粒大小	118
5.4.7	分析物的溶解度	118
5.4.8	样品基体	118
5.4.9	萃取流体及分析物的极性	118
5.4.10	水	119
5.5	超临界流体萃取仪器及其使用	119
5.5.1	超临界流体萃取的商品化仪器	119
5.5.2	超临界流体萃取装置的改进	120
5.5.3	超临界流体萃取与其他分析技术的联用	122
5.6	超临界流体萃取的应用	124
5.6.1	超临界流体萃取技术在生物样品分析中的应用	125
5.6.2	超临界流体萃取技术在天然产物提取中的应用	125
5.6.3	超临界流体萃取技术在药物分析中的应用	126
5.6.4	超临界流体萃取技术在环境样品分析中的应用	126
5.7	超临界流体萃取技术展望	127
	参考文献	127
第6章	加速溶剂萃取装置	129
6.1	加速溶剂萃取的工作原理	129
6.1.1	溶解度和质量转移效应	130
6.1.2	表面平衡的瓦解效应	130
6.2	影响加速溶剂萃取效率的因素	130
6.2.1	萃取温度	130
6.2.2	萃取压力	131
6.2.3	溶剂的选择	131
6.2.4	热降解	131
6.3	仪器系统	133
6.3.1	商品化仪器	134
6.3.2	仪器装置的进展	135
6.4	加速溶剂萃取应注意的问题	137
6.4.1	分析样品的预处理	137
6.4.2	加速溶剂萃取条件的选择	137
6.4.3	加速溶剂萃取方法的建立	138

6.5 加速溶剂萃取的应用	139
6.5.1 加速溶剂萃取在环境分析中的应用	139
6.5.2 加速溶剂萃取在食品及农残分析中的应用	139
6.5.3 加速溶剂萃取在制药和天然产物分析中的应用	140
6.5.4 加速溶剂萃取在聚合物分析中的应用	140
参考文献	141
第7章 膜分离技术	143
7.1 膜及膜的分类	143
7.2 膜分离的原理	145
7.2.1 渗透和反渗透	146
7.2.2 微滤	147
7.2.3 超滤	148
7.2.4 纳滤	149
7.2.5 渗析	149
7.2.6 电渗析	149
7.2.7 液膜分离技术	150
7.2.8 其他膜分离过程	151
7.3 膜分离组件	153
7.4 分析样品处理过程中的膜分离模块结构	155
7.4.1 膜分离-质谱联用 (MI-MS)	155
7.4.2 膜分离-气相色谱联用	159
7.4.3 膜分离-液相色谱 (液相色谱-质谱) 联用	160
7.5 膜分离技术在色谱分析中的应用	160
7.5.1 环境样品中挥发性有机污染物的分析	160
7.5.2 食品中风味和香味物质的分析	162
7.5.3 环境样品中多氯联苯及其他农残的分析	163
参考文献	165
第8章 凝胶渗透色谱仪	166
8.1 概述	166
8.1.1 凝胶渗透色谱的发展	166
8.1.2 凝胶渗透色谱与其他样品前处理方法的比较	168
8.2 凝胶渗透色谱法的基本原理和特点	168
8.2.1 空间排斥理论	169
8.2.2 限制扩散理论	171
8.2.3 流动分离理论	171
8.2.4 凝胶渗透色谱的分离特点	172

8.3 凝胶渗透色谱净化系统	173
8.3.1 凝胶渗透色谱净化系统的基本结构	173
8.3.2 凝胶渗透色谱净化系统的操作过程	181
8.3.3 凝胶渗透色谱净化系统与气相色谱仪的联用	182
8.3.4 凝胶渗透色谱仪的日常维护	183
8.4 凝胶渗透色谱填料和溶剂的选择	183
8.4.1 凝胶填料的类型	183
8.4.2 凝胶填料的性能	184
8.4.3 常用凝胶填料及其选择	184
8.4.4 溶剂的选择	186
8.5 凝胶渗透色谱法的应用	186
参考文献	189
第9章 热解吸装置	191
9.1 热解吸原理	191
9.2 热解吸装置的组成部分	193
9.2.1 加热器	195
9.2.2 冷阱	195
9.2.3 传输管	196
9.3 热解吸应注意的问题	196
9.3.1 吸附柱的选择	196
9.3.2 装置的主要准备工作	197
9.3.3 峰形差	197
9.3.4 吸附柱的老化	197
9.3.5 分析固体样品时的精密度差	198
9.3.6 含水样品的分析	198
9.3.7 样品的重收集	198
9.3.8 玻璃棉的使用	199
9.3.9 安全取样体积的测定	199
9.4 热解吸技术的应用	199
参考文献	201
第10章 吹扫捕集装置	203
10.1 概述	203
10.2 吹扫捕集的基本原理和装置	204
10.2.1 基本原理及操作步骤	204
10.2.2 影响吹扫捕集效率的因素	206
10.2.3 吹扫捕集器的组成部分	207

10.3	吹扫捕集中的吸附剂材料简介	209
10.3.1	吸附剂的类型及性质	209
10.3.2	吸附剂研究进展	210
10.4	商用化的吹扫捕集仪器	211
10.4.1	Tekmar 公司吹扫捕集装置	212
10.4.2	Chrompack 公司吹扫捕集装置	212
10.4.3	SIS 吹扫捕集器及 TD-4 型短径热脱附系统	213
10.4.4	HAPSITE SituProbe 吹扫捕集装置	214
10.5	吹扫捕集法的改进技术	215
10.5.1	吹扫捕集在应用中存在的问题	215
10.5.2	吹扫捕集法的技术改进	216
10.6	吹扫捕集法的应用进展	219
10.6.1	吹扫捕集法在环境样品分析中的应用	219
10.6.2	吹扫捕集法在食品分析中的应用	220
10.6.3	吹扫捕集法在生物样品分析中的应用	220
10.7	吹扫捕集技术展望	220
	参考文献	221
第 11 章	流动注射分析仪	224
11.1	概述	224
11.2	流动注射分析仪的工作原理	225
11.3	流动注射分析仪器设备	226
11.3.1	液体传输设备	226
11.3.2	进样阀	229
11.3.3	连接管道	231
11.3.4	混合反应器	232
11.3.5	检测器	232
11.3.6	流动注射分析中常见的问题以及日常维护	233
11.4	商品化的流动注射分析仪	234
11.5	流动注射分析技术的新进展	235
11.5.1	顺序注射分析技术	235
11.5.2	流动注射-可更新表面技术	236
11.5.3	阀上实验室	237
11.5.4	微流控芯片技术	237
11.6	流动注射分析在样品分离富集中的应用	238
11.6.1	流动注射溶剂萃取分离	239
11.6.2	流动注射在线沉淀及共沉淀分离	241

11.6.3	流动注射吸着分离与预富集	241
11.6.4	流动注射在线渗析系统	241
11.6.5	流动注射在线气体扩散分离系统	241
11.6.6	其他流动注射在线分离系统	243
11.7	流动注射分析的应用	244
11.8	展望	245
	参考文献	245
第12章	薄层色谱装置	247
12.1	概述	247
12.2	薄层色谱法的原理及主要技术参数	248
12.2.1	定性参数	248
12.2.2	相平衡参数	249
12.2.3	分离参数	250
12.3	薄层色谱装置及操作程序	250
12.3.1	薄层板的制备	251
12.3.2	点样	252
12.3.3	展开	254
12.3.4	显色	254
12.3.5	扫描测定	255
12.3.6	旋转薄层色谱	259
12.3.7	薄层色谱联用技术	259
12.4	固定相和展开剂的选择	260
12.4.1	固定相的选择	260
12.4.2	展开剂的选择	262
12.5	薄层色谱操作中应注意的问题	263
12.5.1	选择固定相应注意的问题	263
12.5.2	铺板与活化应注意的问题	263
12.5.3	点样时应注意的问题	263
12.5.4	展开时应注意的问题	264
12.5.5	薄层扫描和定量时应注意的问题	264
12.6	薄层色谱的应用	265
12.6.1	薄层色谱在化学工业中的应用	265
12.6.2	薄层色谱在中药研究中的应用	265
12.6.3	薄层色谱在生化分析中的应用	265
12.6.4	薄层色谱在环境分析中的应用	266
	参考文献	266

第 13 章 液相微萃取装置	268
13.1 概述	268
13.2 液相微萃取的模式	268
13.2.1 静态液相微萃取	268
13.2.2 动态液相微萃取	273
13.3 液相微萃取的理论基础	276
13.3.1 两相液相微萃取的理论基础	276
13.3.2 三相液相微萃取的理论基础	277
13.3.3 顶空液相微萃取的理论基础	277
13.4 萃取效率的影响因素	278
13.4.1 有机溶剂种类	278
13.4.2 液滴大小	278
13.4.3 搅拌速率	278
13.4.4 盐效应	279
13.4.5 料液与接受相的体积	279
13.4.6 pH 值	279
13.4.7 温度	279
13.4.8 萃取时间	279
13.4.9 柱塞运动的速度和停留时间	280
13.5 液相微萃取技术的应用	280
13.5.1 液相微萃取技术在生物样品前处理中的应用	280
13.5.2 液相微萃取技术在环境水样前处理中的应用	281
13.5.3 液相微萃取技术在其他领域中的应用	281
参考文献	282
第 14 章 高速逆流色谱仪	284
14.1 高速逆流色谱的原理和特点	284
14.1.1 高速逆流色谱的原理	284
14.1.2 高速逆流色谱技术的特点	287
14.2 高速逆流色谱分离系统	288
14.2.1 液体传输系统	290
14.2.2 连接管道	291
14.2.3 分离柱系统	291
14.2.4 检测器	291
14.3 高速逆流色谱分离效果的影响因素及分离前的准备	293
14.4 商品化的高速逆流色谱仪器	299
14.5 高速逆流色谱技术的发展	301

14.5.1 高速逆流色谱与质谱的联用	301
14.5.2 双向逆流色谱技术	303
14.5.3 pH-区带精制逆流色谱技术	303
14.5.4 正交轴逆流色谱技术	304
14.5.5 高速逆流色谱仪的最新研究进展	304
14.6 高速逆流色谱技术的应用	305
14.6.1 高速逆流色谱在植物有效成分分离中的应用	305
14.6.2 高速逆流色谱在其他方面的应用	308
14.7 高速逆流色谱技术和仪器装置展望	309
参考文献	309
第 15 章 其他样品前处理装置	312
15.1 液-液萃取装置	312
15.2 索氏萃取装置	314
15.3 液-气萃取装置	315
15.4 蒸馏装置	315
15.5 水蒸气蒸馏装置	317
15.6 柱色谱装置	317
15.7 超声波萃取装置	318

第1章 绪 论

在分析化学发展过程中,样品前处理技术一直不受重视。相对于现代分析仪器的快速发展,样品前处理技术及仪器的发展滞后并制约了分析化学的发展。在过去几十年中,分析化学的发展集中在研究分析方法的本身:如何提高灵敏度、选择性及分析速度;如何应用物理与化学中的理论来发展新的分析方法与技术,以满足高新技术对分析化学提出的新目标与高要求;如何采用高新技术的成果改进分析仪器的性能、速度及自动化的程度等。长期以来忽视对样品前处理方法与技术的研究,使样品前处理技术成为制约分析化学发展的瓶颈。

现代分析化学所面临的样品性质的复杂程度是前所未有的,分析对象不仅包括气、液、固相中的所有物质,而且往往以多相形式存在;其组成不但复杂,而且测定时往往相互干扰;同时被测物的浓度越来越低,稳定性随时空变化,因而给分析测定带来了一系列困难。尤其是各种环境与生物样品采样后直接进行分析的可能性很小,一般都要经过样品制备与前处理后才能测定。

1.1 样品前处理在分析化学中的地位^[1,2]

一个完整的样品分析过程,从采样开始到写出分析报告,大致可以分为4个步骤:①样品采集;②样品前处理;③分析测定;④数据处理与报告结果。统计结果表明,这4个步骤中各步所需的时间相差很大,它们占全部分析时间的比例分别为:样品采集6.0%,样品前处理61.0%,分析测定6.0%,数据处理与报告27.0%。其中样品前处理所需的时间最长,约占整个分析时间的三分之二。花在样品前处理上的时间,比样品本身的分析测试所需的时间几乎多了一个数量级。通常分析一个样品只需几分钟至几十分钟,而分析前的样品处理却要几小时甚至几十小时。因此,样品前处理方法与技术的研究已经引起了分析化学家的关注,各种新技术与新方法的探索与研究已成为当代分析化学的重要课题与发展方向之一。快速、简便、自动化的前处理技术不仅省时、省力,而且可以减少由于不同人员操作及样品多次转移带来的误差,同时可以避免使用大量的有机溶剂并减少对环境的污染。样品前处理技术的深入研究必将对分析化学的发展起到积极的推动作用。

1.2 样品前处理的目的^[1,2]

气体、液体或固体样品几乎都不能未经处理直接进行分析测定。特别是许多