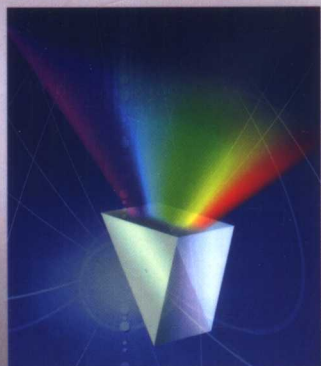




面向 21 世纪 课 程 教 材
Textbook Series for 21st Century



现代仪器分析

〈第二版〉

刘约权 主编



高等教育出版社

面向 21 世纪课程教材
Textbook Series for 21st Century

现代仪器分析

〈第二版〉

刘约权 主编



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

内容简介

本书是面向 21 世纪课程教材,同时是教育科学“十五”国家规划课题和高等教育百门精品课程教材建设计划的研究成果。

本书是在第一版的基础上进行重新整合编写而成的,以适应更多高等学校相关专业的教学需要。全书共 18 章,重点阐述原子发射、吸收光谱法,化学发光分析法,紫外-可见、红外光谱法,核磁共振波谱法,质谱法,电化学分析法,气、液相色谱法等等。为方便教学,书后配以与教材配套使用的多媒体光盘。与该教材配套的实验教材是《实验化学》(第二版,下册,刘约权、李贵深主编,高等教育出版社,2005 年)。

本书可作为农、林、水、轻工食品、生物、资源环境等专业的教材,也可供相关专业和科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

现代仪器分析 / 刘约权主编. —2 版. —北京: 高等教育出版社, 2006. 5

ISBN 7-04-018709-4

I. 现... II. 刘... III. 仪器分析-高等学校-教材 IV. 0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 025762 号

出版发行	高等教育出版社	购书热线	010-58581118
社 址	北京市西城区德外大街 4 号	免费咨询	800-810-0598
邮政编码	100011	网 址	http://www.hep.edu.cn
总 机	010-58581000		http://www.hep.com.cn
经 销	蓝色畅想图书发行有限公司	网上订购	http://www.landaco.com
印 刷	国防工业出版社印刷厂		http://www.landaco.com.cn
		畅想教育	http://www.widedu.com
开 本	787×960 1/16	版 次	2001 年 12 月第 1 版
印 张	21		2006 年 5 月第 2 版
字 数	390 000	印 次	2006 年 5 月第 1 次印刷
		定 价	30.10 元(含光盘)

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 18709-00

《现代仪器分析》(第二版)编委会

主 编 刘约权
副主编 李敬慈 王 志 呼世斌
高向阳 王玉军 杨 军
杨丽华 陈学泽 周冬香
葛 兴 张永忠 朱丽珺
祁 超 白 玲 陈 炜
王凤阳 尹洪宗

编 委 (按姓氏笔画为序)

马晶军 王 春 王俊敏
王宇昕 冯 硕 吕雪娟
孙 涛 刘海燕 张冬暖
吴东平 宋双居 杨 柳
杜 丽 胡 笳 赵晓农
赵晓松 黄晓书 臧晓欢

《现代仪器分析》(第一版)编委会

主 编	刘约权				
副主编	李敬慈	呼世斌	高 岐	赵晓松	杨 军
	葛 兴	郭亚平	胡兹苓	邬建敏	闵顺耕
	任健敏	祁 超	高向阳		
编 委	尹洪宗	陈立义	孟昭福	王 平	王玉军
	赵文斌	赵仁邦	郑燕英	路福绥	陈 炜
	白 玲	徐贵祥			

目 录

第 1 章 绪论	1
1-1 现代仪器分析的任务、作用和特点	1
1-2 仪器分析方法和分类	1
1-3 现代仪器分析的发展现状及在生命科学中的应用	2
1-4 仪器分析方法的主要评价指标	3
1-5 仪器分析样品的处理	6
1-6 计算机在仪器分析中的应用	9
思考题与习题	11
第 2 章 光分析法导论	13
2-1 概述	13
2-2 光的性质及其与物质的相互作用	13
2-3 光分析法的分类	16
思考题与习题	20
第 3 章 原子发射光谱法	21
3-1 概述	21
3-2 原子发射光谱法的基本原理	22
3-3 原子发射光谱仪	26
3-4 光谱定性及定量分析	32
3-5 原子荧光分析法	36
3-6 原子发射光谱法的应用	37
思考题与习题	39
第 4 章 原子吸收光谱法	41
4-1 概述	41
4-2 原子吸收光谱法的基本原理	41
4-3 原子吸收分光光度计	46
4-4 原子吸收光谱法的分析方法	53
4-5 干扰及消除方法	55
4-6 原子吸收光谱法的应用	57
思考题与习题	60
第 5 章 紫外-可见吸收光谱法	61
5-1 概述	61

5-2	紫外-可见吸收光谱法的基本原理	63
5-3	紫外-可见吸收光谱与分子结构的关系	64
5-4	紫外-可见分光光度计	70
5-5	紫外-可见吸收光谱法的误差和测量条件的选择	73
5-6	紫外-可见吸收光谱法的应用	75
	思考题与习题	82
第 6 章	红外吸收光谱法	84
6-1	概述	84
6-2	红外吸收光谱法的基本原理	85
6-3	红外吸收光谱与分子结构的关系	88
6-4	红外吸收光谱仪	96
6-5	红外吸收光谱法的应用	99
	思考题与习题	103
第 7 章	分子发光分析法	105
7-1	概述	105
7-2	分子荧光分析法及其基本原理	105
7-3	荧光分析仪器	111
7-4	分子荧光定量分析方法	113
7-5	化学发光分析法	114
7-6	分子发光分析法的应用	119
	思考题与习题	122
第 8 章	核磁共振波谱法	125
8-1	概述	125
8-2	核磁共振波谱法的基本原理	125
8-3	核磁共振波谱仪	127
8-4	NMR 谱的信息	129
8-5	核磁共振氢谱及其应用	137
8-6	^{13}C 核磁共振波谱法简介	141
	思考题与习题	143
第 9 章	其他光分析法	146
9-1	X 射线分析法	146
9-2	激光动态光散射与激光拉曼光谱法	151
9-3	旋光色散及圆二色谱分析法	155
9-4	生物分子相互作用分析法	159
	思考题与习题	161
第 10 章	质谱分析法	163
10-1	概述	163
10-2	质谱分析法的基本原理	163

10-3	质谱仪	165
10-4	质谱及其离子峰的类型	169
10-5	质谱法的应用	176
	思考题与习题	182
第 11 章	电化学分析法导论	184
11-1	概述	184
11-2	电化学分析基础	184
11-3	电极的分类	192
	思考题与习题	195
第 12 章	电位分析及离子选择性电极分析法	196
12-1	概述	196
12-2	离子选择性电极及其主要性能参数	196
12-3	离子选择性电极分析的仪器	206
12-4	电位分析及离子选择性电极分析的方法及应用	209
	思考题与习题	216
第 13 章	极谱与伏安分析法	219
13-1	概述	219
13-2	极谱分析法及其基本原理	219
13-3	极谱定量分析及其应用	224
13-4	极谱与伏安分析新方法	230
	思考题与习题	234
第 14 章	其他电化学分析法	235
14-1	电导分析法	235
14-2	库仑分析法	240
14-3	电化学生物传感器简介	244
	思考题与习题	245
第 15 章	分离分析法导论	247
15-1	概述	247
15-2	色谱分析法及其基本概念	247
15-3	色谱分析的基本理论	252
15-4	色谱定性和定量的方法	257
	思考题与习题	261
第 16 章	气相色谱法	263
16-1	概述	263
16-2	气相色谱仪	263
16-3	气相色谱的固定相	267
16-4	气相色谱检测器	270
16-5	操作条件的选择	275

16-6 毛细管柱气相色谱	277
16-7 气相色谱法的应用	279
思考题与习题	284
第 17 章 高效液相色谱法	286
17-1 概述	286
17-2 高效液相色谱仪	286
17-3 高效液相色谱法的类型	291
17-4 高效液相色谱法的应用	299
思考题与习题	301
第 18 章 其他分离分析法	303
18-1 超临界流体色谱法	303
18-2 高效毛细管电泳分析法	307
18-3 联用分离分析法	312
思考题与习题	314
附录	315
附录 1 现代仪器分析多媒体光盘及其使用方法简介	315
附录 2 相对原子质量表	317
主要参考资料	318
索引	319

1 - 1 现代仪器分析的任务、作用和特点

研究物质的组成、状态和结构的科学,称为分析化学。分析化学一般可分为化学分析和仪器分析。现代仪器分析是在化学分析的基础上逐步发展起来的一类分析方法。通常,化学分析是利用化学反应及其计量关系进行分析的一类分析方法,而现代仪器分析则是以物质的物理性质或物理化学性质及其在分析过程中所产生的分析信号与物质的内在关系为基础,并借助于比较复杂或特殊的现代仪器,对待测物质进行定性、定量及结构分析和动态分析的一类分析方法。

仪器分析和化学分析是分析化学相辅相成的两个重要的组成部分。化学分析历史悠久,设备简单,应用广泛,主要用于测定含量大于 1% 的常量组分,是比较经典的基本分析方法。它是分析化学的基础。有了这个坚实的基础,才能进一步学习和掌握现代仪器分析的各种分析方法和操作技术。现代仪器分析具有准确、灵敏、快速、自动化程度高的特点,常用来测定含量很低的微、痕量组分,是分析化学的发展方向。

本课程以介绍现代仪器分析的基本理论及其对物质进行分析测定的基本原理、基本方法、基本技巧为主要内容,着重介绍各种现代仪器分析方法在农、林、水、轻工及其他各有关专业的实际应用。其主要任务是开拓学生的创新思维,学习现代仪器分析的测试手段,培养和提高学生的科学素质、创新意识、创新精神和获取知识的能力,以适应 21 世纪我国经济和科学技术发展对人才的需要和要求。在当今科学研究步入生物工程时代,人类开始从分子水平上认识和解决与生命科学有关的问题时,学习现代仪器分析课程,就具有更为重要的意义和作用。

1 - 2 仪器分析方法和分类

随着新技术新分析方法的不断涌现,现代仪器分析逐步演变为一门多学科汇集的综合性应用科学。仪器分析的方法不仅众多,而且各自比较独立,可以自成体系。常用的仪器分析方法根据分析的原理,通常可以分为以下几大类:

(1) 光分析法(optical analysis) 光分析法是利用待测组分的光学性质(如光的发射、吸收、散射、折射、衍射、偏振等)进行分析测定的一种仪器分析方法。其理论基础是物理光学、几何光学和量子力学。

光分析法通常包括吸收光谱法、发射光谱法、散射光谱法以及旋光(偏振光)分析法、折射(光)分析法、比浊分析法、光导纤维传感分析法、X 射线及电子衍射分析法。

(2) 电化学分析法(electrochemical analysis) 电化学分析法是利用待测组分在溶液中的电化学性质进行分析测定的一种仪器分析方法,其理论基础是电化学与化学热力学。根据所测量的电信号不同可分为电位分析法、极谱与伏安分析法、电导分析法与电解分析法(库仑分析法)。

(3) 分离分析法(separable analysis) 分离分析法是利用物质中各组份间的溶解能力、亲和能力、吸附和解吸能力、渗透能力、迁移速率等性能方面的差异,先分离后分析测定的一类仪器分析方法。其主要理论基础是化学热力学和化学动力学。

分离分析法主要包括气相色谱法(GC)、高效液相色谱法(HPLC)、薄层色谱法(TLC)、离子色谱法(IC)、超临界流体色谱法(SFC)、高效毛细管电泳法(HPCE)、毛细管电动色谱法(CEC),以及色谱-光谱、色谱-质谱、毛细管电泳-质谱等联用方法。

(4) 其他分析法 除了以上三类分析方法外,还有利用热学、力学、声学、动力学性质进行测定的仪器分析法。其中最主要的有质谱法(MS),它是利用带电粒子质荷比的不同进行分离、测定的分析方法。另外,还有热分析法、动力学分析法、中子活化法、光声光谱分析法和电子能谱分析法等。

1 - 3 现代仪器分析的发展现状及在生命科学中的应用

随着现代科学技术的发展,各学科相互渗透、相互促进、相互结合,不断开拓新领域,使仪器分析得到了迅速的发展。从分析对象上看,与生命科学、环境科学、新材料科学有关的仪器分析法已成为分析科学中最为热门的课题;从分析手段上看,多种方法相互融合使测定趋向灵敏、快速、准确、简便和自动化;从分析方法上看,计算机在仪器分析中的应用、化学计量学以及各类仪器配套工作站的研制是最活跃的领域。以上课题和领域的研究、应用,推动了仪器分析的迅猛发展,老方法更趋于完善,新仪器不断涌现,新方法层出不穷。

在电化学分析方面,各种生物传感器和微电极伏安法扩展了电分析化学研究的时空范围,适应了生物分析及生命科学发展的需要,近 20 多年来发展的化学修饰电极、微电极、光谱电化学、生物电分析化学,使电化学分析从宏观深入到

微观区域,从破坏样品测定到进行无损的活体分析,实现了新功能电极体系的分子设计及分子工程学研究,从分子水平探讨电化学界面区的组成、状态及结构,使分析化学进入了分子水平测定的新时代。

在光分析中,等离子体、傅里叶变换、激光技术和光导纤维传感技术的引入,出现了电感耦合高频等离子体原子发射光谱(ICP-AES)、傅里叶变换红外光谱(FT-IR)、等离子体质谱(ICP-MS)、激光光谱和化学发光光谱等一系列光谱分析新技术。目前,已有80多种光导纤维化学传感器探头(又称光极, optrode)用于临床分析、环境监测、生物分析及生命科学等领域。利用荧光素及其酶反应的光极甚至可以测定生物体中低至 10^{-18} g的磷酸三腺苷(ATP),使灵敏度得到极大的提高。而ICP-MS技术不但灵敏度高、干扰少,而且线性范围可达5~6个数量级,能够进行多种元素的同时分析,应用范围进一步扩大。新的二极管阵列过程分析仪(diode array process analyzer)可进行多组分气体或流动液体的在线分析,一秒钟内能够提供1800种气体、液体或蒸气的分析结果,已应用于试剂、塑料、药物及食品工业生产过程中产品质量控制分析。

分离分析法是仪器分析发展、研究和应用十分活跃的领域之一,可以连续对样品进行浓缩、分离、提纯和测定。近30年来发展的气相色谱-质谱(GC-MS)联用技术、高效液相色谱、超临界流体色谱、离子色谱、毛细管区带电泳(CE)使分离分析领域充满了活力。尤其是毛细管区带电泳技术,具有分离效率高(柱效达100万理论板数 $\cdot m^{-1}$),试样用量小($10^{-6} \sim 10^{-9}$ mL),灵敏度高(检出限低至 $10^{-15} \sim 10^{-20}$ mol $\cdot L^{-1}$),分离速度快(小于10 min)等特点,适用于离子型生物大分子,如氨基酸、核酸、肽及蛋白质分析,甚至细胞和病毒等的快速、高效测定,在生物分析及生命科学领域中有极为广阔的应用前景。超临界流体色谱法能在较低温度下分析热稳定性和挥发性差的大分子,柱效比HPLC高几倍,现已应用于生物医学及高分子化合物的分析。

质谱由于具有能定性、定量、测定相对分子质量、给出分子式、提供分子结构信息等特点,所以,质谱技术的研究和应用一直比较活跃。近20年发展起来的串联质谱,包括MS/MS,LC/MS,LC/MS/MS,ICP/MS,SFC/MS,CE/MS及软电离技术,使质谱应用范围扩大到生物大分子,在生命科学研究中发挥了重要的作用。

1-4 仪器分析方法的主要评价指标

一、精密度

精密度是指在相同条件下用同一方法对同一试样进行的多次平行测定结果

之间的符合程度。同一人员在相同条件下测定结果的精密度称作重复性,不同人员在不同实验室测定结果的精密度称作再现性。

精密度一般用测定结果的标准偏差 S 或相对标准偏差 S_r (或 RSD) 表示:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$
$$S_r = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

式中, n 为测定次数; x_i 为个别测定值; \bar{x} 为平行测定的平均值。

精密度是测量中随机误差的量度, S 和 S_r 值越小, 精密度越高。

二、准确度

准确度是指多次测定的平均值与真值(或标准值)相符合的程度。常用相对误差 E_r 来描述, 其值越小, 准确度越高。

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

式中, x 为试样多次测定的平均值; μ 为真值(或标准值)。

准确度是测量中系统误差和随机误差的综合量度, 准确度愈高分析结果才愈可靠, 一种分析方法, 具有较好的精密度而且消除了系统误差后, 才会有较高的准确度。

三、选择性

选择性是指分析方法不受试样中基体共存物质干扰的程度。选择性越好, 即干扰越少。

四、标准曲线

标准曲线是待测物质的浓度或含量与仪器响应(测定)信号的关系曲线。由于是用标准溶液测定绘制的, 所以称为标准曲线。

1. 线性范围

标准曲线的直线部分所对应的待测物质浓度(或含量)的范围称为该分析方法的线性范围。线性范围越宽, 试样测定的浓度适用性越强。

2. 标准曲线的绘制

(1) 手工绘制——一元线性回归法 由于存在随机误差,即使在线性范围内,浓度(或含量)分别为 c_1, c_2, \dots, c_n 的标准系列,其相应的响应信号的测量值 A_1, A_2, \dots, A_n 也不一定都在一条直线上。因此,用简单的方法很难绘制出比较准确反映 A 与 c 之间关系的标准曲线。这里介绍一种比较常用的可靠方法——一元线性回归法,它给出 A 与 c 的关系式(一元线性回归方程)。

$$A = a + bc$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})(A_i - \bar{A})}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}$$

$$a = \bar{A} - b\bar{c}$$

式中, b 为回归系数即回归直线的斜率; a 为直线的截距; \bar{c} 为浓度(或含量)的平均值, $\bar{c} = \sum_{i=1}^n c_i/n$; \bar{A} 为响应信号测量值的平均值, $\bar{A} = \sum_{i=1}^n A_i/n$ 。

由上式可见,当 $c=0$ 时, $A=a$; 当 $c=\bar{c}$ 时, $A=\bar{A}$ 。因此过 $(0, a)$ 和 (\bar{c}, \bar{A}) 两点在 c 的浓度(或含量)范围内所作的直线即为给定的数据组 (c_i, A_i) 所确定的一条最为可靠的标准曲线。

A 与 c 之间线性关系的好坏程度的统计参数通常以相关系数 γ 来表征。

$$\gamma = \pm \frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})(A_i - \bar{A})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2 \sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}}$$

$\gamma=0$ 时, A 与 c 之间不存在线性关系; $|\gamma|=1$ 时, A 与 c 之间存在严格的线性关系,所有 A 值都在一条直线上; $0 < |\gamma| < 1$ 时, A 与 c 之间存在一定的线性关系。因此 $|\gamma|$ 愈接近 1, 则 A 与 c 之间线性关系愈好。

(2) 计算机绘制 在备有计算机数据处理系统的仪器上,将标准溶液浓度输入,分别测定其响应信号,计算机即可绘出一条回归直线(标准曲线),给出线性回归方程和相关系数。

五、灵敏度

仪器分析方法的灵敏度是指待测组分单位浓度或单位质量的变化所引起测定信号值的变化程度,以 b 表示。即

$$\text{灵敏度} = \frac{\text{信号变化量}}{\text{浓度(质量)变化量}} = \frac{dx}{dc(\text{或 } dm)} = b$$

按照国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)的规定,灵敏度是指在浓度线性

范围内标准曲线的斜率。斜率越大,方法的灵敏度就越高。但方法的灵敏度通常随实验条件而变化,故现在一般不用灵敏度作为方法的评价指标。

六、检出限

检出限即检测下限,是指某一分析方法在给定的置信度能够被仪器检出待测物质的最低量(最小浓度、最小质量或最小物质的量)。以浓度表示时称作相对检出限,以质量表示时称作绝对检出限。

设空白信号(即测定的仪器噪声)的平均值为 \bar{A}_0 ,空白信号的标准偏差为 S_0 ,可与空白信号区别的最小响应信号 A_L ,则

$$A_L = \bar{A}_0 + 3S_0$$

式中,“3”为 IUPAC 建议在一定置信度所确定的系数。

能产生净响应信号($A_L - \bar{A}_0$)的待测物质的浓度或质量即为分析方法对该物质的检出限 D 。

$$D = \frac{A_L - \bar{A}_0}{b} = \frac{3S_0}{b}$$

式中, b 为分析方法的灵敏度即标准曲线的斜率。

各种类型分析方法的检出限可参照以上方法确定,但有些分析方法也有自己的特殊规定。检出限是分析方法的灵敏度和精密度的综合指标,方法的灵敏度和精密度越高,则检出限就越低。

评价一种分析方法还有很多指标,但其中精密度、准确度及检出限是评价分析方法的最主要技术指标。

1-5 仪器分析样品的处理

为了提高仪器分析方法的精密度、准确度、灵敏度和选择性,降低检出限,通常需要对分析样品进行预处理。其基本步骤与化学分析法大致相同,即采集、制备、提取、消解、纯化、浓缩及衍生。但仪器分析样品用量很少,故有其特殊性。

一、样品的采集及制备

1. 样品的采集

(1) 采样原则 要有代表性。即从大量的不均匀的待测物质中采集能代表全部待测物质的分析样品。

(2) 采样步骤 分采集、综合、抽取三步。首先由大批分析物料的各个部位采集少量物料获得“检样”，然后，将许多份检样综合在一起获得“原始样品”，最后将原始样品经过技术处理抽取其中一部分，获得供分析检测用的“平均样品”（试样）。

(3) 采集方法 因分析对象性质差异，通常采用随机取样与代表性取样相结合的方式。

2. 样品的制备

样品的粉碎、混匀、缩分的过程，称为样品的制备。制备的目的是为了保证分析样品的均匀和确保分析结果的正确性。

对于液体样品，一般先用玻璃棒或电动搅拌器充分搅拌均匀；对于固体样品，可采用切细、粉碎、捣碎、研磨等方法制成均匀状态，常用的工具有粉碎机、（组织）捣碎机、研钵等。制备后的样品，通常采用“四分法”缩分，并装瓶、编号、记录。

二、样品的提取及消解

在仪器分析工作中，除少数方法（如发射光谱法、红外吸收光谱法等）可用干法分析外，其余大多数为湿法分析，即先将分析样品制成试液再进行分析。为了将样品制备成试液，常采用提取和消解的方法。

1. 样品的提取

采用适当的溶剂和方法，将样品中不同成分从中分离出来的过程，称为提取。提取的效果取决于溶剂的选择和提取的方法。

(1) 溶剂的选择 溶剂选择的原理是待测组分有最大的溶解度而对杂质有最小的溶解度，与液体样品原溶剂完全不互溶并能完全分离，化学性质稳定，沸点低，易回收，价廉。

(2) 提取过程及方法 提取过程通常是将提取剂与样品充分混合均匀，将样品中的待测组分萃取转移至提取剂中，然后将溶解有待测组分的提取剂与样品分离，最后回收提取剂，使待测组分与提取剂分离。提取方法通常有捣碎法（用组织捣碎机）、匀浆法（用匀浆机）、振荡法（用振荡机）、超声法（利用高效超声波的空化作用）、索氏提取法（用索氏提取器）、蒸馏法、萃取法（利用具有高萃取效率的临界流体或超临界流体萃取或利用具有高效、高选择性的固定相进行固相萃取）。

2. 样品的消解

有些待测物质为难溶或难解离的化合物，在分析之前，必须对样品进行消解。消解法目前有干法和湿法两种，干法是将样品先高温灰化，除去样品中的有

机物,然后再用适当的溶剂将灰分溶解,制成均匀的便于测定的溶液,但这种方法往往容易造成待测元素的挥发损失,因此实验工作中多采用湿法消解。

普通的湿法消解是用大量的酸(硝酸、盐酸、高氯酸等强酸或其混合酸)溶液在敞开的容器中煮沸样品,使有机物分解。但这种方法,一方面样品易被污染且存在挥发损失,另一方面消解中的酸雾严重污染空气,因此,近年来采用以下两种最新技术。

(1) 压力密封消解法 通常采用密闭的聚四氟乙烯溶样内罐,外加耐高压的不锈钢外套,旋紧后即压紧内罐。内罐具有耐酸碱、耐高温的良好性能,当放入样品和少量酸及试剂在恒温箱中加热消解时,产生的酸蒸气在密闭的内罐中可反复多次使用。因此此法省酸省试剂,样品不易被污染也不易污染环境。但安装压力溶样罐麻烦费时,消解时间较长。

(2) 微波加热消解法 目前已有厂家生产实验专用微波炉,消解时根据情况准确称取少量样品于压力釜消解容器内,加入消解试剂,密封后置于微波炉内,在一定的功率挡进行消解,消解反应瞬时即可在高于 100 °C 的密闭容器中快速进行。同时,微波产生的交变磁场导致容器内分子高速振荡,使反应“界面”不断更新,消解时间大为缩短,有的过去需要几小时才能完成的消解,现在一般只需几分钟,并且微波炉的转盘一次可以放大约 20 个样品罐,因此大大提高了工作效率,适用于大批样品的快速消解和转化。由于微波密封加热溶样比其他方法具有这些突出优点,近年来得到了飞速发展和应用,已开始用于各类生物样品的消解,它正在成为分析化学中消解样品的最主要的方法之一。

三、样品的纯化

有的仪器分析方法(如红外吸收光谱法、紫外-可见吸收光谱法、核磁共振波谱法、质谱法等)需要事先将样品纯化,才能进行分析测定(否则须与色谱仪联用)。

在测定之前,除掉样品中杂质的操作,称为纯化,通常主要采用色谱法(其原理见第 15, 16, 17 章)、化学法(主要是除去脂肪色素等杂质)和萃取法(该法不仅可以待测组分从样品中提取出来,而且可起到纯化的作用)。

四、样品的浓缩与衍生

1. 样品的浓缩

样品经过一系列处理后,有时体积较大,在测定前需要浓缩,以除去过多的溶剂,提高待测组分的浓度,此过程称为浓缩。常用的方法有:常压浓缩(将样品