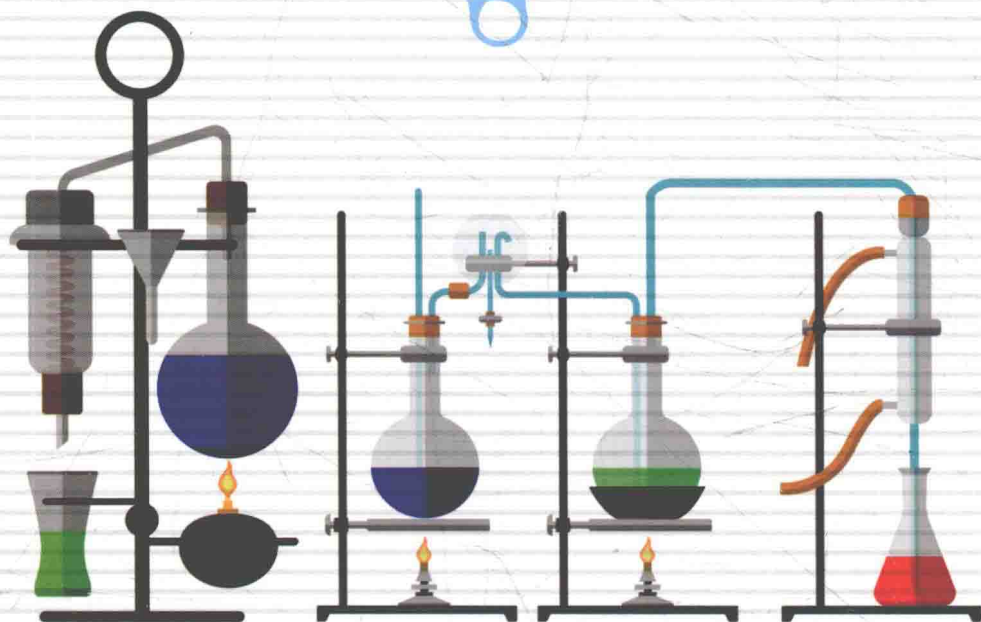
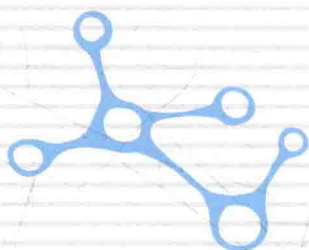




分析样品前处理 技术与应用

丁明玉 主编

尹洧 何洪巨 李玉珍 副主编

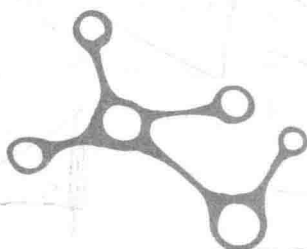


清华大学出版社

分析样品前处理 技术与应用

丁明玉 主编

尹洧 何洪巨 李玉珍 副主编



清华大学出版社
北 京

内 容 简 介

本书分基础篇和应用篇两部分。基础篇主要介绍分析样品前处理涉及的主要基础知识与技术,包括样品采集、样品制备和物质分离方法的原理与特点,同时简要介绍一些具有发展潜力的新方法和新技术。基础篇部分主要由国内著名高校、科研院所和仪器研发公司的资深研究人员执笔。应用篇主要介绍环境、地质、冶金、农业、食品、生物、医药、化工、轻工等不同应用领域的不同类型样品前处理的特点与方法,并从标准方法和研究文献中筛选出大量具有代表性的应用实例。应用篇部分主要由各类分析测试机构具有丰富实践经验的高级实验技术人员执笔。

本书既可作为分析化学等相关专业的教材使用,也适合在各类分析测试机构和相关企事业单位的分析实验室从事分析测试工作的技术人员学习和参考。

版权所有,侵权必究。侵权举报电话:010-62782989 13701121933

图书在版编目(CIP)数据

分析样品前处理技术与应用/丁明玉主编. —北京:清华大学出版社,2017
ISBN 978-7-302-47292-6

I. ①分… II. ①丁… III. ①分析化学 IV. ①O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 125980 号

责任编辑:袁琦

封面设计:何凤霞

责任校对:刘玉霞

责任印制:李红英

出版发行:清华大学出版社

网 址: <http://www.tup.com.cn>, <http://www.wqbook.com>

地 址:北京清华大学学研大厦 A 座 邮 编:100084

社总机:010-62770175 邮 购:010-62786544

投稿与读者服务:010-62776969, c-service@tup.tsinghua.edu.cn

质量反馈:010-62772015, zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn

印装者:清华大学印刷厂

经 销:全国新华书店

开 本:185mm×260mm 印 张:44

字 数:1066 千字

版 次:2017 年 12 月第 1 版

印 次:2017 年 12 月第 1 次印刷

印 数:1~2000

定 价:98.00 元

产品编号:066172-01

前言

FOREWORD

随着科学的发展和社会的进步,人们对分析化学的要求越来越高。从分析对象来看,分析样品的基体越来越复杂多样,待测组分的类型越来越多、含量越来越低。从分析技术来看,新的分析方法和新仪器发展迅速,分析速度不断加快,分析自动化程度越来越高,分析方法的灵敏度和选择性越来越高。然而,从不同类型样品中有效释放或提取出目标组分、从复杂样品中消除基体和共存组分的干扰、富集微量组分来弥补检测技术灵敏度的不足等样品前处理步骤已成了整个分析过程关键的一环,它在很大程度上决定分析结果的准确性、分析速度的快慢和分析操作的难易程度。

在相关学科快速发展的带动下和各行业领域强大需求的推动下,样品前处理方法与技术也得到了迅速发展。例如,基于超分子化学、亲和相互作用和分子印迹技术等原理的新的分离方法,以固相微萃取和芯片分离等为代表的微分离技术已经广泛用于分析样品前处理;样品前处理设备、分离仪器的国产化和自动化日新月异,使得样品前处理操作慢慢走出耗时、费力的窘境。

为了帮助在高校、科研院所、检验检疫机构、质量检验机构、工厂企业等各领域分析实验室从事实际分析测试工作的实验技术人员,在系统学习样品前处理涉及的主要方法的原理和特点的基础上,了解不同学科领域、不同类型样品的前处理方法,我们编写了本书——《分析样品前处理技术与应用》。本书分基础篇和应用篇两部分。基础篇介绍样品前处理中最主要和最常用的采样、制样和物质分离富集方法,同时简要介绍一些具有发展潜力的新方法和新技术。基础篇部分主要由国内著名高校、科研院所和仪器研发公司的资深研究人员执笔。应用篇介绍主流学科领域的不同类型样品前处理的特点与方法,并从标准方法和研究文献中筛选出大量具有代表性的应用实例。应用篇部分主要由各类分析测试机构具有丰富经验的高级实验技术人员执笔。

本书共分 18 章,基础篇和应用篇各 9 章,各章标题和执笔人如下。基础篇:第 1 章绪论(丁明玉),第 2 章采样与样品保存(何洪巨),第 3 章样品分解(张晓辉),第 4 章溶剂萃取分离(史俊稳),第 5 章固相萃取分离(赵萍),第 6 章膜分离(丁明玉),第 7 章色谱分离(丁明玉),第 8 章其他样品净化与富集技术(丁明玉),第 9 章自动化样品前处理技术(张晓辉);应用篇:第 10 章环境样品前处理(翟家骥),第 11 章地质样品前处理(许俊玉),第 12 章冶金材料样品前处理(李玉珍),第 13 章农产品样品前处理(高苹),第 14 章食品样品前处理(武彦文),第 15 章生物和医药样品前处理(韩南银、曹晔),第 16 章化工样品前处理(尹洧),

第 17 章精细化工和轻工产品样品前处理(高峰),第 18 章其他样品前处理(赵建军)。本书初稿提交后,经主编修改、编委间交叉修改,最后由主编统稿和定稿。

全体编著者力求精益求精,但由于撰稿者来自各个不同的部门和单位,工作经历和写作风格各异,使各章的衔接与风格不尽相同,加上我们的学识和能力有限,书中仍难免有缺陷和遗憾,衷心希望各界专家学者和广大读者批评指正。

编著者

2017 年 6 月于北京

目 录

FOREWORD

基 础 篇

第 1 章 绪论	3
1.1 分析样品前处理的目的与要求	3
1.2 样品前处理方法的评价与质量保证	5
1.2.1 样品前处理与分离科学	5
1.2.2 前处理方法评价	6
1.2.3 样品前处理方法的选择	7
1.3 溶剂特性及其选择方法	8
1.3.1 物质的溶解过程	8
1.3.2 溶剂的极性	9
1.3.3 溶剂选择方法	11
1.3.4 溶剂的纯化	12
1.4 前处理操作安全防护	13
1.4.1 物质危险性质标准	13
1.4.2 基本安全守则	14
1.4.3 溶剂使用安全知识	15
1.4.4 高压气瓶使用注意事项	18
1.4.5 防爆	19
1.5 分析样品前处理方法的发展趋势	19
参考文献	20
第 2 章 采样与样品保存	21
2.1 一般原则及注意事项	21
2.1.1 采样一般原则及注意事项	21
2.1.2 样品保存一般原则及注意事项	23
2.1.3 采样记录一般原则及注意事项	23

2.2	环境样品	24
2.2.1	水样的采集	24
2.2.2	土壤样品的采集	28
2.2.3	大气样品的采集	30
2.3	地质样品	33
2.3.1	常用采样方法	33
2.3.2	采样原则及要求	35
2.3.3	常见地质样品的采集	35
2.4	钢铁与金属材料样品	40
2.4.1	取样要求	40
2.4.2	熔炼分析样品的采集	40
2.4.3	成品分析样品(钢产品样品取样)	42
2.4.4	原材料复验分析样品	49
2.4.5	其他样品	50
2.4.6	制样标识	50
2.5	农产品样品	50
2.5.1	植物组织样品	51
2.5.2	籽粒样品	52
2.5.3	水果、蔬菜样品	52
2.5.4	饲料样品	54
2.6	食品样品	55
2.6.1	采样目的	55
2.6.2	采样工具和容器	55
2.6.3	样品分类	55
2.6.4	采样数量	56
2.6.5	采样步骤和方法	57
2.6.6	样品运输及保存	58
2.7	生物学样品	59
2.7.1	采样要求	60
2.7.2	生物样品的采集	60
2.7.3	生物样品的储存	62
2.8	化工样品	62
2.8.1	固体化工产品的采样	62
2.8.2	液体化工产品的采样	64
2.8.3	气体化工产品的采样	67
2.9	轻工样品	72
2.9.1	定义	72
2.9.2	轻工样品抽样	73
2.9.3	多种轻工产品采样方法	75

参考文献	75
第3章 样品分解	76
3.1 概述	76
3.1.1 样品分解过程中的污染	76
3.1.2 样品分解过程中的损失	78
3.1.3 操作安全问题	78
3.2 溶解	79
3.2.1 水溶解	79
3.2.2 顺序提取	81
3.3 湿式消解	84
3.3.1 常压消解	84
3.3.2 高压消解	87
3.3.3 流动消解	88
3.3.4 蒸气消解	89
3.3.5 纯酸的制备与超净器皿	89
3.4 能量辐射消解	92
3.4.1 红外/紫外辅助消解	92
3.4.2 超声辅助消解	93
3.4.3 微波辅助消解	94
3.4.4 微波辅助紫外消解	97
3.4.5 微波辅助消解的一般安全问题	98
3.4.6 多种湿式消解的比较	98
3.5 水解	99
3.5.1 酸水解和碱水解	99
3.5.2 酶水解	100
3.6 干灰化	100
3.6.1 高温干灰化	101
3.6.2 低温干灰化	102
3.6.3 微波灰化	103
3.7 燃烧分解	103
3.7.1 氧瓶燃烧	103
3.7.2 氧弹燃烧	103
3.7.3 高温燃烧水解	104
3.7.4 微波诱导燃烧	104
3.7.5 在线燃烧离子色谱	105
3.8 熔融	106
3.8.1 概述	106
3.8.2 熔融操作	106

3.8.3	溶剂选择	107
3.8.4	常用坩埚	111
3.8.5	其他熔融方法	112
	参考文献	112
第4章	溶剂萃取分离	115
4.1	溶剂萃取方法分类与特点	115
4.2	经典液液萃取	118
4.2.1	方法原理与特点	118
4.2.2	萃取体系与操作方式	118
4.2.3	溶剂选择及乳化去除办法	121
4.2.4	应用概述	123
4.3	双水相萃取	123
4.3.1	方法原理	123
4.3.2	萃取体系	124
4.3.3	萃取流程	125
4.3.4	影响因素	126
4.3.5	特点与应用	127
4.4	胶团萃取	127
4.4.1	方法原理与特点	127
4.4.2	萃取体系	129
4.4.3	影响因素	130
4.4.4	应用概述	131
4.5	液相微萃取	131
4.5.1	方法原理与特点	131
4.5.2	萃取模式	133
4.5.3	单滴微萃取	133
4.5.4	多孔中空纤维液相微萃取	135
4.5.5	分散液相微萃取	137
4.6	索氏提取	137
4.6.1	方法原理与特点	137
4.6.2	影响索氏提取的因素	139
4.6.3	应用概述	140
4.7	超声波萃取	140
4.7.1	方法原理与特点	140
4.7.2	实验装置	141
4.7.3	影响因素	142
4.8	微波辅助萃取	142
4.8.1	方法原理与特点	142

4.8.2	实验装置	143
4.8.3	影响因素	144
4.8.4	应用概述	145
4.9	超临界流体萃取	146
4.9.1	方法原理与特点	146
4.9.2	实验装置	147
4.9.3	影响因素	147
4.9.4	亚临界水萃取	149
4.9.5	应用概述	149
4.10	快速溶剂萃取	150
4.10.1	方法原理与特点	150
4.10.2	实验装置	151
4.10.3	影响因素	152
4.10.4	选择性萃取	153
4.10.5	应用概述	154
	参考文献	154
第5章	固相萃取分离	157
5.1	引言	157
5.2	常规固相萃取	157
5.2.1	固相萃取原理	157
5.2.2	固相萃取常用固定相	160
5.2.3	固相萃取装置与操作	163
5.2.4	固相萃取方法开发	166
5.3	分散固相萃取	171
5.3.1	分散固相萃取	171
5.3.2	基质固相分散萃取	172
5.3.3	磁固相萃取	175
5.4	固相微萃取	176
5.4.1	固相微萃取原理	177
5.4.2	固相微萃取的形式	177
5.4.3	固相微萃取的方法开发	182
5.5	整体柱固相萃取	187
5.5.1	概述	187
5.5.2	整体柱的制备	187
5.5.3	整体柱固相萃取	188
5.6	其他新型固相萃取技术	189
5.6.1	分子印迹固相萃取	189
5.6.2	限进介质固相萃取	191

5.6.3 生物亲和固相萃取·····	192
5.6.4 纳米材料固相萃取·····	193
参考文献·····	195
第6章 膜分离·····	199
6.1 概述·····	199
6.2 膜过滤·····	200
6.2.1 微滤·····	201
6.2.2 超滤·····	206
6.3 透析·····	208
6.3.1 透析技术的原理与特点·····	208
6.3.2 透析膜·····	209
6.3.3 透析在样品前处理中的应用·····	209
6.4 电渗析·····	212
6.4.1 基本原理·····	212
6.4.2 电渗析离子交换膜·····	212
6.4.3 电渗析法在样品前处理中的应用·····	213
6.5 膜萃取·····	213
6.5.1 方法原理与特点·····	213
6.5.2 微孔膜液-液萃取·····	214
6.5.3 中空纤维膜萃取·····	215
6.5.4 支撑液膜萃取·····	216
6.6 亲和膜分离·····	219
6.6.1 分离原理·····	219
6.6.2 亲和膜·····	220
6.6.3 亲和膜分离方式·····	221
6.6.4 亲和膜分离在样品前处理中的应用·····	221
参考文献·····	222
第7章 色谱分离·····	223
7.1 纸色谱·····	223
7.1.1 平面色谱概述·····	223
7.1.2 纸色谱原理与条件选择·····	225
7.1.3 纸色谱样品前处理应用·····	226
7.2 薄层色谱·····	227
7.2.1 固定相与分离原理·····	227
7.2.2 展开剂与展开方式·····	228
7.2.3 薄层色谱样品前处理应用·····	229
7.3 凝胶色谱·····	230

7.3.1	分离原理与特点	230
7.3.2	凝胶固定相	231
7.3.3	凝胶色谱样品前处理应用	232
7.4	柱层析	233
7.4.1	概述	233
7.4.2	常用固定相	234
7.4.3	柱层析操作	236
7.4.4	柱层析样品前处理应用	237
7.5	柱切换技术	238
7.5.1	柱切换流路	239
7.5.2	在线富集	240
7.5.3	在线干扰消除	240
7.5.4	分组顺序分析	242
	参考文献	242
第8章	其他样品净化与富集技术	244
8.1	沉淀分离法	244
8.1.1	沉淀的生成与沉淀方式	244
8.1.2	直接沉淀	245
8.1.3	共沉淀	246
8.1.4	均相沉淀	247
8.1.5	离心分离	249
8.2	泡沫浮选	250
8.2.1	方法原理与类型	250
8.2.2	沉淀浮选	251
8.2.3	离子浮选	253
8.2.4	溶剂浮选	253
8.3	挥发与蒸馏	254
8.3.1	挥发	255
8.3.2	蒸发	255
8.3.3	常规蒸馏	256
8.3.4	分子蒸馏	257
8.4	电化学分离	260
8.4.1	自发电沉积	260
8.4.2	电解	260
8.4.3	电泳分离法	262
8.4.4	化学修饰电极	266
8.5	超分子分离	266
8.5.1	小分子聚集体	267

8.5.2	冠醚·····	268
8.5.3	杯芳烃及其衍生物·····	269
8.5.4	环糊精及其衍生物·····	272
8.5.5	分子印迹聚合物·····	273
8.6	样品前处理芯片技术·····	276
8.6.1	芯片毛细管电泳·····	276
8.6.2	芯片多相层流无膜扩散分离·····	278
8.6.3	芯片液-液萃取·····	280
8.6.4	芯片固相萃取·····	281
8.6.5	芯片过滤·····	281
8.6.6	芯片渗析分离·····	282
	参考文献·····	282
第9章	自动化样品前处理技术·····	284
9.1	概述·····	284
9.1.1	样品自动识别与跟踪技术·····	284
9.1.2	工作站与机器人·····	285
9.1.3	自动化样品前处理的时序·····	286
9.1.4	样品前处理的自动化与联用·····	287
9.1.5	自动化样品前处理的优势与问题·····	288
9.1.6	自动化样品前处理的发展趋势·····	288
9.2	自动溶剂萃取·····	289
9.2.1	自动索氏提取·····	289
9.2.2	加压溶剂萃取·····	291
9.2.3	微波辅助萃取·····	292
9.2.4	超临界流体萃取·····	294
9.3	自动浓缩·····	296
9.3.1	自动蒸发浓缩·····	296
9.3.2	在线浓缩柱技术·····	298
9.4	自动热解吸·····	298
9.5	自动顶空萃取·····	299
9.5.1	自动静态顶空萃取·····	299
9.5.2	自动吹扫捕集·····	301
9.6	自动固相萃取·····	303
9.6.1	概述·····	303
9.6.2	离线自动化固相萃取技术·····	304
9.6.3	在线固相萃取技术·····	307
9.6.4	自动化固相微萃取技术·····	309
9.6.5	QuEChERS的自动化技术·····	311

9.7 自动凝胶净化	312
9.7.1 凝胶净化的自动化技术	312
9.7.2 在线凝胶净化	313
9.8 自动化样品分解技术	314
9.8.1 自动化电热消解技术	315
9.8.2 微波消解的自动化技术	316
9.8.3 熔融的自动化技术	317
9.9 在线过滤和透析技术	318
9.9.1 在线超滤	318
9.9.2 在线透析	318
9.10 样品前处理技术的自动化平台	319
9.10.1 无机样品前处理平台技术	319
9.10.2 有机样品前处理平台技术	320
9.10.3 微全分析系统/芯片实验室	322
参考文献	323

应 用 篇

第 10 章 环境样品前处理	327
10.1 概述	327
10.2 环境空气和废气	328
10.2.1 空气污染的特点	328
10.2.2 大气中挥发性有机物	328
10.2.3 大气中微量有害金属	331
10.2.4 汽车尾气	332
10.2.5 室内空气	332
10.3 水样	333
10.3.1 水样的类型与特点	333
10.3.2 生活饮用水	334
10.3.3 天然水	336
10.3.4 海水	346
10.3.5 城市污水	347
10.4 污泥和底泥	350
10.4.1 污泥和底泥的特点	350
10.4.2 重金属元素测定样品前处理	351
10.4.3 氮磷测定样品前处理	351
10.4.4 有机物测定样品前处理	352
10.5 土壤	356
10.5.1 土壤样品的特点	356

10.5.2	重金属元素	357
10.5.3	土壤中的阴离子	357
10.5.4	微量有机物	358
10.6	固体废物和危险废物	362
	参考文献	369
第 11 章	地质样品前处理	373
11.1	概述	373
11.2	岩石、土壤样品	374
11.2.1	硅酸盐岩石样品	374
11.2.2	碳酸盐岩石样品	381
11.3	金属矿石矿物样品	382
11.3.1	铁矿石样品	383
11.3.2	锰矿石样品	385
11.3.3	铬铁矿样品	386
11.3.4	(钒)钛磁铁矿样品	387
11.3.5	铜矿石样品	388
11.3.6	铅矿石样品	388
11.3.7	多金属矿石样品	389
11.4	非金属矿石矿物样品	390
11.4.1	磷矿石样品	390
11.4.2	硫铁矿样品	390
11.4.3	高岭土、黏土样品	391
11.4.4	萤石样品	392
11.4.5	铝土矿石样品	392
11.4.6	云母、石棉样品	393
11.4.7	重晶石样品	394
11.5	稀土、稀有、稀散和贵金属矿石样品	395
11.5.1	稀土金属矿石	395
11.5.2	稀有、稀散元素样品	398
11.5.3	贵金属矿石样品	399
11.6	液态矿产样品	401
11.6.1	海水样品	401
11.6.2	卤水样品	402
11.7	其他样品	403
11.7.1	土壤样品顺序提取	403
11.7.2	煤和煤灰样品	408
11.7.3	富钴结壳	410
	参考文献	411

第 12 章 冶金材料样品前处理	415
12.1 概述	415
12.1.1 钢铁样品	415
12.1.2 铁合金	416
12.1.3 纯金属及金属氧化物	416
12.1.4 各种合金	417
12.2 标准方法	418
12.3 应用实例	419
12.3.1 钢铁	419
12.3.2 合金	423
12.3.3 金属及其氧化物	431
参考文献	443
第 13 章 农产品样品前处理	445
13.1 概述	445
13.2 植物性农产品	446
13.2.1 植物性农产品中无机元素的检测	446
13.2.2 植物性农产品中有机物的检测	450
13.2.3 植物性农产品中功能成分的检测	459
13.3 动物性农产品	464
13.3.1 畜禽类农产品	464
13.3.2 水产品	477
参考文献	486
第 14 章 食品样品前处理	490
14.1 概述	490
14.2 营养成分	491
14.2.1 蛋白质与氨基酸	491
14.2.2 脂肪与脂肪酸	492
14.2.3 碳水化合物	494
14.2.4 水分	496
14.2.5 维生素	496
14.2.6 矿物质	498
14.3 食品添加剂	500
14.3.1 防腐剂与抗氧化剂	501
14.3.2 着色剂和甜味剂	504
14.4 农药残留	508
14.5 兽药残留	512

14.6	真菌毒素	517
14.7	污染物	519
14.7.1	有害重金属	520
14.7.2	亚硝酸盐与硝酸盐	523
14.7.3	苯并[a]芘	523
14.7.4	N-二甲基亚硝胺	525
14.7.5	多氯联苯	526
14.7.6	氯丙醇与氯丙醇酯	527
14.7.7	食品接触材料迁移物	529
14.8	非法添加物	531
14.8.1	工业染色剂	531
14.8.2	三聚氰胺和三聚氰酸	533
14.8.3	吊白块	534
14.8.4	溴酸钾	535
14.8.5	富马酸二甲酯	535
	参考文献	536

第15章 生物和医药样品前处理

15.1	概述	540
15.1.1	生命科学的发展状况	540
15.1.2	生物和医药样品前处理技术特点	540
15.2	生物样品的采集和前处理方法	541
15.2.1	常用生物样品的采集和储藏	541
15.2.2	生物样品前处理方法	544
15.3	生物样品前处理应用实例	547
15.3.1	血液	547
15.3.2	尿液	550
15.3.3	唾液	553
15.3.4	毛发	556
15.3.5	骨骼、指甲	558
15.3.6	脏器	559
15.4	药物样品的采集和前处理方法	561
15.4.1	药物样品的特点	561
15.4.2	化学合成原料药前处理方法	562
15.4.3	药物制剂前处理方法	565
15.4.4	中药分析前处理方法	567
15.5	药物样品前处理应用实例	571
15.5.1	化学合成原料药	571
15.5.2	药物制剂	573