

# 目 次

## 1 序 論

1.1 機器分析化学の発展 .....	2
1.2 機器分析法の種類 .....	2
1.3 機器分析法の特徴（長所と短所） .....	3
1.4 機器分析を実施するにあたっての注意 .....	3

## 2 吸光光度分析と蛍光光度分析

2.1 吸光光度法 .....	6
2.1.1 ランベルト・ベールの法則 .....	6
2.1.2 装置のあらましと操作法 .....	8
2.1.3 吸収スペクトル .....	9
2.1.4 吸収帯と電子遷移 .....	9
2.1.5 一般的な吸光光度法 .....	14
2.1.6 特殊な測定法 .....	18
2.2 蛍光光度法 .....	20
2.2.1 蛍光放射 .....	20
2.2.2 蛍光分析 .....	21
2.2.3 蛍光定量分析 .....	22
2.2.4 装置のあらましと操作法 .....	22
2.2.5 無機化合物の蛍光分析 .....	24
2.2.6 有機化合物の蛍光分析 .....	24
2.3 呈色試薬の例 .....	25
演習問題 .....	26

## 3 赤外吸収・ラマンスペクトル分析法

3.1 分子スペクトル .....	30
3.2 分子の振動 .....	31
3.3 赤外吸収スペクトル分析法 .....	32
3.3.1 原理 .....	32

3.3.2 装置	33
3.3.3 試料セル	37
3.3.4 特性吸収帯	39
3.3.5 分析の応用	40
3.4 ラマンスペクトル分析法	45
3.4.1 原理	45
3.4.2 偏光解消度	47
3.4.3 装置	47
3.4.4 試料セル	50
3.4.5 分析への応用	51
演習問題	55

## 4 原子吸光分析、フレーム分析および発光分光分析(ICP 発光分析)および ICP 質量分析

4.1 原子吸光分析	60
4.1.1 概要	60
4.1.2 原理	61
4.1.3 装置	62
4.1.4 測定法	64
4.1.5 原子吸光分析の応用	66
4.2 フレーム分析	67
4.2.1 概要	67
4.2.2 原理	67
4.2.3 装置	67
4.2.4 フレームとフレーム中での反応	68
4.2.5 測定法と応用	69
4.3 発光分光分析	69
4.3.1 概要	69
4.3.2 原理	69
4.3.3 装置	70
4.3.4 ICP 発光分析装置の構成	72
4.3.5 測定法	74
4.3.6 ICP 発光分析法による測定法	75
4.4 ICP-質量分析法	77
4.4.1 原理	77
4.4.2 ICP-MS 装置の構成	78

4.4.3 測 定 .....	80
4.4.4 試料溶液の調製 .....	83
4.4.5 分 析 法 .....	83
4.4.6 分析値の評価 .....	83
4.4.7 適用分野 .....	84
演習問題.....	84

## 5 X線分析法

5.1 X線の性質 .....	88
5.1.1 固有X線 .....	89
5.1.2 連続X線 .....	90
5.2 装 置 .....	91
5.2.1 光 源 .....	91
5.2.2 集 光 .....	93
5.2.3 分 光 .....	94
5.2.4 検 出 器 .....	95
5.3 X線回折分析 .....	99
5.3.1 X線の散乱と回折 .....	99
5.3.2 原 理 .....	100
5.3.3 応 用 .....	101
5.4 融光X線分析法 .....	108
5.4.1 融光X線 .....	108
5.4.2 原 理 .....	108
5.4.3 応 用 .....	110
5.5 X線吸収分析 .....	112
5.5.1 X線の吸収 .....	112
5.5.2 EXAFSとXANES .....	113
5.5.3 測 定 法 .....	114
5.5.4 応 用 .....	115
演習問題.....	117

## 6 磁気共鳴分析

6.1 核磁気共鳴法(NMR) .....	120
6.1.1 原子核の磁性(核スピン) .....	120
6.1.2 核スピン状態のゼーマン分裂 .....	121

6.1.3 NMR 現象の量子力学的解釈	121
6.2 パルスフーリエ変換 NMR	123
6.3 化学シフト	125
6.4 実験法	126
6.4.1 試料の調製	126
6.4.2 装置	126
6.4.3 測定	126
6.5 溶液試料の測定例	127
6.5.1 スピン-スピン相互作用	127
6.5.2 有機化合物の測定	128
6.5.3 錯体生成の検出	129
6.5.4 金属イオンの第一水和圏の水和数の決定	132
6.5.5 加水分解過程で生成する化合物の検出	133
6.5.6 NMR スペクトルの温度変化	134
6.6 固体試料の測定例	135
6.6.1 固体NMRの特徴	135
6.6.2 ポリエチレンの <sup>13</sup> C MAS NMRスペクトル	136
6.6.3 シリカ鉱物の多形の <sup>29</sup> Si MAS NMRスペクトル	136
6.7 電子スピン共鳴法(ESR)	137
6.7.1 原理	137
6.7.2 超微細構造と微細構造	139
6.7.3 測定方法	140
6.7.4 測定例	141
演習問題	144

## 7 質量分析

7.1 分析法	148
7.1.1 原理	148
7.1.2 イオン化	148
7.1.3 質量分離	149
7.2 質量スペクトル	151
7.3 質量スペクトルの解析	154
7.4 測定法	155
7.4.1 測定試料	155
7.4.2 測定装置	155

7.4.3 測 定 例 .....	155
演習問題.....	162

## 8 クロマトグラフィー

8.1 クロマトグラフィーの分類 .....	164
8.2 クロマトグラフィーの基礎 .....	165
8.2.1 試料成分の移動 .....	165
8.2.2 分離効率 .....	166
8.2.3 分離度 .....	168
8.3 定性と定量 .....	168
8.3.1 定性分析 .....	168
8.3.2 定量分析 .....	169
8.4 ガスクロマトグラフィー (GC) .....	170
8.4.1 装置 .....	170
8.4.2 誘導体化ガスクロマトグラフィー .....	175
8.5 高速液体クロマトグラフィー (HPLC) .....	176
8.5.1 装置 .....	176
8.5.2 分配クロマトグラフィー (LLC) .....	178
8.5.3 吸着クロマトグラフィー (LSC) .....	179
8.5.4 イオン交換クロマトグラフィー .....	180
8.5.5 サイズ排除クロマトグラフィー .....	181
8.6 薄層クロマトグラフィー (TLC) .....	182
8.7 クロマトグラフィーと質量分析法の直結 .....	183
8.7.1 ガスクロマトグラフ質量分析法 (GC-MS) .....	183
8.7.2 液体クロマトグラフ質量分析法 (LC-MS) .....	183
8.7.3 タンデム質量分析法 .....	185
演習問題.....	185

## 9 電気分析法

9.1 電位差分析法 .....	188
9.1.1 概要 .....	188
9.1.2 原理 .....	188
9.1.3 装置 .....	194
9.1.4 測定法 .....	194
9.1.5 応用 .....	196

9.2 サイクリックボルタンメトリー (CV 測定法) .....	196
9.2.1 概要 .....	196
9.2.2 CV の原理と定量的取扱い .....	197
9.2.3 可逆電極過程の判定 .....	200
9.2.4 式量酸化還元電位と電子数 .....	201
9.2.5 電極反応の可逆性 .....	201
9.2.6 電極反応と化学反応 .....	203
9.2.7 CV の測定 .....	203
9.2.8 一般的な CV の測定手順 .....	205
9.2.9 電気分析化学測定における手法 .....	205
9.2.10 ボルタンメトリーの応用 .....	206
9.3 電解分析と電量分析 .....	206
9.3.1 概要 .....	206
9.3.2 電解分析法の原理 .....	207
9.3.3 測定と応用 .....	208
9.3.4 電量分析法の原理 .....	209
9.3.5 測定と応用 .....	210
9.4 電導度分析法 .....	211
9.4.1 概要 .....	211
9.4.2 原理 .....	211
9.4.3 装置と測定法 .....	212
9.4.4 応用 .....	214
演習問題.....	214

## 10 热 分 析

10.1 热重量測定 (TG) .....	218
10.2 示差热分析 (DTA) .....	218
10.3 示差走査熱量測定 (DSC) .....	219
10.4 実験法 .....	219
10.4.1 装置 .....	219
10.4.2 測定法 .....	220
10.5 測定例 .....	220
10.6 最近の話題 .....	222
演習問題.....	223

## 11 表面分析

11.1 機器分析から見た表面 .....	226
11.2 電子顕微鏡 .....	227
11.2.1 原 理 .....	227
11.2.2 SEMによる表面観察 .....	229
11.2.3 TEMによる観察と解析 .....	231
11.3 X線光電子分光法(XPS) .....	235
演習問題 .....	240
参考文献 .....	242
索 引 .....	244