

分析技术丛书 ①

分析技术基础

FENXI JISHU JICHU

湖南大学组织编写

王玉枝 周毅刚◎编



中国纺织出版社

分析技术丛书 ①

分析技术基础

湖南大学组织编写

王玉枝 周毅刚 编



中国纺织出版社

内 容 提 要

本书从分析工作的特点出发,较全面地介绍了从事分析化学工作的人员应具备的基本知识和基本技能,包括分析化学的有关计算、数据处理和误差分析,以及分析化学实验室常规仪器及其基本操作。本书内容深入浅出、通俗易懂、具体实用,适宜分析化学工作者自学使用,也可供石油、冶金、轻工、地质、水电、医药卫生、生物工程、材料及环境保护等行业的分析化验人员使用。

图书在版编目(CIP)数据

分析技术基础/湖南大学组织编写. —北京:中国纺织出版社,2008.5

(分析技术丛书;1)

ISBN 978-7-5064-4899-4

I. 分… II. 湖… III. 化学分析 IV. 065

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第031886号

策划编辑:秦丹红	责任编辑:阮慧宁	特约编辑:范雨昕
责任校对:楼旭红	责任设计:李 然	责任印制:何 艳

中国纺织出版社出版发行

地址:北京东直门南大街6号 邮政编码:100027

邮购电话:010-64168110 传真:010-64168231

<http://www.c-textilep.com>

E-mail:faxing@c-textilep.com

三河市新科印刷厂印装 各地新华书店经销

2008年5月第1版第1次印刷

开本:710×1000 1/16 印张:16.25 插页:1

字数:270千字 定价:30.00元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页,由本社市场营销部调换

序

分析化学这一古老的学科经历了 20 世纪的大发展后,以新的面貌跨入了 21 世纪。分析化学的发展,其核心是各种新的分析技术的涌现与原有分析技术的进步,正是这些分析技术使分析化学能够承担对人类文明社会肩负的许多重责:从食品安全检验到药物质量控制;从生化分析到疾病早期诊断;从饮用水、空气洁净度监测到环境生态污染跟踪;从法医分析到刑事犯罪侦查;从生产过程分析到各类产品质量监控等。

有人估计,西方经济的总量中约有 5% 直接与分析检测相关。这显然是比较保守的估计。近几年在我国出口贸易过程中,出现的服装甲醛含量超标、食品添加剂问题、玩具材料含毒素或有毒物质等问题,在国际上造成了不良的影响,这些问题本应该在生产过程中和产品出厂前依靠分析技术进行检测把关而避免。从我国分析化学教育工作者的角度看,如何提高分析技术人员的素质,做好产品质量监控工作,的确是一个不容忽视的问题。

湖南大学分析化学学科王玉枝等教授应邀编写了“分析技术丛书”。这套丛书对分析化学技术人才的培训有重要参考价值。读者能借助它们获取有关分析技术较系统的基础知识,同时也能了解相关研究的发展前沿。即使是已经有一定工作经验的分析工作者,也能在工作需要时从本丛书获取有用的参考信息。丛书出版之际,编者让我写几句话,是为序。

俞汝勤

2008 年 3 月于长沙

前言

分析化学是一门实践性很强的基础技术学科,它和国民经济各个部门都有着密切的联系。在企业走向市场经济的今天,对样品分析必然提出更高的要求,从事分析工作的专业人员必然面临着十分严峻的竞争和挑战。如何更快更好地提高现有人员的素质,有效地进行知识更新,迅速地培养新人,这是目前现代企业面临的主要课题。本书正是为了适应这一需要而编写的,它既不同于一般的教科书,又有别于当今社会上通行的工具书。

本书在编写内容上既考虑到了初参加分析化学实验的工作人员所需要的基本知识和基本技能,也考虑到了较熟练的分析化学实验人员对现代分析技术的需求。通过对本书的学习,可使分析化学实验人员既掌握分析化学的基本技能,又掌握一定的基本原理;既懂分析化学的要点,又懂一般实验室中常用仪器分析的操作过程,为进一步深入学习打下基础。

本书从分析化学实验室一般常识开始写起,继而介绍了分析化学实验室常用玻璃仪器及其他制品、分析天平、常用电器、化学试剂的性能及使用,然后介绍了分析化学实验室基本操作、分析化学实验室常用分离方法、物质物理常数的测定方法、物质的制备与溶液的配制方法及分析试样的制备和分解方法等,为了进一步提高分析化学实验人员的水平,本书还较系统地介绍了分析结果的统计分析与分析质量保证等内容。力求做到内容全面,概念清晰,深入浅出。

本书由王玉枝、周毅刚合作编写。在编写过程中,参考了一些相关的专著、教材、手册和文献等,同时还得到了湖南大学蔡炳新教授、陈贻文教授、杨桂法教授、张正奇教授、曾鸽鸣副教授、罗明辉副教授的大力支持,在此深表谢意。

限于编者水平,无论是在内容取舍,还是在难易程度的把握等方面都具有一定的局限性,书中如有错误和不妥之处,恳请读者和同行指正。

编 者

2008年1月于湖南大学

目录

第一章 分析化学实验室一般常识	1
第一节 分析化学实验室一般规则	1
一、实验工作规则	1
二、使用药剂规则	2
三、实验室安全规则	2
第二节 分析化学实验室安全常识	3
一、中毒与急救	4
二、常见化学毒物中毒与急救	5
三、触电急救与预防	9
四、常见外伤的急救	10
五、安全用电常识	11
第三节 分析化学实验室消防常识	11
一、消防常识	11
二、常用灭火方法	12
第四节 分析化学实验室管理常识	13
一、仪器的管理	14
二、化学药品及危险品的管理	16
三、气体钢瓶的管理	19
四、三废处理与某些试剂的回收	20
五、实验室建筑及室内设施管理	23
六、新产品投产前实验室的准备工作	24
第五节 实验室认可及计量认证	25
一、实验室认可	25
二、计量认证	26
三、审查认可	27
第六节 实验室自动化	27
一、专家系统	27
二、自动化	28

第二章 分析化学实验室常用玻璃仪器及其他制品	29
第一节 玻璃仪器	29
一、常用玻璃器皿及标准磨口仪器简介	30
二、常用玻璃仪器的洗涤和干燥	36
三、玻璃仪器的保管	37
四、玻璃管的简单加工及塞子钻孔	39
第二节 石英玻璃仪器	41
一、石英玻璃仪器的特性	42
二、石英玻璃仪器的使用与保管	42
第三节 瓷器和其他非金属材料器皿	42
第四节 铂及其他金属器皿	44
一、铂制品	44
二、其他金属器皿	44
第五节 塑料制品	45
一、聚乙烯制品	45
二、聚四氟乙烯制品	46
第六节 其他用品	46
一、加热用品	46
二、夹持器具	48
三、各种台架	49
四、零星用品	50
第三章 分析天平	51
第一节 分析天平的分类	51
一、托盘天平	51
二、电光天平	52
三、电子天平	53
第二节 分析天平的使用	55
一、分析天平使用方法	55
二、分析天平使用规则	56
第三节 试样的称量方法	57
一、直接称量法	57

二、递减称量法(差减法)	58
三、固定质量称量法	59
第四节 分析天平的维护及故障排除	59
一、天平维护	59
二、分析天平常见故障及排除方法	60
第四章 电工基础知识及常用电器	63
第一节 电工基础知识	63
一、电荷和电量	63
二、导体和绝缘体	64
三、电流、电阻和电压	64
四、电功和电功率	66
五、直流电和交流电	66
六、短路和保险丝	66
七、变压器	67
八、试电笔	68
九、电烙铁	68
第二节 万用电表	69
一、万用电表的构造	70
二、万用电表的用途	70
三、万用电表使用注意事项	72
第三节 电热设备	72
一、电炉和电热板	72
二、管式炉	74
三、马弗炉	74
四、电烘箱	75
五、恒温水浴锅	76
第四节 制冷设备——电冰箱	77
一、电冰箱的组成	77
二、电冰箱使用注意事项	78
第五节 电动离心设备和电动搅拌器	78
一、电动离心设备	78
二、电动搅拌器	79

第六节 真空泵	80
一、真空泵和真空系统	81
二、真空泵操作注意事项	81
第七节 恒温槽	82
一、恒温槽的组成	82
二、恒温槽的操作	84
第五章 化学试剂	85
第一节 化学试剂的分类、保管及其溶液的配制	85
一、化学试剂的分类和规格	85
二、化学试剂的保管和存放	86
三、化学试剂溶液的配制	87
第二节 化学试剂的取用方法	87
一、固体试剂的取用方法	87
二、液体试剂的取用方法	88
三、特殊试剂的取用方法	89
第三节 常用的干燥剂	90
一、常用的无机物干燥剂	90
二、分子筛干燥剂	91
第六章 分析化学实验室基本操作	92
第一节 加热与灼烧	92
一、加热	92
二、灼烧	95
第二节 浓缩、冷却与干燥	99
一、溶液的浓缩	99
二、溶液的冷却	100
三、固体物质的干燥	100
第三节 过滤与洗涤	101
一、过滤	101
二、洗涤	104
三、用玻璃砂芯过滤器过滤	104
四、用古氏(Gooch)坩埚过滤器过滤	106

五、滤膜过滤	106
第四节 蒸发、重结晶与升华	107
一、蒸发	107
二、重结晶	107
三、升华	108
第五节 蒸馏、回流与萃取	109
一、蒸馏	109
二、回流	110
三、萃取	111
第六节 气体的制备、干燥、净化与收集	112
一、气体的制备	112
二、气体的干燥和净化	113
三、气体的收集	115
第七章 分析化学实验室常用分离方法	116
第一节 沉淀分离法	117
一、无机沉淀剂沉淀分离法	117
二、有机沉淀剂沉淀分离法	118
三、共沉淀分离法	120
四、盐析法	120
五、等电点沉淀法	120
六、沉淀分离法的应用	120
第二节 溶剂萃取分离法	122
一、分配系数、分配比、萃取效率和分离因数	122
二、逆流分配分离	124
三、萃取溶剂的选择	124
四、萃取操作与反萃取	125
五、溶剂萃取分离法的应用	125
六、固相萃取	126
七、超临界流体萃取	126
八、微波萃取	127
第三节 离子交换分离法	127
一、阴阳离子交换及离子交换树脂	128

二、离子交换树脂的性质	131
三、离子交换分离操作程序	132
四、离子交换分离法的应用	133
第四节 挥发和蒸馏分离法	134
第五节 其他分离方法	135
一、生物大分子的色谱分离法	135
二、膜分离法	136
三、透析	137
四、激光分离法	138
第六节 分离技术的发展趋势	141
第八章 物质物理常数的测定	143
第一节 熔点和凝固点的测定	143
一、熔点的测定	144
二、凝固点的测定	145
第二节 沸点的测定	146
一、蒸馏法(常量法)	146
二、毛细管法(微量法)	147
第三节 相对密度的测定	147
一、相对密度计法	148
二、相对密度瓶法	149
三、点滴相对密度法	149
第四节 折射率的测定	150
第五节 比旋光度的测定	151
一、比旋光度	151
二、用旋光仪测定比旋光度	152
第六节 相对分子质量的测定	153
一、熔点降低法的原理	153
二、熔点降低法的测定方法	154
第七节 黏度的测定	155
一、黏度的分类	155
二、毛细管法测定黏度	155

第九章 物质的制备与溶液的配制	158
第一节 纯水的制备和检验	158
一、分析化学实验室用水的规格	158
二、纯水的制备方法	159
三、纯水的检验	160
四、水纯度分析结果的表示方法	161
第二节 无机物制备与无机试剂的精制	162
一、无机物制备	162
二、无机试剂的精制	170
第三节 有机物制备与有机试剂的精制	172
一、有机物制备	172
二、有机试剂的精制	175
第四节 溶液浓度的表示方法	175
第五节 溶液配制及计算	177
一、质量分数或体积分数溶液配制及计算	177
二、物质的量浓度和滴定度溶液配制及计算	179
三、混合法配制溶液及计算	181
四、标准溶液的配制及标定计算	183
五、比例浓度溶液的配制及计算	186
六、配制溶液注意事项	186
第十章 分析试样的制备和分解	188
第一节 分析试样的制备	188
一、样品的采集	188
二、分析试样的制备	190
三、采样器	190
第二节 分析试样的分解	191
一、酸溶或碱溶法(湿法)	191
二、熔融法(干法)	193
三、半熔法(烧结法)	194
四、有机物的分解	195
第十一章 分析结果的统计分析与分析质量保证	196

第一节 定量分析中的误差	196
一、准确度和精密度	196
二、误差产生的原因及减免方法	198
第二节 分析结果的统计处理	200
一、异常值的检验与取舍	201
二、测量值的分布趋势	202
三、置信度与平均值的置信区间	205
第三节 分析质量控制与分析结果评价	207
一、质量控制分析	208
二、实验室质量保证与质量控制	210
三、分析结果评价	212
 第十二章 实验数据的采集与处理	 213
第一节 实验数据的正确记录和计算	213
一、有效数字及其运算	213
二、测量数据的记录和计算	214
第二节 实验数据的 Excel 图表处理	218
一、图表的建立	218
二、图表的修改	223
 附录	 227
附录 1 我国法定计量单位	227
附录 2 常用化合物的相对分子质量	229
附录 3 不同温度下 1000mL 纯水的质量	232
附录 4 实验室常用国产分析天平	233
附录 5 常用坩埚的使用和维护	233
附录 6 可燃物质的自燃点	235
附录 7 常用酸碱试剂的浓度及相对密度	235
附录 8 几种常用缓冲溶液的配制	236
附录 9 不同温度下标准缓冲溶液的 pH 值	237
附录 10 常见气体的发生与净化方法	237
附录 11 常见化合物的俗名或别名	238
附录 12 钢瓶规定的漆色表	241

附录 13 几种常用有机溶剂及水的折射率	241
附录 14 安全知识	242
参考文献	245

第一章 分析化学实验室一般常识

分析化学是化学学科中的一个重要分支,它是研究物质化学组成成分的分析方法及其有关理论的一门科学。分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学工作者活动的主要场所是实验室,因此,一个合格的分析化学工作者必须熟知分析化学实验室的一般常识。

第一节 分析化学实验室一般规则

一、实验工作规则

在进行分析化学实验时,必须严格遵守下列规则:

(1)充分预习,认真阅读实验教材、教科书和参考资料等,明确实验目的,理解实验原理,了解实验内容、步骤、操作规程和注意事项,对将要进行的实验做到心中有数。

(2)实验前认真检查实验所需的全部仪器、试剂和药品。

(3)做好一切必要的预防措施,如防毒、防火、防腐蚀、防灼伤等措施。

(4)按照实验内容、操作规程和试剂用量进行实验,合理安排实验次序。

(5)实验时要保持安静、精心操作、细心观察、准确记录、周密思考,善于分析反应过程中的实验现象(特别是异常现象)。

(6)遵守实验室安全规则,保持室内整洁,特别是随时保持实验台面干净、整齐,仪器要摆放规整,废纸、废屑等只能丢在废物容器内,规定回收的废液要倒入回收器内,决不允许倒在水槽中。

(7)要注意节约使用水、电、煤气等,不要浪费。

(8)实验完毕,应立即把玻璃器皿洗刷干净,仪器复原,填好使用登记卡,整理好实验台面,把实验后的工作场所打扫干净,关好水、电、煤气、窗、门等。

(9)书写实验报告时,应按次序写下实验日期、实验项目、操作者姓名、反应原理、操作程序(包括装置图)、实验数据原始记录、计算和结论(讨论)结果等。报告的文字要清晰,一定要反映实验的真实内容。

二、使用药剂规则

分析化学实验所需药品和试剂无论是溶液或固体,都需要保存在带有磨口塞、橡皮塞或软木塞的试剂瓶中,并在试剂瓶上贴上标签,标明药剂的名称和规格。使用药剂时应遵守下列规则:

(1)所用药品、标样、溶液都应有标签,绝对不可在容器内装入与标签不符的物品。

(2)节约药剂,按量取用。如果在实验指导书里没有说明药剂用量,在实验中应尽可能取用小量。这样,既可降低药剂消耗,又可保证实验的安全。

(3)实验剩余的药剂不要倒回原来的容器内,也不要随意倾弃,以免发生意外事故。

(4)取用药剂后,应立即用塞子将瓶子盖好,并放回原处。

(5)干的药剂应用特制的小匙或不锈钢制的小铲来取用。小匙或小铲在任何时候都必须保持清洁和干燥,使用后应随即用滤纸将它擦拭干净。取用时注意勿使药剂洒落在实验容器外。

(6)公用试剂放在指定位置,不得擅自拿走。

(7)试剂瓶的滴管、瓶塞是配套使用的,用后立即放回原处,避免混淆,沾污试剂。

(8)我国已能生产的有机化合物和无机化合物数以万计,它们的等级标准是根据不同的纯度来确定的。在实验中,要根据实验要求合理选用不同等级标准的化学试剂。

(9)开启易挥发液体试剂之前,先将试剂瓶放在自来水流中冷却几分钟。开启时瓶口不要对人,最好在通风橱中进行。

(10)移动、开启大瓶液体药品时,不能将瓶直接放在水泥地板上,最好用橡皮布或草垫垫好,若为石膏包封的可用水泡软后再打开,严禁锤砸、敲打,以防破裂。

(11)开启高压气瓶时,应缓慢,并不得将瓶口对人。

(12)装过强腐蚀性、可燃性、有毒或易爆物品的器皿,应由操作者亲手洗净。

三、实验室安全规则

(1)不要用湿手、湿物接触电源,水、电、气使用完毕立即关闭。

(2)不得在实验室内吸烟、进食或喝饮料。禁止穿拖鞋、高跟鞋、背心、短裤(裙)进入实验室。

(3)加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以防液体溅出,对人身造成伤害。

- (4) 闻气味时应用手小心地把气体或烟雾扇向自己的鼻子。
- (5) 具有易挥发和易燃物质(如有机溶剂)的实验,应在远离火源和热源的地方进行。操作易燃物质时,加热应在水浴或砂浴中进行,避免明火,这些物质用后应将瓶塞盖紧,放在阴凉处保存。
- (6) 取下正在沸腾的溶液时,应用瓶夹先轻摇动以后再取下,以免溅出伤人。
- (7) 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,应避免溅落在皮肤、衣服、书本等上,更应防止溅入眼睛内。
- (8) 稀释硫酸时,必须在硬质热烧杯或锥形瓶中进行,只能将浓硫酸慢慢注入水中,边倒边搅拌,温度过高时,应等冷却或降温后再继续进行,严禁将水倒入硫酸中。
- (9) 妥善处理无用的或沾污的试剂,固体弃于废物缸内,无环境污染的液体,用大量水冲入下水道。
- (10) 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品,使用时应特别小心。氰化物不能接触酸,否则会产生有剧毒的 HCN。氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为氰化亚铁盐,然后直接倒入下水道中。双氧水能腐蚀皮肤。接触过化学药品后应立即洗手。
- (11) 将玻璃管、温度计或漏斗插入塞子前,用水或适当的润滑剂润湿,用毛巾包好再插,两手不要分得太开,以免折断划伤手。
- (12) 在加热或反应较激烈时,人不得离开。
- (13) 禁止任意混合各种试剂、药品,以免发生意外事故。
- (14) 下列实验应在通风橱内进行:
- ① 配制药品或试验中能放出 HCN 、 NO_2 、 H_2S 、 SO_3 、 SO_2 、 CO 、 Br_2 、 Cl_2 、 HF 、 NH_3 及其他有毒和腐蚀性气体时。
- ② 取用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 、 HClO_4 等易挥发的试剂时。
- ③ 加热或蒸发 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 、 H_3PO_4 等溶液时。
- ④ 溶解或消化试样时。
- (15) 使用电器设备时,应特别细心,凡是漏电的仪器不要使用,以免触电。
- (16) 使用精密仪器时,应严格遵守操作规程,仪器使用完毕后,将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置,关闭电源,拔去插头。

第二节 分析化学实验室安全常识

在实验室工作,应特别注意安全。实验时所用的药品大多数是有毒的,甚至是