

国家科技基础条件平台建设项目
“全国分析检测人员能力培训与考核体系”成果

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材

ATC 020

重量分析法

符斌 主编



NLIC2970876787



中国质检出版社
中国标准出版社



全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材

ATC 020 重量分析法

符 斌 主编



NLIC2970876787

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

ATC 020 重量分析法/符斌主编, —北京: 中国标准出版社, 2013. 2
ISBN 978 - 7 - 5066 - 6999 - 3

I. ①A… II. ①符… III. ①重量法 IV. ①0655. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 011751 号

中国质检出版社
中国标准出版社 出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.spc.net.cn

总编室: (010)64275323 发行中心: (010)51780235

读者服务部: (010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 10 字数 237 千字

2013 年 2 月第一版 2013 年 2 月第一次印刷

*

定价 38.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68510107

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

主 任 吴波尔

副主任 刘卓慧 吴学梯 张 泽

委 员 (按姓氏笔画排序)

马晋并 方 向 王海舟 庄乾坤 乔 东 许增德

李文龙 宋桂兰 张渝英 葛红梅

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC) 培训教材编写审定委员会

总 编 审 张渝英

副总编审 王海舟 乔 东

常务编审 符 斌

编 审 (按姓氏笔画排序)

马燕文	马振珠	于世林	邓 勃	邓星临	邓志威	王光辉
王明海	王春华	王 滨	王福生	王 蓬	尹 明	田 玲
白伟东	刘虎威	刘国詮	刘丽东	刘咸德	刘 正	刘 英
刘卫平	刘 挺	傅若农	江超华	再帕尔	吕 杨	吴牟天
吴惠勤	吴淑琪	吴国平	冯先进	孙素琴	孙泽明	齐美玲
朱衍勇	朱跃进	朱林茂	朱生慧	朱锦艳	朱 斌	汪正范
汪聪慧	李 冰	李小佳	李丛笑	李红梅	李华昌	李重九
李继康	李寅彦	李国会	李万春	李美玲	沈学静	沈建忠
佟艳春	牟世芬	杨啸涛	杨春晟	邹汉法	罗立强	罗倩华
张 中	张 庄	张之果	张学敏	张锦茂	张伟光	张克顺
张东生	张夕虎	张慧贤	林崇熙	谢孟峡	者冬梅	周志恒
周巍松	周艳明	郑国经	卓尚军	屈文俊	贾云海	柯以侃
柯瑞华	柯晓涛	陈江韩	陈吉文	胡国栋	胡净宇	胡洛翡
胡晓燕	赵 雷	徐经纬	徐友宣	徐本平	唐凌天	高介平
高宏斌	高怡斐	谭晓东	郭永权	侯红霞	崔秋红	蒋士强
蒋仁贵	蒋子江	梁新帮	陶 琨	黄业茹	詹秀春	蔡文河
臧慕文	魏若奇					

《全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材》

序

分析测试技术作为科技创新的技术基础、国民经济发展和国际贸易的技术支撑,环境保护和人类健康的技术保障,正受到越来越多的关注,而分析测试体系的建设在科技进步和经济发展中正发挥着举足轻重的作用。国家科技部从1999年以来先后组织建设并形成了分析测试方法体系、全国检测资源共享平台,大型仪器共享平台,标准物质体系以及应急分析测试体系等分析测试相关的基础条件平台。2005年在科技基础条件平台建设中,又启动了《机制与人才队伍建设——全国分析测试人员分析测试技术能力考核确认与培训系统的建立与实施》的项目。从而形成了由“人员、方法、仪器、标准物质、资源”等组成的完整系统的分析测试平台体系。

为加强分析检测人员队伍的建设,确保分析检测人员技术能力的培训与考核工作的科学性、规范性、系统性和持续性,完成国家科技基础条件平台建设的相关任务,中华人民共和国科学技术部、国家认证认可监督管理委员会等部门共同推动成立了“全国分析检测人员能力培训委员会”(简称“NTC”),负责对分析检测人员技术能力的培训与考核工作。

NTC的宗旨是为提高我国分析检测人员整体的检测能力和水平,促进分析检测结果的准确性和可靠性,为国家科技进步、公共安全、经济社会又好又快发展服务。

NTC依据国家相关法律法规,按照分析检测的相关国际和国家标准、规范等开展培训工作,遵循客观公正、科学规范的工作原则开展考核工作。

NTC的分析检测技术的分类系以通用分析测试技术为基点,兼顾专用技术,根据相关学科分类标准及分析检测技术设备原理划分,

形成每项技术分别覆盖材料、环境资源、食品以及能源等领域化学成分和性能表征的分析测试技术能力分类系统,首批共纳入了 58 项技术。

每项分析检测技术由四个技术部分组成,即分析检测技术基础、仪器与操作技术、标准方法与应用以及数据处理。

通过相关技术四个部分考核的技术人员将由全国分析检测人员能力培训委员会颁发分析检测人员技术能力证书。证书是对分析检测人员具备相关分析检测技术(方法)或相关部分的技术能力的承认,可以胜任相关分析检测岗位的检测工作;该证书可作为计量认证、实验室认可、相关认证认可以及大型仪器共用共享的能力证明。

为规范各项技术考核基本要求,委员会正式发布了各项技术的考核培训大纲。为便于培训教师、分析检测人员进一步理解大纲的要求,在 NTC 的统一领导下,由 NTC 秘书处负责组织成立了 NTC 培训教材编写审定委员会,系统规划教材的系统设置方案、设计了教材的总体架构、与考核相结合规定了每项技术各部分内容的设置,并分别组织了各项技术分编委会,具体负责各项技术的培训教材的编写。NTC 拥有《NTC 系列培训教材》的著作权,并指定该套教材为由 NTC 组织的分析检测人员技术能力培训的唯一指定教材,并将其专有出版权授予中国质检出版社(中国标准出版社),由其出版发行,以服务于全国分析检测人员的技术培训与考核工作。

全国分析检测人员能力培训委员会

NTC 通用理化性能分析检测能力技术分类

1 ATC——化学分析测试技术

- ATC 001 电感耦合等离子体原子发射光谱分析技术
- ATC 002 火花源/电弧原子发射光谱分析技术
- ATC 003 X 射线荧光光谱分析技术
- ATC 004 辉光放电发射光谱分析技术
- ATC 005 原子荧光光谱分析技术
- ATC 006 原子吸收光谱分析技术
- ATC 007 紫外-可见吸收光谱分析技术
- ATC 008 分子荧光光谱分析技术
- ATC 009 红外光谱分析技术
- ATC 010 气相色谱分析技术
- ATC 011 液相色谱分析技术
- ATC 012 毛细管电泳分析技术
- ATC 013 固体无机材料中碳硫分析技术
- ATC 014 固体无机材料中气体成分(O、N、H)分析技术
- ATC 015 核磁共振分析技术
- ATC 016 质谱分析技术
- ATC 017 电感耦合等离子体质谱分析技术
- ATC 018 电化学分析技术
- ATC 019 物相分离分析技术
- ATC 020 重量分析法
- ATC 021 滴定分析法
- ATC 022 有机物中元素(C、S、O、N、H)分析技术
- ATC 023 酶标分析技术

2 ATP——物理检测技术

- ATP 001 金相低倍检验技术
- ATP 002 金相高倍检验技术
- ATP 003 扫描电镜和电子探针分析技术
- ATP 004 透射电镜分析技术
- ATP 005 多晶 X 射线衍射技术
- ATP 006 俄歇电子能谱分析技术
- ATP 007 X 射线光电子能谱分析技术

ATP 008 扫描探针显微分析技术
ATP 009 密度测量技术
ATP 010 热分析技术
ATP 011 导热系数测量技术
ATP 012 热辐射特性参数测量技术
ATP 013 热膨胀系数测量技术
ATP 014 热电效应特征参数测量技术
ATP 015 电阻性能参数测量技术
ATP 016 磁性参数测量技术
ATP 017 弹性系数测量技术
ATP 018 声学性能特征参数测量技术
ATP 019 内耗阻尼性能参数测量技术
ATP 020 粒度分析技术
ATP 021 比表面分析技术
ATP 022 热模拟试验技术

3 ATM——力学性能测试技术

ATM 001 拉伸试验技术
ATM 002 弯曲试验技术
ATM 003 扭转试验技术
ATM 004 延性试验技术
ATM 005 硬度试验技术
ATM 006 断裂韧度试验技术
ATM 007 冲击试验技术
ATM 008 疲劳试验技术
ATM 009 磨损试验技术
ATM 010 剪切试验技术
ATM 011 压缩试验技术
ATM 012 落锤、撕裂试验技术
ATM 013 高温持久、蠕变、松弛试验技术

《ATC 020 重量分析法》

编 委 会

主 编 符 斌

编 委 (按姓氏笔画排序)

王艳花	田 玲	安 静	李万春
杨春昇	郑国经	柯瑞华	胡洛翡
胡晓燕	唐凌天		

前 言

重量分析法是最经典的定量分析方法,历史最为悠久。三百年来,虽然分析技术发生了一系列重大的变化,并已进入了 21 世纪的电子信息现代化时代,但重量法因其独特的优点——作为"绝对法"无需标准样品校准和准确度高,使重量法依然是各个领域不可或缺的重要的分析方法,并广泛被标准分析方法所采用。

本书依据全国分析检测人员能力培训委员会《ATC020 重量分析法考核与培训大纲》编写,内容包括四部分:

(1)重量分析法的基础理论知识。着重介绍了沉淀重量法的基本原理、沉淀条件、影响因素、常用方法等,此外还介绍了电解重量法、挥发重量法和萃取重量法。

(2)仪器设备与操作。全面介绍了重量分析法使用的仪器设备,包括天平、电热恒温干燥箱与箱式高温炉、电解重量法设备及各种坩埚,并对沉淀的过滤、洗涤及烘干、灼烧等操作进行了具体描述。

(3)标准方法与应用技术。以举例的方式介绍了在钢铁分析、有色金属分析、岩石、矿物分析、化工及能源分析、航空及机械工业分析、环境分析,以及食品、粮食分析等领域的重量分析方法标准与应用,包括各个方法的原理、适用范围、分析步骤、结果计算、注意事项等。

(4)分析结果的数据处理。介绍了重量分析法测定结果的数据处理及计算方法,误差及测定结果的不确定度评定。

本书以厂矿企业、科研院所、高等院校、检验检疫、环境监测等领

域实验室的检测人员为基本对象,希望通过以本书为教材的培训或学习,提升他们在重量分析方面的理论知识和实际技术能力。本书可作为有关部门培训分析检测人员的教材,也可供有关部门分析检测人员在工作中参考和使用,对相关院校师生的教学,本书也极具参考价值。

本教材系在"全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)培训教材编审委员会"的指导下,组织各领域的专家参加编写工作,并征求有关专家的意见,反复修改、几易其稿而成。

参加本书编写的有白伟东、朱生慧、李学强、郭娟、谢宏等。在本书编写过程中曾得到各方面技术专家的指导和帮助,在此一并致以谢忱。

由于该项技术所涉及的应用领域极其广泛,以及编者知识面及水平所限,书中难免有疏漏和错误之处,恳请分析界专家及读者批评指正。

编 者

2013年2月

目 录

1 重量法分析的基础理论	1
1.1 概 述	1
1.1.1 重量分析法的分类和特点	1
1.1.2 重量法的分析过程	2
1.1.3 重量分析法常用术语	3
1.2 沉淀的形成	4
1.2.1 沉淀的生成	4
1.2.2 沉淀的类型和形成过程	5
1.2.3 晶核的形成	7
1.2.4 晶形沉淀和无定形沉淀的生成	9
1.3 沉淀的溶解度及其影响因素	9
1.3.1 溶解度和溶度积	10
1.3.2 影响沉淀溶解度的因素	12
1.4 影响沉淀纯度的因素	18
1.4.1 共沉淀现象	18
1.4.2 后沉淀现象	21
1.4.3 减少玷污沉淀的方法	22
1.5 沉淀条件的选择	23
1.5.1 晶形沉淀的沉淀条件	23
1.5.2 无定形沉淀的沉淀条件	24
1.5.3 均匀沉淀法	25
1.6 重量分析对沉淀的要求	27
1.6.1 重量分析对沉淀形式的要求	27
1.6.2 重量分析对称量形式的要求	28
1.6.3 沉淀剂的选择	28
1.7 常用沉淀重量法	30
1.7.1 无机沉淀剂沉淀法	30
1.7.2 有机沉淀剂沉淀法	32
1.8 电解重量分析法	37
1.8.1 基本原理	37
1.8.2 恒电流电解分析法	42
1.8.3 控制阴极电位电解分析法	44

1.8.4 内电解分析法	47
1.8.5 汞阴极电解分析法	47
1.8.6 元素的电重量分析	47
1.9 挥发重量法	48
1.10 萃取重量法	49
1.11 重量分析结果的计算	49
1.12 思考题	51
2 重量分析法仪器设备与操作	54
2.1 概 述	54
2.2 天 平	54
2.2.1 天平的构造	55
2.2.2 天平的使用及维护	58
2.2.3 天平的校准	63
2.3 电热恒温干燥箱与箱式高温炉	63
2.3.1 电热恒温干燥箱(烘箱)	63
2.3.2 箱式电阻炉(马弗炉)	66
2.4 电解重量法的相关设备	67
2.5 坩埚的正确使用及维护	68
2.5.1 铂坩埚	68
2.5.2 镍坩埚	69
2.5.3 铁坩埚	69
2.5.4 银坩埚	69
2.5.5 瓷坩埚	69
2.5.6 石英坩埚	69
2.5.7 玻璃坩埚	70
2.6 沉淀的过滤、洗涤及烘干、灼烧	70
2.6.1 沉淀	70
2.6.2 沉淀的过滤与洗涤	71
2.6.3 沉淀的烘干与灼烧	74
3 重量分析方法标准与应用技术	76
3.1 钢铁分析中重量分析方法标准与应用	77
3.1.1 概述	77
3.1.2 样品处理	78
3.1.3 应用实例	78
3.2 有色金属分析中重量分析方法标准与应用	85
3.2.1 概述	85

3.2.2 样品处理	85
3.2.3 应用实例	86
3.3 岩石、矿物分析中重量分析方法标准与应用	96
3.3.1 概述	96
3.3.2 样品处理	97
3.3.3 应用实例	97
3.4 化工及能源分析中重量分析方法标准与应用	103
3.4.1 概述	103
3.4.2 样品处理	103
3.4.3 应用实例	103
3.5 航空及机械分析中重量分析方法标准与应用	109
3.5.1 概述	109
3.5.2 样品处理	109
3.5.3 应用实例	109
3.6 环境分析中重量分析方法标准与应用	112
3.6.1 概述	112
3.6.2 样品处理	113
3.6.3 应用实例	113
3.7 食品、粮食分析中重量分析方法标准与应用	117
3.7.1 概述	117
3.7.2 样品处理	117
3.7.3 应用实例	117
4 重量分析结果的数据处理	121
4.1 重量法计算参数及定义	121
4.2 重量法测定结果的数据处理及计算方法	122
4.3 误差及其分类	122
4.3.1 (量的)真值	122
4.3.2 (测量)误差	122
4.3.3 误差的分类	122
4.4 测量的精密度、正确度和准确度	124
4.4.1 精密度	124
4.4.2 正确度	124
4.4.3 准确度	124
4.5 平均值	125
4.5.1 平均值是最佳估计值	125
4.5.2 平均值的误差	125
4.5.3 平均值的置信界限	125

4.6 化学分析中测试数据的处理	126
4.6.1 有效数字及运算规则	126
4.6.2 化学分析中测定数据的处理	128
4.7 提高分析准确度的方法	130
4.7.1 对照试验	130
4.7.2 空白试验	130
4.7.3 仪器校正	131
4.7.4 标准加入法	131
4.8 重量分析测量结果不确定度评定	131
4.8.1 相关术语	131
4.8.2 重量分析测量结果不确定度评定规则	132
4.8.3 重量分析测量结果不确定度评定实例	133
4.8.4 不确定度评定结果分析	135
4.9 思考题	135
参考文献	136
附录1 部分常见难溶化合物溶度积	137
附录2 天平常见问题处理	138
附录3 砝码的等级与规格	143
附录4 滤纸的型号与性质	144

重量法分析的基础理论

1.1 概 述

重量分析法是定量分析中的一种经典方法。18 世纪中叶，罗蒙诺索夫首先使用天平称量法，对物质在化学变化中量的改变进行了测定，并证明了质量守恒定律，实际上为定量分析中的重量分析法奠定了基础。重量分析法要求有精密的分析天平，19 世纪分析天平称量准确度达 0.1mg；20 世纪出现了微量和超微量分析天平，称重的准确度分别达到 0.001mg 和 0.0001mg，扩大了重量分析的应用范围。

重量分析法是将待测组分与试样中的其它组分分离，并使之转化为具有一定称量形式的化合物，然后用称量的方法测定待测组分的含量。显然，重量分析须借助精密分析天平进行称量。确切的说，用天平称量得出的结果应为物体的质量。鉴于历史和习惯上的原因，目前人们仍沿用“重量分析”这一名称。

1.1.1 重量分析法的分类和特点

1.1.1.1 重量分析法的分类

在重量分析中，一般首先采用适当的方法，使被测组分以单质或化合物的形式从试样中与其它组分分离。重量分析的过程包括了分离和称量两个过程。很显然，重量法的核心问题是将样品中的待测组分与其它共存组分分离，根据对待测组分所使用的分离方法的不同，重量分析一般分为四类：沉淀重量法、挥发重量法、电解重量法和萃取重量法。此外，目前在矿石、冶金分析中还有用于金、银分析的火试金（分离）重量法。

（1）沉淀重量法

沉淀法是使待测组分与一种试剂（通常称作沉淀剂）形成难溶化合物从溶液中沉淀出来，经过滤并洗涤，使沉淀与其它共存组分分离。沉淀可以在适当的温度下烘干或灼烧成具有确定组成的化合物，然后称量，计算待测组分的含量。该法是重量分析的主要方法。硫酸钡重量法测定硫或钡，丁二酮肟重量法测定镍均是典型的沉淀重量法。

（2）挥发重量法（气化法）

挥发法是用加热或其它方法使试样中待测组分成为挥发性物质逸出，然后根据样品质量的减少，计算待测组分的含量。或者，当待测组分逸出时，选择适当吸收剂将它吸收，然后根据吸收剂质量的增加，计算待测组分的含量。典型的例子为试样中的吸湿水或化合物的测定，把已知质量的试样在一定温度下烘干，使水分逸出至质量不变，然后根据试样

减少的质量计算水分。也可以用吸湿剂（如高氯酸镁）吸收逸出的水分，然后根据吸湿剂增加的质量计算水分。

(3) 电解重量法

利用电解原理，控制适当的电压，使待测组分在电极上析出，然后称量电极的增重，求得待测组分的含量。例如，电解法测定铜合金中铜的含量，在 Pt 阴极上析出 Cu：



称量 Pt 电极增加的质量，以求出铜的含量。

(4) 萃取法

萃取法是利用被测组分与其它组分在互不相溶的两种溶剂中的分配系数不同，使被测组分从试样中定量转移至提取剂中而与其它组分分离。例如，粮食中脂肪含量的测定，用乙醚作提取剂，在提取容器中通过低温回流将试样中的脂肪全部浸提到乙醚中。再将提取液中的乙醚蒸发除去，那么提取容器前后的质量之差就是脂肪的含量。

1.1.1.2 重量分析法的特点

重量法具有如下特点：

(1) 准确度高，适合于常量组分的测定。对高含量的硅、磷、钨、稀土元素等试样的精确分析，至今仍常使用重量分析方法。一般测定的相对误差不大于 0.1%；

(2) 造成测量不确定的因素较少。由于它通过直接称量得到分析结果，不需要从容量器皿中引入许多数据，也不需要与基准物质或标准试样作比较，因此造成测量不确定的因素较少；

(3) 操作复杂，繁琐费时，不适于生产中的控制分析；

(4) 对低含量组分的测定误差较大。

鉴于重量法的特点，该技术在诸多领域中仍然不可或缺：在岩矿及金属分析中，用于测定金、钨、钼、镍、铌、钽、硫、二氧化硅等；在环境污染物分析中，常用于测定硫酸盐、二氧化硅、残渣、悬浮物、油脂、飘尘和降尘等；在药物纯度检查中常用于进行干燥失重、炽灼残渣、灰分及不挥发物的测定等。随着称量工具的改进，重量分析法也不断发展，如近年来用压电晶体的微量测重法测定大气飘尘和空气中的汞蒸汽等。

1.1.1.2 重量法的分析过程

(1) 沉淀重量法分析过程

沉淀重量法的分析过程如下：

试样 $\xrightarrow{\text{消解}}$ 试液 $\xrightarrow{\text{沉淀剂}}$ 沉淀 $\xrightarrow{\text{过滤、洗涤}}$ 沉淀形式 $\xrightarrow{\text{灼烧或烘干}}$ 称量形式 $\rightarrow$ 称量 $\rightarrow$ 计算结果

(2) 电解重量法分析过程

电解重量法分析过程如下：

试样 $\xrightarrow{\text{消解}}$ 试液 $\xrightarrow{\text{电解}}$ 在电极上生成电沉淀 $\xrightarrow{\text{洗涤、烘干}}$ 称量 $\rightarrow$ 计算结果

(3) 挥发重量法分析过程

挥发重量法分析过程如下：

1) 直接法：通过测量挥发出来组分的重量，计算待测组分百分含量。

试样 $\xrightarrow{\text{加酸}}$ 试液 $\xrightarrow{\text{加热}}$ 组分挥发 $\xrightarrow{\text{试剂吸收挥发组分}}$ 称量 $\rightarrow$ 根据吸收剂前后的重量变化计算结果