



※高职高专化学化工类规划教材

分析化学

陈久标 邓基芹 ◎ 主 编
张 玲 解旭东 ◎ 副主编
赵红军 ◎ 主 审



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS



ANALYTICAL CHEMISTRY

分析化学

主编 王 强 副主编 李 强
主审 张 强 副主审 李 强
编 者 王 强 李 强 张 强

化学工业出版社

高职高专化学化工类规划教材

分析化学

陈久标	邓基芹	主 编
张 玲	解旭东	副主编
赵红军		主 审

图书在版编目(CIP)数据

分析化学/陈久标,邓基芹主编. —上海:华东理工大学出版社,2010.11
(高职高专化学化工类规划教材)
ISBN 978-7-5628-2849-5

I. ①分... II. ①陈... ②邓... III. ①分析化学—高等学校:技术学校—教材 IV. ①065

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 124509 号

高职高专化学化工类规划教材

分析化学

主 编 / 陈久标 邓基芹

责任编辑 / 李国平

责任校对 / 李 晔

封面设计 / 陆丽君

出版发行 / 华东理工大学出版社

地址:上海市梅陇路 130 号,200237

电话:(021)64250306(营销部) 64252253(编辑室)

传真:(021)64252707

网址:press.ecust.edu.cn

印 刷 / 江苏南通印刷总厂有限公司

开 本 / 787mm×1092mm 1/16

印 张 / 15.5

字 数 / 397 千字

版 次 / 2010 年 11 月第 1 版

印 次 / 2010 年 11 月第 1 次

印 数 / 1-3000 册

书 号 / ISBN 978-7-5628-2849-5/O·228

定 价 / 29.80 元

(本书如有印装质量问题,请到出版社营销部调换。)

内 容 提 要

本书共分 13 章,内容包括绪论、定量分析的一般过程、滴定分析法、酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、重量分析法和沉淀滴定法、吸光光度法、气相色谱法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、钢铁与粘土国家标准、实验与实训。每章末附有思考题和习题及参考答案。本书可作为高职高专学校工业分析、化工、应用化学、材料化学以及药学、环境科学等专业教材使用。

前 言

分析化学是化学学科的一个重要分支,它对化学各学科的发展起着重要作用。在医药卫生、工业、农业、国防、资源开发等许多领域中都需要分析化学的理论知识和技术。分析化学是应用化学、材料化学、药学、环境科学、工业分析、化工等专业的基础课程。

培养高等技术应用性人才是职业教育人才培养目标。职业教育直接为地方或行业经济发展服务,培养学生基本职业素质、知识和技能。编者通过生产实际的调查和了解,以及对化工及相关专业毕业生的跟踪调查,编写了本书。本书吸收最新出版的优秀同类教材的优点、企业最新的分析方法,不仅保证了“必需、够用”的理论内容,又融入了足够的与企业、科技发展密切相关的实验实训的内容,充分体现突出高职高专教育特点。根据职业岗位或岗位群的需要,并考虑到化学分析与仪器分析在内容上的相互联系,适当增加了仪器分析内容。

本书内容注重实用性,力求通俗易懂,易教易学,不刻意追求分析化学知识的系统性和完整性;力求融知识传授、技能训练和方法培养为一体,使学生既能掌握分析化学的一般原理和方法,又能实际操作,触类旁通。例题、习题内容,既是与正文的“知识链接与延伸”、又是企业最新分析方法的“分析”,让学生感受到分析化学实用性与职业性,有利于激发学生学习兴趣。

本书坚持以学生为主体以能力培养为主线。注重学生创造能力、创新精神和解决问题能力的培养。培养认真的科学态度及独立进行精密科学实验的技巧提高分析问题和处理问题的能力,为后继课程的学习以及从事科学研究和生产工作打下良好的基础。

本书由山东工业职业学院陈久标、邓基芹担任主编,黑龙江生物科技职业学院张玲,山东工业职业学院解旭东担任副主编。第1章由张玲执笔,第3、4章由陈久标执笔,第2、6章由邓基芹执笔,第5章由张娜执笔,第7章由解旭东执笔,第8章由孙亚南执笔,第9章由赵启红执笔,第10、11章由赵文泽执笔,第12章由武永爱执笔,第13章实验一至实验八及附表由张玲执笔,第13章实验九至实验十六由刘淑玲执笔。

本书由山东工业职业学院赵红军教授主审,赵教授在百忙中对本书提出了许多宝贵意见和建议,在此表示诚挚的感谢!

读者对本书有什么意见或建议的,请联系,E-mail:dengjiqin@163.com 或 02164236455@189.cn

编者
2010年5月

目 录

1 绪 论	1
1.1 分析化学的任务和作用	1
1.1.1 分析化学的任务	1
1.1.2 分析化学的作用	1
1.2 分析方法的分类	1
1.2.1 定性分析、定量分析和结构分析	1
1.2.2 无机分析和有机分析	2
1.2.3 化学分析和仪器分析	2
1.2.4 常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析	2
1.2.5 例行分析和仲裁分析	2
1.3 分析化学的发展趋势	2
2 定量分析的一般过程	4
2.1 分析试样的采集与制备	4
2.1.1 分析试样的采集	4
2.1.2 分析试样的制备	5
2.2 称样与溶解	6
2.2.1 称样	6
2.2.2 溶样	6
2.3 分析方法的选择与测定	7
2.3.1 分析测定的要求	7
2.3.2 待测组分的性质与含量范围	7
2.3.3 干扰组分的影响	7
2.3.4 实验室条件的影响	7
2.4 数据处理与分析结果的表征	8
2.5 分析化学中的误差和数据处理	8
2.5.1 误差的来源和分类	8
2.5.2 误差的表示	9
2.5.3 分析结果的表征——准确度与精密度	10
2.5.4 误差的减免	13
2.6 有效数字及其运算规则	14
2.6.1 有效数字的一般概念	14
2.6.2 有效数字修约规则(“四舍六入五成双”规则)	14
2.6.3 有效数字运算规则	15
2.6.4 有效数字的运算在分析化学实验中的应用	16
思考题	17

习 题	17
3 滴定分析法	20
3.1 滴定分析仪器及操作技术	20
3.1.1 分析天平	20
3.1.2 滴定分析玻璃仪器	23
3.2 标准溶液的配制	28
3.2.1 标准溶液的浓度表示	28
3.2.2 滴定度	29
3.2.3 基准物质	29
3.2.4 标准溶液的配制	29
3.3 滴定分析的条件和方法	30
3.3.1 滴定反应的条件要求	30
3.3.2 滴定分析的方法	30
3.4 滴定分析的计算	31
3.4.1 基本单元的确定原则	31
3.4.2 滴定分析计算	32
思考题	33
习 题	34
4 酸碱滴定法	35
4.1 水溶液中的酸碱平衡	35
4.1.1 酸碱质子理论	35
4.1.2 水的离解平衡和酸碱水溶液的 pH	35
4.2 酸碱溶液的 pH 计算	35
4.2.1 质子条件	35
4.2.2 酸碱溶液的 pH 计算	36
4.3 缓冲溶液	38
4.3.1 缓冲溶液及其组成	38
4.3.2 缓冲溶液的作用原理	38
4.3.3 缓冲溶液 pH 的计算	39
4.4 酸碱指示剂	40
4.4.1 酸碱指示剂的作用原理	40
4.4.2 指示剂的变色范围及影响因素	41
4.5 酸碱标准溶液的配制与标定	42
4.5.1 HCl 标准溶液的配制与标定	42
4.5.2 NaOH 标准溶液的配制与标定	43
4.6 酸碱滴定曲线及指示剂的选择	43
4.6.1 强碱滴定强酸	43
4.6.2 强碱滴定弱酸	45
4.6.3 多元酸碱的滴定	47
4.7 酸碱滴定法的应用	49

4.7.1 混合碱的分析(双指示剂法).....	49
4.7.2 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅的含量.....	51
4.7.3 铵盐中含氮量的测定及有机化合物中氮的测定.....	51
4.7.4 食醋中总酸度及硼酸的测定.....	52
思考题.....	53
习 题.....	53
5 配位滴定法	55
5.1 配位滴定法	55
5.2 氨羧配位体	55
5.2.1 EDTA 的性质及其离解平衡	55
5.2.2 EDTA 与金属离子配位的特点	56
5.3 EDTA 配合物在水溶液中的离解平衡及其影响因素	57
5.3.1 EDTA 与金属离子的主反应及配合物的稳定常数	57
5.3.2 EDTA 与金属离子的副反应及副反应系数	58
5.4 配位滴定法原理	61
5.4.1 滴定曲线.....	61
5.4.2 滴定金属离子的最小 pH 和酸效应曲线.....	62
5.5 金属指示剂	64
5.5.1 金属指示剂的作用原理.....	64
5.5.2 金属指示剂应具备的条件.....	65
5.5.3 常用的金属指示剂.....	65
5.6 提高配位滴定选择性的方法	66
5.6.1 控制溶液酸度的方法.....	66
5.6.2 掩蔽或解蔽的方法.....	67
5.6.3 预先分离.....	69
5.6.4 选用其他配位滴定剂.....	69
5.7 配位滴定方式及其应用	70
5.7.1 配位滴定方式.....	70
5.7.2 配位滴定法应用实例.....	71
思考题.....	72
习 题.....	73
6 氧化还原滴定法	75
6.1 概述	75
6.2 氧化还原平衡	75
6.2.1 电极电位和条件电极电位.....	75
6.2.2 氧化还原平衡.....	78
6.2.3 影响氧化还原反应速率的因素	79
6.3 氧化还原滴定原理	80
6.3.1 氧化还原滴定曲线.....	80
6.3.2 氧化还原滴定中的指示剂.....	82

6.3.3	指示剂的选择原则	83
6.4	氧化还原滴定的预处理	83
6.4.1	进行预处理的必要性	83
6.4.2	常用的预处理试剂	84
6.5	常用的氧化还原滴定法	85
6.5.1	高锰酸钾法	85
6.5.2	重铬酸钾法	88
6.5.3	碘法	90
6.5.4	碘法应用实例	93
	思考题	94
	习题	94
7	重量分析法和沉淀滴定法	98
7.1	重量分析法概述	98
7.1.1	重量分析法的分类	98
7.1.2	重量分析对沉淀的要求	98
7.1.3	重量分析法的一般操作过程	99
7.1.4	重量分析的操作技术	100
7.2	沉淀的溶解度及其影响因素	104
7.2.1	同离子效应	104
7.2.2	盐效应	105
7.2.3	酸效应	105
7.2.4	配位效应	106
7.2.5	影响沉淀溶解度的其他因素	106
7.3	沉淀的沾污	107
7.3.1	共沉淀现象	107
7.3.2	继沉淀现象	108
7.3.3	减少沉淀沾污的方法	108
7.4	重量分析法应用示例	108
7.4.1	氯化钡沉淀法(可溶性硫酸盐中硫的测定)	108
7.4.2	丁二酮肟重量法(钢铁中镍含量的测定)	109
7.5	沉淀滴定法	109
7.5.1	莫尔法(铬酸钾作指示剂)	109
7.5.2	佛尔哈德法(铁铵矾作指示剂)	110
7.5.3	法扬司法(吸附指示剂法)	111
	思考题	112
	习题	112
8	吸光光度法	114
8.1	物质的颜色及对光的选择性吸收	114
8.1.1	物质的颜色与可见光	114
8.1.2	光吸收曲线与最大吸收波长	115

8.1.3 光吸收的基本定律	115
8.2 分光光度计	117
8.2.1 分光光度计的组成	117
8.2.2 显色条件的选择	117
8.2.3 测量条件的选择	118
8.2.4 控制准确的吸光度的读数范围	119
8.3 分光光度法的应用	119
8.3.1 标准比较法	119
8.3.2 标准曲线法	120
思考题	121
习 题	121
9 气相色谱法	122
9.1 概述	122
9.1.1 色谱法的分类和特点	122
9.1.2 气相色谱的分析流程	122
9.1.3 气相色谱的分离原理	123
9.2 气相色谱法理论基础	124
9.2.1 常用术语	124
9.2.2 气相色谱基本理论	126
9.3 气相色谱的固定相及其选择原则	128
9.3.1 色谱柱	128
9.3.2 固定相的选择	128
9.4 气相色谱检测器	131
9.4.1 热导池检测器(TCD)	131
9.4.2 氢火焰离子化检测器(FID)	133
9.5 气相色谱分离条件的选择	134
9.5.1 载气种类和流速的选择	134
9.5.2 温度的选择	134
9.5.3 柱长和柱内径的选择	135
9.5.4 进样时间和进样量的选择	135
9.6 气相色谱分析方法	135
9.6.1 定性分析	135
9.6.2 定量分析	136
9.7 高效液相色谱分析法简介	139
9.8 色谱分析法的应用示例	140
9.8.1 工业冰乙酸中甲酸含量的测定(内标法)	140
9.8.2 煤气中的苯含量测定(外标法)	141
附:GC6890N 气相色谱仪的使用规程	141
思考题	142
习 题	142

10 原子吸收光谱法	145
10.1 概述.....	145
10.2 原子吸收光谱法原理.....	146
10.2.1 原子吸收光谱的产生.....	146
10.2.2 基态与激发态原子的分配.....	146
10.2.3 原子吸收光谱的谱线轮廓.....	147
10.2.4 积分吸收、峰值吸收与定量分析公式.....	148
10.3 原子吸收分光光度计.....	149
10.3.1 光源-空心阴极灯.....	150
10.3.2 原子化系统.....	151
10.3.3 分光系统(单色器).....	153
10.3.4 检测系统.....	154
10.4 定量分析方法.....	154
10.4.1 标准曲线法.....	154
10.4.2 标准加入法.....	155
10.4.3 内标法.....	157
10.5 干扰及其抑制.....	157
10.5.1 光谱干扰.....	157
10.5.2 电离干扰.....	158
10.5.3 分子吸收.....	158
10.5.4 化学干扰.....	158
10.5.5 物理干扰.....	158
10.6 测定条件的选择.....	159
10.6.1 灵敏度和检出限.....	159
10.6.2 测定条件的选择.....	159
思考题.....	160
习题.....	160
11 原子发射光谱法	162
11.1 基本原理.....	162
11.1.1 原子发射光谱的产生.....	162
11.1.2 谱线的强度(AES定量原理).....	163
11.1.3 谱线的自吸和自蚀.....	163
11.1.4 原子发射光谱分析的特点.....	164
11.2 原子发射光谱仪.....	164
11.2.1 光源.....	165
11.2.2 电极.....	166
11.2.3 分光系统(摄谱仪).....	166
11.2.4 检测系统.....	167
11.3 发射光谱分析的应用.....	167
11.3.1 定性分析.....	167

11.3.2	定量分析	168
11.3.3	半定量分析	170
11.4	火焰光度分析	170
11.4.1	基本原理和基本过程	170
11.4.2	测定方法	172
	思考题	172
	习 题	172
12	钢铁、粘土国家分析标准	173
12.1	钢铁分析国家标准	173
12.1.1	钢铁及合金碳含量的测定	173
12.1.2	钢铁多元素含量的测定	177
12.2	粘土化学分析方法	181
12.2.1	二氧化硅的测定	181
12.2.2	三氧化二铝的测定	184
12.2.3	三氧化二铁的测定	187
12.2.4	二氧化钛的测定	189
12.2.5	氧化钙的测定	190
12.2.6	氧化镁的测定	191
12.2.7	氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠原子吸收法的测定	192
13	实验与实训	194
实验一	分析天平的直接法称量练习	194
实验二	分析天平的差减法称量练习	194
实验三	滴定分析仪器的基本操作练习	195
实验四	酸碱标准溶液的配制与标定	196
实验五	烧碱分析	197
实验六	EDTA 容量法测定粘土中的 Al_2O_3 含量	198
实验七	EDTA 容量法测粘土中氧化钙含量	199
实验八	$\text{TiCl}_3\text{-K}_2\text{CrO}_7$ 法测定铁矿石中总铁的含量	200
实验九	氯化钡含量的测定	202
实验十	粘土中 SiO_2 的测定	205
实验十一	磺基水杨酸法测粘土中 Fe_2O_3 含量	205
实验十二	硅钼蓝比色法测定微量 Si	206
实验十三	煤气中的苯的色谱法测定	208
实验十四	气相色谱分析混合样品中的苯和甲苯	209
实验十五	原子发射光谱法测定金属中铅的含量	210
实验十六	火焰光度法测粘土中 K_2O 的含量	212
	附表	213
附表 1	元素的相对原子质量表(2001)	213
附表 2	化合物的相对分子质量	215
附表 3	常用标准溶液保存期限	217

附表 4	常用酸碱溶液的密度和浓度	218
附表 5	分析实验室仪器设备的使用和保养规程	218
附表 6	弱酸弱碱的离解常数	220
附表 7	常见难溶电解质的溶度积 K_{sp} (298 K)	221
附表 8	配离子的稳定常数(298.15 K)	223
附表 9	298.15 K 时一些常见电极的标准电极电势	224
附表 10	一些物质在氢火焰检测器上的相对质量响应值和相对质量校正因子	227
附表 11	一些物质在热导检测器上的相对响应值和相对校正因子	230
附表 12	几种常用缓冲溶液的配制	234
附表 13	25 °C 时几种缓冲溶液的 pH	234
参考文献	236

1 绪 论

1.1 分析化学的任务和作用

1.1.1 分析化学的任务

分析化学是研究物质的化学组成、含量和化学结构及有关理论的一门科学。它包括定性分析和定量分析两部分。定性分析的任务是鉴定物质由哪些元素或离子组成,对于有机物还要确定其官能团及分子结构;定量分析的任务是测定各组分的含量。在实际分析工作中,首先要了解物质的基本组成,根据物质组分的性质,选择适当的分析方法进行有关含量的测定。在生产中大多数情况下物料的基本组成是已知的,只需要对生产中的原料、半成品、成品及其他相关材料进行及时准确的定量分析,因此本教材只讨论和研究定量分析部分。

1.1.2 分析化学的作用

分析化学是化学学科的一个重要分支,是研究物质及变化的重要方法之一,无论是化学学科本身的发展还是与化学有关的各个领域,分析化学都起着一定的作用。例如能源科学、环境科学、材料科学、生命科学、矿物学、地质学、生理学、医学、农业及其他科学都需要分析化学提供大量的科学信息。

分析化学在国民经济建设中有着广泛应用。分析化学起着工业生产上“眼睛”的作用。原材料、半成品、成品的质量检验,生产过程的控制和“三废”处理,都需要应用分析化学。

分析化学是一门实践性很强的学科,是一门以实验为基础的科学。通过本课程的学习,一方面,学生可以将无机化学中学习的理论进一步应用到分析化学中来,使理论更密切地联系实际;另一方面,要求学生在掌握分析化学基本理论知识和基本分析方法的同时,加强定量分析基本操作的技能训练,牢固树立“量”的概念,培养学生仔细、认真的工作作风和严谨求实的科学态度。为开展职业技能培训与鉴定夯实理论基础与实践操作基础。

1.2 分析方法的分类

化学分析内容十分丰富,根据分析任务、分析对象、测定原理、操作方法和具体要求的不同,分析方法可分为许多种类。

1.2.1 定性分析、定量分析和结构分析

根据分析任务的不同,可分为定性分析、定量分析和结构分析。定性分析的任务是确定待测物质的组成元素、原子团或化合物;定量分析的任务是确定待测物质中各组成成分的含量;结构分析的任务是研究物质的分子结构和晶体结构。

1.2.2 无机分析和有机分析

根据分析对象的化学属性不同,可分为无机分析和有机分析。无机分析的对象是无机化合物,主要是鉴定无机化合物中元素、离子、原子团或化合物的组成,确定各组成的含量。有机分析的对象是有机化合物,除确定有机物的元素组成外,主要进行官能团的分析和结构的分析。

1.2.3 化学分析和仪器分析

根据测定原理及操作方法不同,可分为化学分析和仪器分析。化学分析法是以物质间的化学反应为基础的分析方法。主要有滴定分析和重量分析。滴定分析是将已知浓度的标准溶液滴加到待测物质的溶液中,使两者定量完全反应,根据用去的标准溶液的体积和浓度计算出待测组分的含量。因此滴定分析又称容量分析。根据化学反应类型不同,滴定分析法又可分为酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法和沉淀滴定法。重量分析是进行一系列的操作和化学反应最终使待测组分转化为化学组成恒定的化合物,通过称量化合物的质量,计算待测组分的含量。因此重量分析也叫称量分析。

仪器分析是以被测物质的物理或物理化学性质为基础的分析方法。这类分析通常使用特殊的仪器进行分析,因此称仪器分析。它包括光谱学分析法、电化学分析法、色谱法、质谱分析法、核磁共振分析等。

1.2.4 常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析

根据试样的用量和操作规模的不同,可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析。分类标准见表 1-1。

表 1-1 按试样用量的分析方法

方法	试样质量	试液体积
常量分析	$>0.1\text{g}$	$>10\text{mL}$
半微量分析	$0.01\sim 0.1\text{g}$	$1\sim 10\text{mL}$
微量分析	$0.1\sim 10\text{mg}$	$0.01\sim 1\text{mL}$
超微量分析	$<0.1\text{mg}$	$<0.01\text{mL}$

1.2.5 例行分析和仲裁分析

根据具体要求的不同,可分为例行分析和仲裁分析。例行分析又叫常规分析,是指一般化验室进行的日常生产中的分析。仲裁分析又叫裁判分析,是指不同的单位对同一试样分析结果有争议时,请公认的权威机构按指定方法进行的裁决分析,要求有较高的准确度。

1.3 分析化学的发展趋势

随着现代化工业和科学技术的高速发展,在分析化学的内容愈加丰富的同时,也为分析化学提供了更新的理论、方法和手段,同时也对分析化学提出了更多的任务和更高的要求。例如,对高纯稀土及半导体材料的分析,要求能检测出每立方厘米中痕量杂质的原子个数;在原

子能工业中,对反应堆材料的有害杂质不能大于 $10^{-6}\%$ ~ $10^{-4}\%$;在冶金工业中,纯氧顶吹转炉炼钢每炉只用几十分钟,它要求炉前高速分析;在宇宙科研中,需要发展星际遥测、遥控和自动分析技术;在环境监测中,需要定时、定点地收集大量数据等。由此可见,分析对象和分析任务不断的扩大化和复杂化是决定分析化学今后发展的重要因素。

分析化学的发展趋势,在分析理论上与其他学科相互渗透,在分析方法上趋于各类方法相互融合,在分析技术上趋于准确、灵敏、快速、遥测和自动化。微机与分析仪器的联用,一方面可以自动报出数据,另一方面可以对生产工艺进行自动控制、分析过程自动控制,大大提高了分析工作效率。

尽管分析化学正朝着高灵敏度、高速度和仪器自动化的方向发展,但分析化学始终离不开化学处理和溶液平衡的理论。分析化学作为一门基础课,仍然要从化学分析学起,进而扩展到仪器分析。