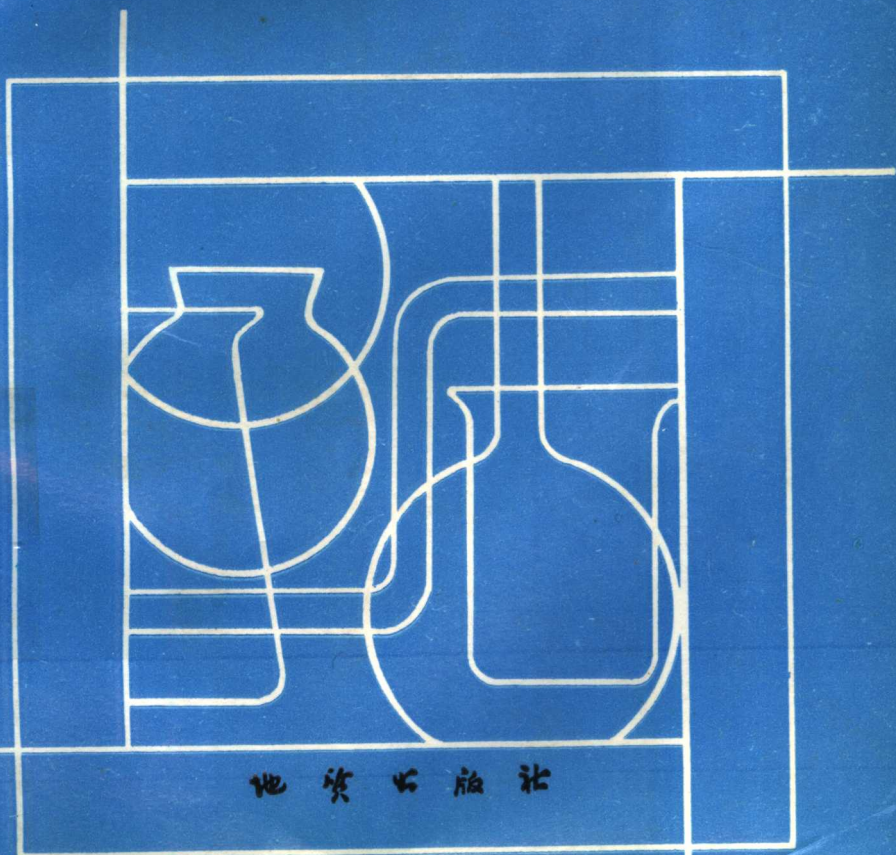


有色金属工业职工培训教材

分析化学

(上册)

《分析化学》编委会编



地质出版社

有色金属工业职工培训教材

分 析 化 学

(上 册)

《分析化学》编委会编

地 质 出 版 社

· 北 京 ·

(京) 新登字085号

内 容 简 介

本书系统地论述了分析化学各类方法的基本原理和基础知识,重点介绍了化学分析、分光光度分析、原子吸收光谱分析、发射光谱分析、荧光光谱分析、电化学分析、色谱分析以及其他现代分析新技术新方法;同时介绍了与分析有关的试样分解、溶液配制、分析数据处理、分析标准基本知识等,内容丰富,深入浅出。

全书分为上下两册共20章,上册为化学分析,下册为仪器分析,可作为职工技术培训教材,亦可供科研、厂矿分析技术人员和高等院校、中等专业学校有关专业师生参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学 上册/《分析化学》编委会编.-北京:地质出版社,1995.4
有色金属工业职工培训教材

ISBN 7-116-01798-4

I.分… II.分… III.分析化学-有色金属冶金-职工培训-教材
IV.065

中国版本图书馆CIP数据核字(94)第15098号

地质出版社出版发行

(100013 北京和平里七区十楼)

责任编辑:王永奉

•

北京地质印刷厂印刷 新华书店总店科技发行所经销

开本:850×1168¹/₃₂ 印张:16.25 字数:424000

1995年4月北京第一版·1995年4月北京第一次印刷

印数:1—4000册 定价:20.00元

ISBN 7-116-01798-4

O·03

有色金属工业职工培训教材

《分析化学》编委会

主 任：肖今声

副主任：丁长兴 朱宜武 符 斌 蔡绍勤 周春山 姚建明
温兆方

委 员：王守成 周在天 蔡学敏 王寿来 严纪良 王克俊
王希玲 梅恒星 宿广裕 严素荣 郝跻颢 邹家寅
董守安 黄齐博 毕家春

主 编：薛潮明

副主编：吴辛友 袁经纬（上册）
郑永章 郑厚琳（下册）

编写人员（按姓氏笔划排列）：

丛阳滋	任凤莲	刘湘生	吴辛友	周春山	李习纯
范 健	郑永章	张 文	郑厚琳	袁经纬	钱伯仁
曹诗侗	雷克润	靳新娣	满瑞林	谭爱民	熊兴安
蔡绍勤	薛潮明	臧慕文			

前 言

分析化学,作为化学学科的一个重要分支,已广泛应用于工业、农业、国防及科学技术的各个领域,分析化学的发展水平,已经成为衡量一个国家科学技术水平的重要标志之一。因此,努力提高分析化学工作者的技术理论水平和业务素质,是摆在我们面前的一项紧迫任务。由于有色金属工业涉及的领域广泛,分析化学则更为重要,它不仅关系到企业的产品质量、经济效益,而且将影响整个行业迎接世纪之交的技术挑战。为此,中国有色金属工业总公司委托中国有色金属分析情报网负责组织、编写了本套有色金属工业职工培训教材——《分析化学》。

全书分上、下册。上册为化学分析分册,下册为仪器分析分册。教材以分析技工读者为主要对象,内容全面、系统,融实用性和先进性为一体,既能满足初、中、高级分析技工的培训需要,也可供分析技术人员参考。在教学中,可视对象情况选择培训内容。

本书的编写人员是中南工业大学、北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院、北京矿产地质研究所和冶金部长沙矿冶研究院的专家、教授。在编写过程中,作者重视理论与实践的有机结合,力求做到简明扼要,深入浅出。

本书的编写和出版,得到了有关企业、科研单位和高等院校的大力协助,仅致诚挚的谢意。衷心希望本书的出版,能为我国企业职工分析人员的培养,为我国有色金属工业的发展作出有益的贡献。

由于我们水平所限,书中难免有缺点和疏漏,恳请读者予以指正。

有色金属工业职工培训教材
——《分析化学》编委会

1994年10月

目 录

1 概论	1
1.1 分析化学的发展简史	1
1.2 分析化学的任务和作用	2
1.2.1 分析化学的定义和任务	2
1.2.2 分析化学的地位和作用	2
1.3 分析化学方法的分类	4
1.3.1 化学分析	5
1.3.2 仪器分析	5
1.3.3 仪器分析方法与化学分析方法的特点	7
1.4 分析化学的发展趋势	8
习题 1	10
参考文献	10
2 常用仪器与化学试剂	11
2.1 玻璃仪器	11
2.1.1 玻璃仪器的分类	11
2.1.2 玻璃仪器的洗涤	17
2.1.3 玻璃量器的校正	19
2.2 金属器皿	23
2.2.1 铂器皿	23
2.2.2 金、银器皿	24
2.2.3 铁、镍坩埚	25
2.3 非金属器皿	25
2.3.1 陶瓷类器皿	25
2.3.2 高铝坩埚	25
2.3.3 石墨器皿	26
2.3.4 石英器皿和玛瑙研钵	26

2.4	塑料器皿	27
2.4.1	有机玻璃器皿	27
2.4.2	聚氯乙烯器皿	27
2.4.3	聚乙烯器皿	27
2.4.4	聚四氟乙烯器皿	27
2.5	分析天平	28
2.5.1	天平的分类和结构	28
2.5.2	天平的安装、调试和使用	29
2.5.3	天平的计量性能及检定	33
2.5.4	砝码的使用和保养	34
2.5.5	称量方法及称量误差	35
2.5.6	电子天平	37
2.6	分析实验室常用电器	41
2.6.1	电炉和电热板	41
2.6.2	高温炉	41
2.6.3	电热恒温干燥箱	42
2.6.4	电热恒温水浴	43
2.6.5	电动离心机	44
2.6.6	电动振荡器	44
2.7	化学试剂	45
2.7.1	化学试剂的分类及规格	45
2.7.2	化学试剂的选用	45
2.7.3	化学试剂的使用	46
2.8	纯水	47
2.8.1	纯水的质量和分类	47
2.8.2	纯水的制备技术	47
2.8.3	纯水的使用、传输及储备	50
2.8.4	纯水的检验	50
	习题 2	51
	参考文献	51
3	溶液配制和浓度计算	52
3.1	溶液的基本知识	52

3.1.1	溶液的定义	52
3.1.2	溶解过程	53
3.1.3	溶解度	54
3.2	溶液的浓度	55
3.2.1	物质的量及其单位摩尔	55
3.2.2	摩尔量与摩尔质量	59
3.2.3	溶液浓度的表示方法	62
3.3	等物质的量规则	64
3.3.1	等物质的量规则的含义	65
3.3.2	使用等物质的量规则的基本步骤和原则	66
3.3.3	选择与确定物质的基本单元	67
3.3.4	基本单元选择与应用的注意事项	71
3.4	溶液的配制和浓度的计算	72
3.4.1	一般溶液的配制	72
3.4.2	标准溶液的配制及标定	74
3.4.3	标准溶液浓度的计算	76
3.4.4	溶液的配制和贮存注意事项	80
	习题 3	82
	参考文献	84
4	重量分析法	85
4.1	概述	85
4.1.1	重量分析法的分类和特点	85
4.1.2	重量分析对沉淀的要求	86
4.2	沉淀的溶解度及其影响因素	88
4.2.1	活度和活度系数	88
4.2.2	溶解度和溶度积	89
4.2.3	影响沉淀溶解度的因素	91
4.3	沉淀的类型和形成	97
4.3.1	沉淀的类型	98
4.3.2	沉淀的形成	98
4.4	沉淀的纯度	100
4.4.1	共沉淀	100

4.4.2	后沉淀	102
4.4.3	提高沉淀纯度的方法	103
4.5	沉淀条件的选择	103
4.5.1	晶形沉淀的沉淀条件	103
4.5.2	无定形沉淀的沉淀条件	104
4.5.3	均相沉淀法	105
4.6	有机沉淀剂	105
4.6.1	有机沉淀剂的特点	105
4.6.2	有机沉淀剂的分类	106
4.6.3	有机沉淀剂的应用	107
4.7	重量分析操作技术	109
4.7.1	沉淀的过滤和洗涤	109
4.7.2	沉淀的烘干或灼烧	113
4.8	重量分析计算和应用	113
4.8.1	称样量的估算	113
4.8.2	重量分析结果的计算	114
4.8.3	应用实例	115
	习题 4	118
	参考文献	119
5	滴定分析	120
5.1	滴定分析概述	120
5.1.1	滴定分析的特点和分类	120
5.1.2	滴定分析法对化学反应的要求和滴定方式	121
5.1.3	滴定分析基本操作	122
5.1.4	滴定分析结果的计算	126
5.2	酸碱滴定法	127
5.2.1	酸碱质子理论	127
5.2.2	酸度对酸碱型体分布的影响	134
5.2.3	酸碱溶液pH值的计算	138
5.2.4	酸碱缓冲溶液	147
5.2.5	酸碱指示剂	155
5.2.6	酸碱滴定曲线	164

5.2.7	滴定误差	173
5.2.8	酸碱滴定法的应用	176
5.2.9	非水溶液中的酸碱滴定	182
5.3	络合滴定法	185
5.3.1	氨羧络合剂	188
5.3.2	EDTA与金属离子的络合物及其稳定性	189
5.3.3	外界条件对 EDTA与金属离子络合物的稳定性的 影响	191
5.3.4	络合滴定曲线	199
5.3.5	络合滴定指示剂	201
5.3.6	混合离子的选择性滴定	207
5.3.7	络合滴定法的应用	215
5.4	氧化还原滴定法	220
5.4.1	条件电极电位	220
5.4.2	氧化还原反应的方向和程度	223
5.4.3	氧化还原反应的速度	227
5.4.4	氧化还原滴定曲线	229
5.4.5	氧化还原指示剂	232
5.4.6	氧化还原滴定法的预处理	236
5.4.7	常用氧化还原滴定法及其应用	239
5.4.8	氧化还原滴定分析结果的计算	253
5.5	沉淀滴定法	255
5.5.1	概述	255
5.5.2	银量法	255
5.5.3	钡盐沉淀滴定法	259
5.5.4	沉淀滴定法的应用	260
	习题 5	261
	参考文献	264
6	分光光度分析	265
6.1	基本原理	265
6.1.1	物质对光的选择性吸收	265
6.1.2	光吸收定律	268

6.1.3	工作曲线	273
6.1.4	灵敏度的表示方法	274
6.2	测量吸光度的方法和仪器	276
6.2.1	测量吸光度的方法	276
6.2.2	测量条件的选择	278
6.2.3	分光光度计的构造	279
6.2.4	分光光度计的分类	283
6.2.5	典型分光光度计介绍	286
6.3	显色反应和显色条件的选择	292
6.3.1	显色反应	292
6.3.2	显色条件的选择	294
6.3.3	显色剂	298
6.3.4	多元络合物及其在分光光度分析中的应用	307
6.4	分光光度分析方法及应用	312
6.4.1	微量组分的测定	312
6.4.2	示差分光光度法	316
6.4.3	光度滴定法	317
6.4.4	双波长分光光度法	320
6.4.5	导数分光光度法	326
6.4.6	催化分光光度法	331
6.4.7	络合物组成的测定	335
6.4.8	摩尔吸光系数的测定	339
	习题 6	341
	参考文献	342
7	分析试样的制备与分解	343
7.1	分析试样的采集和制备	343
7.1.1	固体试样的采集和制备	344
7.1.2	气体试样的采集和制备	347
7.1.3	液体试样的采取	349
7.2	试样的分解	350
7.2.1	酸碱分解法	350
7.2.2	熔融分解法	354

7.2.3	烧结分解法	356
7.2.4	电解氧化分解	357
7.2.5	高压分解法	358
7.2.6	微波分解技术	360
7.3	试样分解方法的选择	362
7.4	试样分解容器的选择	363
7.5	溶解过程的损失和沾污	363
	习题 7	367
	参考文献	367
8	分离与富集	368
8.1	沉淀分离法	369
8.1.1	无机沉淀剂沉淀分离法	369
8.1.2	有机沉淀剂沉淀分离法	373
8.1.3	共沉淀分离法	374
8.2	萃取分离法	377
8.2.1	萃取过程的基本原理	377
8.2.2	萃取剂和萃取体系	380
8.2.3	重要萃取体系	381
8.2.4	萃取条件的选择	385
8.2.5	萃取操作技术及应用	388
8.3	浮选分离法和吸附分离法	392
8.3.1	浮选分离技术	392
8.3.2	吸附分离技术	399
8.4	离子交换分离法	404
8.4.1	离子交换树脂	404
8.4.2	离子交换亲和力	408
8.4.3	离子交换分离操作方法	410
8.4.4	离子交换分离法的应用	411
8.5	液相色谱法	413
8.5.1	纸色谱法	413
8.5.2	薄层色谱法 (TLC)	416
8.6	蒸馏挥发法和火试金法	420

8.6.1 蒸馏挥发分离法	420
8.6.2 火试金法	420
习题 8	422
参考文献	423
9 误差与分析数据处理	424
9.1 有关误差的一些基本概念	424
9.1.1 准确度和精密度	424
9.1.2 误差和偏差	425
9.1.3 系统误差与随机误差	428
9.1.4 误差的传递	430
9.2 分析数据的统计处理	433
9.2.1 平均值的标准偏差	433
9.2.2 平均值的置信区间	434
9.2.3 分析结果的表达	436
9.2.4 显著性检验	437
9.2.5 离群值的取舍	439
9.3 提高分析结果准确度的方法	445
9.3.1 选择合适的分析方法	445
9.3.2 减少测量误差	445
9.3.3 增加平行测定次数	446
9.3.4 消除测定过程中的系统误差	446
9.4 有效数字及其运算规则	447
9.4.1 有效数字	447
9.4.2 数字修约	449
9.4.3 数字运算规则	449
9.5 分析允许差和分析质量控制图	451
9.5.1 商定误差	451
9.5.2 允许差	452
9.5.3 常规分析的质量管理与控制图	453
习题 9	456
参考文献	456
10 分析实验室管理和环境保护基础知识	457

10.1	分析实验室管理	457
10.1.1	分析测试在全面质量管理中的地位和作用	457
10.1.2	加强分析实验室的管理	458
10.1.3	分析测试技术管理基础工作	458
10.1.4	化学分析日常工作管理	462
10.2	仪器设备和化学药品管理	464
10.2.1	仪器设备管理	464
10.2.2	化学试剂的管理	464
10.3	分析实验室安全技术	468
10.3.1	分析实验室安全一般守则	468
10.3.2	安全用电操作规则	469
10.3.3	气体和气瓶的安全使用	470
10.4	环境保护基础知识	471
10.4.1	环境保护的基本内容	472
10.4.2	环境污染的防治	472
10.4.3	化学实验室三废简易处理方法	475
10.4.4	急救、灭火与事故的处理	477
	习题10	479
	参考文献	479
附录1	相对原子质量表	480
附录2	分析化学中常用法定计量单位	481
附录3	常用市售试剂的密度和浓度	486
附录4	难溶化合物的溶度积常数 (18~25℃)	487
附录5	弱酸和弱碱的离解常数	489
附录6	金属络合物的稳定常数	491
附录7	金属离子与氨羧络合剂形成的络合物的 稳定常数($\lg K_{MY}$)	494
附录8	一些金属离子的 $\lg \alpha_{M(OH)}$ 值	495
附录9	标准电极电位(18~25℃)	496
附录10	条件电极电位 $\varphi^{\oplus'}$	499
	习题答案	501
	编后语	503

1 概 论

1.1 分析化学的发展简史

分析化学的历史可以追溯到古代的炼金术。当时主要依靠人的感官对物质的种类和性质进行判断，直到17世纪才开始出现了以化学反应鉴定物质的定性分析方法。例如用加生石灰生成白色沉淀对硫酸进行鉴定，用加硝酸银生成沉淀来鉴定盐酸。

随着现代科学技术的发展，相邻学科的互相渗透，分析化学经历了三次大变革。19世纪以来，由于对溶液的深入研究，逐步建立了溶液的一系列平衡理论（酸碱平衡、络合平衡、沉淀平衡、电离平衡等），从而为分析化学奠定了理论基础。在此基础上出现了以滴定分析和重量分析为主的化学分析方法，使分析化学从一门技术发展成为一门学科。这是分析化学发展史上的第一次巨大变革。

随着物理学和电子学的发展，从20世纪初开始，出现了分光光度法、发射光谱法等一系列仪器分析方法，扩大了分析化学在少量、痕量成分分析领域的应用。30年代以后又出现了色谱法、原子吸收光谱法（AAS）、X射线荧光光谱法（XRF）、离子选择性电极法、溶出伏安法、电感耦合高频等离子体发射光谱法（ICP-AES）等一批高性能的仪器分析方法，使仪器分析在各方面的应用比例迅速增大，使分析化学从以化学分析为主的经典分析化学阶段发展到以仪器分析为主的第二次变革。在此期间，阿斯顿（Aston, F. W.）利用质谱分析法发现了同位素，并用于定量分析，赫维西（Hevesy, V.）和列文（Levi, H.）报道了中子活化法，马丁（Martin, A. J. P.）与同事合作提出了液液（分配）

色谱法，海洛夫斯基开创了极谱法，他们对分析化学的发展作出了突出贡献，并分别于1922年、1943年、1952年和1959年获得了诺贝尔奖金。

20世纪70年代以后，计算机科学和材料科学的发展，使整个科学技术领域都受到了巨大冲击。分析化学也进入了第三次大的变革时期。当今的分析化学已不再仅仅回答“有什么”和“有多少”两个问题，而是要求提供更多、更全面的信息。不仅要进行元素分析，而且要进行结构分析、状态分析；不仅要进行总体分析，而且要进行局部分析、微区分析、表面分析以及逐层分析；不仅要进行静态分析、离线分析，而且要进行动态分析、过程分析。此外，还要求进行无损分析以及遥测分析等。分析化学正在成为化学中最有活力、发展最快的领域之一。

自20世纪50年代我国生产出第一台分光光度计以来，我国的分析化学技术有了很大的发展。60年代，有色金属分析工作者制造出我国第一台原子吸收光谱仪和第一支空心阴极灯，70年代初开始批量生产。目前，我国在电化学分析、显色剂研制、AAS、流动注射分析（FIA）方面的一些技术成果已受到国际分析界的重视。

1.2 分析化学的任务和作用

1.2.1 分析化学的定义和任务

分析化学是研究物质化学组成的分析方法及其有关理论的一门学科。分析化学的任务可概括为确定物质的组成、含量及其结构三个方面，即研究物质由哪些成分组成，各成分含量有多少，物质中的原子如何结合等问题。因此，可以说，分析化学主要包括定性分析、定量分析和结构分析。分析化学事实上已经吸取了当代化学、物理、数学、电子学、生物学等学科的新成就，建立起自己的表征测量新方法、新技术，并不断地开拓新领域。

1.2.2 分析化学的地位和作用

分析化学是研究物质及其变化的重要方法之一。因此，在与化学有关的各科学领域中，分析化学都起着重要的作用。例如，地质学、材料学、医学、环境科学、生命科学和农业科学等许多技术科学的研究和生产工作都必须有分析化学的密切配合。在化学学科本身的发展过程中，分析化学也起了重要的作用。例如一些基本定律的建立，铷、铯元素及一些稀土元素的发现，特别是大量新化合物的合成都离不开分析化学的贡献。

分析化学在国民经济各个部门中起着不可估量的重要作用。在冶金、化工、机械及地质矿产等部门中，分析化学被誉为科研和生产的“眼睛”。尤其是在有色金属冶金工业中，原材料监控及计价、生产过程的控制、中间产品和出厂产品的质量检验和监督以及产品等级的判定等，都无不应用分析化学。所以，分析化学与冶金产品质量和经济效益是息息相关的。

分析化学对生态环境的连续监测，对污染源的处理和废物的综合利用，都发挥着愈来愈大的作用。实际上各种分析方法已在环境监测中得到广泛应用。诸如分子光谱、原子光谱、色谱、质谱以及电化学法等都在环境分析中经常应用。尤以AAS法和ICP-AES法在环境样品的无机元素分析中应用最多；而气相色谱(GC)法和高效液相色谱(HPLC)法则在有机污染物分析中经常使用。

现代分析化学几乎与人类活动的各个领域都有着密切的关系。从人类对月球、火星、金星的考察，到对运动员的兴奋剂抽查；从工业到农业，从经济建设到科学技术进步，都离不开分析化学所做出的贡献。可以说，一个国家的分析化学领域水平的高低，已成为这个国家科学技术水平的重要标志之一。

现代分析化学随着计算机科学、化学计量学和分析仪器的发展，已不再是单纯提供定性、定量以及结构分析的数据的手段，而上升为从原始分析数据中获得有用的信息，解决生产科技中的实际问题，指导生产和科技发展的有力工具。