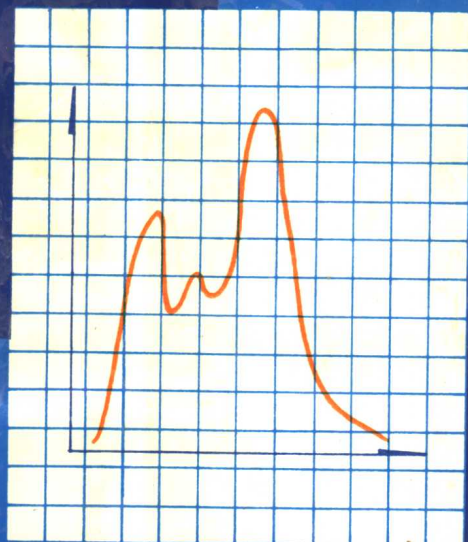


定量分析 与实验室工作技巧

● 高向阳 主编



河南科学技术出版社

定量分析与实验室工作技巧

高向阳 主编

江苏工业学院图书馆
藏书章

河南科学技术出版社

(豫)新登字 02 号

定量分析与实验室工作技巧

高向阳 主 编

责任编辑 赵中胜

河南科学技术出版社出版发行

(郑州农业路 73 号)

河南农业大学印刷厂印刷

850×1168 毫米 32 开本 13.125 印张 330 千字

1995 年 9 月第 1 版 1995 年 9 月第 1 次印刷

印数: 1-3000 册

ISBN7-5349-1792-1 / G · 456

定 价: 13.90 元

内 容 提 要

本书共分 14 章, 系统阐述了定量分析的基本理论、基本操作、常用仪器的使用方法及维护, 并选编了一部分实验室工作的小技巧和小经验。书后附录收集了定量分析工作时所需的数据和表格。该书可作为学校开设分析化学课程的教材、化验员培训提高用教材, 也可以作为分析测试工作者的参考书和具有中等文化水平的青年自学用书。

编 著 人 员 名 单

主 编 高向阳

副主编 梅九莲 李启云 王 翠

编著人员 (以姓氏笔划为序)

王 翠 付文灿 乔修荣

孙丽华 李启云 杜静馥

高向阳 梅九莲 靳福真

序

本书“开宗明义”地把“定量分析”与“实验技巧”并重地提出来，这是本书的特色。定量分析有其系统的理论基础，但它的理论更多地针对着分析的实际。因此，分析工作者既要掌握分析的理论，运用理论解决分析中的实际问题，也要掌握正确的实验操作技能，以获得真实可靠的分析结果。基于这种原因，本书以系统地介绍定量分析的基本理论为主干，同时对分析的基本操作，常用仪器的使用和维修都有较详细的说明。而且还选编了一部分实验室工作的技巧，这对实际分析工作者来说是至为宝贵的。

本书是作者长期从事分析工作和教学工作的经验结晶。而且十分重视定量分析的新理论、新概念和新技术的介绍，如全书采用法定计量单位，用物质的量浓度和等物质的量的概念进行有关的计算，增添“实验室分析质量的控制和分析质量保证”、“固定pH法测定极弱酸碱”、“微波加热溶样技术”等等。每章后均附有习题，便于学习的巩固和加深。书后附有定量分析常用的数据表格，便于在分析工作中查阅。

本书适用于作分析化学课程和分析化验人员培训的教材，也可作为分析测试工作者的参考书。我相信本书将会受到广大教学工作者和分析工作者的欢迎。

车得基

1995年4月于郑州大学

前 言

改革开放的大潮将中国推向世界，推向面临挑战的 21 世纪。在世纪之交的年代里，祖国国民经济的迅猛发展，迫切需要造就大批理论基础扎实、操作技术娴熟、具有高度文化修养、又红又专、一专多能的技术人才，而人才培养的关键在于基础教育。

定量分析是分析化学的主要组成部分，是一门实践性很强的基础技术学科，与国民经济的各个领域密切相关，被誉为工农业生产的“参谋”、科学研究的“眼睛”、国民经济发展的“尖兵”，是检验千千万万形形色色产品质量的重要手段和工具。本书采用法定计量单位系统地阐述了定量化学分析各类方法的基本原理和基本计算，介绍了定量分析的一些新理论、新概念、新技术及其应用。内容深入浅出，叙述流畅，通俗易懂。同时，考虑实际工作的需要，编写了“定量分析误差及分析数据的处理”、“常用分析仪器的使用及维护”、“分析实验室工作技巧选编”等有关章节，介绍了实验室分析质量的控制和分析质量保证、样品的采集与调制、试液的制备、分析方法的选择、实验室的建设、管理以及安全防护常识等，将定量分析的基础理论、基本操作技能和工作技巧有机地融合为一体。每章后附有思考题与习题，书后附有分析化学工作者常用的数表。这样处理，目的是在加强、巩固基本理论的同时，更加显现该书的新颖性和实用性，使之成为学校、厂矿、研究单位开设分析化学课程和进行化验员培训的较理想用书，或作为有关部门分析测试工作者自学提高的参考书。

参加本书编写的有：高向阳（主编，前言、绪论、第一章、

第二章、第三章、第五章及附录)、梅九莲(副主编,第七章)王翠(副主编,第八章,第九章)、李启云(副主编,第十一章)、乔修荣(第四章、第十四章§ 14-1、§ 14-2)、杜静馥(第六章)、孙丽华(第十章)、付文灿(第十三章)、靳福真(第十二章、第十四章§ 14-3、§ 14-4),全书由主编通读、修改、定稿。

郑州大学老校长车得基教授从百忙中抽时间阅读了书稿并热情为本书写序,编著者在此表示衷心的感谢。

本书编著人员都是从事分析测试工作和教学工作二十多年的中、高级分析化学工作者,虽有较丰富的实践经验,但由于成稿仓促、水平有限,书中难免有不妥之处,敬请广大读者批评指正。

高向阳

1995年8月于河南农业大学

目 录

绪论	(1)
第一章 定量分析总论	(6)
§ 1-1 滴定分析概述	(6)
§ 1-2 滴定分析中的标准溶液	(9)
§ 1-3 滴定分析法的计算	(14)
§ 1-4 滴定分析基本操作	(21)
第二章 定量分析误差及分析数据的处理	(35)
§ 2-1 定量分析误差	(35)
§ 2-2 有限分析数据的处理	(43)
§ 2-3 提高分析结果准确度的方法	(55)
§ 2-4 有效数字及其应用	(61)
第三章 酸碱滴定法	(69)
§ 3-1 溶液中酸碱各型体的分布及其计算	(70)
§ 3-2 酸碱指示剂	(78)
§ 3-3 滴定曲线及指示剂的选择	(82)
§ 3-4 酸碱滴定法的应用	(93)
第四章 配位滴定法	(101)
§ 4-1 EDTA 及其配合物的特点	(101)
§ 4-2 配位平衡	(104)
§ 4-3 配位滴定法的基本原理	(110)
§ 4-4 金属指示剂	(115)
§ 4-5 配位滴定法的应用	(120)

第五章 氧化还原滴定法	(125)
§ 5-1 条件电位	(126)
§ 5-2 氧化还原反应进行的方向和程度	(130)
§ 5-3 影响氧化还原反应速度的因素	(134)
§ 5-4 氧化还原滴定的基本原理	(136)
§ 5-5 氧化还原滴定方法	(144)
第六章 沉淀滴定法	(159)
§ 6-1 概述	(159)
§ 6-2 确定终点的方法	(161)
§ 6-3 沉淀滴定法的应用实例	(166)
第七章 重量分析法	(169)
§ 7-1 概述	(169)
§ 7-2 重量分析对沉淀的要求	(170)
§ 7-3 沉淀的形成与沉淀条件的选择	(172)
§ 7-4 影响沉淀物纯度的因素	(176)
§ 7-5 沉淀物的过滤、洗涤、烘干或灼烧	(179)
§ 7-6 重量分析结果的计算	(181)
§ 7-7 重量分析应用实例	(182)
§ 7-8 分析天平	(184)
第八章 吸光光度分析法	(198)
§ 8-1 概述	(198)
§ 8-2 吸光光度法的基本原理	(199)
§ 8-3 显色反应及其条件	(204)
§ 8-4 吸光光度分析方法和仪器	(210)
§ 8-5 吸光光度法的准确度及测量条件的选择	(217)
§ 8-6 吸光光度分析法的应用	(221)
第九章 电位分析法	(232)

§ 9-1	电位分析法的基本原理	(232)
§ 9-2	直接电位法	(237)
§ 9-3	电位滴定法	(247)
§ 9-4	电位分析法的应用	(250)
第十章	气相色谱分析法	(256)
§ 10-1	概述	(256)
§ 10-2	气相色谱分析理论基础	(258)
§ 10-3	气相色谱分离条件的选择	(265)
§ 10-4	气相色谱固定相	(267)
§ 10-5	气相色谱检测器	(270)
§ 10-6	气相色谱的定性分析方法	(275)
§ 10-7	气相色谱的定量测定方法	(277)
第十一章	定量分析的一般过程	(285)
§ 11-1	试样的采集与调制	(285)
§ 11-2	试液的制备	(292)
§ 11-3	定量分析中常用的分离方法	(299)
§ 11-4	分析方法的选择原则	(302)
第十二章	常用分析仪器的使用及维护	(306)
§ 12-1	酸度计	(306)
§ 12-2	电导率仪	(315)
§ 12-3	分光光度计	(318)
§ 12-4	电热恒温干燥箱	(327)
§ 12-5	自动定温马弗炉	(332)
第十三章	分析实验室工作技巧选编	(335)
一、	实验器具的清洗	(335)
二、	干燥技术	(337)
三、	定量分析操作技巧	(338)

四、过滤与搅拌	(340)
五、其它操作技巧	(341)
第十四章 分析实验室的一般问题	(347)
§ 14-1 对分析实验室的基本要求	(347)
§ 14-2 分析实验室安全防护常识	(351)
§ 14-3 分析实验室管理	(361)
§ 14-4 分析测试用纯水	(367)
附录一 相对原子质量(原子量)表	(371)
附录二 化合物的相对分子质量表	(372)
附录三 弱酸在水中的离解常数(25℃)	(375)
附录四 弱碱在水中的离解常数(25℃)	(377)
附录五 金属离子与 EDTA 配合物的 $\lg K_f$ (25℃)	(378)
附录六 标准电极电位表(25℃)	(378)
附录七 部分氧化还原电对的条件电极电位(25℃)	(381)
附录八 难溶化合物的溶度积常数(25℃)	(383)
附录九 常用洗液	(384)
附录十 室内空气中有毒气体、蒸气及粉尘的最高容许浓度	(385)
附录十一 工业“废水”中有害物质的最高容许排放浓度	(386)
附录十二 实验室常用酸、碱浓度	(387)
附录十三 常用干燥剂及其干燥效率	(387)
附录十四 常见化合物俗土名称或别名	(389)
附录十五 根据灼烧物体的颜色判断大致温度表	(395)
附录十六 常用基准物质的干燥条件	(395)
附录十七 四位对数表	(396)
附录十八 指数加减法表	(400)
主要参考文献	(403)

绪 论

一、分析化学的任务和作用

分析化学是研究物质的化学组成的分析方法及有关理论的一门科学，是化学学科的一个重要分支。其任务是：①确定物质含有哪些组分（元素、离子、基团或化合物）；②测定物质中有关组分的含量；③鉴定物质的分子结构或晶体结构。前两个任务属于组分分析，后者属于结构分析。在一般分析工作中，应先进行定性分析，待确定被测物质中含有哪些组分后，再根据情况选择适当的方法进行定量分析，以测定其组分的相对百分含量。但从生产实践情况来看，各种生产原料、辅助原料、半成品、成品和副产品大多为已知的，仅由于产地和生产条件不同，各组分的相对含量有差异。此时，就不需要进行定性分析，可直接选择测定方法进行定量分析。而只有在特别需要时才进行结构分析。

分析化学不仅对化学各学科的发展起着重要作用，而且对国民经济各领域、对国防建设和科学研究都有着非常重要的实际意义。例如，在人造卫星、核武器的研制等尖端科学中，对原子能材料、半导体材料、超纯物质中痕量杂质的分析等要用到分析化学的理论和技術。在工业上，原料的选择、工艺流程的控制、成品的检验、“三废”的处理、生产环境的监测及环境质量评价等都必须以分析结果为依据，以便指导生产、制订最合理的生产程序，保证产品质量。所以，分析工作常被称为工业生产中的“眼睛”。在农业上，作物营养诊断及合理施肥、化肥及农副产品质量检验、新品种的培育、农药残留量的测定、粮食及食品的分

析、饲料及饲料添加剂的分析等都离不开分析化学。又如，地质勘探工作中对矿石的鉴定，水利部门对水质的检验，医疗保健部门的药物分析、临床测定及卫生检验等。总之，从地球到太空，从宏观世界到微观世界，任何科学领域，只要涉及到需要解决的化学现象，分析化学就是一种不可缺少的手段。

二、分析方法分类

根据分析的任务、对象、测定原理和试样用量等不同，分析方法可分为以下几种。

（一）定性分析和定量分析

定性分析是鉴定物质由哪些元素、原子团、官能团或化合物所组成的，它能够回答所分析的对象（称为试样或样品）中含有什么成分。定量分析是测定试样中有关组分含量的，它能够回答所分析的物质中某种成分的含量有多少。

（二）无机分析和有机分析

无机分析的对象是无机化合物，主要是进行组分分析，必要时也进行晶体结构分析。有机分析的对象是有机物，组成有机物的元素数目虽然不多，但结构复杂、种类繁多。所以，有机分析不仅做元素或化合物的定性、定量分析，而且也进行官能团的鉴定和分子的结构分析。

（三）化学分析和仪器分析

按照分析的原理和使用仪器的不同有化学分析法和仪器分析法之分。

1. 化学分析法 以物质发生的化学反应为基础的一类分析方法。由于反应的类型或反应的实质、操作方法不同，化学分析法又分为：

（1）重量分析法 是把被测定组分与其它共存组分分离之后，使其转化为一定的称量形式进行称量，然后确定被测组分含

量的一种分析方法。

(2) 容量分析法 根据化学反应中所消耗已知准确浓度的标准溶液的体积来求出被测组分含量的方法，也称为滴定分析法。

(3) 气体分析法 根据化学反应中所生成气体的体积或气体与吸收剂反应生成的物质的重量，求出被测组分含量的分析方法。

2. 仪器分析法 仪器分析法是以物质的物理或物理化学性质为基础的分析方法。由于在这类分析方法中常用到比较特殊的精密仪器，故称为仪器分析。它的主要特点是快速、灵敏、准确和利于自动化，能测量含量很低的微痕量组分，是分析化学的发展方向。主要内容有：①光学分析法；②电化学分析法；③色谱分析法。

化学分析和仪器分析是分析化学的两个重要组成部分。化学分析法历史悠久，设备简单、应用广泛，常用来测定含量大于1%以上的常量组分，是分析化学的基础（又称经典分析法）。必须清楚，对于微痕量组分，在用仪器分析法测定之前，大都要用化学方法对试样进行预处理，此时要用到化学分析的理论和技术。因此，化验工作者应把化学分析的各类方法原理和操作作为主要的学习内容，有了这个坚实的基础，才能进一步学习和掌握现代仪器分析的各种方法和操作技术。

(四) 常量分析、半微量分析和微量分析

按分析时所用试样量的多少，可以分为：

方 法	试样质量(g)	试液体积(ml)
常量分析	>0.1	>10
半微量分析	0.01~0.1	1~10
微量分析	0.0001~0.01	0.01~1
超微量分析	<0.0001	<0.01

应当注意，这种分类方法切不可与下述按照被测组分在样品中的相对含量的分类方法相混淆。

(五) 常量组分、微量组分和痕量组分分析

根据被测组分在试样中的相对含量可以分为：

方 法	常量组分分析	微量组分分析	痕量组分分析
相对含量 (%)	>1	0.01~1	<0.01

但要注意，随着科学技术水平的提高和测试手段的现代化，人们对微量组分和痕量组分的概念也在不断更新。目前，人们普遍认为组分的含量小于 $10^{-7}\%$ 时才算是痕量分析，而把含量为 $10^{-7}\% \sim 1\%$ 的分析称为微量组分分析。由此可知，这些分类方法完全是人为的，也并非绝对不变。

一般地，常量组分的定量分析多采用化学分析法，取样量比较多，而微量组分、痕量组分分析多采用仪器分析法，取样量较少且需要专门的操作技术，难度稍大一些。

(六) 常规分析、快速分析和仲裁分析

常规分析是指一般化验室配合生产所进行的日常分析，也称为例行分析。在很短的时间内即可以获得测定结果的分析称为快速分析。如果不同的单位对分析结果有争议时，要求有关单位用指定的方法进行准确的分析，以判断原分析结果的可靠性，这种分析工作具有一定的权威性，称为仲裁分析或裁判分析。

三、分析化学的发展趋势

分析化学这门科学自诞生以来，就在人类认识自然、改造自然和征服自然中发挥着应有的作用。现代科学技术和生产的迅猛发展，对分析化学不断提出更多、更高的要求，同时又给分析化

学提供了许多新理论、新技术、新方法和新仪器，使分析化学的面貌日新月异。尤其是近代，随着激光、微波、等离子体、光导纤维传感、电子计算机、光声光谱和分子束等现代科学技术理论的发展和利用，分析化学正在进行着更为深刻的变革，在分析理论上与其它科学相互渗透，在分析方法上趋于各种方法相互融合，在分析手段上趋向灵敏、快速、准确简便和自动化，旧有的测试方法不断更新，灵敏准确的新型分析技术不断涌现并日趋完善。目前，它正以令人瞩目的姿态，向着微观状态分析、痕量无损分析、活体动态分析、远距离遥测分析的方向发展，进一步推动着人类的文明和科学事业的进步。

思考题与习题

- 1、分析化学的任务是什么？它包括哪几个部分？
- 2、什么是化学分析和仪器分析？它们之间有何关系？
- 3、举例说明分析化学尤其是定量分析的理论和技术与你所（将）从事的专业工作有何关系。

第一章 定量分析总论

定量分析的任务可以用仪器分析法也可以用化学分析法来完成。仪器分析法主要测定的是样品中的微痕量组分，对含量大于1%的常量组分通常用化学分析法测定。化学分析法可分为重量分析和滴定分析法两类，重量分析法是将被测组分与试样中的其它组分分离后，转变成化学组成一定的称量形式，最后以称取称量形式的质量来计算被测组分含量的一类方法。滴定分析根据被测组分反应类型的不同，又分为酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定和沉淀滴定等四种方法，这些都是定量分析的重要内容，将在后面的有关章节中分别详细介绍。

§ 1-1 滴定分析概述

滴定分析法也称容量分析法，它是将一种已知准确浓度的溶液通过滴定管逐滴加入到盛有待测物质溶液的容器中，直到所加溶液与待测物质按化学计量关系完全反应，然后根据所加溶液的浓度和体积计算待测物质的含量。这种已知准确浓度的试剂溶液称为“标准溶液”，将标准溶液从滴定管滴加到待测物质溶液中的操作过程叫做“滴定”。滴入的标准溶液与待测物质恰好按化学计量关系反应完全的这一点称为“理论终点”或“化学计量点”。理论终点通常是向待测溶液中加入一种会改变颜色的辅助试剂的变色来确定的，这种辅助试剂称为指示剂。在滴定时，当指示剂颜色发生突变便停止滴定，此点称为“滴定终点”。根据化学计量关系计算得到的理论终点与实验上测得的滴定终点不一定完全一