

全国中等卫生学校教材

# 分析化学

(供药剂士、检验士、临床检验士、卫生检验士专业用)

李化 主编

康效松 主审

人民卫生出版社

全国中等卫生学校教材

# 分    析    化    学

(供卫生检验士、临床检验士、检验士、药剂士专业用)

李化    主编

李文亮    杜磊    卫蓉曦    编写  
康效松    主审

人民卫生出版社

## 编写说明

本教材是在卫生部和黑龙江省卫生厅的领导和支持下 编写的。供三年制卫生检验士、临床检验士、检验士和药剂士四专业教学使用。

本书内容共十五章，分为定性分析和定量分析两部分。在分析方法上包括化学分析法和仪器分析法。

定性分析部分以第二章化学定性分析为重点；定量分析部分以滴定分析法为主，根据专业需要编入了部分仪器分析内容。在酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法、电位法、比色法和分光光度法及层析法中，对一些基本理论做适当介绍；将误差和数据处理做专章讲授。在分析天平、容量仪器使用等基本操作叙述上，力求做到明确、正规。在书后附有供各专业学生实验使用的实验指导；为使学生熟悉样品的分析方法，编入了样品处理和分析方法选择一章。

本书是四专业共用的教材，由于专业不同，教学时数不一，讲授和实验内容可参照教学大纲对各专业的要求和各校具体条件适当取舍。

本书在编写过程中吸收了上届教材的许多经验，在初稿完成后于一九八四年五月和七月先后在苏州和哈尔滨召开审稿和定稿会论。参加会议的除编写人员和主审处，还有信阳卫校司徒华跃、福建卫校陈慕实、宁波卫校倪兴祖、北京卫校傅燕燕、嘉兴卫校闵徵熊和苏州卫校樊焕萸的老师；有些卫校老师也来信提出了很好的意见；黑龙江省卫校王育学同志对书中部分插图给予修正。对以上各位同志们的帮助在此一并致谢。

本书的编者由于缺乏经验再加水平所限，书中错误缺点在所难免，衷心地希望读者批评指正。

编 者  
一九八四年九月

# 目 录

第一章 绪论 .....	1
第一节 分析化学的任务和作用 .....	1
第二节 分析方法的分类 .....	1
一、无机分析和有机分析 .....	2
二、化学分析和仪器分析 .....	2
三、常量、半微量、微量分析和主成分、微量成分、痕量成分分析 .....	3
第三节 分析化学的发展趋势 .....	3
第二章 定性分析 .....	5
第一节 概述 .....	5
一、定性分析的任务和方法 .....	5
二、定性反应进行的条件 .....	6
三、反应的灵敏性和选择性 .....	6
四、空白试验和对照试验 .....	9
五、系统分析和分别分析 .....	9
第二节 定性分析的仪器和操作技术 .....	9
一、半微量定性分析的仪器 .....	9
二、半微量定性分析的基本操作技术 .....	11
第三节 试液及试剂和有关注意事项 .....	14
一、半微量定性分析的试液和试剂 .....	14
二、分析实验中有关注注意事项 .....	14
第四节 阳离子分析 .....	15
一、阳离子的分组 .....	15
二、第一组阳离子 .....	17
三、第二组阳离子 .....	21
四、第三组阳离子 .....	30
五、第四组阳离子 .....	37
第五节 阴离子分析 .....	41
一、阴离子的分析特性 .....	42
二、阴离子的初步试验 .....	42
三、阴离子的分别鉴定 .....	44
第六节 定性分析的一般步骤 .....	48
一、概述 .....	48
二、试样的外表观察和准备 .....	48
三、初步试验 .....	49
四、阳离子未知物分析 .....	51
五、阴离子未知物分析 .....	51
六、分析结果的判断 .....	53
习题 .....	54

<b>第三章 分析天平和称量</b> .....	57
<b>第一节 分析天平的称量原理、结构和应具备的条件</b> .....	57
一、分析天平的称量原理 .....	57
二、分析天平的结构 .....	58
三、分析天平应具备的条件 .....	60
<b>第二节 常用分析天平的类型</b> .....	61
一、摆动式分析天平 .....	61
二、空气阻尼天平 .....	61
三、电光天平 .....	62
<b>第三节 分析天平的使用方法</b> .....	64
一、分析天平的检查与校正 .....	64
二、分析天平的称量方法 .....	66
三、分析天平的使用和保管规则 .....	68
习题 .....	69
<b>第四章 误差和分析数据的处理</b> .....	70
<b>第一节 误差及其产生的原因</b> .....	70
一、系统误差 .....	70
二、偶然误差 .....	71
<b>第二节 误差的表示方法</b> .....	71
一、准确度与误差 .....	71
二、精密度与偏差 .....	72
三、准确度和精密度的关系 .....	74
四、提高分析结果准确度的方法 .....	75
<b>第三节 有效数字及其应用</b> .....	76
一、有效数字的意义及位数 .....	76
二、有效数字的运算规则 .....	78
三、有效数字的运算规则在分析化学实验中的应用 .....	79
<b>第四节 定量分析结果的处理</b> .....	80
一、可疑测定值的舍弃 .....	80
二、分析结果的置信概率和置信区间 .....	81
三、分析方法准确度的检验 .....	83
习题 .....	84
<b>第五章 重量分析法</b> .....	86
<b>第一节 概述</b> .....	86
<b>第二节 挥发法</b> .....	86
一、氯化钡中结晶水的含量测定 .....	86
二、食品中水分的测定 .....	88
三、食品、中草药灰分测定 .....	88
四、水中溶解性固体的测定 .....	89
<b>第三节 萃取法</b> .....	89
一、工业废水中石油含量的测定 .....	89
二、食品中脂肪的测定 .....	90

<b>第四节 沉淀法</b>	90
一、试样的称取和溶解	91
二、沉淀的制备	92
三、沉淀的过滤和洗涤	97
四、沉淀的干燥和灼烧	99
五、分析结果的计算	100
六、沉淀法测定废水中硫酸盐含量	101
习题	102
<b>第六章 滴定分析法概论</b>	104
<b>第一节 概述</b>	104
一、滴定分析法的特点	104
二、滴定分析法的分类	104
三、滴定分析法的基本条件	105
<b>第二节 滴定分析常用仪器的使用方法和注意事项</b>	105
一、滴定管	105
二、容量瓶	107
三、移液管	109
四、容量器皿的校准	109
<b>第三节 标准溶液</b>	110
一、标准溶液浓度表示法	110
二、标准溶液的配制和标定方法	112
<b>第四节 滴定分析计算</b>	113
一、滴定分析计算的依据	113
二、滴定分析计算实例	115
习题	117
<b>第七章 酸碱滴定法</b>	119
<b>第一节 概述</b>	119
<b>第二节 酸碱指示剂</b>	119
一、酸碱指示剂的变色原理	119
二、酸碱指示剂的变色范围	120
三、影响酸碱指示剂变色范围的因素	122
四、混合指示剂	122
<b>第三节 酸碱滴定曲线和指示剂的选择</b>	124
一、强碱和强酸的滴定曲线	124
二、强碱滴定弱酸的滴定曲线	126
三、强酸滴定弱碱的滴定曲线	128
四、多元酸的滴定曲线	129
五、盐的滴定	131
<b>第四节 酸碱标准溶液的配制和标定</b>	133
一、基准物质	133
二、酸碱标准溶液的配制和标定	133
<b>第五节 酸碱滴定法的应用</b>	135
一、直接滴定法	135

二、间接滴定法	136
习题	137
<b>第八章 非水溶液酸碱滴定法</b>	<b>139</b>
第一节 概述	139
第二节 基本原理	139
一、酸碱的质子理论	139
二、溶剂的性质	141
三、溶剂的分类及选择	144
第三节 非水溶液酸碱滴定的类型及应用	146
一、碱的滴定	145
二、酸的滴定	147
三、非水溶液酸碱滴定法的应用	148
习题	151
<b>第九章 沉淀滴定法</b>	<b>152</b>
第一节 概述	152
第二节 莫尔法	152
一、莫尔法的原理及条件	152
二、硝酸银标准溶液的配制和标定	154
第三节 佛尔哈德法	155
一、佛尔哈德法的原理及条件	155
二、硫氰酸铵标准溶液的配制和标定	156
第四节 法扬司法	156
一、法扬司法的原理	156
二、法扬司法的条件	157
第五节 三种沉淀滴定方法适用范围及其优缺点和应用	157
习题	159
<b>第十章 络合滴定法</b>	<b>160</b>
第一节 概述	160
一、乙二胺四乙酸及其二钠盐	161
二、EDTA 和金属离子形成络合物的特点	162
第二节 络合物在溶液中的电离平衡	163
一、络合物的稳定常数	163
二、络合平衡的移动	164
第三节 络合滴定的指示剂	165
一、金属指示剂的作用原理	166
二、金属指示剂必须具备的条件	166
三、封闭现象和掩蔽作用	167
四、常用的金属指示剂	168
第四节 标准溶液	170
一、0.05M EDTA 标准溶液的配制	170
二、0.05M EDTA 标准溶液的标定	170
第五节 EDTA 滴定法的应用	170

一、水的总硬度测定	171
二、明矾的含量测定	172
习题	172
<b>第十一章 氧化还原滴定法</b>	<b>174</b>
<b>第一节 概述</b>	<b>174</b>
一、氧化还原滴定反应的特点	174
二、氧化还原当量	175
三、氧化还原滴定法的分类	176
<b>第二节 能斯特方程式</b>	<b>176</b>
一、标准电极电位	176
二、能斯特方程式	179
三、应用能斯特方程式判定氧化还原反应的方向	180
四、应用能斯特方程式判定氧化还原反应能否应用于滴定分析	183
<b>第三节 高锰酸钾法</b>	<b>184</b>
一、概述	184
二、标准溶液的配制和标定	185
<b>第四节 碘量法</b>	<b>186</b>
一、概述	186
二、标准溶液的配制和标定	188
<b>第五节 亚硝酸钠法</b>	<b>190</b>
一、概述	190
二、指示终点的方法	190
三、标准溶液的配制和标定	191
<b>第六节 氧化还原滴定法的应用</b>	<b>192</b>
一、高锰酸钾法的应用	192
二、碘量法的应用	193
三、亚硝酸钠法的应用	195
习题	197
<b>第十二章 电位法</b>	<b>199</b>
<b>第一节 概述</b>	<b>199</b>
<b>第二节 参比电极和指示电极</b>	<b>199</b>
一、参比电极	199
二、指示电极	200
<b>第三节 电位法测定溶液 pH 值</b>	<b>202</b>
一、测定原理	202
二、25型酸度计	204
三、电位法测定溶液 pH 值的应用	206
<b>第四节 离子选择性电极简介</b>	<b>207</b>
<b>第五节 电位滴定法</b>	<b>208</b>
一、概述	208
二、电位滴定的基本原理	208
三、电位滴定法的应用	209
习题	211

<b>第十三章 比色法和分光光度法</b>	212
第一节 概述	212
一、比色法和分光光度法的特点	212
二、光的本质与颜色	213
三、吸收光谱的产生	215
四、吸收光谱曲线的绘制	216
第二节 光的吸收定律	216
一、百分透光度 (T) 和吸收度 (A)	216
二、朗伯定律	217
三、比尔定律	217
四、朗伯-比尔定律	217
五、工作曲线	218
六、透光度 T 与吸收度 A 的关系	218
七、吸光吸数 K	220
第三节 目视比色法	221
第四节 光电比色法	222
一、光电比色计的基本结构和部件	222
二、581-G 光电比色计及其使用方法	223
第五节 分光光度法	225
一、概述	225
二、72型分光光度计	225
三、721型分光光度计	227
四、751型可见-紫外分光光度计	230
第六节 定性和定量方法	231
一、定性方法	231
二、定量方法	232
第七节 比色法和分光光度法的误差和测量条件的选择	235
一、误差的来源	235
二、比色法和分光光度法测量条件的选择	236
习题	236
<b>第十四章 层析法</b>	238
第一节 概述	238
一、层析过程	238
二、层析法的分类	239
第二节 柱层析法	240
一、液-固吸附柱层析	240
二、液-液分配柱层析	245
第三节 纸层析法	246
一、原理	246
二、层析滤纸的选择与处理	247
三、操作方法	248
四、纸层析的应用	251
第四节 薄层层析法	251

一、原理	251
二、吸附剂的选择	251
三、展开剂的选择	251
四、操作方法	252
五、薄层层析法的应用	255
第五节 离子交换层析法	256
一、离子交换树脂的种类	256
二、离子交换树脂的特性	258
三、离子交换层析的操作方法	258
四、应用	260
第六节 气相层析法	260
一、概述	260
二、气相层析原理	262
三、层析柱	263
四、检测器	267
五、分离条件的选择	269
六、定性方法	269
七、定量方法	270
八、气相层析法应用实例	273
习题	273
<b>第十五章 样品处理和测定方法的选择</b>	<b>275</b>
第一节 试样的采取和制备	275
一、试样的采取	275
二、吸湿水的处理	276
三、试样的溶解	276
第二节 干扰物质的分离方法	277
一、灰化法	277
二、消化法	277
三、萃取分离法	277
四、沉淀分离法	277
五、层析分离法	277
六、挥发和蒸馏分离法	278
第三节 测定方法的选择	278
习题	279
<b>附录</b>	<b>280</b>
一、常用元素国际原子量表	280
二、常见化合物的分子量表	280
三、弱酸和弱碱的电离常数	282
四、难溶化合物的溶度积 ( $K_{sp}$ )	284
五、常用酸碱溶液的比重	284
六、试剂的配制	285
七、定性分析练习试液的配制	289
八、氨基酸结合剂类络合物的形成常数	290

九、标准电极电位表	292
十、基准物质及其干燥温度	298
十一、对数表和反对数表	299
分析化学实验指导	303
实验一 阳离子的鉴定反应	304
实验二 阴离子的鉴定反应	309
实验三 已知阳离子混合物分析	311
实验四 简单固体无机盐的未知物分析	313
实验五 天平称量练习	315
实验六 氯化钡结晶水的含量测定	318
实验七 滴定分析仪器的洗涤和使用练习	319
实验八 酸碱标准溶液的配制和标定	322
实验九 市售硼砂含量测定	325
实验十 食醋中总酸量测定	326
实验十一 枸橼酸钠的含量测定	327
实验十二 氯化钠含量测定(莫尔法)	327
实验十三 溴化钠含量测定(佛尔哈德法)	328
实验十四 碘化钾含量测定(法扬司法)	328
实验十五 直接法配制 EDTA 标准溶液	328
实验十六 水的总硬度测定	329
实验十七 水中钙镁含量测定	329
实验十八 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	330
实验十九 过氧化氢含量的测定	331
实验二十 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	331
实验二十一 漂白粉有效氯的测定	332
实验二十二 碘胺嘧啶的含量测定	333
实验二十三 电位法测定饮用水或中药煎剂的 pH 值	333
实验二十四 水中微量氨的比色测定(目视法)	335
实验二十五 微量铁的比色测定(581G 光电比色法)	336
实验二十六 高锰酸钾比色测定(72 或 721 型分光光度比色法)	337
实验二十七 维生素 B <sub>12</sub> 含量测定(751 型紫外分光光度法)示教	339
实验二十八 几种金属离子的吸附柱层析	341
实验二十九 几种氨基酸或几种磺胺类药物的纸层析	342
实验三十 两种混合染料的薄层层析	342
实验三十一 气相层析法无水乙醇中微量水的测定示教	343
全国中等卫生学校分析化学教学大纲	345
一、前言	346
二、教学内容	347
三、各专业教学内容时间分配表	354
四、大纲使用说明	355

# 第一章 絮 论

## 第一节 分析化学的任务和作用

分析化学的研究对象是物质的化学组成，即研究物质中含有哪些组分以及各种组分之间的相对含量。这些组分可以是元素、离子、官能团、化合物等。要研究这些问题，就不仅要研究物质的分析方法还必须研究有关的理论和分析技术。因此，分析化学的任务是研究物质化学组成的分析方法、有关理论和技术的一门科学。它是化学科学的一个重要分支。

分析化学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所含组分的种类；定量分析的任务是测定各组分的相对含量。如果所要分析物质的组成是未知的，那么在进行定量分析之前就要先作定性分析，因为定量分析方法的选择在很大程度上是依赖于物质的已知的组成。

分析化学和其它学科一样，是从生产过程中逐渐发展起来的，而且也是一门工具科学，在科学研究上帮助我们扩大和加深对于自然界的认识，起着“眼睛”的作用。分析化学技术在学科本身的发展上，曾经起过，而且将继续起着重要作用，如历史上许多化学基本定律、理论都是用分析化学的方法加以确证的。在现代的化学研究中分析手段尤其不可缺少，而且对分析化学的要求也越来越高。

分析化学不仅对化学本身的发展起着重大作用，而且对国民经济、科学研究、医药卫生、学校教育都起着重要的作用。

在发展国民经济方面分析化学具有很大的实用意义，例如：在各种天然资源的勘探中，要进行矿物的分析；在工业生产中，要对原料、成品进行分析；在农业生产中，有对土壤、肥料、农药等的分析。

在科学研究方面，分析化学也为许多学科的发展提供了分析手段，解决了科学研究中的问题。当然，其它学科的发展又推进了分析化学的发展。

在医药卫生事业的发展中，分析化学也起着重要作用，例如，卫生检验中的食品、水质、大气的理化检验；生物化学检验中的血液、尿、胃液等的检验；药品检验；三废处理；新药寻找；职业病防治等都要应用分析化学的理论、知识和技术。

在学校教育中，中等卫生学校的学生通过学习分析化学，不仅把无机化学和有机化学中所学的基本知识、理论与分析化学联系起来，掌握各种不同物质的分析鉴定方法的理论和技术，而且能够培养和提高学生逻辑思维的能力，实事求是的、精密细致的科学态度，为学习专业课程打好基础。

## 第二节 分析方法的分类

分析化学的内容十分丰富，除按任务分为定性分析和定量分析外，还可根据分析对象、测定原理和样品用量及被测成分含量的多少，分为许多不同的类别。

## 一、无机分析和有机分析

根据分析对象不同，分析化学可以分为无机分析和有机分析。无机分析的对象是无机物；有机分析的对象是有机物。它们的分析原理虽然大体相同，但由于对象不同，也带来一些要求上的差异和手段上的不同等特点。无机物所含的元素种类繁多，要求分析的结果以元素、离子、化合物种类及相对含量多少来表示；而有机物则不同，它们的组成元素虽然为数很少，但由于结构复杂，目前已达数百万种，故分析方法不仅有元素分析，还有官能团和结构分析。本书主要讨论无机分析。

## 二、化学分析和仪器分析

根据完成定性、定量任务所依据的被测物质的性质不同，可分为化学分析法和仪器分析法，又称为物理或物理化学分析法。

**(一) 化学分析法** 化学分析法是以被测物质和某种试剂发生化学反应为依据的分析方法。如定性分析中，许多分离和鉴定反应，就是根据被测组分在化学反应中生成沉淀或溶解，产生气体或生成有色物质的性质变化而进行的。在定量分析中，化学分析法主要有，重量分析法和滴定分析法。

1. 重量分析法 重量分析法是通过物质在化学反应前后的称重来测定被测组分含量的方法。例如：沉淀重量法，即是将一定量被测试样制成溶液后，利用适当的沉淀反应使生成难溶性沉淀，经过滤、洗涤、干燥或灼烧最后称量沉淀的重量，求出被测组分的含量。

2. 滴定分析法 滴定分析法是将被测试样制成溶液后，滴加已知浓度的试剂溶液（称标准溶液），然后根据反应完全时所消耗标准溶液的体积，计算被测组分的含量。本书重点介绍酸碱滴定法、非水溶液酸碱滴定法、沉淀滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法。

化学分析法历史较久，所用仪器简单、操作方便、结果准确、应用范围最广，是分析化学的基本方法。但是，化学分析法的应用也有一定的限度。例如，对于试样中极微量的杂质定性或定量分析往往不够灵敏；对于快速分析的要求也常不能满足。为了满足灵敏和快速分析的要求，需用物理或物理化学分析法即仪器分析法。

**(二) 仪器分析法** 根据被测物质的某种物理性质（如比重、折光率、沸点、熔点、旋光度、颜色深度等）进行的分析方法叫物理分析法；测定被测物质发生化学变化后某种物理性质而进行定性和定量的分析方法叫做物理化学分析法。这两类方法都需要特殊的仪器，所以又称为仪器分析法。常用的仪器分析法有：

### 1. 光学分析法

比色分析法：比色分析法是利用有色物质的浓度和光学性质的关系，即根据有色溶液颜色的深浅来测定物质含量的方法。所用仪器为光电比色计。

分光光度法：分光光度法是利用物质的吸收光谱做定性、定量的分析方法。所用仪器为分光光度计。

此外还有火焰光度分析法、荧光分析法、原子吸收光谱法、核磁共振光谱法、质谱法、旋光、折光等光学分析法。

2. 电化学分析法 电位分析法有直接电位法和电位滴定法。利用直接电位法可测定溶液的 pH 值，应用离子选择电极可测定某种离子的浓度。电位滴定法和滴定分析法操作几乎相同，但指示终点不是依靠指示剂来确定，而是借助于滴定过程中指示电极的电位变化来确定。

此外还有电解分析法、电导滴定法、极谱分析法等。

3. 层析法 层析法是应用比较广泛的分离鉴定方法。它是利用混合物中各组分的吸附性能和在两相间分配性能、离子交换等性能的不同而达到互相分离和鉴别的目的。如液相层析法、高效液相层析法、离子交换层析法等。

仪器分析具有快速和灵敏的特点，但仪器分析中的样品处理、杂质分离、方法准确度的检验等，都还需要应用化学分析的方法。所以，化学分析法和仪器分析法是相辅相成的两类方法。

### 三、常量、半微量、微量分析和主成分、微量成分、痕量成分分析

分析工作中，所用试样量的多少和被测组分含量的高低，也是分析方法分类的重要依据。随着科学的进步，分析方法已进入到更广阔的领域，要求分析工作者，能分析越来越少的试样，测定越来越低的含量。因而在经典的常量分析之外，又出现了一系列新的方法。图 1-1 中横坐标是所取的试样量大小和由试样量大小划分的分析方法。包括：常量分析、半微量分析、微量分析、超微量分析。纵坐标是被测组分的含量百分比和由于这种百分含量而划分的分析方法。包括：主成分分析、微量成分分析和痕量成分分析。图中不同的区域，表示由两类方法的各种结合形成的分析方法。例如“微量/常量”表示用常量试样分析微量成分；“主/微量”表示用微量试样分析主成分等等，其余类推。

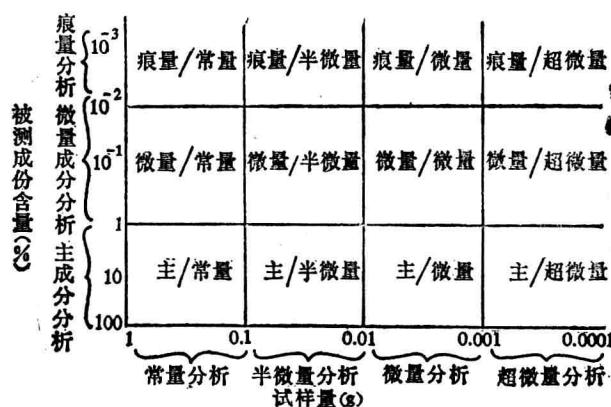


图 1-1 由试样量和被测组分含量划分的分析方法

本书在定性分析部分采用半微量分析方法；在定量分析的化学分析法中采用常量分析；在仪器分析部分采用微量分析方法。

### 第三节 分析化学的发展趋势

分析化学是近年来发展最为迅速的学科之一。例如五十年代由于原子科学的发展建立了放射化学分析法；六十年代半导体技术的兴起，纯物质的分析方法得以建立；七十

年代由于环境科学和宇宙科学的发展，引起痕量分析、超微量分析以及遥测分析方法的建立，八十年代由于人们生产生活方面的需要，对分析化学不断提出新的要求，由于各学科的发展也不断的为分析化学提供新的理论、方法和手段，使分析化学的发展正在向着仪器化、自动化方向前进。

今后，分析化学的发展趋势是，力求提高分析方法的准确度，减小误差；提高方法的灵敏度，使微量杂质能够准确测定；提高分析速度和用极少量样品或进行不损坏试样的分析方法，发展自动分析和遥测分析、发展基础理论和应用基础的研究开拓新的分析方法等。

在医药卫生、环境监测、三废处理等保护人们健康，预防和治疗疾病的各项检验工作中，分析测定的理论和方法也在不断的改革、创新、在化学分析方法的基础上向着准确、快速、灵敏的仪器分析方向前进。今后在卫生检验、生化检验、药物分析、新药寻求等方面也将随着分析化学的发展建立新的理论和方法。

仪器分析等新方法的建立，虽然为分析工作提供了方便和方向。但，到目前为止化学分析法仍然是分析化学的基础。经典的化学分析方法和理论在教育价值上和实用价值上都是不可忽视的。当前许多的仪器分析方法都离不开化学分析的理论和操作技术，甚至于有些仪器分析的准确程度还需要用经典的化学分析法来校正。因此，一个缺乏分析化学基础理论和基本知识的分析工作者不可能仅仅依靠现代分析仪器就能解决日益复杂的分析课题。

分析化学是卫生检验、临床检验、药剂专业学生的一门专业基础课，本书仍然以化学分析法为主，适当地介绍部分仪器分析的内容。

## 第二章 定性分析

### 第一节 概述

#### 一、定性分析的任务和方法

定性分析的任务是鉴定物质中所含有的组分。对无机定性分析来说，这些组分通常表示为元素或离子，而在有机分析中，所鉴定的通常是元素，官能团或化合物。本章主要讨论无机定性分析。

为了进行物质的定性分析，可以利用组成物质的原子，离子或者分子具有的各种特殊的化学性质和物理性质。根据所利用的性质不同，可将定性分析分为化学分析法、物理分析法和物理化学分析法。

##### (一) 化学分析法 化学分析法包括干法和湿法。

1. 干法分析 干法分析是将固体样品与固体试剂混合加热到高温或加以研磨进行反应，观察反应中的特殊现象以进行分析的方法。例如焰色反应、熔珠反应等都属于干法分析。

(1) 焰色反应 当物质在无色火焰中受热时，先蒸发成为分子，然后分子分解成为原子或离子。各种元素的原子不同，受热后可发出不同颜色的光，使火焰呈现特殊的颜色。根据火焰不同的颜色，可以鉴定试样中含有不同的元素。如黄色而持久的火焰可能为钠盐，短时紫色火焰可能为钾盐，砖红色火焰可能为钙盐等。

(2) 熔珠反应 当固体试样与硼砂( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )或磷酸盐( $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )在高温下灼烧时，可以生成颜色不同的熔珠，由此可鉴定各种元素。例如铬盐与磷酸氢铵钠在高温反应生成绿色的熔珠。

干法反应只能鉴定少数元素，并且方法不够完善，因此干法分析仅用于初步试验。

2. 湿法分析 无机定性分析大多数反应是在水溶液中进行的，即湿法分析。湿法分析的特点在于分析反应是离子反应，直接检出的是离子，不是化合物。

(二) 物理和物理化学分析法 是根据物质的某些特殊物理性质和物理化学性质以鉴定物质的分析方法称为物理和物理化学分析法。例如光谱分析法、荧光分析法、层析法等等。就荧光分析来说，是利用物质在紫外光照射下，产生荧光的颜色以检出物质的分析方法。当试样中各组分性质相近时，可利用层析法将各组分分离，并进一步确定其组分的方法。本章主要讨论化学分析法。

定性分析根据试样用量和操作方法不同又可分为常量法、半微量法、微量法和超微量法。

常量法 试样量为0.5~1克(或20~30毫升)所用仪器和操作与普通化学试验基本相同。

半微量法 试样量为几十毫克(或1~2毫升)。一般在离心管或点滴板上进行，有时也在纸片上或玻片上进行。反应灵敏，快速，节省试剂，操作简易。

微量法 试样量为几毫克(或几滴)。要用小巧和特殊的仪器。主要为显微结晶法和

点滴法。

超微量法 要用特殊的仪器和操作技术。主要为毛细管法。

目前常采用半微量法。

## 二、定性反应进行的条件

并非所有的化学反应都能用于定性分析，只有那些具有特殊现象的，我们的感官能察觉这种现象的反应才能用于定性分析。这样的反应叫做定性反应。与检出物质起反应的物质叫做试剂。

通常利用的现象是：(1)溶液的颜色改变；(2)沉淀的生成或溶解；(3)产生气体。

定性反应和其它化学反应一样，只有在一定条件下才能按预期的方向进行。否则，反应不能发生或向反方向进行；或得不到预期的结果。最重要的反应条件是：溶液的酸碱度、温度、反应物的浓度、溶剂和干扰物质等。

(一) 溶液的酸碱度 有的反应必须在酸性溶液中进行，有的反应必须在中性或碱性溶液中进行。例如用  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  鉴定  $\text{K}^+$  时，强酸和强碱都能使试剂受到破坏，所以反应只能在中性或弱酸性溶液中进行。因此，创造适宜于反应的酸碱度，对于反应的成功与否非常重要。

(二) 溶液的浓度 在溶液中相互反应的离子，只有当其浓度足够大时反应才能发生。以沉淀反应为例，从理论上讲，溶液中离子浓度的乘积超过其溶度积常数值时，则产生沉淀，反应才能得出肯定的结果。例如用  $\text{HCl}$  鉴定  $\text{Ag}^+$  的反应，在  $\text{HCl}$  的浓度足够大时， $\text{Ag}^+$  的浓度应不低于  $10\text{ppm}$ ，如果浓度再低，则沉淀将以不能察觉的程度产生或根本不产生。

(三) 溶液的温度 溶液的温度对某些沉淀的生成或溶解，以及对某些反应进行的速度都有较大的影响。例如  $\text{PbCl}_2$  在热水中的溶解度比在冷水中大得多，因此，用稀盐酸沉淀  $\text{Pb}^{2+}$ ，不能在热溶液中进行。

(四) 溶剂的影响 一般的分析反应都是在水溶液中进行的。在进行分离或鉴定反应中，有时也会遇到反应产物在水中的溶解度较大或不够稳定等情况。这时，就需要加入可使其溶解度降低或使其稳定性增加的有机溶剂。例如， $\text{CaSO}_4$  在水中的溶解度较大，如以生成  $\text{CaSO}_4$  沉淀的形式分离或鉴定  $\text{Ca}^{2+}$  时，就需要同时加入乙醇以降低其溶解度。

(五) 干扰物质的影响 某一鉴定反应能否成功地鉴定某离子，除上述诸因素外，还应考虑干扰物质是否存在。例如以  $\text{H}_2\text{SO}_4$  鉴定  $\text{Pb}^{2+}$  时，如果仅仅根据白色沉淀而断定有  $\text{Pb}^{2+}$ ，那就很不可靠，因为  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$  等也生成类似的白色沉淀，必须设法消除其干扰。

以上是反应进行的主要条件。除此之外，反应是否需要催化剂，试剂是否变质，反应在何种器皿中进行更为灵敏等等，也都是应当加以注意的。

## 三、反应的灵敏性和选择性

(一) 反应的灵敏性 当一种离子有几种定性反应时，应选择哪种反应来鉴定检出好呢？主要应从两个方面来考虑，即反应的灵敏性和反应的选择性。反应的灵敏性以数