

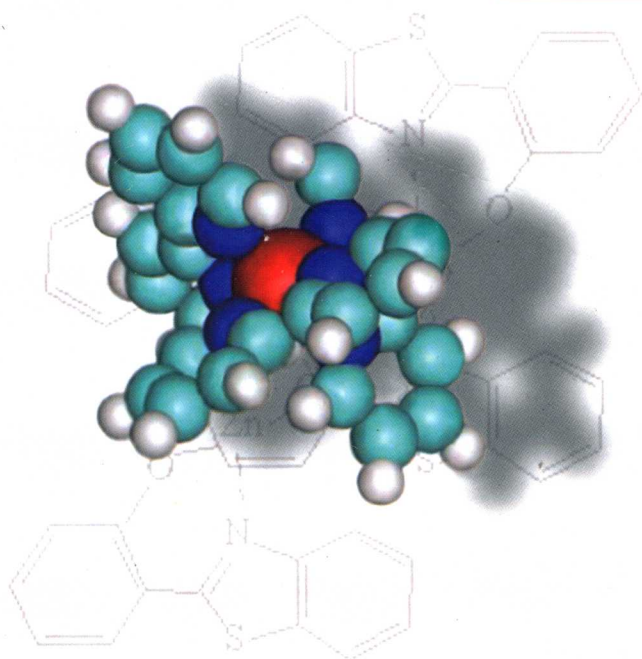
普通高等教育“十二五”规划教材
专业基础课教材系列 药学类、中药学类专业

分 析 化 学

FEN XI HUA XUE

(上册)

池玉梅 主编



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

专业基础课教材系列·药学类、中药学类专业

分析化学

(上册)

主 编 池玉梅

科学出版社

北 京

内 容 简 介

全书共分上、下两册。上册包括绪论、分析数据的误差和统计处理、滴定分析概论、酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法、重量分析法、电位分析法和永停滴定法、分析试样的预处理。下册包括仪器分析导论、光谱分析法概论、紫外-可见分光光度法、红外光谱分析法、原子吸收分光光度法、荧光分析法、色谱分析法概论、气相色谱法、经典液相色谱法、高效液相色谱法及其他分析技术简介,包括近红外分析法、纳米荧光分析法、电感耦合等离子体光谱法、核磁共振波谱法、质谱法、色谱与质谱联用技术、毛细管电泳分析法。各章后附有内容提要及思考题与习题,方便复习与练习。

本书内容简明扼要,图文并茂,重点突出,理论联系实际,符合课程要求。可供医学院校药学、中药学相关专业学生分析化学课程教学使用,也适合化学、食品等其他相关专业,同时也可供相关科研单位或药品食品质量检验部门科研技术人员参阅。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学(上册)/池玉梅主编. —北京:科学出版社,2012
(普通高等教育“十二五”规划教材 专业基础课教材系列:药学类、中药学类专业)
ISBN 978-7-03-035300-9

I. ①分… II. 池… III. ①分析化学-高等职业教育-教材 IV. ①065
中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 189429 号

责任编辑:沈力匀 / 责任校对:耿 耘
责任印制:吕春珉 / 封面设计:夏 亮

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

铭浩彩色印装有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2012 年 8 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2012 年 8 月第一次印刷 印张:17 1/2

字数:415 000

定价:32.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈铭浩〉)

销售部电话 010-62134988 编辑部电话 010-62135235 (VP04)

版权所有,侵权必究

举报电话:010-64030229; 010-64034315; 13501151303

《分析化学》

(上册)

编写委员会

主 编 池玉梅

副 主 编 曹雨诞 张珍英 陈 洁

参编人员 (以姓氏笔画排序)

邓海山	南京中医药大学
韦国兵	江西中医学院
包贝华	南京中医药大学
池玉梅	南京中医药大学
朱 栋	南京中医药大学
李可强	辽宁公安司法管理干部学院
张珍英	广东药学院
陈 洁	北京中医药大学东方学院
杨 蕾	南京中医药大学翰林学院
姚卫峰	南京中医药大学
唐 辉	石河子大学
曹雨诞	南京中医药大学
康 安	南京中医药大学
程旺兴	安徽中医学院
廖夫生	江西中医学院
薛 璇	安徽中医学院

前 言

《分析化学》是药学、中药学专业学生的一门专业基础课，目的是使学生掌握分析方法的基本理论和基础知识，树立正确的量的概念，掌握各种基本的近现代基于物理或物理化学原理的分离、分析方法的基本理论和操作技能，熟悉仪器分析含量测定的方法，了解分析测定化合物结构的一般方法，并结合实验，使学生具有初步分析问题、解决问题的能力，严肃认真和实事求是的科学态度，以及为继续学习后续课程打下良好的基础。

随着高等学校教学改革的深入发展，学生在教学活动中的主体地位日益受到重视。教学过程不是由教师简单地将知识传递给学生，而应由学生自主构建知识体系的教育理念已被广泛接受。有鉴于此，本书在各章开头精心选择真实的应用示例创设情境，继而引出相关问题。知识线索的展开伴随着一系列问题的解决，使学生在自主探究的过程中完成对新知识意义的构建，从而在掌握有关知识点的同时，能够建立本学科的思维方式，培养独立分析问题和解决问题的能力，得到全面的发展和进步。

书中对主要分析形式采用了图文并茂的方式，在各章后附有内容提要及思考题与习题，方便自学、复习与练习。

本书的编写成员来自国内多所高校，均是工作在分析化学教学和科研一线的教师，具有较高的学术水平和丰富的教学实践经验。

本书由池玉梅策划主编。参加上册编写的有：第1章池玉梅，第2章唐辉、姚卫峰，第3章陈洁、杨蕾，第4章程旺兴、薛璇，第5章张珍英，第6章李克强、包贝华，第7章邓海山，第8章曹雨诞，第9章韦国兵、廖夫生，第10章康安、朱栋；参加下册编写的有：第1章池玉梅，第2章池玉梅、于生，第3章邓海山、杨蕾，第4章曹雨诞、于生，第5章程旺兴，第6章唐辉，第7章汪电雷、周安，第8章陈洁、韩疏影，第9章李克强、康安，第10章姚卫峰、韩疏影，第11章邓海山、朱栋、包贝华、韦国兵、廖夫生、张珍英、吴虹，全书由池玉梅统稿，由曹雨诞、邓海山校对。

在本书的编写过程中，编者参阅了相关书籍和资料，在此向作者表示深深的谢意。科学出版社的编辑们为本书的出版做了大量细致的编辑工作，在此对他们致以衷心的感谢。

本书由江苏高校优势学科建设工程项目（PAPD，ysxk-2010），南京中医药大学中药学开放一级重点学科开放课题资助。

由于编写时间仓促，编者水平有限，书中难免存在错误与不足之处，敬请指正。

目 录

前言	
第1章 绪论	1
1.1 分析化学的任务与作用	1
1.2 分析化学的分类	3
1.3 试样分析的基本程序	6
1.4 分析化学的发展与趋势	7
1.5 分析化学资源	8
第2章 分析数据的误差和统计处理	10
2.1 分析数据的准确度和精密度	10
2.1.1 误差的分类	10
2.1.2 准确度与误差	12
2.1.3 精密度与偏差	13
2.1.4 准确度与精密度的关系	15
2.1.5 提高分析结果准确度的方法	15
2.2 有效数字及其运算规则	16
2.2.1 有效数字的基本概念	16
2.2.2 有效数字的修约规则	17
2.2.3 有效数字的运算规则	18
2.3 分析数据的统计处理	19
2.3.1 基本概念	19
2.3.2 常用显著性检验及离群值的取舍	24
2.3.3 相关与回归	29
本章小结	32
思考题与习题	33
第3章 滴定分析法概论	36
3.1 基本概念	36
3.1.1 相关用语	36
3.1.2 滴定分析法类型	36
3.1.3 滴定反应的条件	38
3.1.4 滴定方式	38
3.2 滴定分析法基本原理	40
3.2.1 滴定曲线	40

3.2.2	滴定突跃及突跃范围	40
3.2.3	指示滴定终点的方法	40
3.2.4	滴定误差	41
3.3	基准物质与标准溶液	42
3.3.1	基准物质具备的条件	42
3.3.2	标准溶液具备的条件	43
3.3.3	标准溶液的配制	43
3.3.4	标准溶液的标定	44
3.3.5	标准溶液浓度的表示方法	44
3.4	滴定分析的计算	45
3.4.1	计算的依据	45
3.4.2	基本计算公式	45
3.4.3	计算实例	47
	本章小结	51
	思考题与习题	52
第4章	酸碱滴定法	54
4.1	水溶液中的酸碱平衡	54
4.1.1	酸碱质子理论	54
4.1.2	水溶液中酸碱反应的实质	55
4.1.3	水溶液中的酸碱平衡	56
4.1.4	水溶液中酸碱各型体的分布	58
4.1.5	水溶液中 $[H^+]$ 浓度的计算	60
4.2	酸碱滴定基本原理	65
4.2.1	酸碱指示剂	65
4.2.2	酸碱滴定曲线	70
4.2.3	酸碱滴定条件	75
4.3	多元酸碱滴定及滴定终点误差	76
4.3.1	多元酸碱的滴定	76
4.3.2	滴定终点误差	79
4.4	应用与示例	81
4.4.1	酸碱标准溶液的配制与标定	81
4.4.2	应用与示例	83
4.5	非水滴定法	88
4.5.1	溶剂的性质与作用	88
4.5.2	应用与示例	94
	本章小结	98
	思考题与习题	100

第 5 章 配位滴定法	104
5.1 EDTA 及其配合物特性	104
5.1.1 EDTA 的存在形式	104
5.1.2 EDTA 配合物的特点	105
5.1.3 配合物的稳定性	106
5.2 配位滴定基本原理	112
5.2.1 滴定曲线	112
5.2.2 金属离子指示剂	115
5.3 配位滴定条件	118
5.3.1 准确滴定的条件	118
5.3.2 消除干扰离子影响的条件	120
5.3.3 提高配位滴定选择性的措施	122
5.4 应用与示例	127
5.4.1 标准溶液的配制与标定	127
5.4.2 滴定方式	128
5.4.3 应用示例	129
本章小结	130
思考题与习题	133
第 6 章 氧化还原滴定法	135
6.1 氧化还原平衡及反应速率	135
6.1.1 氧化还原反应方向及影响因素	136
6.1.2 氧化还原反应的完全程度	140
6.1.3 氧化还原反应速率及其影响因素	141
6.1.4 化学计量点电位	142
6.2 氧化还原滴定基本原理	142
6.2.1 滴定曲线	142
6.2.2 确定终点的方法	145
6.3 碘量法	147
6.3.1 原理及特点	147
6.3.2 指示剂	148
6.3.3 误差来源及消减措施	148
6.3.4 应用与示例	148
6.4 其他氧化还原滴定法	152
6.4.1 高锰酸钾法	152
6.4.2 铈量法	155
6.4.3 重铬酸钾法	156
6.4.4 亚硝酸钠法	158
6.4.5 溴酸钾法及溴量法	158

本章小结·····	159
思考题与习题·····	162
第7章 沉淀滴定法 ·····	164
7.1 基本原理·····	164
7.1.1 沉淀平衡·····	164
7.1.2 滴定曲线·····	165
7.1.3 指示剂·····	167
7.2 银量法·····	168
7.2.1 铬酸钾指示剂法·····	168
7.2.2 铁铵矾指示剂法·····	170
7.2.3 吸附指示剂法·····	173
7.3 应用与示例·····	174
7.3.1 标准溶液和基准物质·····	174
7.3.2 应用示例·····	175
本章小结·····	178
思考题与习题·····	179
第8章 重量分析法 ·····	181
8.1 挥发重量法·····	181
8.1.1 基本原理·····	181
8.1.2 操作过程·····	182
8.1.3 应用与示例·····	182
8.2 萃取法·····	183
8.2.1 基本原理·····	183
8.2.2 操作过程·····	184
8.2.3 应用与示例·····	184
8.3 沉淀重量法·····	184
8.3.1 基本原理·····	184
8.3.2 操作步骤·····	193
8.3.3 沉淀法的计算·····	196
8.3.4 应用与示例·····	198
本章小结·····	200
思考题与习题·····	202
第9章 电位分析法和永停滴定法 ·····	204
9.1 电化学分析法基础·····	204
9.1.1 化学电池·····	204
9.1.2 液接电位·····	205
9.1.3 电极类型·····	206
9.1.4 电位法的原理·····	211

9.2 直接电位法	212
9.2.1 离子选择性电极	212
9.2.2 pH 测量原理和方法	218
9.2.3 其他离子活度的测定	219
9.3 电位滴定法	221
9.3.1 原理及装置	222
9.3.2 电位滴定终点 (V_{ep}) 确定方法	222
9.3.3 应用示例	224
9.4 永停滴定法	225
9.4.1 装置及原理	225
9.4.2 滴定曲线的类型和滴定终点的判断	226
9.4.3 应用示例	227
本章小结	228
思考题与习题	231
第 10 章 分析试样的预处理	233
10.1 分析试样的处理	233
10.1.1 试样的采集	233
10.1.2 试样的贮存	235
10.1.3 试样的预处理	237
10.2 试样的分离和富集	238
10.2.1 沉淀分离法	239
10.2.2 液-液萃取分离法	241
10.2.3 色谱分离法	242
10.3 色谱分析前预处理技术	243
10.3.1 固相萃取技术	244
10.3.2 液膜萃取分离技术	246
10.4 其他分离技术	247
10.4.1 挥发法	247
10.4.2 微波萃取法	248
10.4.3 气浮分离法	248
10.4.4 超临界流体萃取	249
10.4.5 毛细管电泳分离法	249
10.4.6 电萃取分离法	250
10.4.7 逆流分配技术	250
10.4.8 膜萃取技术	250
附录一 中华人民共和国法定计量单位	251
附录二 相对原子质量表	253
附录三 常用化合物相对分子质量	254

附录四 弱酸、弱碱在水中的离解常数 (25°C , $I=0$)	256
附录五 配位滴定有关常数	258
附录六 标准电极电位表 ($18\sim 25^{\circ}\text{C}$)	261
附录七 难溶化合物的溶度积 ($18\sim 25^{\circ}\text{C}$, $I=0$)	265
主要参考文献	267

第 1 章 绪 论

随着科学技术的不断发展和解决科学技术要求的不断提高,分析化学(analytical chemistry)的定义及涵盖的内容也在不断的变化。一般认为,分析化学是人们获得物质化学组成、含量和结构等信息的分析方法及有关理论的科学;是研究物质的组成和结构,确定物质在不同状态和演变过程中化学成分、含量和时空分布的量测科学,是化学学科的一个重要分支。分析化学以化学基本理论和实验技术为基础,并吸收物理、统计、电子计算机、自动化等方面的知识以充实本身的内容,从而解决科学与技术所提出的各种分析问题。

1.1 分析化学的任务与作用

分析化学是最早发展起来的化学分支学科,并在早期化学发展的一个相当长的历史时期中处于前沿和主要地位,被称为“现代化学之母”。如今,分析化学的主导作用已不再局限于化学的学科领域,而是广泛延伸至生命科学、环境科学、材料科学、食品科学等涉及人类生产、生活、健康及生命安全的各个角落。正如 1991 年 IUPAC 国际分析科学会议主席 E. NIKI 教授所说,21 世纪是光明还是黑暗取决于人类在能源与资源科学、信息科学、生命科学与环境科学四大领域的进步,而取得这些领域进步的关键问题的解决主要依赖于分析科学。分析化学已成为“从事科学研究的科学”,被喻为科学技术、工农业生产、社会安全保障的“眼睛”。

分析化学的重要性不言而喻,那么,分析化学的任务是什么?事实上,在工农业生产、科学研究、环境监测、临床检验、药物分析及食品安全检验等工作中,人们时常需要回答物质的化学组成是什么,各化学组成成分的含量是多少,化学结构或形态是怎样等问题。

【示例 1-1】 2006 年 4 月,广东省某医院数名患者先后出现急性肾功能衰竭症状,并导致十多名患者死亡,症状均在使用齐齐哈尔第二制药有限公司(简称“齐二药”)生产的亮菌甲素注射液之后。广东省药品检验所对“肇事”样品进行分析,结果在该产品中未检出应有的辅料丙二醇,却检出有毒、有害物质二甘醇。

该示例通过对样品组成的成分分析,查明了事故原因,同时也说明了严格管理生产过程中分析任务的重要性。

【示例 1-2】《晚报文萃》2004 年第 7 期报道,自 2003 年以来,安徽省阜阳市陆续有 170 余名婴儿出现营养不良综合征,其中 10 余名婴儿因并发症死亡。患病婴儿四肢短小,身体瘦弱,脑袋尤显偏大,被当地人称为“大头娃娃”。经有关部门检验发现,这些婴儿食用的奶粉蛋白质、脂肪和碳水化合物等基本营养物质不及国家标准的 1/3,被人们称为“空壳奶粉”。

该示例经过对产品有关指标性成分的含量测定, 查明了产生问题的症结。

【示例 1-3】 2011 年 9 月, 中国中医科学院的屠呦呦研究员因发现一种用于治疗疟疾的药物——青蒿素而获得拉斯克临床医学奖。青蒿素的分子结构截然不同于过去的抗疟药, 不含氮杂环, 而是一种含有过氧基团的倍半萜内酯。在 1981 年的“青蒿素专题”国际会议上, 国内外与会专家认为: 青蒿素的发现, 不是简单的增加一个抗疟新药, 更重要的是发现了这种化合物的独特化学结构, 它将为进一步设计合成新的抗疟药指出方向。

【示例 1-4】 众所周知, 汞是一种具有显著生物毒性的重金属元素。食品中汞的含量有严格的限量要求。然而, 中医常用药物之一朱砂的主要成分却正是 HgS 。许多含朱砂的医方都具有显著的疗效, 这些药方中超标的汞含量成为中药出口的最大壁垒之一。随着科学技术的发展, 人们认识到, 一种元素对人体的毒性效应不仅与其总量有关, 还与其价态、晶态、结合态等存在状态有关。只有对各种元素不同形态的毒性效应和生物有效性加以研究, 才能为科学地制定中药中有毒元素的限量标准提供有力的依据。

由此可见, 分析化学的主要任务有: 定性分析 (qualitative analysis)、定量分析 (quantitative analysis)、结构分析 (structural analysis)、形态分析 (speciation analysis)。

分析化学在医药研究领域, 在研究生命过程化学、生物工程、生物医学中, 对于揭示生命起源、生命过程、疾病及遗传奥秘等方面具有重要意义。在医药学科学中, 分析化学在药物成分含量、药物作用机制、药物代谢与分解、药物动力学、疾病诊断以及滥用药物等的研究中; 在中药研究领域, 在中药材的栽培、引种、采收、加工、炮制、鉴定等工作中, 分析化学都是不可缺少的手段。

我国的药物研究, 由仿制国外药物转向自己创制新药物。国家药品监督管理局发布了新药审批的办法 (1999 年 5 月起实行)。一个创新药物 (一类新药) 报批时, 除需要提交有关生产工艺、药效、药理、毒性的资料外, 还需提供涉及分析化学的多种资料: 确证化学结构或组分的试验资料; 质量研究工作的资料, 包括理化性质、纯度检查; 溶出度、含量测定方法等; 质量标准草案及起草说明, 并提供标准品或对照品; 稳定性研究的试验资料; 临床研究用的样品及其检验报告书; 药代动力学试验资料, 等等。药物分析工作者要按药典要求, 制定出新药质量标准, 对形状进行描述, 定出鉴别方法, 再根据生产过程, 考虑成品中可能含有的对人体有害的杂质, 制定出杂质检查方法。新药的创新研究, 给分析化学提供了创新的机遇。因为是首创药, 结构是未知的, 测定方法要求简单快速、准确可靠、易于掌握、便于推广, 是一个很高的标准。在新药测定方法建立之后, 进行稳定性试验和药代动力学实验, 研究新药对光、温度、湿度及长期保存下的变化, 给出数据; 研究药物在动物体内各脏器的分布, 给出血药浓度-时间曲线, 测定血浆蛋白结合率, 提供吸收速率常数、消除速率常数等。

近年来, 国际上对天然药物日益重视, 尤其看好中药。但是, 由于中药化学成分十分复杂, 单味中药往往含有几百种化合物, 有效成分难以确定。与合成药相比, 中药材及其制剂的质量控制和安全性评价, 就更为复杂和困难。但这又是中药现代化, 中药走向世界的关键。近年来, 药物分析工作者应用了红外指纹图谱、核磁共振图谱、质谱、DNA 指纹图谱等手段, 进行中药材及其制剂的质控研究, 取得了可喜的成绩, 通过把握中药指纹图谱的特征, 能够有效地鉴别中药的真伪优劣及产地, 确保质量相对稳定。

当然,中药的国际化 and 实现中药现代化,还有很长的路要走。

药物的质量好坏,最终要靠临床效果判定。事实证明,药物的疗效和毒副作用与用药剂量和给药方式密切相关。药物的药理作用强度取决于血药浓度而不完全取决于剂量。这是因为,药物进入体内至产生一定的血药浓度,其间要经过吸收、分布、代谢和排泄等过程,又由于各人的性别、年龄、病理因素、遗传因素等不同,因此,不同病人即使使用同一剂量的药物,也会引起很大的血药浓度差异。而血药浓度太高常伴随毒副作用,太低则无疗效。并非血药浓度越高治疗效果越好。血药浓度应控制在一定范围内,该范围称为有效血药浓度(治疗浓度)。借助于血药浓度的监测,可为临床用药剂量的调整提供科学依据,保证其安全、有效和合理用药,这就是近年发展起来的“治疗药物监测”,又叫“给药个体化方案”。这里,关键和难点就是血药浓度检测方法的建立。由于进入血液中的药物浓度很低,波动范围很大,血液样品又不能大量采集,再加上血液成分复杂,药物要降解,还可能和血液成分结合等,使得血液中药成分的分析成为分析化学研究的一大难题。分析方法必须足够灵敏和准确,因为人命关天。目前,已经确定治疗药物浓度的药物不过才几十种,治疗浓度范围大多在 $\mu\text{g/L} \sim \text{mg/L}$ 之间。治疗心脏病的地高辛仅为 $0.9 \sim 2.2 \mu\text{g/L}$ 。事实上,目前也只能是对药物剂量小、毒性大、有效浓度范围窄等情况,才开展血药浓度监测。

因此,分析化学课程是医学、药学、中药学、制药工程等专业的一门重要的专业基础课,既有严密和系统的理论,又有很强的实用性。本课程不仅承担传授分析化学的基本理论、基础知识和有关实验技能的任务,还负有培养学生实事求是的科学态度和细心严谨的工作作风,发展创新思维能力,并使之初步掌握科学研究的方法,提高从事科学研究的综合素质的责任。分析化学的知识和技能是学生学习药物分析学、药物化学、药剂学、药理学、天然药物化学和中药学等后续课程的必备基础。

1.2 分析化学的分类

分析化学的研究范围广泛,分支甚多,常见的有滴定分析(titration analysis)、电化学分析(electrochemical analysis)、光谱分析(spectroscopic analysis)、色谱分析(chromatographic analysis)、质谱分析(mass spectrometric analysis)、核磁分析(nuclear magnetic resonance analysis)、化学计量分析(stoichiometric analysis)等;涉及无机分析(inorganic analysis)、有机分析(organic analysis)、生物分析(biological analysis)、环境分析(environmental analysis)、药物分析(pharmaceutical analysis)、食品分析(food analysis)、表面分析(surface and interface analysis)、临床与法医检验(clinical and forensic examination)、材料表征及分析(materials characterization and analysis)、质量控制与过程分析(quality control and process analysis)等;新兴的有微/纳分析(micro/nano analysis)、芯片分析(chip analysis)、组学分析(group analysis)、成像分析(imaging analysis)、活体分析(in vivo analysis)、实时在线分析(real-time online analysis)、化学与生物信息分析(chemical and biological information analysis)等。

根据不同的分类方法,可将分析化学方法归属于不同的类别。本书介绍常用的几种

划分方法。

1. 以分析任务划分

根据分析任务的不同，分析化学分为定性分析、定量分析与结构分析。定性分析的任务是鉴定（identification）物质由哪些元素、离子、基团或化合物组成，即“解决物质是什么的问题”。定量分析的任务是测定物质中某种或某些组分的相对含量（各自含量或含量），即“解决物质是多少的问题”。结构分析的任务是研究物质的分子结构（包括构型与构象）或晶体结构。

定性分析、定量分析和结构分析既有不同的分工，又有相互关联。一般来说，对于一个成分已知的样品，可以直接进行定量分析；对于一个成分未知的样品，需先进行定性分析，而后再进行定量分析；对于一个新发现的未知物，则需先进行结构分析。

本书将着重介绍定量分析方法的基本原理及应用等。

2. 以分析对象划分

根据分析对象的不同，可将分析方法分为无机分析和有机分析两类。

无机分析又可以分为无机定性分析、无机定量分析和无机结构分析。无机分析的对象是无机物，主要是鉴定样品的组成（元素、离子、原子团或化合物），测定各成分含量和测定无机物的晶形结构以及形态。

有机分析也可以分为有机定性分析、有机定量分析和结构分析。有机分析的对象是有机物，组成有机物的元素种类虽然不多，主要是碳、氢、氧、氮、硫和卤素等，但自然界的有机物数以万计，而且往往结构复杂，因此有机结构分析在有机分析中占有重要地位。分析的重点是官能团分析和结构分析。一般只有在清楚有机化合物的结构时，才能有效地进行定性和定量分析。

3. 以分析原理划分

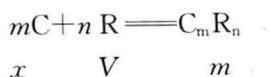
根据分析方法测定原理的不同，可将分析方法分为化学分析（chemical analysis）和仪器分析（instrumental analysis）。

1) 化学分析法

化学分析法是以物质的化学反应为基础的分析方法。被分析的物质称为试样或样品（sample），与试样起反应的物质称为试剂（reagent），试剂与试样所发生的化学变化称为分析化学反应。由于历史悠久，方法成熟，又是分析化学的基础，化学分析法常称为经典分析法（classical analysis）。

化学分析法又分为化学定性分析和化学定量分析。根据分析化学反应的现象和特征来鉴定物质化学组成的方法，称为化学定性分析。根据分析化学反应中试样和试剂之间计量关系来测定物质中各组分相对含量的方法，称为化学定量分析。化学定量分析主要有重量分析（gravimetric analysis）和滴定分析（titrimetric analysis）或称容量分析（volumetric analysis）等。

例如，某定量分析化学反应为



C 为待测组分, R 为的试剂。可根据生成物 C_mR_n 的量 m , 或与组分 C 反应所需的试剂 R 的量 V , 求出组分 C 的量 x 。如果用称量方法求得生成物 C_mR_n 的质量从而求得组分 C 的含量, 这种方法称为重量分析。如果从与组分反应的试剂 R 的浓度和体积求得组分 C 的含量, 这种方法称为滴定分析或容量分析。

化学分析法的特点是所用仪器设备简单, 操作简单, 定量分析结果准确(相对误差一般可控制在 $\pm 0.2\%$ 以内), 应用范围广泛。但也存在一定的局限性, 例如对于物质中痕量或微量杂质的定性或定量分析往往不够灵敏, 常常不能满足快速分析的要求, 因此分析范围以常量组分分析为主。

2) 仪器分析法

仪器分析法是以测定物质的物理或物理化学性质为基础的一大类分析方法, 由于这类方法都需要较特殊的仪器设备, 因而称为仪器法或仪器分析法。通常根据物质的某种物理性质, 如熔点、沸点、折射率、旋光度及光谱特征等, 不经化学反应, 直接进行定性、定量和结构分析的方法, 称为物理分析法 (physical analysis), 如光谱分析法等。根据物质在化学变化中的某种物理性质, 进行定性定量分析的方法称为物理化学分析法 (physicochemical analysis), 如电位分析法等。表 1-1 列出了一些常用仪器分析法。

表 1-1 常用仪器分析法

电化学分析法	电位分析法	直接电位法、电位滴定法
	伏安分析法	极谱分析法、溶出伏安法、电流滴定法
	电导分析法	电导分析法、电导滴定法
	电解分析法	库仑分析法、电重量分析法、库仑滴定法
	电化学传感器	化学修饰电极、生物传感器、压电传感器
光谱分析法	吸收光谱法	紫外-可见光谱法、红外光谱法、原子吸收光谱法
	发射光谱法	原子发射光谱法、分子荧光法、化学发光法
	散射光谱法	拉曼光谱法、共振光散射法
	波谱分析法	核磁共振谱法、顺磁共振谱法
	放射分析法	活化分析法、质子荧光法
色谱分析法	柱色谱法	气相色谱法、高效液相色谱法、超高效液相色谱法
	平面色谱法	薄层色谱法、纸色谱法
	电色谱法	毛细管电泳法
质谱分析法	质谱分析法	无机质谱法、有机质谱法
色谱-质谱联用法	色谱-质谱联用法	气-质联用法
		液-质联用法
热分析法	热分析法	热重分析法、差热分析法、测温滴定法

仪器分析法既可以用于定性分析和定量分析, 又可以用于结构分析, 但不同的仪器分析法侧重点不同。

仪器分析法最大的特点是灵敏度高，通常适合于微量组分和痕量组分的分析，有的甚至能进行超痕量组分（含量小于 0.0001%）的测定。仪器分析法的准确度一般可达 2%~5%，比化学分析法低，但对于微、痕量组分的测定，这样的准确度已足够了。另外，仪器法还具有分析速度快、易于自动化的优点。主要包括电化学分析法、光学分析法、质谱分析法、色谱分析法等。

4. 以用量或含量划分

根据试样的用量多少，分为常量、半微量、微量分析和超微量分析。各种方法的试样用量情况如表 1-2 所示。

表 1-2 各种分析方法的试样用量

方法	试样质量	试液体积/mL
常量分析	>0.1g	>10
半微量分析	0.01~0.1g	1~10
微量分析	0.1~10mg	0.01~1
超微量分析	<0.1mg	<0.01

通常无机定性分析多为半微量分析，化学定量分析多为常量分析，微量分析及超微量分析时多为仪器分析方法。

此外，根据试样中待测组分含量高低不同，又分为常量组分、微量组分和痕量组分的测定。各种方法的组分含量情况如表 1-3 所示。

表 1-3 各种分析方法的试样含量

方法	待测组分质量分数/%
常量组分分析	>1
微量组分分析	0.01~1
痕量组分分析	<0.01

必须指出，微量组分、痕量组分分析不一定是微量分析，因为测定微量组分、痕量组分，有时要取样千克以上。

5. 以分析作用划分

根据具体作用的不同分类，可分例行分析（routine analysis）和仲裁分析（arbitral analysis）。例行分析是一般化验室在日常生产或工作中的分析，又称为常规分析。仲裁分析是指不同单位对分析结果有争议时，要求某仲裁单位（法定检验单位）使用法定方法，进行裁判的分析。

1.3 试样分析的基本程序

根据分析任务采用不同的分析程序。定量分析的任务是测定物质中某种或某些组分