

有色金属工业分析丛书

现代分析化学基础

· 1 ·

《有色金属工业分析丛书》
编辑委员会 编

有色金属工业分析丛书 1

现代分析化学基础

《有色金属工业分析丛书》

编辑委员会 编

冶金工业出版社

(京) 新登字036号

WU84/03
内 容 提 要

《现代分析化学基础》是《有色金属工业分析丛书》之一。本书编入了化学分析和仪器分析的各种主要方法的基本原理与基本知识,重点介绍仪器分析方法。其内容为滴定分析和重量分析,电化学分析,吸光光度分析,原子吸收光谱分析,原子发射光谱分析,X射线荧光光谱法及其他光学法,活化分析和质谱分析,流动注射分析,色谱分析,分离与富集,过程分析化学,误差及分析测试数据的处理,化学计量学。同时简要地介绍了各种分析方法在我国有色金属工业分析中的应用和发展。

本书可供科研和厂矿等单位分析测试人员使用,也可供高等院校、中等专业学校有关专业师生参考。

有色金属工业分析丛书 1

现代分析化学基础

《有色金属工业分析丛书》编辑委员会 编

责任编辑:刘永琴

冶金工业出版社出版发行

(北京北河沿大街嵩祝寺北巷39号)

新华书店总店科技发行所经销

冶金工业出版社印刷厂印刷

*

850×1168 1/32 印张 13.75 字数 356千字

1993年 6月第一版 1993年 6月第一次印刷

印数1~1500册

ISBN 7-5024-1133-X

TF·269 定价13.70元

《有色金属工业分析丛书》

编辑委员会

主任委员

王道隆

副主任委员

(按姓氏笔划为序)

丁长兴 王家洪 朱子长 张凤兮

杨邦俊 秦光荣 翁吉生 符斌

委员

(按姓氏笔划为序)

丁官忠 于广聪 王守成 王履宏

刘文华 邬安华 苏德 吴永福

陆世鑫 李昌世 张志龙 张宝琦

张惠斌 林庆权 赵多仲 赵敏政

夏汉祥 郭采文 徐金华 常发现

龚美菱 裘立奋 蔡绍勤 薛湖明

本册主编

✓ 徐金华

副主编

熊兴安

编写人员

(按姓氏笔划为序)

李习纯 范健 罗重庆 赵新那

徐金华 曾斌礼 满瑞林 谭爱民

熊兴安 熊沛石

编者的话

建国40多年来，我国有色金属工业有了突飞猛进的发展。分析测试工作在有色金属工业生产中是一个不可缺少的环节，它对有色金属工业的生产、科研、产品质量的提高都起着重要的作用。目前，有色金属工业分析专业门类齐全，仪器设备先进，拥有一支技术水平较高的专业队伍，实现了现代化管理，在全国分析行业中享有一定的声誉。

为了系统总结有色金属工业分析在理论和实际工作中的成就和经验，进一步提高本行业的分析测试水平以适应我国有色金属工业的发展，在中国有色金属工业总公司科技局的支持和领导下，由有色金属分析化学科技协作组和有色金属分析情报网共同筹划，组成了编辑委员会，负责组织《有色金属工业分析丛书》的编写工作。《丛书》的编写以先进性与实用性相结合为指导思想，力求反映出我国有色金属工业分析的特色和技术水平。由于有色金属产品种类繁多，《丛书》基本按分析对象分类，每本书又各具特色，内容丰富，既有简明的理论阐述，又有实用方法介绍；既有经典化学分析方法，又有现代仪器分析方法，可作为分析测试人员的实用工具书。

《丛书》共九种：

- 1 现代分析化学基础
- 2 地质和地球化学物料分析
- 3 重金属冶金分析
- 4 轻金属冶金分析
- 5 贵金属分析
- 6 难熔金属和稀散金属冶金分析
- 7 稀土分析
- 8 高纯金属和半导体材料分析
- 9 矿石和工业产品化学物相分析

《丛书》在编写过程中，得到了沈阳冶炼厂、株洲冶炼厂、白银有色金属公司、金川有色金属公司、云南锡业公司、郑州铝厂、葫芦岛锌厂、株洲硬质合金厂、跃龙化工厂、北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业总公司矿产地质研究院、广州有色金属研究院、郑州轻金属研究院、昆明贵金属研究所、西北有色金属研究院、西北有色金属地质研究所、湖南稀土金属材料研究所、峨眉半导体材料研究所、上海有色金属研究所和中南工业大学等单位的领导和广大分析工作者的积极支持，在此表示致谢。

《丛书》中的《现代分析化学基础》编入了化学分析和仪器分析的各种主要方法，重点介绍仪器分析方法。着重阐述了现代分析化学基础理论和各类分析方法的基本原理与基本知识，并介绍了近年发展起来的流动注射分析、过程分析化学和化学计量学等内容。同时简要地介绍了各类分析方法在我国有色金属工业分析中的应用和发展。

《有色金属工业分析丛书》编辑委员会

1990年11月

目 录

1 滴定分析和重量分析	1
1.1 分析化学中常用的量和法定计量单位及其应用	1
1.1.1 常用的量和单位	1
1.1.2 量和单位在化学分析计算中的应用	1
1.2 滴定分析	9
1.2.1 酸碱滴定法	9
1.2.2 络合滴定法	22
1.2.3 氧化还原滴定法	33
1.2.4 沉淀滴定法	39
1.3 重量分析	41
1.3.1 沉淀溶解平衡	41
1.3.2 影响沉淀纯度的因素	45
1.3.3 沉淀的形成和沉淀的条件	46
参考文献	50
2 电化学分析	51
2.1 电位分析法	51
2.1.1 电极电位与电极	51
2.1.2 离子选择电极	52
2.1.3 直接电位法	58
2.1.4 电位滴定法	60
2.1.5 离子计及自动分析系统	63
2.2 电解分析法与库仑分析法	64
2.2.1 电解分析法	65
2.2.2 库仑分析法	68
2.3 极谱分析法	71
2.3.1 直流(经典)极谱法	71
2.3.2 单扫描示波极谱法	75

2.3.3	方波极谱法与脉冲极谱法	76
2.3.4	半积分极谱法和半微分极谱法	79
2.3.5	络合物吸附极谱波	80
2.3.6	极谱催化波	81
2.4	溶出分析法和循环伏安法	83
2.4.1	溶出伏安法	83
2.4.2	循环伏安法	85
2.4.3	电位溶出法	86
2.4.4	溶出分析法和循环伏安法的工作电极	86
2.5	电流滴定法	87
2.5.1	极谱滴定法	87
2.5.2	交流示波极谱滴定法	88
2.5.3	双电流滴定法和双电位滴定法	88
2.6	电化学分析的进展	89
2.6.1	电化学传感器	89
2.6.2	电位分析	91
2.6.3	伏安分析	92
	参考文献	92
3	吸光光度分析	95
3.1	基本原理	95
3.1.1	物质对光的吸收	95
3.1.2	光的吸收定律	96
3.2	仪器的结构和仪器的类型	96
3.3	吸光光度法的灵敏度、准确度和选择性	98
3.3.1	吸光光度法的灵敏度	98
3.3.2	影响吸光光度法准确度的因素	100
3.3.3	显色反应的选择性	103
3.4	单组分的测定	103
3.4.1	工作曲线法	103
3.4.2	最小二乘法	103
3.5	多组分的同时测定	104
3.5.1	等吸收点作图法	104

3.5.2 方程组法	105
3.6 差示吸光光度法	107
3.6.1 高含量吸光光度法	108
3.6.2 低含量吸光光度法	108
3.6.3 精密法	108
3.6.4 全差示法	108
3.7 双波长吸光光度法	109
3.7.1 基本原理	109
3.7.2 双波长单组分的测定	110
3.7.3 双波长多组分的测定	111
3.8 导数吸光光度法	112
3.9 动力学吸光光度法	114
3.9.1 基本原理	114
3.9.2 分析方法	115
3.10 吸光光度分析的新技术	116
3.10.1 固相吸光光度法	116
3.10.2 浮选-吸光光度法	117
3.10.3 光声光谱法	118
3.11 应用	119
3.11.1 成分分析	119
3.11.2 光度滴定	120
3.11.3 络合物组成的测定	120
参考文献	123
4 原子吸收光谱分析	125
4.1 基本原理	125
4.1.1 原子吸收光谱	125
4.1.2 原子吸收与浓度的关系	128
4.2 仪器的结构和类型	129
4.2.1 光源	129
4.2.2 原子化器	130
4.2.3 分光系统	134
4.2.4 检测系统	135

4.2.5 仪器类型	135
4.3 干扰及其消除方法	137
4.3.1 光谱干扰	137
4.3.2 电离干扰	138
4.3.3 化学干扰	139
4.3.4 物理干扰	140
4.4 校正方法	141
4.4.1 工作曲线法	141
4.4.2 标准加入法	141
4.4.3 间接测定法	142
4.5 灵敏度和检出限	143
4.6 应用	144
参考文献	146
5 原子发射光谱分析	148
5.1 基本原理	148
5.2 仪器的结构	151
5.2.1 激发光源	151
5.2.2 分光系统	158
5.2.3 检测系统	161
5.3 定性分析	163
5.4 半定量分析	164
5.5 定量分析	165
5.6 干扰及其消除方法	166
5.6.1 光谱干扰	167
5.6.2 非光谱干扰	167
5.7 应用	168
参考文献	170
6 X射线荧光光谱分析及其他光学分析	172
6.1 X射线荧光光谱法	172
6.1.1 基本原理	172
6.1.2 X射线荧光光谱仪	183

6.1.3 定性分析	192
6.1.4 定量分析	192
6.1.5 应用	197
6.2 电子探针微区分析	198
6.2.1 电子束与试样的作用	198
6.2.2 电子探针微区分析仪	199
6.2.3 应用	200
6.3 原子荧光光谱法	200
6.3.1 基本原理	201
6.3.2 仪器的结构和类型	203
6.3.3 干扰及其消除方法	206
6.3.4 分析方法	206
6.3.5 应用	207
6.4 分子荧光分析法	207
6.4.1 基本原理	207
6.4.2 仪器的结构	209
6.4.3 应用	210
参考文献	211
7 活化分析和质谱分析	212
7.1 活化分析法	212
7.1.1 基本原理	213
7.1.2 仪器的组成	218
7.1.3 分析方法	219
7.1.4 应用	220
7.2 质谱分析法	222
7.2.1 基本原理	223
7.2.2 仪器的结构	226
7.2.3 二次离子质谱分析	235
7.2.4 同位素稀释质谱法	236
7.2.5 应用	237
参考文献	238
8 流动注射分析	240

8.1 基本原理	241
8.1.1 最简单的流动注射分析系统	241
8.1.2 试样带的分散和流动注射分析体系的设计	243
8.1.3 化学反应动力学过程	248
8.1.4 能量转换过程	249
8.1.5 流动注射分析与手工分析法灵敏度的比较	249
8.2 流动注射分析仪的组成	250
8.2.1 流体驱动单元	250
8.2.2 进样阀	250
8.2.3 反应器和连接器	251
8.2.4 检测器	252
8.3 流动注射技术简介	254
8.3.1 采样注入技术	254
8.3.2 分离与富集技术	255
8.3.3 填充反应器	257
8.3.4 流动注射梯度技术	258
8.3.5 集成微管道化	261
8.4 应用与发展	262
参考文献	264
9 色谱分析	266
9.1 色谱分析的分类和特点	266
9.1.1 色谱分析分类	266
9.1.2 色谱分析的特点	266
9.2 基本理论	269
9.2.1 保留值与分配系数	269
9.2.2 平衡塔板理论方程	272
9.2.3 速率塔板理论	274
9.2.4 分辨率及柱操作条件的选择	275
9.3 色谱分析的固定相	277
9.3.1 固体固定相	277
9.3.2 液体固定相	278
9.3.3 聚合物固定相和键合固定相	279

9.4 色谱的定量分析	279
9.4.1 响应信号的测量	279
9.4.2 定量校正因子	280
9.4.3 定量方法	281
9.5 高效离子交换色谱法	282
9.5.1 高效离子交换色谱法的固定相	282
9.5.2 高效离子交换色谱法的流动相	283
9.5.3 离子色谱法	283
9.5.4 高效离子交换色谱法在无机离子快速分离分析中的应用	284
参考文献	286
10 分离与富集	288
10.1 分离与富集方法的分类	289
10.2 沉淀和共沉淀分离法	289
10.2.1 沉淀分离法	290
10.2.2 共沉淀分离法	293
10.2.3 沉淀和共沉淀分离法的应用	295
10.3 溶剂萃取分离法	300
10.3.1 萃取过程	301
10.3.2 溶剂萃取的方法	304
10.3.3 萃取体系的分类	305
10.3.4 溶剂萃取在分析化学中的应用	311
10.3.5 溶剂萃取技术的新进展	313
10.4 离子交换分离法	313
10.4.1 离子交换树脂的类型和结构	314
10.4.2 交联度和交换容量	317
10.4.3 离子交换平衡和离子交换亲和力	318
10.4.4 离子交换反应平衡中的平衡常数及分配系数	319
10.4.5 离子交换分离操作技术	320
10.4.6 离子交换分离法的应用和进展	321
10.5 纸色谱和薄层色谱	324
10.5.1 纸色谱	325

10.5.2 薄层色谱法	327
10.6 其他分离方法	328
10.6.1 气态分离	328
10.6.2 电化学分离与富集	329
10.6.3 萃取色谱分离法	331
10.6.4 化学形态分析中的分离与富集方法	333
10.6.5 泡沫浮选分离	334
10.6.6 选择性溶解	335
参考文献	337
11 过程分析化学	339
11.1 过程分析化学的定义及研究范围	340
11.2 过程分析仪器	341
11.2.1 过程分析仪器的分类	342
11.2.2 过程分析仪器的组成	342
11.2.3 过程分析仪器的特点	344
11.2.4 过程分析仪器的展	345
11.3 化学传感器	345
11.3.1 质量型化学传感器	346
11.3.2 电化学传感器	348
11.3.3 光化学传感器	349
11.3.4 传感器组	353
11.4 微型计算机与分析仪器联用简介	355
参考文献	356
12 误差及分析测试数据的处理	358
12.1 分析测试误差	358
12.1.1 误差的来源和分类	358
12.1.2 准确度与精密度	359
12.1.3 误差的表示方法	359
12.1.4 允许差	365
12.1.5 提高分析测试准确度的方法	368
12.2 随机误差的分布	370
12.2.1 正态分布	371

12.2.2 标准正态分布	371
12.2.3 t 分布	373
12.3 实验数据的统计处理	375
12.3.1 误差分布的正态性检验	375
12.3.2 离群值的检验及其取舍	378
12.3.3 平均值的置信区间	380
12.3.4 分析结果的表达	382
12.3.5 显著性检验	383
12.4 有效数字及其计算规则	385
12.4.1 有效数字	385
12.4.2 数字修约规则	386
12.4.3 数字运算规则	386
参考文献	387
13 化学计量学	389
13.1 试验设计与优化	390
13.1.1 单因素条件试验法	391
13.1.2 正交设计	392
13.1.3 单纯形法	393
13.1.4 优化	395
13.2 校正	396
13.2.1 一元和多元线性回归	397
13.2.2 主成分回归和偏最小二乘法	398
13.2.3 标准加入法	401
13.2.4 秩消法	402
13.2.5 张量校正	403
13.3 信号处理	404
13.3.1 信号变换及处理	404
13.3.2 曲线拟合	407
13.4 因子分析	407
13.4.1 主成分分析	408
13.4.2 目标变换	412
13.5 模式识别	414

13.5.1 模式识别的基本概念	414
13.5.2 模式识别的基本过程	415
13.5.3 决策分类方法	417
13.5.4 聚类分析	419
13.5.5 应用	420
13.6 数据库、人工智能和专家系统	420
13.6.1 数据库	420
13.6.2 人工智能和专家系统	421
参考文献	422

1 滴定分析和重量分析

这一章主要介绍定量化学分析方法中常用法定计量单位以及滴定分析和重量分析的基本原理及其在有色金属分析中的应用^[1,2]。

1.1 分析化学中常用的量和法定计量单位及其应用

1.1.1 常用的量和单位

我国1984年颁布的《中华人民共和国法定计量单位》和1982年实施的有关量和单位的15项国家标准，规定了各科学技术领域中使用的量、单位及相应的符号。我国的法定计量单位由以下几部分构成：（1）SI（国际单位制）基本单位。（2）SI辅助单位。

（3）具有专门名称的SI导出单位。（4）国家选定的非国际单位制单位。（5）由以上单位构成的组合形式的单位。（6）由词头和以上单位所构成的十进倍数和分数单位。

分析化学中涉及的数量和单位很多，一些常用的量和单位见表1-1^[3]。为了引起注意，将一些应废除的单位对应地列于表中。

本《丛书》中几种常用的量和单位，列于表1-2。为了表示液体试剂的稀溶液的浓度，本书采用了符号“%(V/V)”，一般均指体积比。也有在稀溶液后面用(1+1)、(1+9)等符号表示，括号中前一数字指液体试剂的份数，后一数字指溶剂（一般用水稀释）的份数。几种有机溶剂混合或固体试剂混合，其混合比例也用后一方式表示。

1.1.2 量和单位在化学分析计算中的应用

主要介绍重量分析和滴定分析中有关分析结果、溶液的物质浓度的计算。

1.1.2.1 重量分析结果的计算

按量和单位的使用规则，重量分析的结果应以质量分数来表