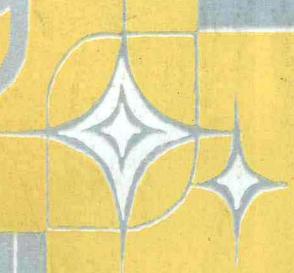




全国高等农业院校教材

全国高等农业院校教材指导委员会审定



# 定量分析

---

(第三版)

非土壤农化各专业用

朱寿珩 主编

北京农业大学出版社

全国高等农业院校教材  
全国高等农业院校教材指导委员会审定

# 定量分析

(第三版)

朱寿珩 主编

非土壤农化各专业用

北京农业大学出版社

(京)新登字164号

**图书在版编目(CIP)数据**

定量分析/朱寿珩主编.-第3版.—北京：北京农业大学出版社，1994.5

全国高等农业院校教材

ISBN 7-81002-560-0

I.定… II.朱… III.定量分析-农业化学-高等学校-教材 IV.S132

北京农业大学出版社出版

(北京市海淀区圆明园西路二号)

责任编辑 孟 梅

北京昌平华生印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

\*

787×1092毫米 16开本 15.5印张 379千字

1994年5月第3版 1994年5月第1次印刷

印数：1—4000

定 价：7.20元

## 第三版前言

《定量分析》第一版是1978年根据高等农林院校教材编写工作会议精神编写的试用教材，供农业院校非土壤农化各专业使用。参加编写工作的有北京农业大学朱寿珩和当时的西北农学院曲尔复、江苏农学院计维浓及华南农学院梁德研。封面署名为北京农业大学、西北农学院等编。

第二版由原编写组于1983年修订。因梁德研调离农业院校，经教材修订委员会同意改由西北农学院薛澄泽参加。封面署名为北京农业大学、西北农学院、南京农学院合编。一、二版均由上海科技出版社出版。

二版修订迄今，已达10年之久。原来的某些内容已不能适应当前教学的要求。而且，随着法定计量单位的颁布，有关浓度的表示与计算方法变化较大，所以，原书使用诸多不便，亟待修订。

农业部教材指导委员会基础课学科组1993年作出了由原编写组修订《定量分析》的决定，因编写组有的同志退休，只在原来的基础上，作了适当调整，并报请教材修订委员会同意。

我们曾向兄弟院校发出了对修订意见的征集函，不少同志结合近年来的教学实践经验提出了宝贵的意见，为此次修订工作打下了良好的基础。

在修订中注意到本课程在高等农业院校农、林、牧及其他有关专业教育计划中的地位与作用，考虑到总学时数及讲授课时与实验课时的比例，在内容选择上本着少而精的原则，以介绍定量分析的基本原理、基本实验技术和基本知识为主，并在实验项目的选择上，恰当联系农业科学的实际。此外，还力求注意到有利于学生自学能力、动手能力和分析问题解决问题能力的提高。

本次修订全书的结构仍按二版的体例，字数基本未变。各章内容均有适当修改，某些章节增删较多。

我们仍然认为，教材不应对教学工作进行过多的约束，各校可进行某些变动；因实验内容编写得稍多，各校可根据各自情况适当选择。

参加修订工作的有北京农业大学朱寿珩（3、4章）、吴金绥（12、13章），西北农业大学薛澄泽（1、5、6、11章）、纪婉荪（2、7章），南京农业大学计维浓（8、9、10、15、16章）等同志，14章由负责5、6、7各章的同志及吴金绥同志修订。

四川农业大学王祖泽教授在百忙中对本书进行了审订，编者表示衷心的感谢。

本次修订根据农业部教育司的有关规定，署名为朱寿珩编写，并改由北京农业大学出版社出版。

特向为本书修订工作提过意见的同志致谢。恳望读者对本书不当之处予以指正。

编写组

1994年元月

# 目 录

## 上编 原理部分

<b>第一章 绪论 .....</b>	1
§1-1 分析化学与定量分析的范畴、任务和作用.....	1
§ 1-2 定量分析的方法.....	2
一、化学分析法 .....	2
二、仪器分析法 .....	2
§1-3 定量分析的一般程序.....	4
一、采样 .....	4
二、试样调制 .....	4
三、试样预处理 .....	4
四、反应条件的控制 .....	5
五、测定 .....	5
六、计算 .....	5
§1-4 学习定量分析应注意事项.....	5
<b>第二章 误差和数据处理 .....</b>	6
§2-1 有关误差的一些基本概念.....	6
一、系统误差与随机误差 .....	6
二、准确度与精密度 .....	7
§2-2 提高分析结果准确度的方法 .....	10
一、选择合适的分析方法.....	10
二、减小测量误差.....	11
三、增加平行测定次数以减小随机误差.....	11
四、消除测量中的系统误差.....	11
§2-3 有限数据的统计处理 .....	12
一、置信区间和置信概率.....	12
二、可疑值的舍弃——过失误差的判断.....	14
三、显著性检验.....	16
§2-4 分析质量控制 .....	18
一、分析质量.....	18
二、分析质量控制 ( AQC ) .....	19
§2-5 有效数字及其运算法则 .....	20
一、有效数字及其修约.....	20

二、数据运算规则	21
习题	22
<b>/ 第三章 滴定分析法概论</b>	<b>24</b>
§3-1 概述	24
一、滴定分析的方法	24
二、滴定分析对滴定反应的要求	24
三、滴定分析进行的方式	25
§3-2 滴定分析的标准溶液	25
一、标准溶液浓度的表示方法	25
二、标准溶液的配制和浓度标定	27
§3-3 滴定分析的计算	27
一、溶液浓度配制的计算	27
二、反应物的物质的量之间的关系	28
三、计算基本公式	29
习题	31
<b>第四章 酸碱滴定法</b>	<b>33</b>
§4-1 酸碱质子理论	33
一、酸碱定义和共轭酸碱对	33
二、共轭酸碱对中 $K_a$ 与 $K_b$ 的关系	34
§4-2 不同酸度溶液中弱酸存在形式	35
§4-3 酸碱溶液中酸度的计算	37
一、处理酸碱平衡的方法	37
二、酸碱溶液中酸度的计算	38
§4-4 酸碱指示剂	42
一、酸碱指示剂变色原理	42
二、影响酸碱指示剂变色范围的因素	44
三、混合指示剂	45
§4-5 滴定曲线和指示剂选择	46
一、强碱滴定强酸	46
二、强碱滴定一元弱酸	48
三、强酸滴定弱碱	50
四、多元酸的滴定	50
五、多元碱的滴定	52
六、酸碱滴定中 $\text{CO}_2$ 的影响	52
§4-6 酸碱滴定法的应用	53
一、铵盐中氮的测定	53
二、烧碱中 $\text{NaOH}$ 和 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 的测定	54
三、磷的测定	55
习题	55

<b>第五章 沉淀滴定与重量分析</b>	58
§5-1 分析化学中的沉淀反应	58
§5-2 沉淀滴定法	58
一、概述	58
二、滴定曲线	58
三、银量法滴定终点的确定	59
§5-3 重量分析	63
一、重量分析的一般程序	63
二、沉淀的溶解度、结构和纯度	63
三、过滤、洗涤、烘干与灼烧	65
四、重量分析的计算	65
习题	66
<b>第六章 络合滴定法</b>	67
§6-1 概述	67
§6-2 EDTA及其络合平衡	67
一、EDTA的性质	67
二、EDTA与金属离子形成的络合物的特点	68
三、EDTA络合物在溶液中的平衡及副反应系数	69
§6-3 络合滴定曲线	70
一、滴定曲线	70
二、影响突跃的主要因素	71
三、酸效应曲线与酸度控制	72
§6-4 金属指示剂	73
一、金属指示剂变色原理	73
二、金属指示剂的封闭、僵化和氧化变质现象	75
§6-5 络合滴定的应用	76
一、络合滴定的方式	76
二、提高络合滴定选择性的方法	77
三、络合滴定的一些注意事项	77
习题	78
<b>第七章 氧化还原滴定法</b>	79
§7-1 氧化还原反应	79
一、条件电位	79
二、氧化还原反应进行的程度与滴定反应定量进行的条件	81
三、氧化还原反应的速率	83
§7-2 氧化还原滴定法的基本原理	83
一、氧化还原滴定曲线	83
二、氧化还原滴定中的指示剂	87
§7-3 常用的氧化还原滴定法	88

一、重铬酸钾法	89
二、高锰酸钾法	89
三、碘量法	90
四、其他氧化还原滴定法	90
§7-4 氧化还原滴定的计算	91
习题	94
<b>第八章 吸光光度法</b>	96
§8-1 概述	96
一、比色分析法和分光光度法的特点和适用范围	96
二、光的基本性质	96
三、光的选择吸收和溶液的颜色	97
§8-2 吸光光度法的基本原理	97
一、光的吸收定律	97
二、吸收光谱曲线	99
§8-3 显色反应及显色条件的选择	100
一、对显色反应的要求	100
二、显色反应条件	101
§8-4 比色分析和分光光度分析的方法和仪器	102
一、比色分析和分光光度分析的方法	102
二、测定方法	103
三、分光光度计的主要部件	103
四、分光光度计	106
§8-5 测量误差和测量条件的选择	107
一、有色溶液偏离Beer定律所引起的误差	107
二、仪器误差	108
三、读数误差	109
四、测量条件的选择	110
§8-6 光度分析法的应用	110
一、高含量组分测定——示差法	110
二、溶液中多组分测定	111
三、光度滴定法	112
习题	113
<b>第九章 电位分析法</b>	115
§9-1 电位分析法的基本原理	115
一、指示电极	116
二、参比电极	117
三、电池电动势的测量	117
§9-2 pH值电位测定法	118
一、玻璃电极	118

<b>二、pH值的电位测定法</b>	120
§9-3 离子选择电极	121
一、离子选择电极的测量原理	122
二、离子选择电极的种类	122
三、离子选择电极的测定方法	124
四、离子选择电极的应用	125
§9-4 电位滴定法	125
一、仪器装置	125
二、滴定终点的确定	126
三、电位滴定法的应用和指示电极的选择	128
习题	129
<b>第十章 几种仪器分析法简介</b>	131
§10-1 极谱分析法	131
一、仪器装置和方法简介	131
二、极谱测定过程的特点	132
三、极谱定量分析法	135
四、新的极谱分析方法	136
§10-2 发射光谱分析法	137
一、光谱的产生	137
二、火焰光度法	138
三、等离子体发射光谱法	140
§10-3 原子吸收分光光度法	141
一、基本原理	142
二、仪器装置	143
三、原子吸收分光光度计	145
四、原子吸收的定量方法	145
五、原子吸收中的干扰及其抑制	146
§10-4 气相色谱法	148
一、气相色谱仪的装置和分析流程	148
二、气相色谱法的理论基础	149
三、气相色谱法的定量分析	150
§10-5 高效液相色谱法	152
<b>下编 实验部分</b>	
<b>第十一章 定量分析实验概述</b>	155
§11-1 定量分析实验应注意事项	155
§11-2 分析化学的实验器皿	156
§11-3 化学试剂	156
§11-4 纯水	157

§11-5 玻璃仪器的洗涤	158
§11-6 记录本	158
<b>第十二章 分析天平</b>	<b>159</b>
§12-1 分析天平的种类和构造	159
§12-2 分析天平的性能和检查	166
§12-3 天平的使用规则和称量方法	167
§12-4 分析天平常见故障的排除	169
实验一 电光天平练习	170
§12-5 样品中水分含量的测定	172
实验二 硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 中结晶水的测定	173
<b>第十三章 滴定分析量器和基本操作</b>	<b>175</b>
§13-1 滴定管	175
§13-2 移液管和吸量管	179
§13-3 容量瓶	181
§13-4 量器校正	183
实验三 量器的校正	184
<b>第十四章 滴定分析的各种方法</b>	<b>186</b>
§14-1 酸碱滴定法	186
实验四 酸碱标准溶液的配制和比较滴定	186
实验五 酸碱溶液的标定	187
实验六 食醋总酸量的测定	190
实验七 氨水中 $\text{NH}_3$ 含量的测定	190
实验八 草酸试样中 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量的测定	191
实验九 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	191
实验十 混合碱中 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 和 $\text{NaHCO}_3$ 含量的测定(双指示剂法)	192
实验十一 碳酸氢铵含氮量的测定——期中考查(分析方案设计和实施)	193
§14-2 沉淀滴定法	194
实验十二 $\text{AgNO}_3$ 和 $\text{NH}_4\text{SCN}$ 标准溶液的配制和标定	194
实验十三 可溶性氯化物中氯的测定	195
§14-3 络合滴定法	195
实验十四 EDTA 标准溶液的配制与标定	195
实验十五 水的总硬度及钙镁含量的测定	196
§14-4 氧化还原滴定法	197
I . 重铬酸钾法	197
实验十六 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液的配制和亚铁盐中铁的测定	197
实验十七 土壤有机质的测定	197
II . 高锰酸钾法	199
实验十八 $\text{KMnO}_4$ 标准溶液的配制和标定	199
实验十九 过氧化氢 ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 含量的测定	200

实验二十 水样中化学耗氧量(COD)的测定	200
实验二十一 $\text{CaCO}_3$ 试样中钙含量的测定	201
Ⅲ. 碘量法	202
实验二十二 $\text{I}_2$ 和 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制和比较滴定	202
实验二十三 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 和 $\text{I}_2$ 标准溶液的标定	203
实验二十四 硼砂试样中 $\text{As}_2\text{O}_3$ 含量的测定(直接碘量法)	203
实验二十五 胆矾中铜(Cu)的测定(间接碘量法)	204
实验二十六 维生素C含量的测定	205
<b>第十五章 光度分析法</b>	<b>206</b>
实验二十七 铵的比色测定(标准系列法)	206
实验二十八 磷的比色测定——分光光度法	207
实验二十九 铁的分光光度法测定及条件试验和示差分析	208
<b>第十六章 电位分析法</b>	<b>212</b>
实验三十 土壤酸度的测定	212
实验三十一 水中氟的测定(离子选择电极法)	216
实验三十二 土壤中氯的测定(离子选择电极法)	216
实验三十三 食醋总酸量的测定(自动电位滴定法)	217
参考文献	219
习题答案	219
附录	222

## 上编 原理部分

### 第一章 绪 论

#### §1-1 分析化学与定量分析的范畴、任务和作用

分析化学 (analytical chemistry) 是研究物质的分离 (separation)、鉴定 (identification)、测定 (measurement) 原理与方法的科学。也就是提供物质样品组成数字信息 (numerical information) 方法的理论与实践的科学。过去，它主要涉及物质的化学组成，现在已日渐包括物质的化学结构以及物理性质等方面的问题。

从字典上的解释看，分析 (analysis) 表示把任何一个整体分离或解体为其组成部分以了解其本性，分析意味着破开一些东西；其反义词为合成 (synthesis)，它表示把一些部分或元素合为一个整体，合成意味着更多的建设性。因之，分析过程是化学工作者为测定物质组成以了解其本性的建设性尝试。

如果确定物质由哪些成分组成，回答它是“什么”，叫定性分析 (qualitative analysis)；如果精确测定各成分的含量，回答某成分含有“多少”，叫做定量分析 (quantitative analysis)。

在定性分析中，一般是应用化学反应将待测组分转变为具有某些特殊性质（如沉淀的生成和溶解，颜色的形成或改变，气体的生成等）和化学反应的表现效果，以判断样品中是否含有某种成分。在定性分析中，由于采取分析步骤和方法的不同，又可分为分别分析和系统分析。因定性分析在无机化学实验课中已予介绍，本书只讨论定量分析。当前，国内外许多分析化学教科书也只包括定量分析。

分析化学对于化学的发展，对于与化学有关的其它学科的发展，对国民经济的各个方面，以及在教育工作中都有着重要的作用。许多科学研究都要用分析化学提供必要的数据。

化学本身正是在分析化学发展后才得以迅速发展的。新元素的发现，原子量、分子量的测定，元素及其化合物的理化性质的确定，一些常数的测定，化学定律的证明等，都离不开分析化学。同时，化学及其它学科的发展，又不断创建起新的分析方法。

在工业生产中，对原材料、中间产物和产品要不断进行分析，以控制生产流程，改进生产工艺，控制、保证与提高产品质量。新材料的研制，新工艺的设计也需要分析化学。在国防、地质勘探、冶金、医疗卫生、体育、考古、环境科学、法医侦破中，都离不开分析化学。所以，分析工作是科学工作者的耳目。

在农业生产与农业科学的研究中，如土壤肥力的测定，肥料、农药、饲料、农畜产品品质

的检定，水、气、土壤污染状况的监测，作物生长过程中营养成分或有害成分在水土作物系统中的迁移、转化和积累情况的探讨，以及家畜、家禽的科学管理与临床诊断等，都要借助于化学分析。因之，分析化学是学习农业科学的一门重要基础课，许多专业基础课如植物生理学、土壤学、肥料学、动物生理生化、饲料分析、食品加工、植物保护等以及许多专业课，都要用到许多定量分析的原理和方法。在专业科学的研究中，定量分析更是不可缺少的手段。

从教育的观点来看，分析化学是一门实践性很强的科学，是一门工具课。它对于培养学生观察、思维、判断、推理问题的能力，学习独立精密地进行科学实验的方法和技能，养成良好的实验室基本素养、常识、习惯与科学态度，都有着十分重要的意义。

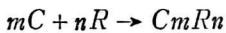
## §1-2 定量分析的方法

根据操作原理和方法的不同，定量分析分为化学分析法和仪器分析法。

### 一、化学分析法

化学分析法 (chemical analysis) 是根据已知的，可以定量进行的化学反应，应用简单的玻璃器皿以及简单的仪器所设计的方法。

假设化学反应式为：



C为被测组分，R为试剂， $CmRn$ 为反应生成物。

如果由  $CmRn$  的重量求被测组分的含量叫重量分析 (gravimetric analysis)。一般讲， $CmRn$  为难溶性沉淀，经过过滤、洗涤、干燥或灼烧后得到纯净的  $CmRn$  或转换为另一个组成固定的化合物，精确称量其重量 (weight) 后进行计算。它操作繁琐、需时很长，但十分准确。目前在例行分析中应用减少，常用于校准其它方法。

如果由试剂的准确浓度及它与待测成分恰好完成某一化学反应的精确容积 (volume) 计算待测成分的含量，叫滴定分析 (titrimetric analysis) 或容量分析 (volumetric analysis)。它操作简单，迅速，所需的仪器也不多，且具有一定的准确度，广泛应用于例行分析中。

如果  $CmRn$  为气体，在一定温度和压力下，从气体的精确体积或其变化求待测成分含量的方法叫做气体分析法 (gas analysis)。

重量分析和滴定分析适用于待测成分为大量成分 (major) 的常量分析 (macroanalysis) 中，又称为经典分析方法 (classical method)。若待测成分为微量成分 (minor) ( $0.01\% \sim 1\%$ ) 时，称为微量分析 (microanalysis)，痕量成分 (trace) ( $< 0.01\%$ ) 的分析则为痕量分析 (trace analysis)。它们都需要特殊的设备和方法。常量、微量、痕量分析的方法也有用试样的量及分析成分的含量来区分的。

对于初学者来说，宜从常量分析入手，通过学习基本原理和操作技术，以提高实验室的工作能力。

### 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、凝固点、熔点、旋光度、颜色

强度等)与组分之间的关系,不经化学反应而直接进行鉴定或测定的分析方法,叫做物理分析(physical analysis)。根据被测物质在化学变化中的某种物理性质(光、电、热、吸附、分配等)与组分之间的关系,进行鉴定和测定的分析方法,叫做物理化学分析(physico-chemical analysis)。这两种方法大都需要精密的仪器,故称仪器分析法(instrumental analysis)。

仪器分析法灵敏、准确、快速,发展很快,应用日趋广泛。

仪器分析法可分为:

1. 光学分析法 使光与待测成分发生相互作用,从光的发射、吸收、折射、散射、旋转、反射、衍射等性质来进行定量的方法。主要有吸光分析法(包括可见光,紫外光和红外光的分光光度法,原子吸收分光光度法,核磁共振光谱法等),发射光谱法(包括发射光谱法,火焰分光光度法,荧光分光光度法等),旋光分析法,折光分析法,反射分析法,衍射分析法等。

2. 电学分析法 即利用物质的电化学性质进行的分析方法。如利用电解原理进行的电重量分析法;滴定分析中利用电位、电导、电流等性质来判断滴定终点的电位滴定法、电导滴定法和电流滴定法。此外还有用离子选择电极测定电极电位来决定待测离子浓度的离子选择电极法,利用待测成分在滴汞电极上电解过程所产生的电流-电压曲线以测定某成分及其含量的极谱分析法等。

3. 色谱分析法 即利用物质在两相中吸附、解吸、溶解、分配和亲合作用的不同,进行物质的分离与测定的方法。它分为气相色谱法、液相色谱法、离子色谱法、离子交换色谱法、凝胶色谱法、纸色谱法、薄层色谱法,薄膜色谱法等。

4. 其它 如利用质荷比的不同进行测定的质谱法,利用热学性质的热重量分析法、差热分析法等,利用反应速度进行的动力学分析法等。

随着科学技术的高速发展,分析化学已发展为需要多种学科互相结合去完成复杂分析任务的阶段,已经不单是成分的分析,而是还需要作结构、形态、微粒、微区、薄层、超纯、无损的分析,化学和生物活性的测定,在线监测,分析及过程控制等。特别是电子学、计算机技术、激光技术的应用,革新、发展了许多新的方法,向自动化、数字化、智能化、联机化、遥控化的方向发展。

应该指出,尽管定量分析方法众多,但各具特点,也各有其局限性。化学分析法简便,准确度高,需要的仪器设备费用低,宜于农业基层单位使用。但较费时,待测成分含量低时误差较大。仪器分析法准确、灵敏、快速,自动化和连续化程度高。但设备昂贵,需要特殊的专门训练。而且,仪器分析的许多测定环节如标准溶液的配制与校准,都还是化学分析问题,化学分析的基本原理和操作技术,是仪器分析所必须具备的。很难设想,一个缺乏分析化学基础理论和基础知识的分析工作者,仅仅依靠近代分析仪器就能真正解决日益复杂的问题。另外,化学分析法与仪器分析法的界限也日见缩小,化学分析所用的分析天平也是比较精密的仪器,分光光度计、pH计目前也日渐普及,已多在定量分析中讲授。

我国高等农业院校目前大都开设定量分析,另有仪器分析选修课。为了考虑到某些学生不学仪器分析,第十章对几种仪器分析方法加以简单介绍。

## §1-3 定量分析的一般程序

定量分析的程序，一般包括采样、调制样品、称量、前处理、测定、数据处理及计算等过程。但随分析对象及测定项目的不同，分析程序各有差异。

### 一、采样

从大量的分析对象中抽出一小部分作为分析材料的过程，称为采样（sampling）。所采取的分析材料称为试样或样品（sample）。采集的试样必须能代表全部分析对象的组成，必须具有代表性与均匀性。采样是分析程序中很重要的一环，采样不正确，分析得再精确也是徒劳的。

采样的具体方法，依分析对象的种类、性质、均匀程度、数量的多少以及分析项目的不同而异，但总的原则是一致的。即按照不同地区、不同部位、不同大小的试样，首先是多点采取原始代表样，所需的量以原料总量、均匀程度和区域大小而定。原始样取好之后，再逐步缩分为实验室所需的量。缩减的方法是把它打碎、摊成台锥形，经顶部中间分割为十字形四个等份，弃去对角的两份，即缩减 $1/2$ 。如法继续缩分至所需的量，这叫做四分法（quartering）。采好的试样要填好标签装袋，标签上要注明采样的地点、时间、采集人及其它必要的说明。

农业样品十分复杂。土壤，肥料，水，饲料、农畜、果蔬产品的具体采样方法，将在专业分析中介绍。

### 二、试样调制

试样采集之后，有的可直接进行分析。但一般要经过制备（preparation）。如土壤就必须风干、粉碎、过筛，以增加其均匀程度，也便于以后的处理。粉碎后还要全部通过一定筛孔的筛子，达到一定的粒度。

### 三、试样预处理

进行分析时，首先要选择一定的公用标准方法。然后，在分析天平上称取一定的量，放入适当的容器内进行预处理（pretreatment），以便使待测成分进入溶液，并转变为可测定的状态。

预处理的方法，随试样性质及分析目的而不同。依试样的溶解性质，可用湿法（wet method）或干法（dry method）处理。湿法即用水、某种试剂溶液浸提试样中有效成分，或用酸，混合酸（如王水、硫酸与硝酸、高氯酸与硝酸，高氯酸与氢氟酸等）消解（digestion）处理以测定分析成分的总量；干法则在坩埚内与熔剂（flux）（如NaOH、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、NaNO<sub>3</sub>、KHSO<sub>4</sub>、K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub>等）进行熔融（fusion），然后再进行溶解处理。

试样溶解之后，有的将溶液全部进行分析，有的则把它定量地稀释到一定的体积（如250ml），然后定量取其一固定体积进行分析（如25ml），取出的部分叫等分部分（aliquot）。

#### **四、反应条件的控制**

在分析测定之前，有的需要使待测成分转变为某种价态，这就需要进行氧化—还原处理；有的要把干扰成分分离或掩蔽（masking）；有的要调节pH值；有的要控制温度；这些都是为了使测定得以定量地进行。

#### **五、测定**

依重量、滴定或比色分析等方法进行。

#### **六、计算**

将在以下有关章节中，结合具体问题予以讲述。

### **§1-4 学习定量分析应注意事项**

本书着重讨论定量分析各种方法的基本理论，基本操作技能，基本知识和一些基本的计算。使学生能鉴别分析化学的多样性，辨别与评价各种分析方法的特点、相对的优点及应用的限制。

对定量分析的基本原理要了解清楚，基本计算方法要熟练掌握，并逐渐学会查阅有关定量分析的工具书、参考书及必要的资料。

定量分析的实验课十分重要，必须掌握基本操作技能，认真作好实验。

在定量分析的学习中，要严肃认真，实事求是，整洁细心，爱护仪器，珍惜药品，合理安排时间，具备实验室的基本素养；还要注意逐步培养及时、忠实、整齐地完成实验报告。

必须具有明确的学习目的和正确的学习态度和学习方法。要决心为实现祖国的现代化，刻苦认真地学好为人民服务的本领。既要学好科学知识，又要逐渐培养提高自己的自学能力，思维能力，动手能力，表达能力以及分析问题和解决问题的能力。

## 第二章 误差和数据处理

定量分析的目的是准确测定组分在试样中的含量，因此，要求测定结果必须达到一定的准确度，才能满足生产、科学研究等各方面的需要。否则，不准确的分析结果将会导致产品报废、资源浪费，甚至在科学上得出错误的结论。但在分析过程中，即使采用最可靠的分析方法，使用最精密的仪器，由操作熟练、经验丰富的分析人员进行测定，也不可能得到绝对准确的结果。同一个人对同一样品进行多次分析，结果也不尽相同。这就是说，分析过程中的误差（error）是客观存在的，不可避免的。任何测量都不可能绝对准确，测定结果只能趋近于客观存在的真实数值而不能达到真值（true value）。因此我们应该了解分析过程中产生误差的原因以及误差出现的规律，根据不同的工作的需要，对分析结果的可靠性作出合理的判断，并采取适当措施，尽可能地减小误差，使分析结果接近真值。

### §2-1 有关误差的一些基本概念

#### 一、系统误差与随机误差

误差按其来源和性质可以分为两大类：

（一）**系统误差（systematic error）** 系统误差是由于某些确定的原因所造成的。它具有单向性，即正负、大小都具有一定的规律性。当重复测定时会重复出现，因而它的数值是可以测量的，并且通过校正的方法可以消除，因此，系统误差也叫可测误差（determinate error）。系统误差是分析结果中误差的主要来源，它将严重影响分析结果的准确度。产生系统误差的主要原因是：

1. 方法误差 指分析方法本身所造成的误差。例如重量分析中沉淀的溶解、共沉淀现象；滴定分析中反应进行不完全、测定终点与计量点不相符合；副反应的发生等，都将系统地影响测定结果偏高或偏低。方法误差是系统误差中最为严重的一种。

2. 仪器和试剂误差 指仪器不准、试剂不纯所引起的误差。例如天平长期使用后，砝码重量有变化；滴定管等容量仪器刻度不准确；试剂（包括纯水）纯度较差，含有被测成分或干扰物质；使用不适当的容器和器皿，因试剂侵蚀引入外来成分，或因吸附而损失被测成分等。

3. 操作误差 由于操作不符合要求所造成的误差。例如习惯性的试样分解不完全；沉淀洗涤不完全或洗涤过分；对终点颜色敏锐性不同，有人偏深，有人偏浅等。

（二）**随机误差（random error）** 随机误差是由某些难以控制、无法避免的偶然因素所造成的，其大小、正负都不固定而具有随机性。随机误差表面上似乎是无规则的、偶然产生的，所以也叫偶然误差（accidental error）或不可测误差（indeterminate error）。它将影响分析结果的精密度。虽然随机误差难以找出产生的具体原因，从每一次分析结果来