

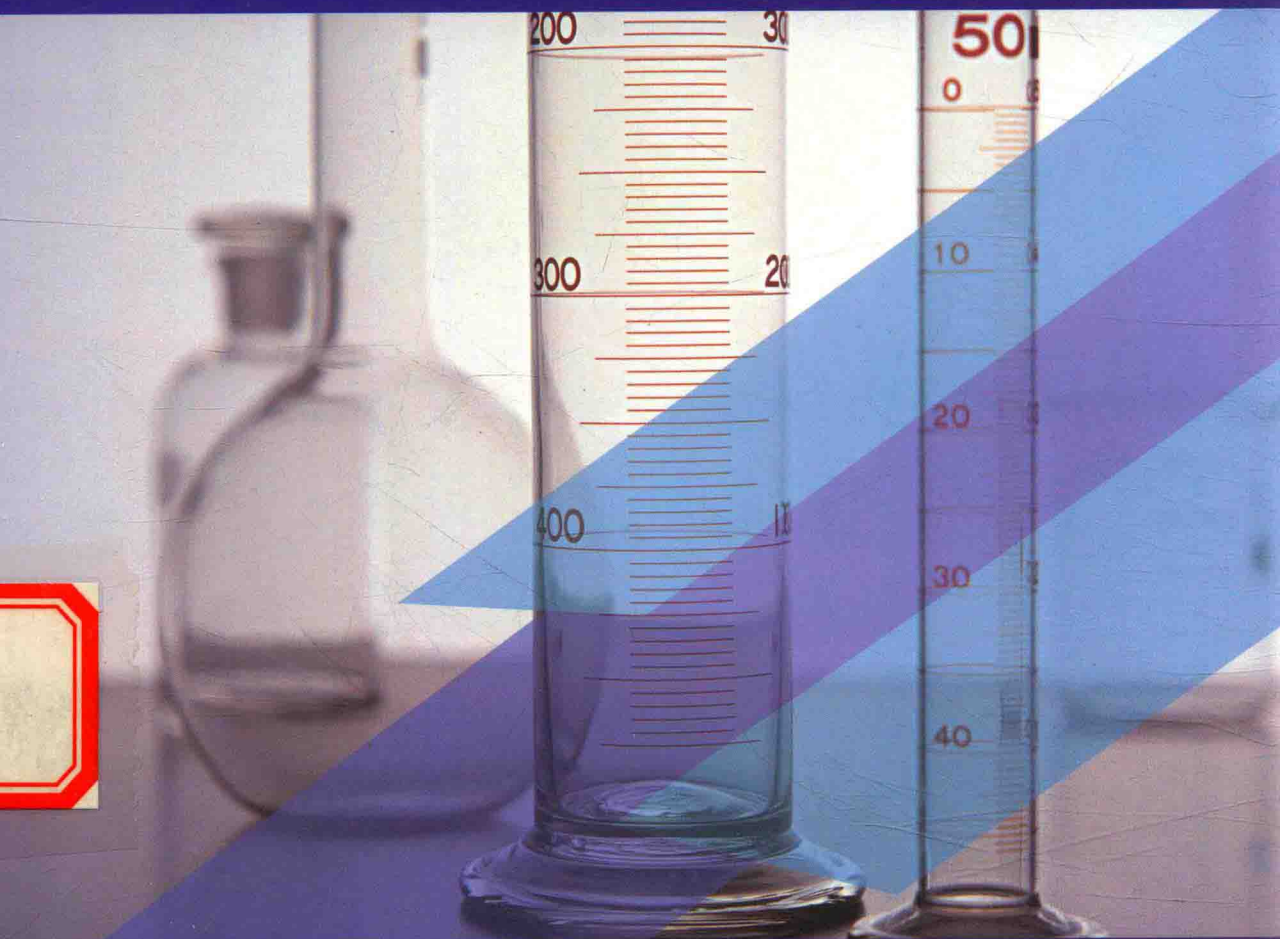


高职高专“十二五”规划教材·公共基础类

FENXIHUAXUE

# 分析化学

主编 黄丽



西北工业大学出版社

高职高专“十二五”规划教材·公共基础类

# 分析化学

主 编 黄 丽 李国权

副主编 黄薇薇 刘旭光

孔凡利 万 俊

高 巍

西北工业大学出版社

**【内容简介】**本书共分八章,主要内容分别为分析化学概论、定量分析概论、滴定分析法概论、酸碱平衡和酸碱滴定法、沉淀平衡及沉淀滴定法、配位平衡和配位滴定法、氧化还原平衡及氧化还原滴定法以及比色法与分光光度法等,每章末均配有习题,书后有附录以及参考答案。另外,本书还同步配有实验实训,以方便学生的学习与巩固。

本书适合作为高职高专食品加工、食品生物、食检、农检以及畜牧兽医等专业学生教材使用。

### 图书在版编目(CIP)数据

分析化学/黄丽主编. —西安:西北工业大学出版社, 2015.1

高职高专“十二五”规划教材. 公共基础类

ISBN 978-7-5612-4302-2

I. ①分... II. ①黄... III. ①分析化学—高等学校—教材 IV. ①065

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第084130号

出版发行:西北工业大学出版社

通信地址:西安市友谊西路127号 邮编:710072

电 话:(029) 88493844 88491757

网 址:www.nwpup.com

印 刷 者:北京市彩虹印刷有限责任公司

开 本:787 mm×1 092 mm 1/16

印 张:14.75

字 数:326千字

版 次:2015年3月第1版 2015年3月第1次印刷

定 价:33.00元

# 前 言

本书是以食品加工专业、食品生物专业、食检专业、农检专业及畜牧兽医专业学生为授课对象、针对分析化学课程而编写的。对于大多数三年制高职院校学生来讲,分析化学内容相当广泛、繁杂、深奥、难以理解和掌握;同时作为专业平台课的分析化学是所有涉农专业学生必须在第一学期或第二学期接触和学习的。因此,非常有必要编写一本量身定做的高职版分析化学课程的教材。

本书以高职教育“必需、够用”为原则,结合高职学生的自身特点和实际水平,突出通用性、适用性和实用性,简单、通俗易懂的教材更能激发学生的学习自主性,使学生们在有限时间内把第一任职所需的分析化学基本知识和基本技能能够理解和掌握,为后续专业课的学习打下坚实基础。

在本书的编写过程中,不求内容面面俱到,但求精炼;不求高深的理论推理过程,但求实用的技能。本书共分八章,主要内容分别为分析化学概论、定量分析概论、滴定分析法概论、酸碱平衡和酸碱滴定法、沉淀平衡及沉淀滴定法、配位平衡和配位滴定法、氧化还原平衡及氧化还原滴定法以及比色法与分光光度法等,每章末均配有习题,书后有附录及参考答案。

本书适合作为高职高专食品加工、食品生物、食检、农检以及畜牧兽医等专业学生教材使用。

本书由广东农工商职业技术学院黄丽、李国权担任主编。由黑龙江工业学院黄薇薇,广东农工商职业技术学院刘旭光、孔凡利、万俊,吉林建筑大学城建学院高巍担任副主编。具体编写分工如下:黄丽编写第一章、第二章、第三章以及全书的统稿校对;李国权编写第五章;黄薇薇编写第六章;刘旭光编写实验实训部分;孔凡利编写第八章、附录;万俊编写第四章;高巍编写第七章。在本书编写过程中还得到了刘雄坚、吴萍、林东伟、钟晓琪等的协助,在此一并表示感谢。

由于水平和时间有限,本书与编者的期望尚有不少差距,书中不足之处在所难免,欢迎读者批评指正。

编 者

2014年12月

# 目 录

|                             |     |
|-----------------------------|-----|
| <b>第一章 分析化学概论</b> .....     | 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 .....           | 2   |
| 第三节 分析化学的发展概况及学习要求 .....    | 4   |
| 习题 .....                    | 6   |
| <b>第二章 定量分析概论</b> .....     | 7   |
| 第一节 定量分析的一般程序 .....         | 7   |
| 第二节 定量分析的误差 .....           | 11  |
| 第三节 分析结果的数据处理 .....         | 18  |
| 第四节 有效数字及其运算规则 .....        | 24  |
| 习题 .....                    | 28  |
| <b>第三章 滴定分析法概论</b> .....    | 30  |
| 第一节 概述 .....                | 30  |
| 第二节 基准物质 .....              | 34  |
| 第三节 标准溶液的配制与浓度标定 .....      | 36  |
| 第四节 物质组成的标度方法 .....         | 41  |
| 第五节 滴定分析中的计算 .....          | 46  |
| 习题 .....                    | 52  |
| <b>第四章 酸碱平衡和酸碱滴定法</b> ..... | 55  |
| 第一节 酸碱质子理论 .....            | 55  |
| 第二节 酸碱平衡的移动 .....           | 60  |
| 第三节 酸碱溶液中有关浓度的计算 .....      | 62  |
| 第四节 缓冲溶液 .....              | 73  |
| 第五节 酸碱指示剂 .....             | 79  |
| 第六节 酸碱滴定的基本原理 .....         | 84  |
| 第七节 酸碱滴定法的应用 .....          | 94  |
| 习题 .....                    | 99  |
| <b>第五章 沉淀平衡及沉淀滴定法</b> ..... | 102 |
| 第一节 沉淀溶解平衡 .....            | 102 |
| 第二节 沉淀滴定法 .....             | 110 |
| 第三节 重量分析法 .....             | 116 |
| 习题 .....                    | 117 |

|                           |     |
|---------------------------|-----|
| <b>第六章 配位平衡和配位滴定法</b>     | 119 |
| 第一节 概述                    | 119 |
| 第二节 EDTA 与金属离子的配位化合物      | 122 |
| 第三节 配位滴定曲线                | 135 |
| 第四节 金属指示剂                 | 138 |
| 第五节 提高配位滴定选择性的方法          | 141 |
| 第六节 配位滴定中的标准溶液            | 145 |
| 第七节 应用实例                  | 147 |
| 习题                        | 149 |
| <b>第七章 氧化还原平衡及氧化还原滴定法</b> | 150 |
| 第一节 氧化还原反应基本知识            | 150 |
| 第二节 氧化还原滴定中的指示剂           | 153 |
| 第三节 氧化还原滴定基本原理            | 154 |
| 第四节 重要的氧化还原滴定法及其应用        | 155 |
| 习题                        | 163 |
| <b>第八章 比色法与分光光度法</b>      | 170 |
| 第一节 概述                    | 170 |
| 第二节 光吸收定律                 | 173 |
| 第三节 显色反应及比色法              | 176 |
| 第四节 紫外可见分光光度计             | 181 |
| 第五节 测量条件的选择、测量步骤与结果计算     | 184 |
| 第六节 紫外可见分光光度法的应用          | 186 |
| 习题                        | 189 |
| <b>附录</b>                 | 191 |
| 附录一 常见物质的热力学参数(25℃)       | 191 |
| 附录二 无机弱酸离解平衡常数表(25℃)      | 194 |
| 附录三 有机弱酸离解平衡常数表(25℃)      | 196 |
| 附录四 无机碱在水溶液中的解离常数(25℃)    | 198 |
| 附录五 有机碱在水溶液中的解离常数(25℃)    | 199 |
| 附录六 难溶化合物的溶度积常数(25℃)      | 200 |
| 附录七 常用缓冲溶液的配制方法           | 206 |
| 附录八 金属-无机配位体配合物的稳定常数(25℃) | 212 |
| 附录九 金属-有机配位体配合物的稳定常数(25℃) | 217 |
| 附录十 标准电极电势(25℃)           | 223 |
| 附录十一 一些化合物相对分子质量          | 228 |
| <b>参考文献</b>               | 231 |

# 第一章 分析化学概论

## 第一节 分析化学的任务和作用

分析化学(Analytical chemistry)是化学学科的一个重要分支,和其他学科一样,它起源于人类的生产实践。分析化学是研究物质的化学组成、含量、结构的分析方法及有关理论的一门学科。随着科学技术的发展,分析化学的内涵和外延也在不断深入和扩展,分析化学逐渐从一门技术上升为一门科学,并发展延伸到分析化学信息学及现代分析化学。

### 一、分析化学的任务

分析化学的主要任务是确定物质的化学组成、测量物质中有关组分的含量和表征物质的化学结构,它们分别属于定性分析(qualitative analysis)、定量分析(quantitative analysis)和结构分析(construction analysis)。

定性分析的任务是鉴定物质由哪些元素、离子、或化合物组成,对于有机物质还需要确定其官能团及分子结构;结构分析任务是研究物质的分子结构和晶体结构;定量分析的任务是测定物质各组成部分的含量。

在进行物质分析时,首先要确定物质有哪些组分,然后选择适当的分析方法来测定各组分的含量。在实际生产及检测中,大多数情况下物料的基本组成是已知的,只需要对生产原料、半成品、成品以及其他辅助材料进行及时准确的定量分析,因此,本书主要内容是讨论定量分析的有关理论和技术。

### 二、分析化学的作用

分析化学是研究物质及其变化的重要方法之一,任何科学领域的研究,只要涉及到化学现象,常把分析化学作为一种手段而运用到研究工作中去。例如,在地质学、海洋学、矿物学、考古学、生物学、医药学、农业科学、材料科学、能源科学、环境科学等学科中,都需要分析化学提供大量的信息,而各学科的发展相应地又促进了分析化学的进步。

分析化学在国民经济建设中有重要意义。例如,在工业上,生产中原料、材料、半成品、成品的检验,新产品的开发,废水、废气、废渣等环境污染物的处理和监测都要用到分析化学。武器装备的生产和研制,侦破刑事案件等也都需要分析化学的密切配合。分析化学也是医学上临床分析、药物理化检验的重要基础。对于进出口商品的质量检验、引进产品的“消化”和“吸

收”等工作也都离不开分析化学。

分析化学在现代农业生产和农业科学研究中也具有极其重要的作用。例如,测定土壤肥力状况,分析各种商品肥料中的有效成分含量,判断各种农作物对营养成分利用的状况等都需要用到分析化学的手段。对农作物及其产品中的某些生化指标进行检测,从而筛选出更优的品种也离不开分析化学。在农药的合成与使用中,运用分析化学的手段,对农药的品质及其使用后的农产品中的残毒进行检测,从而确保农药使用的安全。对动物体内的各种代谢过程,各种不同的营养元素对动物生长的影响进行分析,为食用动物的优质高产,动物疾病防治提供依据。在水产养殖方面,运用分析化学手段,监测水质,了解水生态环境,保证水生动植物的正常生长。在食品利用中,了解食品的营养价值,食品的腐败特征,对食品在化学修饰前后有关化学成分进行分析比较,以加快营养食品的开发。

因此,人们常将分析化学称为生产、科研的“眼睛”,它在实现我国工业、农业、国防和科学技术现代化的宏伟目标中具有重要的作用。

## 第二节 分析方法的分类

分析化学的内容十分丰富,分析化学有多种分析方法,除按任务分为定性分析、定量分析和结构分析外,还可根据分析对象、测定原理、试样用量、被测组分含量多少和生产部门的要求,分为如下不同类别。

### 一、无机分析和有机分析

根据分析对象的不同,分析化学可分为无机分析(inorganic analysis)和有机分析(organic analysis)。无机分析的对象是无机化合物,有机分析的对象是有机化合物。

在无机分析中,由于无机物所含的元素种类繁多,因此要求分析的结果以某些元素、离子、化合物或某相是否存在及其含量的多少来表示,即主要涉及定性分析和定量分析。

在有机分析中,由于有机物组成元素较少,但结构复杂、种类繁多,因此有机分析不仅有元素分析,更重要的是官能团分析和结构分析。

本书主要介绍无机分析中的有关理论和技术。

### 二、化学分析和仪器分析

根据分析方法所依据的物理或化学性质的不同,分析方法可分为化学分析法(chemical analysis)和仪器分析法(instrumental analysis)。这是分析化学比较经典、常见的分类方法。

#### (一) 化学分析

以物质的化学反应为基础的分析方法称为化学分析法。化学分析法的优点是操作简便、设

备简单、价格便宜,缺点是灵敏度不高。根据待测物质的状态,化学分析法又可分为气体分析法、质量分析法(称量分析)和滴定分析法(容量分析)。其中,最常用的有滴定分析法和质量分析法。

### 1. 质量分析法

通过称量物质的质量进行被测组分含量测定的方法称为质量分析法。

例如,硫酸钡称量法、四苯硼酸钾称量法等。

### 2. 滴定分析法

通过滴定对被测组分含量进行测定的方法称为滴定分析法。

例如,酸碱滴定、氧化还原滴定等。

## (二) 仪器分析

以物质的物理或物理化学性质为基础的分析方法称为仪器分析法。仪器分析法的优点是灵敏度和准确度高、快速,缺点是价格昂贵、设备复杂、仪器对环境条件要求严格,如恒温、恒湿、防震等。主要包括光学分析法、电化学分析法、色谱分析法、质谱分析法等,种类很多,且新的分析方法正在不断产生。

其中,以物质的物理性质为基础的分析方法称为物理分析法,以物质的物理化学性质为基础的分析方法称为物理化学分析法。由于物理分析以及物理化学分析法在分析过程中都需要特殊的仪器,所以又称为仪器分析法。

仪器分析法的特点是迅速、灵敏且能测定含量极低的组分,因此成分为分析化学学科领域中的一个重要发展方向。而化学分析法是学习分析化学的基础,其准确度高,在基准方法中起着重要的作用。所以,著名分析化学家梁树权认为,化学分析法和仪器分析法是分析化学两大支柱,两者唇齿相依,相辅相成,相得益彰。

本书主要介绍化学分析中的滴定分析法,并适当介绍仪器分析法中的分光光度法。

## 三、常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析

根据分析时所需试样用量不同,分析方法还可分为常量分析(macro-analysis)、半微量分析(semimicro analysis)、微量分析(micro analysis)和超微量分析(ultra-micro analysis)。见表 1-1。

表 1-1 各种分析方法的试样用量

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

以上几种分类方法是人为规定的,不同的国家和部门,常有不同的标准,在无机定性化学



分析中,一般采用半微量分析法,而在经典定量化学分析中,一般采用常量分析方法。微量分析和超微量分析一般需采用仪器分析法。

另外,也可根据被测组分的含量,将分析方法分为常量组分分析、微量组分分析和痕量组分分析。常量组分是指该组分在试样中的含量大于 1%,微量组分是指该组分在试样中的含量为 0.01%~1%,痕量组分是指该组分在试样中的含量小于 0.01%。

这种按试样中被测组分含量分类的方法与按试样用量分类的方法是不同的。在分析时具体采用哪种取样量的分析方法一般还应考虑试样中被测组分的含量,但并没有一一对应的关系。例如,常量组分分析既可用常量分析法进行,也可用微量分析法进行。微量分析法既可用于常量组分分析,也可用于痕量组分分析。

## 四、例行分析和仲裁分析

根据分析结果的用途,可将分析方法分为例行分析和仲裁分析。

(1) 例行分析,是指一般化验室/实验室对日常生产中的原材料和产品所进行的分析,又叫“常规分析”。

为了控制生产,要求短时间报出结果的例行分析称为快速分析。例行分析允许的误差较宽,准确程度达到一定要求既可。

(2) 仲裁分析,是指在确认质量事故及其责任者,或不同单位对分析结果有争议时由权威机构用公认的标准方法进行准确的分析,以裁判原分析结果准确性。显然,仲裁分析的结果具有较高的准确性和法律责任。

## 第三节 分析化学的发展概况及学习要求

### 一、分析化学的发展简史

分析化学是最早发展起来的化学分支学科,对人类的进步和科学技术的发展做出了巨大的贡献。早在古代的炼金术中就已经包含了分析化学的一些技术。在早期化学的一个很长历史阶段中,化学的前沿一直是对新元素和新化合物的发现、合成、鉴定及研究,因此分析化学在早期化学的发展中一直处于前沿和主要的地位。但直到 19 世纪末,分析化学还只是处于没有系统理论指导的技术阶段。

进入 20 世纪以来,生产和科学技术及其理论的发展促进了分析化学的不断发展,其间分析化学曾经经历了三次大的变革。

第一次变革起源于 20 世纪初。此时随着物理化学中溶液化学理论的发展,建立了溶液的四大平衡(沉淀溶解平衡、酸碱平衡、氧化还原平衡、配位平衡)理论,从而以溶液化学反应为基础的经典分析化学(化学分析法)奠定了理论基础,使分析化学从单纯的技术发展成为具

有系统理论的科学。

第二次变革开始于 20 世纪 40 年代。此时随着物理学和电子学的发展,许多新技术(如 X 射线、原子光谱、极谱、红外光谱、放射性等)得到了广泛的应用,促进了一系列以测量物理或物理化学性质为基础的仪器分析法的发展,使仪器分析成为分析化学的重要内容,极大地促进了分析质量的提高和分析速度的加快。

第三次变革开始于 20 世纪 70 年代。此时以计算机应用为主要标志的信息时代的来临,给分析化学带来了更加深刻的变革。由于现代科学技术和生产的蓬勃发展,特别是计算机科学和生命科学的发展,分析化学不再局限于定性与定量分析,而是逐渐突破原有的框架,开始介入物质的形态、能态、结构及其时空分布等的测量,即测定领域由宏观发展到微观,具体表现为由表面深入到内部,从整体进入到微区、表面或薄层,由静态发展到动态。

## 二、分析化学的发展现状

随着现代科学技术的发展,许多新技术渗透到分析化学中,日益增多的新的测定方法和分析仪器,使分析的灵敏度和测定速度大大提高。例如,电子探针的测试体积达到 10~12ML;电子光谱的绝对灵敏度可达 10~18g。激光技术已经应用在可见光光谱法、原子吸收光谱法和液相色谱法等方面。随着计算机科学的发展,微机与分析仪器的联用,各种方法的结合和仪器的联用技术,使原分析方法更为迅速有效,分析过程自动化,大大提高了分析效率。

通过多次变革,分析化学进入了一个蓬勃发展的新阶段,并上升为一门多学科交叉的化学信息学科。分析化学已成为目前最有活力、发展最为迅速的学科之一。

## 三、分析化学的学习要求

尽管分析化学正向着“准、快、灵、自”方向发展,化学分析法仍然是分析化学的基础,许多仪器分析方法都离不开化学处理和溶液平衡理论的应用。因此,分析化学作为一门基础课程,仍然要从化学分析学起,进而扩展到仪器分析。

分析化学是高等农业院校一门重要的基础课。分析化学是一门实践性很强的学科,它的基础是实践,实验部分占有很大的比例,而实践中的问题又要以理论来解释,所以在学习过程中要理论密切联系实际,加强分析化学基本操作技能的训练,培养严谨、求实的实验作风和科学态度,树立准确的“量”的概念,初步培养分析问题和解决问题的能力,提高综合素质,为学习后续课程打下坚实的基础。

本课程理论学习的主要内容有定量分析概论、滴定分析概论、酸碱滴定法、氧化还原滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法及仪器分析法等。通过理论课的学习,要求学生掌握各种分析方法及有关理论、基本运算技能、正确地进行数据记录和数据处理。学生应达到以下要求:

- (1) 会设计分析方案、对被测组分进行定量分析;
- (2) 会独立进行被测组分的定量分析;
- (3) 会进行误差分析、数据处理和分析结果的报出。

1. 什么是分析化学？它的基本任务是什么？
2. 试述分析化学的分类方法有哪些？
3. 学习分析化学的目的要求是什么？

## 第二章 定量分析概论

### 第一节 定量分析的一般程序

定量分析的任务是确定样品中有关组分的含量。完成一项定量分析任务，一般要经过以下步骤：试样的采取和制备、试样的分解、干扰杂质的分离、测定方法的选择、数据处理及分析结果的评价。本书简要介绍试样的制备、分解及测定方法等。

#### 一、试样的采取和制备

##### (一) 试样的采取

试样的采取即采样。在分析实践中，常常需要测定大量物料中某些组分的平均含量。但在实际分析中，只能称取几克、十分之几克或更少的试样进行分析。样品或试样是指在分析工作中被用来进行分析的物质体系，它可以是固体(s)、液体(l)或气体(g)。分析化学对采取的试样的基本要求是其在组成和含量上具有一定的代表性，能代表被分析的总体，即试样的组成与被分析物料整体的平均组成一致。取有代表性的样品必须采取特定的方法和程序。一般来说，要多点取样(指不同部位、不同深度)，然后将各点取得的样品粉碎之后混合均匀，再从混合均匀(均匀性)的样品中取少量物质作为试样进行分析。

合理、均匀取样是分析结果是否准确可靠的基础。否则，分析工作即使做得十分认真、十分准确，也是没有意义的。因为在这种情况下，分析结果只不过代表了所取试样的组成，并不能代表被分析物料整体的平均组成。更有害的是，错误的分析数据可能导致科研工作上的错误结论，造成生产上的报废、材料上的损失，甚至给实际工作带来难以估计的不良后果。

##### (二) 试样的制备

试样的制备即制样。采取的原始试样通常不仅量太大，且颗粒大而不均匀，不适宜用作分析，因此应先将其制备成量少而高度均匀的分析试样。制备试样的方法分为粉碎、过筛、混匀和缩分4个步骤。

###### 1. 粉碎

大块试样应用压碎机(如颚氏碎样机、球磨机等)粉碎成小的颗粒。在粉碎过程中，要尽量避免由于设备的磨损等原因而混进杂质，并应防止粉末的飞散。

## 2. 过筛

根据不同试样颗粒粒度的要求,选用标准筛进行过筛。凡不能过筛的必须重新回到第一步再粉碎。因为这部分颗粒往往具有不同的组成,所以必须反复的研磨,使所有细粒都能通过筛孔,以保证所得均匀样品能代表整个被测物料的平均组成。

## 3. 混匀

将过筛后的试样用一定的方法进行混合。

## 4. 缩分

常用的方法有四分法和棋盘法,通常用四分法。将混合均匀的试样堆成锥形,然后略为压平,通过中心分为四等份,把任何相对的两份弃去,其余相对的两份收集在一起再混匀,这样试样便缩减了一半,称为缩分一次。

# 二、试样的分解

试样分解的目的是使分析的试样成为便于分析测试的型态。除干法(如光谱法)分析外,定量分析一般采用湿法分析,即将试样分解后制成分析溶液,然后进行分析测定。在分解试样时要注意的原则:试样分解必须完全,处理后的溶液中不得残留原试样的细屑或粉末;试样分解过程中待测组分不应挥发损失;不应引入被测组分和干扰物质。

分解试样的方法有很多。由于试样的性质不同,分解的方法也有所不同。常用的分解方法有溶解法、熔融法和烧结法三种。

### (一) 溶解分解法

采样适当的溶剂将试样溶解制成溶液,这种方法比较简单、快速。常用的溶剂有水、酸和碱等。能溶于水的试样一般称为可溶性盐类,如硝酸盐、醋酸盐、铵盐、绝大部分的碱金属化合物和大部分的氯化物、硫酸盐等。对不溶于水的试样,则采用酸或碱作溶剂的酸溶法或碱溶法进行溶解,以制备分析试液。

#### 1. 酸溶法

酸溶法是利用酸的酸性、氧化还原性和形成络合物的作用,使试样溶解。钢铁、合金、部分氧化物、硫化物、碳酸盐矿物和磷酸盐矿物等,常采用此法溶解。

常用的酸溶剂包括:盐酸( $\text{HCl}$ )、硝酸( $\text{HNO}_3$ )、硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )、磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )、高氯酸( $\text{HClO}_4$ )、氢氟酸( $\text{HF}$ )、混合酸。

混合酸具有比单一酸更强的溶解能力,如单一酸不能溶解的  $\text{H}_2\text{S}$ ,可以溶解于混合酸王水中。常见的混合酸有硫酸+磷酸、硫酸+氢氟酸、硫酸+高氯酸、盐酸+硝酸+高氯酸等。

#### 2. 碱溶法

碱溶法的溶剂主要为氢氧化钠和氢氧化钾。碱溶法常用来溶解两性金属铝、锌及其合金,

在高温下与试样发生复分解反应，从而生成易于熔解温度(300~1 000℃)都很高，因而分解能力很强。根据熔法两种。

性溶剂有焦硫酸钾和硫酸氢钾，后者经灼烧后亦生成一种方法常用于分解氧化铝、氧化铬、四氧化三铁、氧化铝砂、高铝砖)及碱性耐火材料(如镁砂、镁砖)等。

渣、酸性炉渣和酸不溶性试样均可采用碱熔法,使它用的碱性溶剂有无水碳酸钠、碳酸钾、氢氧化钠、过

- 样质量的 10 倍)，因而可能引入较多的杂质；  
所得的试液中盐类浓度较高，可能会给分析测定带来一些组分因挥发而造成损失；  
试剂不同程度的侵蚀，从而使试液中杂质含量增加。因此，在溶解时，应尽量避免采用熔融法。

试样与熔剂混合，小心加热至熔结(半熔物收缩成整体)温度下进行反应。常用的半熔混合熔剂(亦称埃什卡熔剂)有： $\text{O}_3$ ；1份  $\text{ZnO}$ +2份  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ；1份  $\text{MgO}$ +2份  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 。

。其中氧化镁、氧化锌的作用在于其熔点高，可以防  
态，使矿石氧化得以更快更完全，反应产生的气体容  
瓷坩埚中进行熔融，不需要贵重器皿。

且彼此不干扰测定,经分解制成分析试液后,即可直  
到的试样往往组成比较复杂,在测定时彼此发生干扰,  
在测定之前必须设法消除干扰或将干扰物质分离除

去, 然后进行被测组分的测定。

一般采用过滤方法进行干扰杂志的分离。例如, 在制备好的试样中加入化学试剂, 使其中的杂质沉淀, 然后再进行过滤, 分离出干扰杂质。

## 四、测定方法的选择

每种元素测定往往有几种分析方法, 究竟选择何种方法, 可以根据下述的具体情况加以考虑。

### (一) 测定的具体要求

当接到分析任务时, 首先要明确分析目的和要求, 确定测定组分、准确度及要求完成的时间。例如, 对于相对原子质量的测定、标样分析和成品分析, 准确度是主要的; 对于高纯物质的有机微量组分的分析, 灵敏度是主要的; 对于生产过程中的控制分析, 速度则是主要的。所以应根据分析目的和要求, 选择适宜的分析方法。

### (二) 被测组分的性质

一般来说, 分析方法都是基于被测组分的某种性质。例如,  $\text{Mn}^{2+}$  在  $\text{pH} > 6$  时可与 EDTA 定量配合, 可用配位滴定法测定其含量;  $\text{MnO}_4^-$  具有氧化性, 可用氧化还原法测定;  $\text{MnO}_4^-$  呈现紫红色, 也可用比色法测定。

### (三) 被测组分的含量

测定常量组分时, 多采用滴定分析法和质量分析法。由于滴定分析法简单、迅速, 因此在质量分析法和滴定分析法均可采用的情况下, 一般选用滴定分析法。测定微量组分时多采用灵敏度比较高的仪器分析法。一般说来, 化学分析中最常用的是滴定分析, 仪器分析中最常用的则是分光光度法。

### (四) 共存组分的影响

在选择分析方法时, 必须考虑其他组分对测定的影响, 尽量选择选择性较好的分析方法。如果没有适宜的方法, 则应改变测定条件, 加入掩蔽剂以消除干扰, 或通过分离出去干扰组分之后, 再进行测定。此外还应根据本单位的设备条件、试剂纯度等, 选择切实可行的分析方法。

综上所述, 分析方法很多, 各种方法均有其特点和不足之处, 完美无缺、适宜于任何样品和任何组分的测定方法是不存在的。因此, 我们必须根据试样的组成、被测组分的性质和含量、测定的要求、存在的干扰组分和实际情况出发, 选用合适的测定方法。

## 五、数据处理及分析结果的评价

根据测定的有关数据, 进行有效数字处理, 根据计算公式计算出组分的含量, 并对测定得到的分析结果的质量及可靠性进行评价与分析。

— 199 —

### (一) 系统误差

系统误差(systematic error) 是指在分析过程中由于某些固定的原因所造成的误差。

- 系统误差的特点在:

(1) 可测性 即系统温差的大小 正负是可测的 所以又称可测温差

### 1. 方法误差

## 2. 仪器和试剂误差

由于测量位置不同, 因此精度有所差别, 故测量前应先