

无机非金属材料分析

中国科学院 上海硅酸盐化学与工学研究所 编

海 人 民 出 版 社

54.61
144

无机非金属材料分析

中国科学院上海硅酸盐化学与工学研究所 编

上海人民出版社

内 容 提 要

本书由中国科学院上海硅酸盐化学与工学研究所分析室以多年来的工作经验为主,参考部分资料,并征求有关工厂、学校、科研单位意见后编写而成。全书分为概论、原料分析、成品(陶瓷、玻璃、晶体)分析、光谱定性分析等部分。分析手段有化学分析、极谱、离子选择性电极、发射光谱、原子吸收光谱等;重点是解决试样分析。

本书可供有关工厂、学校和科研单位做分析工作的同志参考。

无机非金属材料分析

中国科学院上海硅酸盐化学与工学研究所 编

上海人民出版社出版

(上海绍兴路5号)

新华书店上海发行所发行 上海商务印刷厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张 22.5 字数 484,000

1976年3月第1版 1976年3月第1次印刷

统一书号: 15171·258 定价: 1.50元

毛主席语录

列宁为什么说对资产阶级专政，这个问题要搞清楚。这个问题不搞清楚，就会变修正主义。要使全国知道。

领导我们事业的核心力量是中国共产党。

指导我们思想的理论基础是马克思列宁主义。

人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。停止的论点，悲观的论点，无所作为和骄傲自满的论点，都是错误的。

一个正确的认识，往往需要经过由物质到精神，由精神到物质，即由实践到认识，由认识到实践这样多次的反复，才能够完成。这就是马克思主义的认识论，就是辩证唯物论的认识论。

前 言

在伟大的无产阶级文化大革命中,为适应我国无机非金属材料迅速发展的需要,我们遵循伟大领袖毛主席关于“要认真总结经验”的教导,对我所多年的分析工作进行了总结,编写过一些资料与兄弟单位进行交流,收集到很多宝贵意见。在编写本书过程中,我们又征求了上海地区一些工厂、大专院校和科研单位的意见。在以上基础上,我们根据近几年的实践,参考部分资料,本着理论与实践、普及与提高相结合的原则,对原有资料进行增删,并增写了概论部分,成为本书。上海玻璃厂的同志编写了部分内容。本书实际上是许多单位共同劳动和努力的结果。

本书分为概论、原料分析、成品(陶瓷、玻璃、晶体)分析、光谱定性分析等。分析手段有化学分析、极谱、离子选择性电极、发射光谱、原子吸收光谱等,重点是解决试样分析。

由于我们学习马列主义、毛泽东思想不够,并受实践和科学知识的局限,本书定有不少缺点和错误,希望广大工农兵、革命干部和科技人员提出意见,以便在实践中不断充实和提高。

中国科学院上海硅酸盐化学与工学研究所

一九七五年五月

32478

几点说明

1. 分析试样除特别指明者外,用锰钢钵粉碎,并以四分法取样,经过 180 目筛,仔细吸铁后,放在称量瓶内,于 105~110°C 烘箱中烘 2 小时,在干燥器内冷却。
2. 所用试剂,除指明者外,均指分析纯。配制发射光谱标准系列,所用试剂则为优级纯或高级纯。
3. 试剂配制和操作中所用的水,除指明者外,均为二次蒸馏水,分析微量杂质则用二次蒸馏水再通过阳离子交换柱的去离子水。
4. 所配溶液,除指明溶剂者外,均为水溶液。溶液的百分浓度是指 100 毫升溶液中含固体试剂克数。“1+1”、“1+2”等指任何一种溶液的体积与水的体积比。
5. 常用试剂盐酸、硝酸、氢氟酸、氨水等,除注明浓度者外,均指出厂原始浓度。常用的酸、碱及熔剂,除需提纯者外,在试剂中不予列出。
6. 重量法称至“恒重”,是指两次烘干或灼烧后称重之差在 ± 0.2 毫克以内。其他方法中的“空白”,是指与分析试样同时进行的空白试验,与试样分析中所采用的方法及试剂用量完全一致。
7. 光谱用石墨电极是指直径 6 毫米、长 30 毫米的无硼光谱纯石墨电极。
8. 称样除指明者外,均称至 0.1 毫克。用移液管、滴定管加标准溶液或试液时均需准确至 0.02 毫升。
9. 火焰分光光度法和原子吸收分光光度法的测定条件见附录 I、II。
10. 标准溶液和指示剂的配制见附录 III。

目 录

概 论

一、试样分解	1
二、氟硅酸钾容量法测定二氧化硅	3
三、三元络合物	5
四、极谱分析	9
五、离子选择性电极	10
六、发射光谱分析	12
七、原子吸收分光光度分析	17

原 料 分 析

第一章 粘土分析	25
第一节 二氧化硅的测定	26
I. 氟硅酸钾容量法	27
II. 混合酸-动物胶-氯化铵法	28
第二节 氧化铝的测定	30
I. 络合滴定法	30
II. 萃取分离络合滴定法	32
第三节 氧化铁的测定	33
I. 络合滴定法	34
II. 硫代乙醇酸比色法	34
第四节 氧化钛的测定	35
I. 过氧化氢比色法	35
II. 钛铁试剂比色法	36
第五节 氧化锰的测定(过碘酸钾比色法)	37
第六节 氧化钙的测定(络合滴定法)	38
第七节 氧化镁的测定(络合滴定法)	40
第八节 五氧化二磷的测定(磷钒钼黄比色法)	41
第九节 硫的测定(对氨基二甲基苯胺比色法)	42
第十节 氧化钾和氧化钠的测定(火焰分光光度法)	45
第十一节 钙、镁、铁、锰等氧化物的测定(原子吸收分光光度法)	46
第十二节 灼烧减量的测定	46

第二章 石英砂和金属硅的分析	48
第一节 灼烧减量的测定	48
第二节 硅的测定(挥发法)	48
I. 石英砂中二氧化硅的测定	48
II. 金属硅中硅的测定	49
第三节 氧化铝的测定(铬菁 R 比色法)	49
第四节 氧化铁的测定(邻二氮菲比色法)	51
第五节 氧化钙的测定(偶氮胂 I 比色法)	52
第六节 氧化镁的测定(达旦黄比色法)	53
第七节 硼的测定(次甲基蓝比色法)	54
第八节 氧化钨的测定(极谱法)	56
第九节 钙、镁、铁等氧化物的测定(原子吸收分光光度法)	56
第三章 氧化铝的分析	58
第一节 氧化铝的测定(络合滴定法)	58
第二节 二氧化硅的测定(硅钼蓝比色法)	59
第三节 氧化铁的测定(邻二氮菲比色法)	61
第四节 氧化钛的测定	63
I. 钛铁试剂比色法	63
II. 极谱法	63
第五节 氧化钙的测定(偶氮胂 I 比色法)	64
第六节 氧化镁的测定(达旦黄比色法)	66
第七节 氧化铜的测定(铜试剂比色法)	67
第八节 氧化铬的测定(二苯基碳酰二肼比色法)	68
第九节 氧化钨的测定(极谱法)	69
第十节 氧化镓的测定(极谱法)	70
第十一节 铁、硼、锰、铬、镁、铜、镓、钙、钛、钡等微量杂质的测定(发射光谱自然燃烧粉末法)	71
第十二节 钾、钠、锂、钙、镁、铁、镍、铜、锰、铬、铅、锌、镉等微量杂质的测定(火焰分光光度法与原子吸收分光光度法)	72
第十三节 β -氧化铝中总钠、钾、锂的测定(火焰分光光度法与原子吸收分光光度法)	74
第四章 氧化铁的分析	76
第一节 氧化铁的测定(氧化还原法)	76
第二节 钴、锰、铬、镁、镍、铝、钛、钙、铜、锌等微量杂质的测定(发射光谱溶液干渣法)	77
第三节 钙、镁、铜、锰等微量杂质的测定(原子吸收分光光度法)	79
第五章 氧化钛的分析	81
第一节 氧化钛的测定	81
I. 络合滴定法	81
II. 氧化还原法	82
第二节 锰、锑、铁、镁、铅、铬、锡、镍、铝、钙、铜等微量杂质的测定(发射光谱载体分馏法)	83
第六章 氧化锆和金属锆的分析	86
第一节 氧化锆的测定	86
I. 络合滴定法	86

II. 重量法	87
第二节 硼、铅、锡、铋、铍、硅、铁、锰、铬、镁、镍、铝等微量杂质的测定(发射光谱载体分馏法)	88
第三节 氧化锆中氧化钙和氧化镁的测定(原子吸收分光光度法)	90
第四节 氧化锆中氧化钾和氧化钠的测定(火焰分光光度法)	91
第五节 金属锆中钠的测定(火焰分光光度法)	91
第七章 氧化铈的分析	93
第一节 氧化铈的测定	93
I. 重量法	93
II. 络合滴定法	93
第二节 氧化铁的测定(邻二氮菲比色法)	94
第三节 氧化钛的测定(过氧化氢比色法)	95
第四节 氧化钨的测定(极谱法)	96
第八章 氧化铍的分析	97
第一节 氧化铍的测定(重量法)	97
第二节 二氧化硅的测定(硅钼蓝比色法)	98
第三节 氧化铝的测定(8-羟基喹啉比色法)	99
第四节 氧化铁的测定(邻二氮菲-高氯酸钠比色法)	100
第五节 氧化铜的测定(铜试剂比色法)	101
第六节 氧化硼的测定(姜黄素比色法)	102
第七节 钴、铁、锰、铅、铬、镁、镍、铝、钛、钒、钙等微量杂质的测定(发射光谱载体分馏法)	104
第九章 氧化镍的分析	108
第一节 氧化镍的测定	108
I. 丁二酮肟重量法	108
II. 络合滴定法	109
第二节 氧化铝的测定(8-羟基喹啉比色法)	110
第三节 氧化铁的测定(邻二氮菲比色法)	111
第四节 氧化钴的测定	112
I. 亚硝基 R 盐比色法	112
II. 极谱法	113
第五节 氧化钴和氧化镁的测定(原子吸收分光光度法)	114
第十章 其他氧化物的分析	115
第一节 氧化铬的测定(氧化还原法)	115
第二节 氧化铅的测定(络合滴定法)	116
第三节 氧化钨的测定	117
I. 氧化还原法	117
II. 络合滴定法	118
第四节 氧化砷的测定(碘量法)	119
第五节 氧化铋的测定(络合滴定法)	120
第六节 氧化钒的测定(氧化还原法)	121
第七节 氧化铜的测定(碘量法)	122
第八节 氧化硒的测定	123

I. 重量法	123
II. 碘量法	124
第九节 氧化铈的测定(氧化还原法)	124
第十节 氧化镧的测定(络合滴定法)	125
第十一章 铈粉的分析	127
第一节 铈的测定(氧化还原法)	127
第二节 锰、镁、铬、钛、铝、钒、钙、铜、锌、镍等微量杂质的测定(发射光谱溶液干渣法)	128
第十二章 镱中微量杂质——锰、镁、铬、钛、铝、钒、钙、铜、锌、镍等的分析(发射光谱溶液干渣法)	130
第十三章 硫和碘的分析	132
第一节 硫的测定(挥发法)	132
第二节 硫中铁、锰、铬、镁、镱、镍、铝、钛、钙、钒、铜、锌等微量杂质的测定(发射光谱溶液干渣法)	132
第三节 碘中铁、锰、铬、镁、镱、镍、铝、钛、钙、钒、铜、锌等微量杂质的测定(发射光谱溶液干渣法)	134
第十四章 石墨中微量杂质的分析	136
第一节 镉的测定(极谱法)	136
第二节 硼、硅、钴、铁、锰、镁、铅、铬、锡、镍、铋、铝、钛、钒、钙、铜等的测定(发射光谱载体分馏法)	137
第三节 钾、钠、锂的测定(火焰分光光度法)	139
第十五章 磷酸铝的分析	140
第一节 氧化铝的测定(络合滴定法)	140
第二节 磷的测定(中和法)	140
第十六章 硼酸和硼砂的分析	142
第一节 硼酸中氧化硼的测定(中和法)	142
第二节 硼砂中氧化钠的测定(中和法)	143
第三节 硼砂中氧化硼的测定(中和法)	143
第十七章 常见碳酸盐和硝酸盐的分析	144
第一节 附着水分的测定(差减法)	144
第二节 碳酸钾、钠和硝酸钾、钠中氯根的测定(沉淀滴定法)	144
第三节 碳酸钾和碳酸钠总碱度的测定(中和法)	145
第四节 硝酸钾和硝酸钠的测定(差减法)	146
第五节 碳酸锂总碱度的测定(中和法)	146
第六节 碳酸铯的测定(络合滴定法)	147
第七节 碳酸钡的测定(络合滴定法)	148
第八节 碳酸钙和碳酸镁的测定(络合滴定法)	148
第十八章 气体中痕量氧、氮和水分的分析	149
第一节 氧的测定	149
I. 比色法	149
II. 黄磷发光法	152

第二节	氮的测定(气相色谱法).....	157
第三节	水分的测定(电量法).....	161
成 品 分 析		
第十九章	九五瓷的分析.....	165
第一节	氧化铝的测定(络合滴定法).....	165
第二节	二氧化硅的测定(硅钼蓝比色法).....	166
第三节	氧化铁的测定(邻二氮菲比色法).....	167
第四节	氧化钛的测定(钛铁试剂比色法).....	168
第五节	氧化硼的测定(中和法).....	169
第六节	钙、镁、铁等氧化物的测定(原子吸收分光光度法).....	170
第二十章	含锶、镧、铈的锆钛酸铅陶瓷的分析.....	171
第一节	总铅的测定(络合滴定法).....	171
第二节	游离氧化铅的测定.....	172
	I. 络合滴定法.....	172
	II. 极谱法.....	173
第三节	总锆的测定(络合滴定法).....	173
第四节	游离氧化锆的测定(络合滴定法).....	174
第五节	总钛的测定(过氧化氢比色法).....	175
第六节	游离氧化钛的测定(过氧化氢比色法).....	175
第七节	氧化镧的测定(偶氮胂 III 比色法).....	176
第八节	氧化铈的测定.....	177
	I. 硫氰酸盐比色法.....	177
	II. 极谱法.....	178
第九节	氧化铈的测定(原子吸收分光光度法).....	178
第十节	氧化铝的测定(铬菁 R 比色法).....	179
第十一节	氧化铁的测定(邻二氮菲比色法).....	180
第二十一章	含铋、锰、铈的锆钛酸铅陶瓷的分析.....	181
第一节	总铅的测定(络合滴定法).....	181
第二节	总锆的测定(络合滴定法).....	181
第三节	氧化铋的测定(硫脲比色法).....	182
第四节	氧化锰的测定(过碘酸比色法).....	182
第二十二章	含锡、铋、锰、镧的锆钛酸铅陶瓷的分析.....	184
第一节	总锡的测定(碘量法).....	184
第二节	游离氧化锡的测定(碘量法).....	185
第二十三章	锆钛酸铅陶瓷中某些添加物的分析.....	186
第一节	氧化钡的测定(重量法).....	186
第二节	氧化钙和氧化镁的测定(原子吸收分光光度法).....	187
第三节	氧化钠的测定(火焰分光光度法).....	187
第四节	镍、锑、铬等氧化物的测定(原子吸收分光光度法).....	188

第五节 氧化银的测定(原子吸收分光光度法).....	188
第二十四章 钛酸钡的分析.....	190
第一节 氧化钛的测定(络合滴定法).....	190
第二节 氧化钡的测定(重量法).....	191
第三节 氧化钴的测定(亚硝基 R 盐比色法).....	191
第四节 氧化铋和氧化锡的测定(极谱法).....	192
第五节 氧化锶的测定(原子吸收分光光度法).....	193
第二十五章 碳化硼和氮化硼的分析.....	194
第一节 总硼的测定(中和法).....	195
第二节 游离氧化硼的测定(中和法).....	196
第三节 游离硼的测定(中和法).....	197
第四节 碳化硼中总碳的测定(气体容量法).....	197
第五节 氮化硼中氮的测定(中和法).....	199
第六节 铝的测定(铬菁 R 比色法).....	200
第七节 铁的测定(硫代乙醇酸比色法).....	201
第二十六章 碳化硅和氮化硅的分析.....	202
第一节 总硅的测定(氟硅酸钾容量法).....	202
第二节 游离金属硅的测定(硅钼蓝比色法).....	203
第三节 游离二氧化硅的测定(挥发法).....	204
第四节 碳化硅中总碳的测定(非水滴定法).....	204
第五节 碳化硅中游离碳的测定(非水滴定法).....	206
第六节 氮化硅中氮的测定(中和法).....	206
第七节 铝和铁的测定(比色法).....	208
第二十七章 硼化锆的分析.....	209
第一节 锆的测定(络合滴定法).....	209
第二节 铁的测定(邻二氮菲比色法).....	210
第二十八章 铬酸钨的分析.....	211
第一节 氧化铬的测定(氧化还原法).....	211
第二节 氧化钨的测定(络合滴定法).....	211
第三节 游离氧化钨的测定(偶氮胂 III 比色法).....	212
第四节 游离铬酸根的测定(二苯基碳酰二肼比色法).....	213
第五节 游离铬酸根、氧化钨和氧化锶的测定(发射光谱溶液干渣法).....	214
第六节 总锶和游离氧化锶的测定(原子吸收分光光度法).....	215
第二十九章 硼玻璃的分析.....	216
第一节 二氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法).....	216
第二节 氧化硼的测定(中和法).....	217
第三节 氧化铝的测定(络合滴定法).....	218
第四节 氧化铁的测定.....	219
I. 邻二氮菲比色法.....	219
II. 硫代乙醇酸比色法.....	220
第五节 氧化钙的测定(络合滴定法).....	221

第六节 氧化镁的测定	222
I. 络合滴定法	222
II. 达旦黄比色法	223
第七节 氧化钠的测定(醋酸铀酰锌重量法)	224
第八节 钾、钠、锂等氧化物的测定(火焰分光光度法)	225
第九节 钙、镁、铁等氧化物的测定(原子吸收分光光度法)	225
第三十章 高硅氧玻璃的分析	227
第一节 二氧化硅的测定(挥发法)	227
第二节 氧化硼的测定	227
I. 中和法	227
II. 次甲基蓝比色法	228
第三节 氧化铝的测定	229
I. 络合滴定法	229
II. 铬菁 R 比色法	229
第四节 氧化铁的测定(硫代乙醇酸比色法)	230
第三十一章 钛玻璃的分析	231
第一节 氧化钛的测定(过氧化氢比色法)	231
第二节 氧化铝的测定(络合滴定法)	232
第三节 氧化钙和氧化镁的测定(络合滴定法)	233
第四节 氧化砷的测定(极谱法)	234
第五节 钾、钠、钙、镁、铁等氧化物的测定(原子吸收分光光度法)	235
第三十二章 铅钡玻璃的分析	236
第一节 氧化铅的测定(络合滴定法)	236
第二节 氧化钡的测定(重量法)	237
第三节 氧化铝的测定(络合滴定法)	238
第四节 二氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)	238
第五节 氧化锌和氧化镉的测定(极谱法)	239
第六节 钾、钠、锂等氧化物的测定(火焰分光光度法)	240
第三十三章 镧钡玻璃的分析	241
第一节 氧化镧的测定(重量法)	241
第二节 氧化钡的测定(重量法)	242
第三节 氧化锆的测定(络合滴定法)	242
第四节 氧化铝的测定(络合滴定法)	243
第三十四章 光色玻璃的分析	244
第一节 氟的测定	244
I. 皓-铬菁 R 褪色法	244
II. 离子选择性电极法	246
第二节 氯的测定(硫氰酸盐比色法)	248
第三节 溴的测定	249
I. 邻甲联苯胺比色法	249
II. 离子选择性电极法	250

第四节 氧化铜和氧化镉的测定(极谱法).....	253
第五节 钠、铜、镉、银等氧化物的测定(火焰分光光度法与原子吸收分光光度法).....	253
第三十五章 铈玻璃的分析.....	255
第一节 氧化铈的测定.....	255
I. 氧化还原法.....	255
II. 偶氮胂 III 比色法.....	256
第二节 氧化钾的测定(高氯酸钾重量法).....	257
第三十六章 锂系微晶玻璃的分析.....	258
第一节 氧化磷的测定(磷钼黄比色法).....	258
第二节 氧化锆的测定.....	259
I. 络合滴定法.....	259
II. 茜素磺酸钠比色法.....	260
第三节 氧化铝的测定(络合滴定法).....	261
第四节 氧化铈和氧化砷的测定(极谱法).....	262
第五节 锂、钾、镁等氧化物的测定(原子吸收分光光度法).....	262
第三十七章 铬铍玻璃的分析.....	263
第一节 氧化铬的测定(氧化还原法).....	263
第二节 氧化铍的测定.....	264
I. 络合滴定法.....	264
II. 极谱法.....	265
第三节 氧化铝的测定(络合滴定法).....	265
第四节 氧化铍的测定(重量法).....	266
第五节 氧化钡的测定(重量法).....	267
第六节 氧化钙的测定(氧化还原法).....	268
第七节 氧化钼的测定(极谱法).....	268
第三十八章 碲锗砷玻璃的分析.....	270
第一节 碲的测定(极谱法).....	270
第二节 锗和砷的测定(极谱法).....	270
第三十九章 安瓿玻璃的分析.....	272
第一节 二氧化硅的测定(盐酸一次脱水滤液比色法).....	272
第二节 氧化铁的测定(硫氰酸盐比色法).....	273
第三节 氧化铝的测定(酸碱滴定法).....	274
第四节 氧化硼的测定(中和法).....	276
第五节 氧化锆的测定(络合滴定法).....	277
第六节 氧化钡的测定(重量法).....	278
第七节 钙、镁、锌等氧化物的测定(络合滴定法).....	278
第八节 氧化钾和氧化钠的测定(重量法).....	280
第四十章 氟金云母的分析.....	282
第一节 二氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法).....	282
第二节 氧化铁的测定(硫代乙醇酸比色法).....	283
第三节 氧化铝的测定(络合滴定法).....	284

第四节	氧化钙和氧化镁的测定(络合滴定法)·····	285
第五节	氧化钾的测定(高氯酸钾重量法)·····	286
第六节	氟的测定(硝酸钍容量法)·····	287
第七节	钾、钙、镁、铁等氧化物的测定(火焰分光光度法与原子吸收分光光度法)·····	288
第四十一章	红宝石的分析 ·····	289
第一节	二氧化硅的测定(硅钼蓝比色法)·····	289
第二节	氧化铁的测定(邻二氮菲-硫酸盐比色法)·····	290
第三节	氧化铬的测定(二苯基碳酰二肼比色法)·····	291
第四节	氧化钽的测定(发射光谱溶液干渣法)·····	293
第五节	钾、钠、钙、镁、铜、锰、镍、镓等氧化物的测定(火焰分光光度法、原子吸收分光光度法与发射光谱法)·····	295
第四十二章	硒化镉的分析 ·····	300
第一节	硒的测定(重量法)·····	300
第二节	镉的测定(络合滴定法)·····	300
第三节	铅的测定(极谱法)·····	301
第四节	钙、镁、铅、锌、铜、铁等微量杂质的测定(原子吸收分光光度法)·····	302
第四十三章	硫化锌的分析 ·····	303
第一节	总硫的测定(重量法)·····	303
第二节	游离硫的测定(重量法)·····	304
第三节	锌的测定(络合滴定法)·····	304
第四节	铅、镉、铁、镍、铜、锰、钙等微量杂质的测定(原子吸收分光光度法)·····	305
第四十四章	铌酸锶钡的分析 ·····	307
第一节	氧化铌的测定(高锰酸钾容量法)·····	307
第二节	氧化锶和氧化钡的测定(络合滴定法)·····	308
第四十五章	水晶中微量杂质的分析 ·····	310
第一节	铅和锡的测定(极谱法)·····	310
第二节	钴、铁、锰、铬、镁、镓、镍、铝、钛、钙、钒、铜、锌等的测定(发射光谱溶液干渣法)·····	310
第三节	钾、钠、锂、钙、镁、铁、锰、银等的测定(原子吸收分光光度法)·····	312

光谱定性分析

附 录

附录 I	火焰分光光度法测定条件·····	327
附录 II	原子吸收分光光度法测定条件·····	327
附录 III	标准溶液及指示剂的配制·····	328
一、	比色法用标准溶液·····	328
二、	容量法用标准溶液及指示剂·····	331
(一)	络合滴定用标准溶液·····	331

(二) 氧化还原滴定用标准溶液.....	333
(三) 酸碱滴定用标准溶液.....	336
(四) 络合滴定用指示剂.....	338
(五) 氧化还原滴定用指示剂.....	338
(六) 酸碱滴定用指示剂.....	339
三、极谱法用标准溶液.....	339
四、原子吸收分光光度法和火焰分光光度法用标准溶液及有关试剂.....	340
附录 IV 常用酸、碱的比重和浓度.....	342

概 论

“在生产斗争和科学实验范围内,人类总是不断发展的,自然界也总是不断发展的,永远不会停止在一个水平上。因此,人类总得不断地总结经验,有所发现,有所发明,有所创造,有所前进。”分析化学作为化学领域中一个重要分支,是人类认识自然界、改造自然界过程中的产物。随着工农业生产和科学技术的发展,对分析化学提出了许多新课题,要求进行快速自动分析、痕量分析、超痕量分析和微区分析等。同时,由于生产和科学技术的发展,使越来越多的物理方法渗透到分析化学中来,出现了不少新的分析仪器和分析手段。然而各种分析手段均有一定的优点和局限性,因此,各种方法的联合使用,就成为分析化学发展的一种趋势。我们在实践中,往往是根据分析要求,选择不同的分析手段综合完成任务的。

仪器分析具有很多优点但比较昂贵,化学分析具有设备简单、准确度高等优点,目前仍是较普遍的分析手段。本书所介绍的无机非金属原材料分析以化学分析为主,结合其他分析手段,如原子吸收光谱、发射光谱、极谱等。在概论中,对本书所涉及到的分析技术作一概况性的介绍。离子选择性电极测定元素是刚兴起的方法,本书也予介绍,以引起注意。

一、试样分解

试样分解是湿法分析的一个重要环节,本书所介绍的分析方法,均需将试样制成溶液后进行测定。在试样分解过程中常引进阴离子或金属离子,因此选择试样分解方法时要考虑对测定的影响;当试样很难分解,已上升为分析方法的主要矛盾时,测定又要适应于试样的分解方法。

无机非金属材料试样的分解和其他材料相比通常是较为困难的,其中难熔化合物对各种化学试剂具有很大的化学稳定性,因此分解就更困难些。但“事物都是一分为二的”,作为化学运动的特殊形式——化分和化合,在一定条件下是可以相互转化的。只要根据试样的本性,选择合适的试剂,创造必要的条件,几乎所有试样均是可以制成溶液的。

和其他材料一样,无机非金属材料试样分解方法通常分为酸分解法和熔融法两大类。

常用的酸分解法有:

1. 氢氟酸: 该法常与硫酸或高氯酸一起使用,有时亦与硝酸一起使用,这取决于样品的性质和测定的方法。粘土、陶瓷、玻璃均可用此法分解。若碱土金属含量较高,又要用原子吸收分光光度法测定钙、镁,则用氢氟酸和高氯酸。试样中含有钛、锆、银等元素,为防止其氟化物在分解过程中挥发,则改用氢氟酸和硫酸。通常用氢氟酸分解试样,硅和硼及卤素均挥发逸出。但若用氢氟酸和硝酸分解试样,并于分解过程中维持在 200°C 以下和保持