

主编：逢忠孔

分析化学

(上册)

南海出版公司

分析化学

(上册)

逢忠孔 主 编

江苏工业学院图书馆
藏书章

南海出版公司

分析化学(上、下册)

Fenxihuaxue

作 者 逢忠孔 主编

责任编辑 田式国

封面设计 崔丕桓

出版发行 南海出版公司 电话(0898)5350227 5352906

公司地址 海口市机场路友利园大厦B座3楼 邮编 570203

经 销 新华书店

印 刷 山东省泰安市第三印刷厂

开 本 850×1168毫米 1/32

印 张 14.875

字 数 370千字

版 次 1998年12月第1版 1998年12月第1次印刷

印 数 1~3050册

书 号 ISBN7-5442-1268-8/G·671

定 价 (上、下册)18.80元

南海版图书 版权所有 盗版必究

主 编 逢忠孔

副 主 编 孙芬芳 曲宝涵 孙碧瑶 刘希光

编写人员 (以姓氏笔画为序)

马传利 孙芬芳 曲宝涵 孙碧瑶

刘希光 牟祖居 初熙春 周革菲

逢忠孔

前 言

本书是为了满足农林牧有关高等院校教学工作的需要,根据1995年6月在南京农业大学召开的全国高等农业院校分析化学教学研讨会新制定的分析化学教学基本要求编写而成的。

全书分理论部分和实验部分。理论部分着重介绍了酸碱滴定法、氧化还原滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法、电位分析法和吸光光度法。对于气相色谱法、原子吸收分光光度法、极谱分析法和重量分析法只作了简单介绍。定性分析部分仅对农、林、牧业常见的阳离子和阴离子的分离、鉴定作了简明介绍。实验部分,大都是农、林、牧业分析中的基础实验及有关项目。本书采用国家法定计量单位。

在本书编写过程中注意到:尽可能反映本课程的新进展和近代理论;结合学生实际,便于自学;注意启发式,突出培养学生独立思考、分析问题和解决问题的能力;加强与生物类各学科的联系。本书内容及概念叙述深入浅出,通俗易懂。有些公式的推导及概念叙述是作者根据多年的教学经验总结出来的,其他书刊未曾发表。

本书分上、下两册,上册为理论部分,下册为实验部分。按80学时编写,其中课堂讲授34学时,实验教学46学时。书中凡带*号的章节,不属教学基本要求,教师可根据需要选用。每章后附有习题,书后附有部分习题参考答案。

参加编写的有:逢忠孔(第五、六章及实验一、六、八、十、实验设计一、实验设计二、实验设计三),孙芬芳(第四、七章及实验四、五、七、十一、二十二),曲宝涵(第八章),孙碧瑶(第三、九章及实验

十二、十三、十七),刘希光(第十、十一章及实验十八、十九、二十、二十一),周革菲(第十三章),初熙春(第一、二章及实验二、三),马传利(第十二、十四章及实验九、十四、十五、十六),牟祖居(附录及实验注意事项)。

本书在编写、出版过程中得到有关领导的大力支持和同行们的热情帮助,在此一并致谢。

全书由主编提出编写大纲及要求,并对书稿通读、修改,最后定稿。由于我们水平有限,时间仓促,书中不当之处,敬请广大读者提出宝贵意见,以便再版时修正。

编 者

1998年8月

目 录

第一章 分析化学概论

§ 1-1 分析化学的任务及分类	(1)
一、分析化学的任务	(1)
二、分析化学的分类	(2)
§ 1-2 物质的一般分析步骤	(4)
一、取样	(4)
二、试样的分解	(4)
三、干扰物质的分离	(4)
四、测定	(5)
五、结论和计算	(5)

第二章 定性分析

§ 2-1 概述	(6)
一、分析反应的灵敏性	(6)
二、分析反应的选择性和特效性	(7)
§ 2-2 分析反应的条件和定性分析的方法	(8)
一、分析反应的条件	(8)
二、定性分析进行的方法	(8)
三、干扰的消除方法	(9)
§ 2-3 定性分析的一般步骤	(10)
一、初步观察	(10)
二、预备试验	(11)
§ 2-4 阳离子分析	(11)

一、初步鉴定	(12)
二、阳离子的鉴定反应	(13)
三、阳离子混合液的分析	(20)
§ 2-5 阴离子分析	(20)
一、阴离子试液的制备	(20)
二、阴离子的初步检验	(21)
三、阴离子的鉴定反应	(22)
第三章 定量分析的误差及数据处理	(25)
§ 3-1 定量分析的误差	(25)
一、误差的分类及来源	(25)
二、误差的表示方法	(26)
三、精密度与偏差	(28)
四、准确度与精密度的关系	(31)
§ 3-2 提高分析结果准确度的方法	(32)
一、消除系统误差的方法	(32)
二、消除随机误差的方法	(32)
三、分析结果的评价	(32)
§ 3-3 定量分析结果中的可疑值及其取舍	(34)
一、可疑值(极端值)	(34)
二、 $4\bar{d}$ 法(四倍法)	(34)
三、Q 值检验法	(35)
§ 3-4 有效数字及其运算规则	(37)
一、有效数字	(37)
二、有效数字的运算规则	(39)
* 第四章 重量分析法	(44)
§ 4-1 重量分析法概述	(44)
一、气化重量法	(44)
二、电解重量法	(44)

三、沉淀重量法.....	(45)
四、提取重量法.....	(45)
§ 4-2 重量分析法对沉淀的要求	(45)
一、对沉淀形式的要求.....	(46)
二、对称量形式的要求.....	(46)
三、沉淀剂的选择和用量.....	(47)
§ 4-3 沉淀的形成和沉淀的纯度	(48)
一、沉淀的形成.....	(48)
二、沉淀的纯度.....	(50)
三、提高沉淀纯度的方法.....	(52)
§ 4-4 沉淀条件的选择	(53)
一、晶形沉淀的沉淀条件.....	(53)
二、非晶形沉淀的沉淀条件.....	(54)
三、均匀沉淀法.....	(55)
§ 4-5 重量分析的有关计算	(56)
一、化学因数.....	(56)
二、称取试样量的估算.....	(57)
三、沉淀剂用量的估算.....	(58)
§ 4-6 重量分析的误差	(59)
一、沉淀不完全.....	(59)
二、沉淀被玷污.....	(59)
三、过滤和洗涤沉淀时引入的误差.....	(59)
四、烘干和灼烧沉淀时引入的误差.....	(59)
第五章 滴定分析	(61)
§ 5-1 滴定分析概述	(61)
一、等量点和终点.....	(61)
二、滴定分析法的分类.....	(62)
三、滴定分析法对化学反应的要求.....	(62)

四、滴定分析的方式	(63)
§ 5-2 滴定分析的标准溶液	(64)
一、直接法	(64)
二、间接法	(65)
三、滴定度与量浓度的关系	(66)
§ 5-3 滴定分析的误差	(67)
一、称量误差	(67)
二、量器误差	(67)
三、方法误差	(68)
四、操作误差	(68)
§ 5-4 滴定分析法的有关计算	(69)
第六章 酸碱滴定法	(74)
§ 6-1 酸碱滴定法概述	(74)
§ 6-2 水溶液中的酸碱平衡	(75)
一、质子条件和质子平衡式	(75)
二、共轭酸碱对 $K_a^\ominus$ 和 $K_b^\ominus$ 的关系	(76)
三、酸、碱溶液的酸碱度的计算	(77)
§ 6-3 酸碱指示剂	(87)
一、酸碱指示剂的变色原理	(87)
二、酸碱指示剂的变色范围	(89)
三、影响指示剂变色范围的因素	(91)
四、混合指示剂	(92)
§ 6-4 滴定曲线和指示剂的选择	(94)
一、一元酸碱的滴定	(94)
二、多元酸的滴定	(101)
三、多元碱的滴定	(104)
四、酸碱滴定中 CO_2 的影响	(107)
§ 6-5 酸碱滴定法的应用	(108)

一、食醋总酸量的测定	(108)
二、铵盐中含氮量的测定	(108)
三、混合碱的测定——双指示剂法	(110)
四、磷的测定	(112)
第七章 配位滴定法	(118)
§ 7-1 配位滴定法概述	(118)
§ 7-2 EDTA 的性质及其配合机理	(119)
一、EDTA 的性质及其电离平衡	(119)
二、EDTA 与金属离子配合反应的特点	(120)
§ 7-3 配合物在溶液中的离解平衡	(121)
一、配合物的稳定常数	(121)
二、影响配位平衡的主要因素	(124)
三、条件稳定常数	(128)
§ 7-4 EDTA 滴定法原理	(130)
一、EDTA 滴定曲线	(130)
二、配位反应的完全程度	(133)
三、酸效应曲线及其应用	(134)
§ 7-5 金属指示剂	(137)
一、金属指示剂的变色原理	(137)
二、金属指示剂应具备的条件	(138)
三、金属指示剂的封闭、僵化和氧化变质现象及其 消除方法	(139)
四、常用的金属指示剂	(140)
§ 7-6 提高配位滴定选择性的方法	(142)
一、控制溶液的酸度	(142)
二、掩蔽作用和解蔽作用	(143)
三、选用适宜的滴定剂	(143)
§ 7-7 配位滴定法的应用	(144)

一、EDTA 标准溶液的配制和标定	(145)
二、EDTA 滴定法应用实例	(145)
第八章 氧化还原滴定法	(150)
§ 8-1 氧化还原滴定法概述	(150)
一、方法、特点和分类	(150)
二、条件电位	(151)
三、氧化还原反应进行的方向	(153)
四、氧化还原反应进行的程度	(157)
五、氧化还原反应的速度	(160)
§ 8-2 氧化还原滴定曲线	(162)
§ 8-3 氧化还原滴定终点的判断	(167)
一、氧化还原指示剂	(167)
二、自身指示剂	(170)
三、特殊指示剂	(170)
§ 8-4 高锰酸钾法	(170)
一、基本原理	(170)
二、高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(171)
三、高锰酸钾法的应用示例	(173)
§ 8-5 重铬酸钾法	(174)
一、基本原理	(174)
二、 $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液的配制	(175)
三、应用示例	(175)
§ 8-6 碘量法	(177)
一、基本原理	(177)
二、 $Na_2S_2O_3$ 溶液的配制和标定	(179)
三、 I_2 溶液的配制和标定	(180)
四、碘量法的应用示例	(181)
第九章 沉淀滴定法	(185)

§ 9-1 沉淀滴定法概述	(185)
§ 9-2 滴定曲线	(186)
§ 9-3 银量法滴定终点的确定	(189)
一、莫尔法(以 K_2CrO_4 作指示剂)	(189)
二、佛尔哈德法(以铁铵矾作指示剂)	(192)
三、法扬司法(用吸附指示剂)	(195)
§ 9-4 硝酸银和硫氰酸铵溶液的配制和标定	(197)
一、 $AgNO_3$ 溶液的配制和标定	(197)
二、 NH_4SCN 溶液的配制和标定	(198)
三、氯化物中氯的测定	(199)
§ 9-5 沉淀滴定法的应用示例	(200)
第十章 吸光光度法	(204)
§ 10-1 吸光光度法概述	(204)
§ 10-2 吸光光度法的基本原理	(205)
一、互补色光	(205)
二、物质的颜色和对光的选择性吸收	(205)
§ 10-3 光的吸收基本定律	(207)
一、朗伯定律	(208)
二、比耳定律	(209)
三、朗伯—比耳定律	(210)
四、透光率、吸光度、吸光系数、摩尔吸光系数	(210)
§ 10-4 吸光光度法的方法及仪器部件	(213)
一、目视比色法	(213)
二、光电比色法	(213)
三、分光光度法	(218)
§ 10-5 显色反应和显色条件的选择	(221)
一、显色反应	(221)
二、显色条件的选择	(223)

§ 10-6 吸光光度法的误差及测量条件的选择	(225)
一、偏离朗伯—比耳定律所引起的误差	(225)
二、仪器测量误差	(226)
三、测量条件的选择	(227)
§ 10-7 吸光光度法的应用	(228)
一、示差分光光度法	(228)
二、多组分的分析	(230)
第十一章 电位分析法	(235)
§ 11-1 电位分析法的基本原理	(235)
一、测定依据	(235)
二、电极	(236)
三、电池电动势的测量	(237)
§ 11-2 电位法测定溶液的 pH 值	(239)
一、使用的电极	(239)
二、溶液 pH 值的测定	(242)
§ 11-3 离子选择性电极	(244)
一、离子选择性电极的种类	(244)
二、离子选择性电极的测量原理	(245)
三、测定离子活(浓)度的方法	(246)
§ 11-4 电位滴定法	(248)
一、仪器装置	(248)
二、等量点的确定	(249)
三、自动电位滴定法	(252)
* 第十二章 气相色谱法	(256)
§ 12-1 色谱法概述	(256)
§ 12-2 气相色谱基本原理	(258)
一、气相色谱流程	(258)
二、气相色谱分离原理	(258)

三、色谱图及有关术语	(261)
§ 12-3 气相色谱定性分析	(264)
一、直接利用保留值定性	(264)
二、利用相对保留值定性	(265)
三、利用加入已知物增加峰高定性	(265)
§ 12-4 气相色谱定量分析	(266)
一、基本原理	(266)
二、峰面积的测量	(267)
三、定量校正因子	(268)
四、定量方法	(269)
* 第十三章 原子吸收分光光度法	(274)
§ 13-1 基本原理	(274)
一、原子吸收曲线	(275)
二、原子吸收值与原子组成量度的关系	(276)
§ 13-2 定量分析方法和灵敏度	(278)
一、定量分析方法	(278)
二、灵敏度	(279)
§ 13-3 原子吸收分光光度法的应用	(280)
* 第十四章 极谱分析法	(282)
§ 14-1 极谱分析的基本原理	(282)
一、极谱分析基本装置	(282)
二、极谱波图(电流—电压曲线)	(284)
三、极谱分析的电解条件	(285)
§ 14-2 极谱定性、定量分析	(291)
一、极谱的定性分析	(291)
二、极谱的定量分析	(292)
参考答案	(297)

第一章 分析化学概论

§ 1-1 分析化学的任务及分类

一、分析化学的任务

分析化学是研究物质组成的分析方法及有关理论的一门学科。它的任务是鉴定物质的化学结构、化学成份及测定各成份的含量。主要由定性分析和定量分析两部分组成。定性分析的任务是鉴定物质由哪些元素、离子、化合物、原子团或有机官能团组成；定量分析的任务是测定各组分的相对含量。

分析化学在工农业生产和科学实验等方面有广泛的应用。在工业生产方面，无论工业原料的选择、工艺流程的控制，还是工业成品的检验、新产品的开发都需要分析化学。在农业生产上，对于土壤的性质、化肥、农药、饲料和农产品品质的鉴定，作物生长过程的研究，也需要分析化学。近年来，环境污染已是人类面临的严重问题之一。工业三废（废水、废渣、废气）的检测，也与分析化学有密切的联系。在科学研究方面，分析化学也发挥着巨大作用。历史上一些化学定律，如质量守恒定律、倍比定律的发现，原子论、分子论的创立，原子量的测定，都与分析化学分不开。总之，我们的生活离不开分析化学。

分析化学是一门实践性很强的学科，在实验教学中，对于分析化学的基本操作，必须有严格的要求，并注意从中培养学生严谨的

科学态度。

二、分析化学的分类

分析化学包括的范围非常广泛。按照分析任务、分析对象、试样用量及测定原理的不同,分析方法大致归纳如下:

1. 根据分析任务的不同,分析化学可分为结构分析、定性分析和定量分析三种。结构分析的任务是研究物质的分子结构或晶体结构,通常用于有机物的分析;定性分析的任务是确定物质的化学成分;定量分析的任务是测定有关组分的含量。

2. 根据分析对象的不同,分析化学分为无机分析和有机分析两种。在无机分析中,由于组成无机物的元素多种多样,通常要求鉴定试样是由哪些元素、离子、原子团或化合物组成的,各成分的含量是多少,有时也要求测定它们的存在形式(物相分析)。在有机分析中,由于组成有机物的元素虽然为数不多,但结构都很复杂,这不仅要求鉴定组成元素,还须进行官能团分析和结构分析。

3. 根据试样用量的不同,通常分为常量、半微量、微量和超微量分析四种方法。见表 1—1。

表 1—1 各种分析方法的试样用量

方 法	试样重量	试液体积
常量分析	>0.1 克	>10 毫升
半微量分析	0.01~0.1 克	1~10 毫升
微量分析	1~10 毫克	0.01~1 毫升
超微量分析	<0.1 毫克	<0.01 毫升

4. 根据测定原理不同,又可分为化学分析法和仪器分析法。以物质的化学反应为基础的分析方法称为化学分析法。化学分析法又可分为重量分析法和滴定分析法(也称容量分析法)。重量分析法是通过化学反应及一系列操作步骤,使待测组分分离出来或转