

供药学类、药品制造类、医学技术类、
食品药品管理类专业用

分析化学

(第2版)

主编 李春 黄锁义

Analytical Chemistry

供药学类、药品制造类、医学技术类、
食品药品管理类等专业用

分析化学

(第2版) *Analytical Chemistry*

主 编 李 春 黄锁义

副主编 邹纯才 彭 颀 金文斌 盛文文

编 委 (按姓氏笔画排序)

王伟祺 (江苏卫生健康职业学院)

史菁菁 (江苏省南通卫生高等职业技术学校)

包 莉 (常州卫生高等职业技术学校)

刘世君 (江苏省连云港中医药高等职业技术学校)

李 春 (江苏省南通卫生高等职业技术学校)

肖立军 (济南护理职业学院)

邹纯才 (皖南医学院)

金文斌 (南通职业大学)

周燕霞 (江西医学高等专科学校)

黄锁义 (右江民族医学院)

盛文文 (皖西卫生职业学院)

彭 颀 (湖北职业技术学院)

葛 慧 (南通市口腔医院)

廖献就 (右江民族医学院)

图书在版编目(CIP)数据

分析化学 / 李春, 黄锁义主编. —2 版. —南京: 江苏凤凰科学技术出版社, 2018.1

全国高职高专教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5537-8658-2

I. ①分… II. ①李… ②黄… III. ①分析化学—高等职业教育—教材 IV. ①065

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 268498 号

分析化学(第 2 版)

主 编	李 春 黄锁义
策 划 编 辑	樊 明 谷建亚
责 任 编 辑	楼立理 易莉炜
责 任 校 对	郝慧华
责 任 监 制	曹叶平 方 晨

出 版 发 行	江苏凤凰科学技术出版社
出版社地址	南京市湖南路 1 号 A 楼, 邮编: 210009
出版社网址	http://www.pspress.cn
照 排	南京紫藤制版印务中心
印 刷	无锡市证券印刷有限公司

开 本	880 mm×1 230 mm 1/16
印 张	12.75
字 数	356 000
版 次	2018 年 1 月第 2 版
印 次	2018 年 1 月第 1 次印刷

标 准 书 号	ISBN 978-7-5537-8658-2
定 价	36.00 元

图书如有印装质量问题,可随时向我社出版科调换。

全国高职高专教育药学专业“十三五”规划教材 建设指导委员会

主任委员

曾庆琪 傅 梅

副主任委员(排名不分先后)

王开贞 李榆梅 张知贵 陈国忠 林国君
罗晓清 耿 磊

常务委员(排名不分先后)

马月宏	王开贞	王 宁	王祥荣	毛春芳
叶颖俊	朱 纓	刘浩芝	孙立艳	严秀芹
李 春	李淑珍	李榆梅	吴方评	谷建亚
邹纯才	张习中	张平平	张知贵	张 威
陆丹玉	陈国忠	林国君	罗晓清	赵庆年
姚安贵	秦红兵	耿 磊	徐坤山	徐毓华
栾家杰	郭庆河	傅 梅	曾庆琪	鄢海燕
樊 明	苏丹丹			

再版说明

全国高职高专教育药学专业“十二五”规划教材自2015年出版以来,在医药卫生高职高专院校的使用过程中,得到了广大师生的普遍认可。为了适应我国医学高职高专教育改革和发展的需要,贯彻国家对“十三五”期间教材建设的要求,江苏凤凰科学技术出版社组织了近50所高职高专院校的教师对本套教材进行整体修订。本次教材的修订,将深入贯彻落实职业教育教学“十三五”文件精神,依据职业教育药学生培养目标及满足新时期医药卫生行业技术技能型人才需求,体现医药行业最新要求,以期更好地为职业学校药学类人才培养服务。

本套教材修订突出“必需、实用、新颖”。其编写特点如下:

1. 保留了第1版注重实践、重点突出、激发学生学习兴趣的特点,注重职业教育学生的思维特点,并与教师的授课方式相结合,方便教师教学、学生学习。
2. 内容的修订遵循课程—岗位—资格证书对接一致的原则。坚持以就业为导向、以岗位需求为标准的职业教育办学指导思想,结合就业岗位的基本技能、专业技能、综合技能要求编排各章节,使知识与应用相结合,以期达到教学就业一体化的目标。同时章节后设置习题,紧密结合国家执业药师资格考试大纲要求,努力做到学历证书与执业资格证书对接。
3. 遵循新老内容替换的原则。注重三新,即新知识(药物)、新技术、新工艺取代替换老知识(药物)、老技术、老工艺。注意把最新的知识和最新的案例引用到教材中,体现时代新气息。本套教材所涉及的国家执业药师资格考试指南及大纲、《中国药典》及其他相关规范性文件等,均为最新版本,充分体现行业标准和要求。
4. 遵循课程实训内容与岗位需求一致的原则。课程实训内容紧密与就业岗位需求对接,取代传统的验证理论性实验,以期无缝对接到岗位需求。强调以提高技术应用能力为宗旨,根据工作岗位的需求编写教材。
5. 进一步完善了整套教材的系统性和整体性,突出专业特色,使各门教材之间有机衔接,避免不必要的重复。
6. 各科严格按照实际教学时数编写,文字精练,篇幅把控较好,有利于学生对重要知识点的掌握。

本套教材旨在通过此次修订,在内容、形式上进行全面补充、完善、提高。希望本套修订版教材的面世,能对广大高职高专药学专业人才的培养有所帮助。

第2版前言

为贯彻落实国务院办公厅《关于加强和改进新形势下大中小学教材建设的意见》和教育部等六部门《现代职业教育体系建设规划(2014—2020年)》的文件精神,坚持以立德树人为根本,以服务发展为宗旨,以促进就业为导向,培养能主动适应医药卫生产业转型升级和企业创新需要的发展型、复合型和创新型的技术技能人才,根据全国高职高专药学类专业教育改革和发展的需要,我们编写了本教材。

本教材自2015年1月问世以来,历时2年多。经全国多所高等医药卫生院校使用,学生学、教师讲都得心应手,是一本比较理想的教材:其选材适当、深浅适宜、符合高职高专教育药学专业人才培养方案的要求;内容安排紧凑、简明扼要、针对性强、实用性强;文字流畅、易读易懂;专业名词及计量单位的使用规范;紧密结合专业,并且书中融入了编者多年的教学经验。为满足教学需要,现修订出第2版。在修订新版过程中,编者尊重教育规律和学生成长规律,提升教材的思想性、科学性和时代性,虚心接受了各院校在使用过程中提出的宝贵意见和建议,对各章内容做了不同程度的修改,有的做了精简,有的适当增补了一些内容。在修订中我们始终贯彻“必需”“够用”的原则,力求使修订后全书质量和水平在原有基础上有明显提高。教材由理论和实验两部分组成。理论部分为十一章,内容有绪论、误差与分析数据处理、滴定分析法概述、滴定分析常用仪器及基本操作、酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、电位法和永停滴定法、光谱分析法、色谱分析法。各章节设计了“学习导航”“知识链接”“知识拓展”“课堂活动”“思考与练习”等模块,以激发学生的学习兴趣,提高学生的思维能力和综合职业能力。实验部分有十八个实验,主要有常用仪器基本操作、滴定液的配制和标定、药物的定性和定量分析等,与教材中的理论部分相对应,均为有代表性的经典实验,所涉及的滴定液浓度的表示、滴定液的配制与标定和常用药物的测定方法均以《中国药典(2015年版)》为依据。实验上强调培养学生动手操作和分析问题、解决问题的能力,让学生学有所用,为将来就业和进一步提升个性发展空间打下坚实的基础。

本教材供全国高职高专院校、开设高职高专的综合性大学及高等医药院校的药学类、药品制造类、医学技术类、食品药品管理类专业使用。

本教材在编写过程中得到了参编院校的大力支持与帮助,还参考了部分教材和著作,在此向有关院校、作者和出版社一并致谢。此外,虽然我们尽了最大努力,力求把本教材修订得更好更完美,但由于编者业务水平有限,加之时间仓促,不足之处在所难免。殷切希望专家、读者和广大师生给予批评斧正。

李 春

2017年12月

目 录

第一章 绪论	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
一、定性分析、定量分析和结构分析	2
二、无机分析和有机分析	2
三、化学分析和仪器分析	2
四、常量、半微量、微量和超微量分析	3
第三节 试样分析过程的一般步骤	4
一、测定方案的设计	4
二、试样的采集	4
三、试样的制备	5
四、定性鉴定	5
五、含量测定	5
六、计算与报告分析结果	5
第二章 误差与分析数据处理	8
第一节 误差的分类	8
一、系统误差	8
二、偶然误差	9
第二节 准确度与精密度	9
一、准确度与误差	9
二、精密度与偏差	10
三、准确度与精密度的关系	11
四、提高分析结果准确度的方法	12
第三节 有效数字及其运算法则	13
一、有效数字及其运算规则	13
二、可疑值的取舍	16
第三章 滴定分析法概述	19
第一节 滴定分析的特点及分类	19

一、滴定分析的基本术语	19
二、滴定分析对化学反应的要求	20
三、滴定分析法的分类	20
四、滴定分析的方式	21
第二节 基准物质与滴定液	21
一、基准物质	21
二、滴定液	22
第三节 滴定分析中的计算	24
一、滴定分析中的计量关系	24
二、滴定分析法的有关计算	24
第四章 滴定分析常用仪器及基本操作	31
第一节 分析天平	31
一、分析天平概述	31
二、电子天平	32
三、样品的称量方法	33
四、电子天平常见故障及其排除	34
第二节 滴定管	35
一、滴定管的类型与规格	35
二、滴定管的操作方法	35
三、滴定的校准	37
第三节 容量瓶	39
一、容量瓶的类型与规格	39
二、容量瓶的操作方法	39
三、容量瓶的注意事项	40
第四节 移液管	40
一、移液管的类型与规格	40
二、移液管的操作方法	40
三、移液管与容量瓶的相对校准	42
第五章 酸碱滴定法	45
第一节 酸碱指示剂	45
一、酸碱指示剂的变色原理	45
二、酸碱指示剂的变色范围	46
三、混合指示剂	47
第二节 酸碱滴定曲线和指示剂的选择	48
一、一元酸(碱)的滴定	48
二、多元酸(碱)的滴定	52
第三节 酸碱滴定的滴定液	53
一、NaOH 滴定液的配制与标定	53
二、HCl 滴定液的配制与标定	54

第四节 酸碱滴定的应用与示例	54
一、直接滴定法	54
二、间接滴定法	55
第五节 非水溶液酸碱滴定法	56
一、非水溶剂	56
二、非水溶液酸碱滴定的应用与示例	57
第六章 沉淀滴定法	63
第一节 沉淀滴定法滴定的条件及类型	63
第二节 铬酸钾指示剂法	64
一、滴定原理	64
二、滴定条件	64
三、应用范围	65
第三节 铁铵矾指示剂法	66
一、滴定原理	66
二、滴定条件	67
三、应用范围	67
第四节 吸附指示剂法	68
一、滴定原理	68
二、滴定条件	68
三、应用范围	69
第五节 沉淀滴定的滴定液	69
一、硝酸银滴定液	69
二、硫氰酸铵滴定液	70
第七章 配位滴定法	72
第一节 氨羧配位剂	72
一、乙二胺四乙酸的结构和性质	72
二、EDTA 与金属离子配位反应的特点	73
三、酸度对 EDTA 配合物稳定性的影响	74
第二节 配位滴定法的指示剂	76
一、金属指示剂的作用原理	76
二、常用的金属指示剂	78
第三节 配位滴定的滴定液	79
一、EDTA 滴定液的配制	79
二、EDTA 滴定液的标定	79
第四节 EDTA 滴定法的应用与示例	79
一、直接滴定法	80
二、返滴定法	80
第八章 氧化还原滴定法	83
第一节 高锰酸钾法	83

一、基本原理	83
二、 KMnO_4 滴定液的配制与标定	84
三、应用与示例	85
第二节 碘量法	86
一、直接碘量法	86
二、间接碘量法	87
三、滴定液	87
四、应用与示例	89
第三节 其他氧化还原滴定法	91
一、亚硝酸钠法	91
二、铈量法	92
第九章 电位法和永停滴定法	95
第一节 电极的性能和类型	95
一、电极的性能	95
二、电极的类型	96
第二节 直接电位法测定溶液 pH	99
一、测定原理	99
二、测量方法	100
三、pH 计及其使用方法	101
四、应用与示例	101
第三节 永停滴定法	101
一、原理与分类	102
二、应用与示例	103
第十章 光谱分析法	106
第一节 光的本质与物质的颜色	106
一、光的特性	107
二、单色光与复合光	108
三、溶液的颜色	108
第二节 光的吸收定律	109
一、透光率和吸光度	109
二、朗伯-比尔定律	109
三、吸光系数	110
四、吸收光谱曲线	111
五、影响朗伯-比尔定律的主要因素	111
第三节 紫外-可见分光光度法	112
一、紫外-可见光谱的产生	112
二、紫外-可见分光光度计	112
三、分析条件的选择	115
四、应用与示例	115

第四节 红外分光光度法	118
一、红外光及红外吸收光谱	118
二、红外分光光度计	119
三、应用与示例	120
第十一章 色谱分析法	123
第一节 经典液相色谱法	123
一、色谱过程及色谱法的分类	123
二、柱色谱法	124
三、薄层色谱法	126
四、纸色谱法	129
第二节 现代色谱基本理论	131
一、色谱法的基本概念	131
二、塔板理论简介	133
三、速率理论	134
第三节 气相色谱法	137
一、气相色谱法的特点及分类	137
二、气相色谱仪	137
三、气相色谱检测器	139
四、定性定量分析方法	142
第四节 高效液相色谱法	144
一、化学键合相色谱法	145
二、固定相和流动相的选择	146
三、高效液相色谱仪	147
四、定性定量分析方法	151
实 验	154
实验一 电子天平称量练习	154
实验二 滴定分析常用仪器的洗涤和使用练习	155
实验三 NaOH 滴定液的配制与标定	159
实验四 食醋总酸量的测定	160
实验五 HCl 滴定液的配制与标定	161
实验六 药用硼砂的含量测定	163
实验七 氯化钠注射液的含量测定	164
实验八 EDTA 滴定液的配制与标定	165
实验九 水的总硬度测定	166
实验十 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定液的配制与标定	167
实验十一 CuSO_4 的含量测定	168
实验十二 维生素 C 的含量测定	169
实验十三 直接电位法测溶液的 pH	170

实验十四	KMnO ₄ 溶液吸收曲线的绘制	172
实验十五	分光光度法测定 KMnO ₄ 的含量	173
实验十六	维生素 B ₁₂ 注射液的鉴别及含量测定	174
实验十七	气相色谱法测定维生素 E 的含量	175
实验十八	高效液相色谱法测定阿司匹林肠溶片的含量	176
附 录		177
附录 1	国际原子量表	177
附录 2	常用式量表	179
附录 3	常用弱酸、弱碱的解离常数	181
附录 4	常用试剂的配制	183
参考文献		184
参考答案		185

第一章 绪 论

学习导航

1. 掌握分析化学的任务、作用及其分析方法的分类。
2. 熟悉分析过程的一般步骤。
3. 了解分析化学在医药卫生领域中的作用。
4. 能结合实际认识分析化学课程的重要性,树立学好这门课程的信心。

化学传统地分为无机化学、有机化学、分析化学和物理化学 4 个分支学科。20 世纪 30 年代后,由于电子技术和计算机等技术的兴起,化学学科飞速发展,产生了一些新的边缘学科。目前,除把化学内容分为无机化学、有机化学、分析化学、物理化学、高分子化学、核化学和放射化学等外,还涉及了生物化学、地球化学、宇宙化学、环境化学、药物学等诸多的边缘学科。分析化学的快速发展得益于永斯·贝采利乌斯发明了分析天平,分析天平的发明及使用使测量得到的实验数据更加接近真实值,还可以用实验的事实来证实化学定律,因此后来人们都尊称永斯·贝采利乌斯为分析化学之父。而对于分析化学的一个重要部分——光谱分析,则是从牛顿开始的,牛顿从 1666 年开始研究光谱,并于 1672 年发表了论文《光 and 色的新理论》。从此,观察和研究光谱的人越来越多,观测的技术也越来越先进,光谱学作为分析化学的一个重要分支逐渐完善。

第一节 分析化学的任务和作用

分析化学(analytical chemistry)是研究物质组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及理论的一门科学,是化学的一个重要分支。分析化学的任务是鉴定物质的化学组成、测定物质组成的相对含量和确定物质的化学结构。其内容包括定性分析、定量分析和结构分析。分析工作中一般首先进行定性分析或结构分析,然后进行定量分析。有时被测物的组成或结构都是已知的,则可以直接进行定量分析。

分析化学作为一种检测手段,在科学技术、国民经济、医药卫生、材料科学、环境科学、国防建设等许多领域中都有着广泛的应用。

在科学研究中,从化学学科本身来看,某些重要的化学定律和理论的发现、建立都离不开分析化学。例如质量守恒定律的证实、原子量的测定、门捷列夫元素周期律的创建、溶液中四大平衡理论的建立等。同时,分析化学还促进了材料科学、生命科学、能源科学、环境科学等学科的发展。当然,其他学科的发展也推动了分析化学的发展。

在国民经济领域,分析化学有着非常重要的作用。例如自然资源开发中对矿石和石油的分析;工业生产中原料和成品的检测;农业生产中水土分析,农药、化肥的使用,农作物生长过程的研究分析等;环境保护中对水质、大气质量的检测;三废(废水、废气、废渣)的综合治理等;国防建设中,尖

端武器的研究和生产等都需要应用分析化学的知识和技术。

在医药卫生领域,分析化学发挥着不可或缺的作用。例如公共安全中重大疾病防治、突发公共卫生事件处理;药物分析中新药研制、药物安全性检验和药效研究;食品分析中质量控制,食品中添加剂和违禁药物的检测;法医学中的法医检验、毒物分析;运动员兴奋剂的检测、成瘾药物检查;临床检验、生化检验等均属于分析化学的范畴。

因此,分析化学相当于一门工具科学,与很多学科息息相关,起着“眼睛”的作用。其应用范围涉及经济和社会发展的各个方面,在解决各种理论和实际问题起着较大的作用。

[要点:分析化学的定义和任务]

第二节 分析方法的分类

分析方法的种类很多,按照不同的分类方法,可分为以下几类:

一、定性分析、定量分析和结构分析

按照分析任务不同可分为定性分析、定量分析和结构分析。

1. 定性分析 是鉴定试样由哪些元素、离子或原子团所组成。
2. 定量分析 是测定试样中有关组分的相对含量。
3. 结构分析 是研究试样所含组分的化学结构。

在实际工作中,如果分析对象的成分是未知的,则先进行定性分析,确定试样中所含的组分,然后再进行定量分析,根据测定要求选择适当的方法来测定各组分的相对含量。如果要确定物质的结构,还必须进行结构分析。

二、无机分析和有机分析

按照分析对象的不同可分为无机分析和有机分析。

1. 无机分析 其分析对象为无机物,主要鉴定试样由哪些元素、离子、原子团或化合物组成,测定有关组分的含量。
2. 有机分析 其分析对象为有机物,有机物的结构非常复杂,主要是对其进行官能团分析和结构分析。

三、化学分析和仪器分析

按照分析方法的原理不同可分为化学分析和仪器分析。

1. 化学分析 化学分析法又称为“经典分析法”,是以物质的化学反应为基础的分析方法。被分析的物质称为试样或样品,与样品发生反应的物质称为试剂。试样与试剂发生的反应称为化学反应。化学分析包括化学定性分析和化学定量分析两种。

化学定性分析是利用试样在定性分析反应中产生的现象和特征来鉴定物质的组成。

化学定量分析是利用试样中的待测组分与试剂定量进行化学反应来测定组分的相对含量。化学定量分析主要有滴定分析和重量分析。

化学分析法是分析化学的基础,是药物分析的基本方法,其优点是所用仪器简单、操作方便、测定结果准确度高、应用范围广。但在实际应用中,该法也存在一定的局限性。例如,化学分析法不适合微量组分的定性和定量分析,并且其灵敏度较低、分析速度慢,不能满足快速分析的要求,这时就需要使用仪器分析法来解决。

2. 仪器分析 仪器分析法又称为近代分析法或物理分析法,是依据物质的物理或物理化学性

质而建立起来的分析方法。这类方法通常需要使用比较复杂或特殊的仪器设备,故称为“仪器分析”。目前应用比较广泛的仪器分析法包括电化学分析、色谱分析、光学分析等。

(1) 电化学分析:是根据物质的电化学性质确定物质成分的分析方法。如电导分析法、电位分析法和电解分析法等。

(2) 色谱分析:是一种利用混合物中诸组分在两相间的分配原理以获得分离的方法。如液相色谱、气相色谱和离子色谱法等。

(3) 光学分析:是基于物质对光的吸收或激发后光的发射所建立起来的一类方法,如紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、原子发射与原子吸收光谱法、荧光光谱法、质谱法、核磁共振波谱法等。

仪器分析法具有灵敏度高、选择性好、操作简便、分析速度快、容易实现自动化等特点。适合于微量、半微量和超微量成分的分析,使用范围越来越广泛。仪器分析法与化学分析法是相辅相成的两类方法。仪器分析法中试样的前处理过程(如分离、纯化等)必须依赖化学分析法,所以在实际应用中,针对不同的试样和要求应该选择适当的分析方法。

化学分析与仪器分析方法比较如表 1-1。

表 1-1 化学分析与仪器分析方法比较

项 目	化 学 分 析	仪 器 分 析
物质性质	化学性质	物理、物理化学性质
测量参数	体积、重量	吸光度、电位、发射强度等
相对误差	0.2%~1%	1%~2%或更高
理论基础	化学、物理化学(溶液四大平衡)	化学、物理、数学、电子学、生物等
解决问题	定性、定量	定性、定量、结构、形态、能态、动力学等信息

四、常量、半微量、微量和超微量分析

按照分析时所取试样的用量不同可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析。各种分析方法的取样量如表 1-2。

表 1-2 各种分析方法的试样用量

方 法	试样的质量	试样的体积
常量分析	> 0.1 g	> 10 ml
半微量分析	0.01~0.1 g	1~10 ml
微量分析	0.0001~0.01 g	0.01~1 ml
超微量分析	<0.0001 g	< 0.01 ml

无机定性分析常采用半微量分析,化学定量分析多采用常量分析,仪器分析一般采用微量和超微量分析。

此外,还可以按照待测组分的质量分数不同进行分类,可分为常量组分分析(质量分数 $\omega > 0.01$)、微量组分分析(质量分数 $\omega = 0.0001 \sim 0.01$)及痕量组分分析(质量分数 $\omega < 0.0001$)。这种分类方法与按取样量分类法并不存在直接对应的关系,两种概念不能混淆。例如,痕量组分分析取样量少时属于微量或超微量分析,取样量多时又属于常量分析。

[要点:分析方法的类型及分类的依据]

第三节 试样分析过程的一般步骤

试样分析过程主要包括以下六个步骤：① 测定方案的设计；② 试样的采集；③ 试样的制备；④ 定性鉴定；⑤ 含量测定；⑥ 计算与报告分析结果。

一、测定方案的设计

测定方案的设计包括测定方法的选择、试剂、仪器等实验条件的整体规划。每一种分析方法都有其特点和局限性，因此在实际工作中应该综合考虑各项指标，选择合适的分析方法。理想的分析方法应该具备灵敏度高、准确度高、操作简便等优点，这就要求我们在选择分析方法时应根据测定的具体要求、待测组分的测量范围、待测组分的性质、共存组分的影响、实验室条件等具体情况来确定最佳的分析方法。

二、试样的采集

在分析工作中，常需要测定大量物料中某些组分的平均含量，但在实际测定时，只是称取很少的试样进行分析。因此，试样必须具有代表性，即要求试样的组成和整体物料的平均组成相一致，否则分析工作做得再准确也毫无意义。

1. 固体试样的采集 实际工作中，所分析的物料往往不均匀，当物料很多时，为了采到代表性试样，要注意采样的单元和采样的量，并注意随机采样。对于不均匀的固体，如中草药等，可以把运输过程中的每车、每包、每捆作为采样的单元，从中抽取一定量的样品。对于组成基本一致的物质，如成批的瓶装药物或化学试剂等，则以每一个批号或同一批号产品中各个大包装作为采样的单元。物料颗粒越细，采样量可越少。

知识拓展

固体试样的缩分——四分法

采集后的固体试样要进行破碎、过筛、混合和缩分，减少至适合分析所需的量。固体试样的缩分常用的方法是四分法。如图 1-1 所示，先将试样堆成圆锥形，然后压成圆饼状，通过其圆心按十字形切成四等份，弃去任意对角线的两份，混合余下的两份，这样便缩减了一半，称为缩分一次。继续将试样缩分，直至所需要的量。

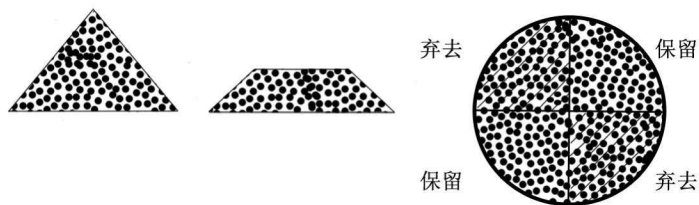


图 1-1 四分法示意图

2. 液体试样的采集 液体试样组成比较均匀，容易采得均匀试样。液体物料包括输送管道中的物料和储罐器中的物料。一般用不与物料发生反应的金属或塑料制成的采样勺和采样杯作为工具。此外，还有采样管和采样瓶。带回实验室的试样，在测试之前要妥善保管，确保试样在保存期间不发生明显的变化。

3. 气体试样的采集 由于气体试样易于扩散,所以容易混合均匀。例如,工业气体试样存在状态有动态、静态、正压、常压、负压、高温、常温、深冷等,且许多气体有刺激性和腐蚀性,所以采样时一定要按照采样的技术要求,并且注意安全。

4. 生物试样的采集 在生物监测检验中十分重要,采集生物试样时,所用的容器和用具必须保持洁净,且不能被外界污染;在具体取样时,应让受试者清除身体外部可能存在的污染源,然后在远离生产环境的适当场所进行采样。

[要点:不同形态试样的采集方法]

知识链接

临床上血样的采集

临床上一般在肘或腕背皮下静脉采血,也可取耳垂血或手指血。如分析血液中气体成分或测定 pH 时,通常采动脉血。采血时一般以碘酒、酒精先后在抽血部位消毒,待干后,用干燥的注射器抽血,将抽出的血液注入干燥洁净试管内。采血时间一般在早晨空腹或禁食 6 h 以上,因为饮食和活动会使血液成分发生改变。

三、试样的制备

试样的制备目的是使试样适合于选定的分析方法,消除可能引起的干扰。试样的制备方法要适当,要满足分解完全、分解速度快、分离测定容易、试样中待测组分不被污染和损耗、对环境不会造成污染等条件。试样的分解常用溶解法(湿法)和熔融法(干法)。

1. 溶解法 此法是采用适当的溶剂将试样溶解后制成溶液。由于试样的组成不同,溶解所用的溶剂也不同。常用的溶剂有水、酸、碱、有机溶剂等四类,溶解时一般先用水为溶剂,不溶于水的试样根据其性质可用酸作溶剂,也可用碱作溶剂。常用作溶剂的酸有盐酸、硝酸、硫酸、磷酸、高氯酸、氢氟酸以及它们的混合酸;常用作溶剂的碱有氢氧化钾、氢氧化钠、氨水等。对于有机化合物试样,一般采用有机试剂作溶剂,常用的有机溶剂有甲醇、乙醇、三氯甲烷、苯、甲苯等。

2. 熔融法 有些试样难溶于溶剂中,可根据其性质,采用熔融法对试样进行预处理。熔融法是利用酸性或碱性溶剂与试样在高温下进行复分解反应,使试样中的待测成分转变为可溶的化合物。常用的酸性熔剂有 $K_2S_2O_7$;碱性熔剂有 Na_2CO_3 、 K_2CO_3 、 $NaOH$ 等。

此外,还有氧瓶燃烧法、钠解法、微波溶解法等。

四、定性鉴定

根据待测试样的理化性质采用化学分析法或仪器分析法来鉴定试样的组成。

五、含量测定

根据测定方案设计的方法完成实验,实验前要对样品进行纯化以满足实验要求,如果试样中有其他成分对待测组分造成干扰,则需要通过控制酸度、加掩蔽剂或用分离的方法除去干扰成分后再进行测定。测定所用的试剂和实验仪器的准确度和精密度必须符合实验要求,可通过空白实验消除试剂误差,通过校正仪器减少仪器误差。

六、计算与报告分析结果

根据称取的试样质量和测定所得的实验数据,结合有关化学反应所确定的计量关系,算出待测试样中有关组分的含量。含量测定结果一般用质量浓度或质量分数的形式表示,先计算平均值,再