

21 世纪高等院校教材

新分析化学教程

张明晓 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材

新分析化学教程

张明晓 主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书是西南大学分析化学公共基础课程教研组近十多年来教学改革研究的结晶。

本书将四大滴定(酸碱、配位、氧化还原和沉淀)、三大技术(容量、称量和库仑)及两大方法(目视和自动)整合,压缩了重复的滴定分析内容,将滴定分析理论提升高度,更全面和更深刻地揭示了分析方法的一般原理和条件,利于培养学生建立准确的量的概念。全书包括6章,主要内容有:绪论、分析误差及其处理、滴定分析法、电位分析法、吸收光谱法、分离分析法。针对各章重要知识点编写了习题,习题量控制在4~5题/万字,解析题、应用题和计算题在各章合理分布,同时编写了部分难度较大的习题和选做题目。

本书可作为化学、化工、制药、农林、食品、园艺、植物保护、生物科学、动物科学和资源环境等专业本科生分析化学课程教材,也可供相关教师 and 科技人员阅读参考。

图书在版编目(CIP)数据

新分析化学教程/张明晓主编. —北京:科学出版社,2008
21 世纪高等院校教材
ISBN 978-7-03-021012-8

I. 新… II. 张… III. 分析化学-高等学校-教材 IV. O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 013580 号

责任编辑:赵晓霞 / 责任校对:刘亚琦
责任印制:张克忠 / 封面设计:陈 敬

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

铭浩彩色印装有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2008年2月第 一 版 开本:B5(720×1000)

2008年2月第一次印刷 印张:16 1/4

印数:1—4 000 字数:300 000

定价:24.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换<铭浩>)

前 言

本书总结了西南大学分析化学公共基础课程近十多年来的教学改革成果,建立了新的分析化学教学内容和教材体系。

本书的编写指导思想是:根据当代科学研究和生产实践对分析化学的要求,革新教学内容,创新教学体系,体现教改成果,提高教学水平,注重仪器方法,体现素质教育,提高教学质量;精选应用广泛和具有重要意义的分析方法,着重讲解基本原理、分析条件、分析仪器、方法特点和典型应用,满足高等院校分析化学基础课的教学需要。

本书包括绪论、分析误差及其处理、滴定分析法、电位分析法、吸收光谱法和分离分析法共六章,考虑到当前全国农林门类硕士研究生入学统一考试,本书对原分析化学教学内容和体系进行了适当的调整,兼顾了分析化学滴定分析法的传统讲解方法,将新体系与传统讲解方法结合起来进行教学。教学内容和教材体系都有创新,具体体现在以下几个方面:

1. 注重建立准确的量的概念。本书系统剖析了分析误差及其传递、分配、处理理论,提出了误差传递新公式和有效数量化理论,论述了有效数字、离群值、随机误差和系统误差的检验、处理和表示方法,介绍了回归直线方程、反估值及其置信区间,还特别介绍了分析方法的校正和评价方法。

2. 整合了四大滴定(酸碱、配位、氧化还原和沉淀)、三大技术(容量、称量和库仑)及两大方法(目视和自动)的内容。本书将四大滴定、三大技术和两大方法统一起来,集中讲解,压缩重复的滴定分析内容,将滴定分析理论提升高度,更全面和更深刻地揭示了滴定分析的一般原理和条件。

3. 理论与实例充分结合。本书通过讲解电位分析的基本原理,充分剖析膜电极的类型和特点。同时,列举典型的应用实例,对电位分析的标准曲线法、标准加入法和直接指示法的原理、条件、特点和误差进行了深入讲解,分析了影响电位分析结果准确度的因素与误差公式,指出了电位分析误差的减免方法。

4. 融合了可见光谱法和紫外光谱法。通过介绍吸收光谱的产生和吸收光谱的特征阐明吸收光谱法的基本原理,在介绍吸光定律与吸光度的测定方法和分析条件的基础上讲解各种定量分析方法,并介绍了紫外-可见光谱法的特点和应用。

5. 编写典型习题。针对各章重要知识点编写习题,习题要求全面且具有典型性、基础性、应用性和综合性。习题量控制在4~5题/万字,解析题、应用题和计算题分布合理。部分习题有较大难度,带☆号的题目供选做。

另外,本书还简明扼要地介绍了现代分离分析方法,如气相色谱法、液相色谱

法和毛细管电泳法;论述了色谱分离原理和电泳分离原理及其检测原理,流出曲线和定性定量方法,分离理论及分离条件,典型分离分析仪器以及分离分析法的特点和应用,供尚未开设仪器分析课程的专业选用。

本书由西南大学张明晓(cnzmx@163.com)任主编,由叶霞和陈时洪任副主编,编委还有叶勤和王冬梅。本书编写中我们还得到袁若教授和廖家耀老师的帮助和支持,在此表示衷心感谢!

作者力求本书具有创新性、先进性、科学性和适用性,但由于水平所限,加之时间紧迫,书中缺点与不足在所难免,恭候读者来函指正!

编者

2007年12月

符号表

A	吸光度	K'	化学反应的条件平衡常数
	色谱峰面积	K'_{sp}	计量点时化学反应的条件平衡常数
	涡流扩散系数	K_a	弱酸的酸度常数(弱酸的电离常数)
B	标准值(保证值)		吸附平衡常数
	标准方法	K_{ai}	弱酸的第 i 级电离常数
	浓差扩散系数	K_b	弱碱的碱度常数(弱碱的电离常数)
C	传质扩散系数	K_{bi}	弱碱的第 i 级电离常数
	常数	$K_{i,j}$	离子选择性膜电极的选择性系数
C_m	流动相传质路径因子	K_{MY}	配合物 MY 的稳定常数
C_s	固定相传质路径因子	K'_{MY}	配合物 MY 的条件稳定常数
D	偏差	K_s	离子交换平衡常数(选择性系数)
	扩散系数	K_{sp}	难溶化合物的溶度积常数
	检出限	K_t	滴定反应的平衡常数
D_m	组分在流动相中的扩散系数	K_w	水的离子积
D_s	组分在固定相中的扩散系数	L	色谱柱长度
E	误差	L_{eff}	毛细管有效长度
	电场强度	M	摩尔质量
	能量		金属离子(省略电荷)
	电池电动势	M_r	物质的相对分子质量
E_w	间接测定结果的系统误差	M_X	待测物质的摩尔质量
F	法拉第常量	N	干扰离子(省略电荷)
	S_x^2/S_0^2 临界值	N_A	阿伏伽德罗常量
	现场分析方法	Ox	氧化态
F_0	流动相体积流速	P	置信概率(置信度)
F_E	电场力		中间薄层入射光能量
F_f	摩擦力	P_0	入射光能量
H	理论塔板高度	P_t	透射光能量
H_{eff}	有效塔板高度	Q	回归数据与回归直线的离差平方和
I	电流强度		进样量
	离子强度		电量
In	指示剂自由态(省略电荷)	R	还原态
K	化学反应的平衡常数		回收率
	分配系数		电阻

摩尔气体常量	V_R	保留体积
分离度	V'_R	校正保留体积
反应的不完全程度(剩余率)	V_s	液体或气体样品的体积
转化试剂		固体样品的定容溶液的体积
Red 还原态		色谱柱中固定相的体积
RD 相对偏差	V_i	被测试液的体积
RE 相对误差	W	色谱峰峰宽
RE_{ep} 终点误差		间接测定结果
RSD 相对标准偏差	$W_{1/2}$	半高峰宽
RU 相对不确定度	X	待测物质
S 标准偏差(样本标准偏差)	$X\%$	待测物质的质量分数
电极斜率	X_T	真值的估计值
灵敏度	X_i	第 i 次测定结果
S_B 标准物质分析结果的标准偏差	$\bar{X}$	多次测定结果的平均值
标准方法分析结果的标准偏差	$\bar{X}_B$	标准物质测定结果的平均值
S_{bt} 空白试验分析结果的标准偏差		标准方法测定结果的平均值
S_F 现场方法分析结果的标准偏差	$\bar{X}_{bt}$	空白试验测定结果的平均值
S_f 回归分析残余标准偏差	$\bar{X}_F$	现场方法测定结果的平均值
S_{is} 组分 i 对标准物质 s 的相对响应值	XIn	指示剂结合态(省略电荷)
S_x 回归数据点 x_i 的标准偏差	Y	乙二胺四乙酸根(省略电荷)
S_y 回归数据点 y_i 的标准偏差	a	回归直线截距
S_{x_0} 回归分析反估值 x_0 的标准偏差		活度(有效浓度)
$S_{\bar{X}}$ 平均值的标准偏差	a_i	i 离子的活度
$S_{大}$ 较大的标准偏差	a_j	j 离子的活度
$S_{小}$ 较小的标准偏差	b	回归直线斜率
SCE 饱和甘汞电极		标准物质化学反应的计量数
T 真值		光程长度(吸收池厚度)
热力学温度	c	物质的量浓度(物量浓度), 总浓度
透光度		真空中光速
U 不确定度	c_0	初始浓度
U_B 标准值的不确定度	c_a	弱酸的总浓度
U_W 间接测定结果的不确定度	c_b	弱碱的总浓度
V 体积(容积)	c_B	物质 B 的物质的量浓度
电压		标准物质的总浓度
V_{ep} 终点体积	c_{Bsp}	计量点时标准物质的总浓度
V_{ip} 初始体积	c_{Bep}	滴定终点时标准物质的总浓度
V_M 死体积	c_m	组分在流动相中的浓度
V_m 色谱柱中流动相的体积	c_{mB}	物质 B 的质量摩尔浓度

c_s	组分在固定相中的浓度				理论塔板数
	固定相传质阻力系数	n_B			标准物质的平行测定次数
c_X	待测物质的总浓度				标准方法的平行测定次数
c_{Xsp}	计量点时待测物质的总浓度				标准物质 B 的物质的量
c_{Xep}	滴定终点时待测物质的总浓度	n_{bt}			空白试验的平行测定次数
d	直径	n_F			现场方法的平行测定次数
d_f	固定相的液膜厚度	n_{eff}			有效测定次数
d_p	填充物颗粒平均直径				有效塔板数
e	电子	n_s			标准物质 S 的物质的量
ep	滴定终点	n_X			待测物质 X 的物质的量
f	自由度	p			压强
	函数				反应产物 P 的化学反应计量数
	校正因子	p'			反应物 P 的化学反应计量数
	摩擦系数	p_B			标准物质 B 的平衡浓度的负对数
f_i	组分 i 的绝对校正因子	p_B'			主反应剩余 B 的总浓度的负对数
f_s	标准物质 s 的绝对校正因子	p_e			电子的活度或平衡浓度的负对数
f_{is}	组分 i 对标准物质 s 的相对校正因子	p_{et}			变色点的 p_e
h	H^+ 化学反应的计量数	pH_t			变色点的 pH
	普朗克常量	pX_{eq}			待测物质 X 的平衡浓度的负对数
	色谱峰高	pX'			主反应剩余 X 的总浓度的负对数
i	次序	pX_t			变色点的 pX
ip	初始点	q			反应产物 Q 的计量数
j	干扰离子	r			相关系数
k	化学反应速度常数				半径
	分配比(容量因子)				反应产物 R 的计量数
	常数				转化试剂 R 的计量数
l	长度(厚度)	$r_{2,1}$			相对保留值
m	回归分析样品平行测定次数	s			标准物质 S 的化学反应计量数
	质量	s'			过量标准物质 S 的化学反应计量数
	物质的组成常数	sp			化学计量点
m_s	样品的质量	t			随机误差
m_X	样品中待测物质的质量				变色点
n	平行测定次数				摄氏温度
	测量的回归数据点数				时间
	电荷数	$t_{\alpha, f}$			在显著性水平为 α 和自由度为 f 时测定结果的随机误差
	转移电子数	t_B			标准物质测定结果的随机误差
	物质的量				标准方法测定结果的随机误差
	物质的组成常数				

t_{bt}	空白试验测定结果的随机误差	$\alpha_{Y(H)}$	Y 的酸效应系数
t_F	现场方法测定结果的随机误差	$\alpha_{Y(N)}$	Y 与 N 的副反应系数
t_M	死时间	β	累积平衡常数
t_m	迁移时间		相比
t_R	保留时间	β_n	第 n 级累积平衡常数
t'_R	校正保留时间	γ	扩散路径弯曲因子
u	流动相在色谱柱内的线速度		活度系数
u_{app}	表观迁移速率	ϵ	摩尔吸光系数
u_{eo}	电渗流速率		介电常数
u_{ep}	组分电泳速率	λ	波长
x	回归直线自变量		色谱柱填充不规则因子
	待测物质化学反应的计量数	λ_{max}	最大吸收波长
$\bar{x}$	回归数据点自变量的平均值	μ	总体平均值
x_0	回归分析反估值	μ_{app}	表观淌度
y	回归直线因变量	μ_{eo}	电渗淌度
$\bar{y}$	回归数据点因变量的平均值	μ_{ep}	电泳淌度
$\bar{y}_0$	回归分析样品因变量平均值	η	介质黏度
$\sum$	求和符号	ν	频率
Δc	加入标准溶液后待测物质浓度增量	φ	滴定分数
ΔE	加入标准溶液后电池电动势增量		电极电位
	能级差	φ^0	标准电极电位
ΔpB	滴定终点与计量点 pB 之差	$\varphi^{0'}$	条件电位
$\Delta pB'$	滴定终点与计量点 pB' 之差	φ_M	膜电位
ΔpX	滴定终点与计量点 pX 之差	φ_i	变色点电位
$\Delta pX'$	滴定终点与计量点 pX' 之差	$\varphi_i^{0'}$	变色点的条件电位
α	显著性水平 ($\alpha = 1 - P$)	φ_X	X 的体积分数
	副反应系数	w_X	X 的质量分数
α_M	M 的副反应系数	ρ	密度
$\alpha_{M(OH)}$	M 的羟基配位效应系数	ρ_X	液体样品中待测物质的浓度
$\alpha_{M(L)}$	M 与 L 的配位效应系数	σ	波数
α_{MY}	MY 的副反应系数		色谱峰区域宽度
$\alpha_{L(H)}$	L 的酸效应系数	σ_L	色谱柱中组分分布区域宽度
α_Y	Y 的副反应系数		

目 录

前言

符号表

第 1 章 绪论	1
1.1 分析化学的任务	1
1.2 分析化学的方法	2
1.3 分析检测的过程	3
1.4 分析化学的进展	4
1.5 分析化学的教学	5
第 2 章 分析误差及其处理	7
2.1 分析误差及其传递和分配	7
2.1.1 真值、样本平均值和总体平均值	7
2.1.2 准确度和误差	9
2.1.3 精密度和偏差	10
2.1.4 随机误差和系统误差	13
2.1.5 准确度和精密度的关系	15
2.1.6 置信区间和置信度	16
2.1.7 误差传递和误差分配	18
2.2 分析结果的处理和表示	21
2.2.1 分析结果的有效数字及其处理	21
2.2.2 离群值的检验和取舍	26
2.2.3 随机误差的检验和处理	28
2.2.4 系统误差的检验和处理	30
2.2.5 分析结果的表示	33
2.3 回归分析法与分析方法的校正和评价	33
2.3.1 回归分析法	33
2.3.2 分析方法的校正	37
2.3.3 分析方法的评价	40
习题	43
第 3 章 滴定分析法	47
3.1 滴定分析的基本原理	47

3.1.1	滴定反应和计量关系	47
3.1.2	计量点和滴定突跃	48
3.1.3	滴定终点、终点误差和突跃范围	51
3.1.4	容量滴定和称量滴定及库仑滴定	52
3.2	滴定分析的标准物质	54
3.2.1	基准试剂与标准试样	54
3.2.2	标准溶液	55
3.2.3	电生标准物质	58
3.3	滴定分析方式与组分含量计算	61
3.3.1	滴定分析的方式	61
3.3.2	组分含量的计算	64
3.4	对滴定反应的要求	67
3.4.1	对滴定反应速度的要求	67
3.4.2	对滴定反应不完全程度的要求	69
3.4.3	对滴定反应计量点的要求	80
3.5	滴定分析法的特点和应用	89
3.5.1	酸碱滴定法	89
3.5.2	配位滴定法	100
3.5.3	氧化还原滴定法	108
3.5.4	沉淀滴定法	113
	习题	115
第4章	电位分析法	118
4.1	电位分析的基本原理	118
4.1.1	电位分析的基本装置	118
4.1.2	电位分析的定量依据	118
4.1.3	指示电极	120
4.1.4	参比电极	122
4.1.5	液接电位与盐桥	124
4.1.6	电池电动势的测量	126
4.2	膜电极的基本特性	128
4.2.1	膜电极的 Nernst 响应特性	128
4.2.2	膜电极的选择性	131
4.2.3	敏感膜的导电性与膜电极的内阻	133
4.2.4	膜电极的线性范围与检测下限	133
4.2.5	膜电极的响应斜率与温度效应	134

4.2.6 膜电极的响应时间、稳定性及使用寿命	135
4.3 膜电极的类型和特点	136
4.3.1 原电极	137
4.3.2 气敏电极	140
4.3.3 生物膜电极	141
4.4 定量方法和误差	143
4.4.1 标准曲线法	143
4.4.2 标准加入法	145
4.4.3 直接指示法	146
4.4.4 测定误差	147
4.5 电位分析法的特点和应用	148
4.5.1 电位分析法的特点	148
4.5.2 电位分析法的应用实例	149
习题	151
第5章 吸收光谱法	152
5.1 吸收光谱法的基本原理	152
5.1.1 光谱属性	152
5.1.2 吸收光谱的产生	153
5.1.3 分子吸收光谱曲线	155
5.1.4 定性定量分析依据	156
5.2 吸光定律和定量分析方法	156
5.2.1 吸光定律和吸光系数	156
5.2.2 吸光度的加和性和吸光度的测量	159
5.2.3 偏离吸光定律的原因	160
5.2.4 定量分析条件	162
5.2.5 定量分析方法	166
5.3 吸收光谱特征和定性分析方法	169
5.3.1 跃迁类型和吸收谱带	169
5.3.2 分子结构与光谱特征	172
5.3.3 影响吸收谱带的环境因素	174
5.3.4 定性分析方法	176
5.4 吸收光谱仪器	179
5.4.1 组成部件及作用	179
5.4.2 吸收光谱仪的类型	183
5.5 吸收光谱法的特点和应用	186

5.5.1 吸收光谱法的特点	186
5.5.2 吸收光谱法的应用实例	187
习题	189
第6章 分离分析法	192
6.1 分离分析法的基本原理	192
6.1.1 色谱法分离原理	192
6.1.2 毛细管电泳法分离原理	194
6.1.3 分离分析法的检测原理	196
6.2 定性定量方法	198
6.2.1 色谱图	198
6.2.2 定性分析方法	201
6.2.3 定量分析方法	202
6.3 分离理论与分离条件	205
6.3.1 保留值方程	205
6.3.2 塔板理论	206
6.3.3 速率理论	207
6.3.4 提高分离度的途径	209
6.3.5 分离条件选择	210
6.4 分离分析仪器	213
6.4.1 气相色谱仪	213
6.4.2 高压液相色谱仪	216
6.4.3 毛细管电泳仪	219
6.5 分离分析法的特点和应用	221
6.5.1 分离分析法的特点	221
6.5.2 分离分析法的应用实例	222
习题	225
主要参考文献	227
附录	228
附录1 常见元素国际原子量表(2003)	228
附录2 常用化合物的摩尔质量(四位)	228
附录3 t 分布表	229
附录4 Q 检验临界值($Q_{\alpha,f}$)	229
附录5 G 检验临界值($G_{\alpha,f}$)	230
附录6 方差检验 F 值表	230
附录7 离子体积参数和活度系数	230

附录 8	水的离子积(K_w)	231
附录 9	弱酸在水中的酸度常数(25°C , $I=0$)	231
附录 10	弱碱在水中的碱度常数(25°C , $I=0$)	233
附录 11	金属配合物的稳定常数	233
附录 12	不同 pH 时 EDTA 的酸效应系数 $\lg\alpha_{Y(H)}$	235
附录 13	酸效应系数 $\lg\alpha_{L(H)}$ 和羟基配位效应系数 $\lg\alpha_{M(L)}$	236
附录 14	EDTA 配合物的条件常数 $\lg K'$	237
附录 15	某些氧化还原电对的条件电位	237
附录 16	微溶化合物的溶度积($18\sim 25^\circ\text{C}$, $I=0$)	238
附录 17	常用预氧化剂和还原剂	240
附录 18	部分商品膜电极	240
附录 19	部分显色剂及应用	241
附录 20	气相色谱最佳固定液的选择(20 种)	242
附录 21	液相色谱化学键合固定相的选择	242
附录 22	评价各种液相色谱柱的样品及操作条件	243
附录 23	HPLC 流动相的极性参数与分子间作用力	243
附录 24	常用紫外衍生化试剂	244
附录 25	常用荧光衍生化试剂	245

第1章 绪 论

1.1 分析化学的任务

分析化学是研究物质化学组成的检测方法、检测原理和检测技术的科学,包括定性分析和定量分析。定性分析的任务是检测物质的有效成分及其存在形式与结构,揭示物质的本质属性;定量分析的任务是在定性分析的基础上测定有效成分的活度或相对含量,揭示物质的度量状态。定性分析是定量分析的基础,但在生产和科研中定量分析与定性分析具有同样重要的意义。

分析化学是研究化学现象和生命现象的必不可少的工具,被称为科学研究和科技工作者的“眼睛”,在生命科学、材料科学、能源科学、环境科学和信息科学等核心科学中起着关键作用,对工业、农业、医疗、环保、公安、国防和科技发展都有重大的实际意义,正在影响人类的生产方式和生活方式。

例如,在生命科学中,生物化学、营养化学、分子生物学、分子遗传学、基因组学和生理科学等学科都是利用分析化学来进行研究并建立和发展起来的,分析化学在揭示生命起源和疾病机理、研究遗传基因和记忆奥秘等方面起着关键作用。在医学科学中,疾病诊断和药物分析都属于分析化学的研究范畴,分析化学是药物化学、天然产物化学、药代动力学和药理学研究不可缺少的重要手段,在减肥药和化妆品与保健品研究中也发挥着重要作用。在材料科学中,材料的性能与其组成和结构直接相关,当今高新技术产品对材料性能及其物理化学微结构的要求日益提高,不仅要把握其组成变化,而且要控制痕量杂质对它的影响,还要了解组分的状态及空间和时间分布情况。分析化学对航天材料、激光材料、信息材料和医用材料等新材料的研究也起着至关重要的作用。

又如,在生产实践中,资源勘探、产品开发、原料选择、工艺控制、产品检验、废物利用、作物育种、作物栽培、生长控制、品质鉴定、禽畜饲养、临床诊断和环境保护等,都必须以分析化学为工具。矿物分析、石油分析、土壤分析、水质分析、肥料分析、作物营养分析、农药分析、饲料分析、食品分析、农药残留分析、环境监测、动植物免疫分析及禽畜的临床检验等都属于分析化学的范畴。分析化学对改善人类生存环境、提高生活质量和延长人类寿命等发挥着重要作用。

所以,学习分析化学意义重大。分析化学是一门以实验为基础的科学,学习过程中必须理论联系实际,要注重实验技能训练和科学素质培养,掌握分析方法、原

理条件、仪器技术和应用范围,树立准确的量的概念,培养科学的思维方法、严谨的实验态度、优秀的实验素养和非凡的研究能力,为推进科技发展、改善生存环境、提高生活质量奠定基础。

1.2 分析化学的方法

分析化学是由很多分析方法构成的,而分析方法是根据被测物质在某种变化或某种条件下所表现的性质建立的。原则上凡能表征物质特征的性质,都可以用来作为分析该物质的依据,所以分析方法是很多的。分析化学不仅方法多,而且每种分析方法往往又有比较独立的方法原理并能自成体系。

分析方法可根据分析对象、组分含量或方法原理等属性进行分类。根据分析对象可分为无机分析、有机分析或土壤分析、食品分析、药物分析等。根据组分含量可分为常量分析(组分含量 $>1\%$)、微量分析(组分含量在 $1\%\sim 0.01\%$)和痕量分析(组分含量 $<0.01\%$)。根据方法原理可分为化学分析法、电化学分析法、光谱分析法、质谱分析法、分离分析法及各种联用分析法等。

化学分析法是利用化学反应的外观特征进行定性分析或利用化学反应的计量关系进行定量分析的经典方法,主要有化学检验法(简称化验法)、称量分析法(常称重量法)和容量分析法(常称滴定法)。电化学分析法是以物质的电化学性质及其变化规律为依据的一类分析方法,主要有电导分析法、电位分析法(又称电势分析法)、电解分析法、库仑分析法和伏安分析法(包括极谱法)。光谱分析法是利用物质发射或吸收的光的特征波长或强度进行定性分析(结构分析)与定量分析的方法,包括发射光谱法(主要有原子发射光谱法、原子荧光光谱法、分子荧光光谱法和分子发光光谱法)和吸收光谱法(主要有原子吸收光谱法、分子紫外-可见吸收光谱法、分子红外吸收光谱法和核磁共振波谱法)。质谱分析法是将组分的分子解离为带电分子碎片,在磁场中真空条件下按质荷比分离后进行检测的精密仪器分析方法,主要有电子轰击质谱法、快原子轰击质谱法、化学电离质谱法、电喷雾质谱法、场解析质谱法或四极杆质谱法、离子阱质谱法、离子回旋共振质谱法和飞行时间质谱法等。分离分析法是将组分分离后再进行离线检测或在线检测的分析方法,主要包括现代色谱分析法、毛细管电泳分析法和串联质谱法等。色谱分析法是利用组分随流动相流经固定相时由于作用力差异导致移动速度不同而分离的分析方法,主要有薄层色谱法与经典柱色谱法、现代气相色谱法与液相色谱法、超临界流体色谱法、毛细管电泳法与多维色谱法等。毛细管电泳分析法是指在毛细管内缓冲溶液中荷电组分在高压电场作用下按荷质比分离后再进行检测的分析方法,包括毛细管区带电泳法、等电聚焦电泳法、等速电泳法和凝胶电泳法或毛细管阵列电泳法和芯片电泳法等。串联质谱法是指试样组分在一台质谱仪分离后再进入串

联的另一台质谱仪进行组分鉴定的分析方法。

电化学分析法、光谱分析法和质谱分析法及分离分析法等方法往往需要使用除分析天平、移液管、容量瓶和滴定管等仪器以外的比较复杂和特殊的分析仪器,因此常常称为仪器分析法。实际上各种分析方法都必须使用某些特别的分析仪器,经典化学分析法已逐步实现了自动化,甚至现代自动电子天平和自动滴定分析仪比许多经典仪器分析的分析仪器更加复杂和精密。可见,分析方法很多,但是,完整无缺、适宜于任何试样、任何组分的分析方法是不存在的。各种方法在分析成分、含量范围、干扰情况、精密度、准确度、校准情况、分析速度以及仪器设备价格与使用维持费用等方面各不相同,它们决定了分析方法的优劣和适用范围。

例如,仪器分析法所用仪器设备较昂贵,使用维护检修要求较高,一般还需用标准物质进行比较,但是仪器分析法具有灵敏准确、快速自动和简便多效的特点,适用于微量分析和痕量分析及过程分析或活体监测等,已成为研究化学现象和生命现象的主要工具,应用极为广泛。

要对各种分析方法的优劣和适用范围做出一般的比较和评价是困难的,因此我们应该全面地学习和研究各种分析方法,而且在实际工作中必须根据试样的组成、被测物质的性质和含量、干扰情况、分析要求和本单位的实际条件,选用适宜的分析方法,取长补短,互相配合,充分发挥各种方法的特长。只有这样,才能更好地完成实际分析任务。

1.3 分析检测的过程

要完成一项分析检测任务,通常包括以下三个步骤:

1. 选取样品

从大量的分析对象中选取具有代表性的一小部分作为分析试样。分析试样通常只有几克、十分之几克甚至更少,要使这样少的分析试样具有代表性(与被测对象总体具有相同的组成或某一指定的特征)是不容易的,然而如果分析试样不能反映被测对象总体的真实情况,对试样分析得再准确也是无用的,甚至可能导致错误的结论,给生产和科研造成很大的损失。

取样方法依具体的分析任务和分析对象而异,一般是随机地或系统地从不同部位采取一定量的样品,取样点和取样量决定于总体的均匀程度和分析目的对取样准确度的要求。所得的大量样品经捣碎、过筛、搅拌或振荡混匀后再分取少量的分析试样。