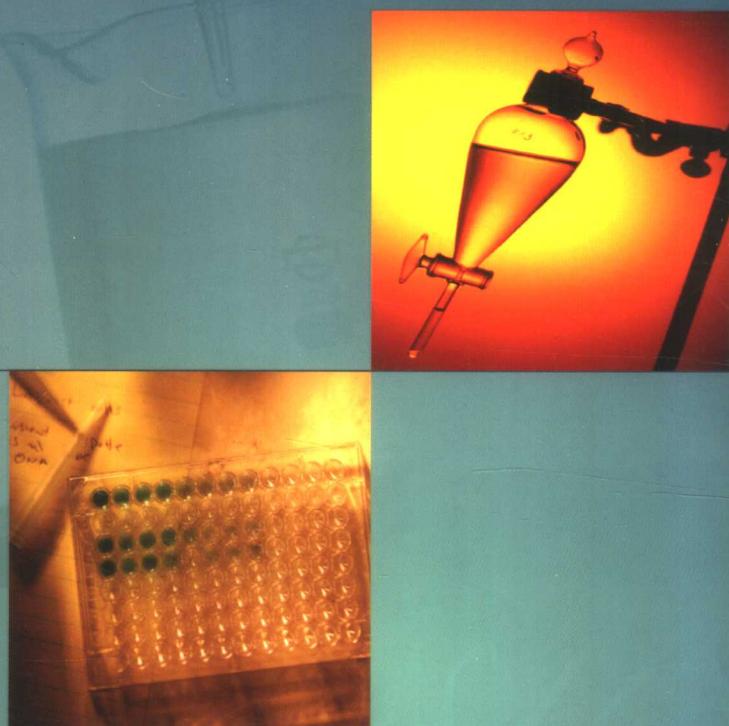




银领工程

高等职业教育技能型人才培养培训工程系列教材



胡伟光 主编

化学分析



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

银领工程
高等职业教育技能型人才培养培训工程系列教材

化 学 分 析

胡伟光 主编

高等教育出版社

内容提要

本书共分九章,内容包括定量分析测定中的误差、分析结果的数据处理、滴定分析法、重量分析法、定量分析中常用的分离方法等。本书简明扼要地阐述了各种定量化学分析方法的基本原理及应用技术。理论知识突出“必需、够用”的原则,实际内容体现了分析工职业技能鉴定的要求,补充了一些在实际分析工作中应用的知识。内容紧密联系化工、冶金、医药、食品和环境监测等行业分析测定的实例,突出应用性。本书的有关计算均采用法定计量单位。

本书可作为高职高专院校工业分析等专业的教材,也可供中高级分析检验技能培训及从事化工产品生产检验人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

化学分析 / 胡伟光主编. —北京:高等教育出版社,
2006. 6

ISBN 7 - 04 - 019528 - 3

I . 化... II . 胡... III . 化学分析 - 高等学校:技术学校 - 教材 IV . 065

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 054264 号

策划编辑 梁 琦 责任编辑 董淑静 封面设计 子 涛 责任绘图 吴文信
版式设计 张 岚 责任校对 殷 然 责任印制 毛斯璐

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010 - 58581000

购书热线 010 - 58581118
免费咨询 800 - 810 - 0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 国防工业出版社印刷厂

网上订购 <http://www.landraco.com>
<http://www.landraco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

开 本 787 × 1092 1/16 版 次 2006 年 6 月第 1 版
印 张 12.75 印 次 2006 年 6 月第 1 次印刷
字 数 300 000 定 价 16.40 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 傲权必究
物料号 19528 - 00

高等职业教育化学化工类专业系列教材编审委员会

主任:曹克广 丁志平

副主任:李居参 张方明 李奠础

委员:(以姓氏笔画为序)

于乃臣	马秉騫	王宝仁	王桂芝	王建梅	王焕梅
牛桂玲	邓素萍	孙伟民	关荐伊	许 宁	刘爱民
刘登辉	刘振河	伍百奇	曲志涛	陆 英	李明顺
时维振	冷士良	吴英绵	初玉霞	张荣成	张正兢
陈 宏	陈长生	林 峰	周 波	赵连俊	胡伟光
徐瑞云	索陇宁	高 琳	侯文顺	郭艳霞	程忠玲
魏培海					

出版说明

为了认真贯彻《国务院关于大力推进职业教育改革与发展的决定》，落实《2003—2007年教育振兴行动计划》，缓解国内劳动力市场技能型人才紧缺现状，为我国走新型工业化道路服务，自2001年10月以来，教育部在永州、武汉和无锡连续三次召开全国高等职业教育产学研经验交流会，明确了高等职业教育要“以服务为宗旨，以就业为导向，走产学研结合的发展道路”，同时明确了高等职业教育的主要任务是培养高技能人才。这类人才，既要能动脑，更要能动手，他们既不是白领，也不是蓝领，而是应用型白领，是“银领”。从而为我国高等职业教育的进一步发展指明了方向。

培养目标的变化直接带来了高等职业教育办学宗旨、教学内容与课程体系、教学方法与手段、教学管理等诸多方面的改变。与之相应，也产生了若干值得关注与研究的新课题。对此，我们组织有关高等职业院校进行了多次探讨，并从中遴选出一些较为成熟的成果，组织编写了“银领工程”丛书。本丛书围绕培养符合社会主义市场经济和全面建设小康社会要求的“银领”人才的这一宗旨，结合最新的教改成果，反映了最新的职业教育工作思路和发展方向，有益于固化并更好地推广这些经验和成果，很值得广大高等职业院校借鉴。我们的这一想法和做法也得到了教育部领导的肯定，教育部副部长吴启迪专门为首批“银领工程”丛书提笔作序。

我社出版的高等职业教育各专业领域技能型人才培养培训工程系列教材也将陆续纳入“银领工程”丛书系列。

“银领工程”丛书适合于高等职业学校、高等专科学校、成人高校及本科院校举办的二级职业技术学院、继续教育学院和民办高校使用。

高等教育出版社

2006年5月

前　　言

高等职业教育实行学历证书和职业资格证书并重,是高等职业教育改革的深入。因此,教材既要体现高等职业教育“高”的要求,又要突出职业教育“职”的特点。本书是在“十一五”期间诞生的,编者力求体现时代的要求,即以职业核心能力培养为目标确定教材内容,符合“双证”融通的要求。

本书力求体现知识的科学性、先进性、准确性和实用性,简明扼要地阐述了各种定量化学分析方法的基本原理及应用技术。理论知识突出“必需、够用”的原则,实际内容体现了分析工职业技能鉴定的要求,补充了一些在实际分析工作中应用的知识。内容紧密联系化工、冶金、医药、食品和环境监测等行业分析测定的实例,突出应用性。各章配有“学习目标”,各节配有“学习指导”,力求体现各章对学生知识和能力的具体要求,起到对学生学习的指导作用。课后的练习题,紧密联系职业技能鉴定的要求,使学生能在平时的学习中得到训练,突出培养高技能人才的鲜明特性。

书中阅读材料内容,旨在拓展学生的知识视野。“想一想”的内容旨在引导学生积极思维,调动学生学习的积极性,培养学生良好的思维习惯,为专业人才培养奠定良好的基础。

本书第一、二、三章由辽宁石化职业技术学院胡伟光编写,第五、六、七章由河南纺织高等专科学校高玉梅编写,第四、八、九章由太原科技大学化学与生物工程学院胡建水编写。全书由胡伟光统稿,由上海应用技术学院徐瑞云主审。本书在编写过程中得到了高等教育出版社有关领导和同志的大力支持,在此一并表示感谢。

书中难免存在一些疏漏和错误,恳请专家和读者批评指正。随着高等职业教育改革实践的深入,本书也将得到不断的完善和提高,让我们共同为高等职业教育教材建设与改革做出贡献。

编者

2006年2月

目 录

绪论	1	思考与练习 1-2	20
第一节 定量分析概述	1	第二节 分析结果的数据处理	21
一、分析化学的任务和作用	1	第一节 分析检验的数据记录及 检验报告	21
二、定量分析过程	2	一、分析检验的数据记录	21
三、定量分析结果的表示	3	二、分析实验报告的内容	22
思考与练习 0-1	4	三、化学检验报告的内容	22
第二节 分析方法的分类	4	思考与练习 2-1	23
一、定性分析、定量分析和结构分析	4	第二节 分析结果的数据处理	23
二、无机分析和有机分析	4	一、可疑值的检验与取舍	23
三、化学分析和仪器分析	5	二、置信度与平均值的置信区间	26
四、常量分析、半微量分析、微量分析和 超微量分析	6	思考与练习 2-2	27
五、常量组分分析、微量组分分析和痕量 组分分析	6	第三节 提高分析结果准确度的 方法	28
六、常规分析、快速分析和仲裁分析	7	一、选择合适的分析方法	28
思考与练习 0-2	7	二、减小测量误差	28
阅读材料 分析化学的发展趋势	7	三、减小随机误差	29
第一节 定量分析测定中的误差	9	四、消除测量过程中的系统误差	29
一、真实值、平均值与中位值	9	思考与练习 2-3	30
二、准确度与误差	10	第三节 滴定分析	32
三、精密度与偏差	11	第一节 概述	32
四、准确度与精密度的关系	14	一、滴定分析的基本术语	32
五、误差的分类及产生	14	二、滴定分析法的分类和滴定方式	33
思考与练习 1-1	15	三、滴定反应具备的条件	34
第二节 有效数字及运算规则	16	思考与练习 3-1	34
一、有效数字	17	第二节 标准溶液	35
二、有效数字的修约规则	17	一、基准物质	35
三、有效数字的运算规则	19	二、标准溶液浓度的表示方法	35
四、有效数字运算规则应用时的 注意事项	19	三、标准溶液的配制与标定	36
		思考与练习 3-2	37

目 录

第三节 滴定分析中的计算	38	二、返滴定法	74
一、滴定分析计算的依据	38	三、间接滴定法	74
二、滴定分析中的计算	38	四、置换滴定法	75
思考与练习 3-3	41	思考与练习 4-7	75
第四章 酸碱滴定法	43	阅读材料 酸碱滴定中 CO ₂ 的影响	76
第一节 概述	43	* 第八节 非水溶液中的酸碱滴定	77
一、酸碱质子理论	43	一、概述	77
二、酸的浓度、酸度和活度	46	二、溶剂的分类和性质	77
思考与练习 4-1	47	三、非水滴定溶剂具备的条件	79
第二节 酸碱溶液中的分布分数及 H ⁺ 浓度的计算	47	四、标准溶液和滴定终点的确定	80
一、分布分数与分布曲线	47	思考与练习 4-8	80
二、酸碱水溶液中 H ⁺ 浓度计算公式及 使用条件	49		
思考与练习 4-2	51		
第三节 酸碱缓冲溶液及应用	51		
一、缓冲溶液及分类	52		
二、缓冲溶液配制及 pH 计算	52		
三、缓冲溶液的选择	53		
思考与练习 4-3	54		
第四节 酸碱指示剂	54		
一、酸碱指示剂的作用原理	54		
二、指示剂的变色范围	55		
三、混合指示剂	57		
思考与练习 4-4	58		
第五节 酸碱滴定曲线和指示剂的选择	59		
一、一元酸碱的滴定	59		
二、多元酸碱、混合酸碱的滴定	65		
思考与练习 4-5	68		
第六节 酸碱标准溶液的配制和标定	69		
一、HCl 标准溶液的配制和标定	69		
二、NaOH 标准溶液的配制和标定	70		
思考与练习 4-6	71		
第七节 酸碱滴定法的应用	71		
一、直接滴定法	72		

目 录

思考与练习 5-5	107	三、高锰酸钾法的应用	129
阅读材料 水的硬度	108	思考与练习 7-3	131
第六章 沉淀滴定法	109	第四节 重铬酸钾法	132
第一节 概述	109	一、重铬酸钾法的特点	132
一、沉淀滴定反应具备的条件	109	二、重铬酸钾标准溶液的制备	133
二、银量法的分类	110	三、重铬酸钾法的应用	134
思考与练习 6-1	110	思考与练习 7-4	134
第二节 莫尔法	110	第五节 碘量法	135
一、测定原理	110	一、碘量法的特点	135
二、滴定条件	110	二、标准溶液的制备	136
三、莫尔法的应用	111	三、碘量法的应用	137
思考与练习 6-2	112	思考与练习 7-5	139
第三节 佛尔哈德法	113	阅读材料 著名化学家能斯特	141
一、测定原理	113	第八章 重量分析法	142
二、滴定条件	113	第一节 概述	142
三、佛尔哈德法的应用	114	一、重量分析法的特点和分类	142
思考与练习 6-3	115	二、沉淀重量法对沉淀形式和称量	
* 第四节 法扬司法	116	形式的要求	143
一、吸附指示剂的作用原理	116	三、沉淀剂的特点和选择	144
二、使用吸附指示剂的注意事项	117	思考与练习 8-1	145
三、法扬司法的应用	117	第二节 沉淀的溶解度及其影响	
思考与练习 6-4	117	因素	146
第七章 氧化还原滴定法	119	一、沉淀的溶解度	146
第一节 概述	119	二、影响沉淀溶解度的因素	147
一、氧化还原反应的特点	119	思考与练习 8-2	150
二、条件电极电位	119	第三节 沉淀的类型和沉淀的形成	151
三、氧化还原反应进行的程度	121	一、沉淀的类型	151
四、影响氧化还原反应速率的因素	122	二、沉淀的形成过程	151
思考与练习 7-1	124	三、沉淀条件的选择	153
第二节 氧化还原滴定前的预处理	125	思考与练习 8-3	154
一、预处理的目的	125	第四节 影响沉淀纯度的因素	155
二、预处理剂的选用条件	125	一、共沉淀现象	155
思考与练习 7-2	127	二、继沉淀现象	157
第三节 高锰酸钾法	127	三、提高沉淀纯度的措施	157
一、高锰酸钾法的特点	127	思考与练习 8-4	158
二、高锰酸钾标准溶液的制备	128	第五节 重量分析结果的计算	159
		一、换算因数	159

目 录

二、分析结果的计算示例	159	阅读材料 建筑材料——水泥	175
思考与练习 8-5	160	附录	176
阅读材料 固体物质中水分的存在 形式	160	附录一 弱酸在水中的解离常数 (25°C, I=0)	176
第九章 定量分析中常用的分离方法 和一般步骤	162	附录二 弱碱在水中的解离常数 (25°C, I=0)	178
第一节 定量分析中常用的分离 方法	162	附录三 金属配合物的稳定常数	178
一、沉淀分离法	162	附录四 金属离子与氨基酸配位剂配合物 稳定常数的对数	180
二、溶剂萃取分离法	163	附录五 标准电极电位(25°C)	181
三、离子交换分离法	165	附录六 部分氧化还原电对的条件 电位(25°C)	182
四、色谱分离法	167	附录七 难溶化合物的活度积(K_{sp}^0)和 溶度积(K_{sp} , 25°C)	183
思考与练习 9-1	169	附录八 相对原子质量(A_r)表	186
第二节 定量分析的一般步骤	170	附录九 化合物的摩尔质量(M)表	187
一、试样的采取和制备	170	参考文献	190
二、试样的分解	172		
三、干扰组分的分离	174		
四、待测组分定量分析方法的选择	174		
思考与练习 9-2	174		

绪论

学习目标

- 了解本门课程的任务、性质和作用，明确学习该课程的重要性；
- 了解分析方法的分类方法及内容；
- 理解定量分析结果的表示方法，为后续应用奠定基础；
- 掌握化学分析、定量分析、常量组分分析、常规分析、仲裁分析等术语。

第一节 定量分析概述

【学习指导】 分析化学包括化学分析和仪器分析，本门课程学习化学分析法中的定量分析方法，定量化学分析的任务是用化学分析方法测定物质中某组分的含量。本门课程的实践性和应用性很强，对于分析工职业技能鉴定和岗位应用都是非常重要的。

一、分析化学的任务和作用

分析化学(analytical chemistry)是人们获取物质的化学组成与结构信息的科学，即表征和测量的科学。这种表征标志着计算机技术在分析化学中的应用，把分析化学引入现代发展阶段。分析化学的任务是对物质进行组成、含量分析和结构鉴定，研究获取物质化学信息的理论和方法。

分析化学包括化学分析和仪器分析，化学分析法是以物质的化学反应为基础的分析方法。化学分析又分为定性分析和定量分析，定量化学分析的任务是用化学分析方法测定物质中某组分的含量。定量分析的对象既可以是有机物，也可以是无机物。本门课程主要学习针对无机物的化学定量分析，主要包括滴定分析法和重量分析法，常用于待测组分在1%以上含量的测定。因为化学分析是分析化学的一部分，因此，在系统学习本门课程时，应对分析化学的作用有一个概括的了解。

分析化学在国民经济、国防建设、资源开发和现代科学的四大领域(生命科学、信息科学、材料科学和环境科学)中，发挥着重要的作用，涉及人们的衣、食、住、行、用等各个方面。例如，在环境保护、维持生态平衡的研究中，污染源、污染物及其转化规律、危害性和消除方法的确定；在新材料科学的研究中，材料的性能与其化学组成和结构有密切的关系；在资源、能源的研究中，分析化学是获取地质组成、结构、性能及其揭示地质环境变化过程的重要手段；在核材料、煤炭、石油、天然气及金属资源的探测、开采、冶炼、应用等方面，都要靠分析化学提供多种信息。在生命科学、生物工程领域中，分析化学在揭示生命起源、研究疾病和遗传的奥秘等方面起着重要的作用。例如，对于确定糖类、蛋白质、各种抗原、抗体、激素及受体的组成、结构、生物活性、免疫功能等的

测定；在医学科学的研究领域中，对新药物开发研制、临床诊断等。

分析化学在工农业生产及国防建设中更有着重要的作用。分析化学在工业生产中的重要性，主要表现在原材料的选择、加工，半成品、产品质量的检查，工艺流程的控制，新产品的研制，新工艺及技术的革新，进出口商品的检验等方面，均需以分析化学提供的信息为依据，所以分析化学被称为工业生产的“眼睛”；在农业生产方面，水、土、气、农药、化肥成分的分析，农产品品质的检验和深加工，农作物营养的诊断，肥料的合理配制，生态农业，优良品种的选育，化肥、农药、激素残留量的检验，动物营养及饲料添加剂的分析等都离不开分析化学；在国防建设中，核武器材料、航天材料以及化学试剂等的研究和生产过程中，分析化学都起着重要的作用。这些分析测试方法，既有仪器分析方法，又有化学分析方法，两者相辅相成，唇齿相依。

目前，分析化学正处于发展变革的新时期，现代分析化学不仅仅要解决定性分析和定量分析的问题，而且要提供更多的信息，尤其是物质结构与性能关系的信息，成为参与处理和解决问题的决策者。

二、定量分析过程

1. 取样

在分析工作中被采用来进行分析的物质称为样品或试样，它可以是固体、液体或气体。分析化学要求被分析试样在组成和含量上具有一定的代表性，能反映全部物料的平均组成，否则，即使分析方法再好，分析结果再准确，也是毫无意义的，甚至可能导致错误的结论，给生产或科研带来很大的损失。

取样的基本目的是从被检的总体物料中取得有代表性的试样。通过对试样的检测，得到在允许误差内的数据，从而求得被检物料的某一或某些特性的平均值。采取有代表性的试样必须用特定的方法或顺序。对不同的分析对象取样方式也不相同。有关的国家标准或行业标准对不同分析对象的取样方法都有严格的规定，应认真按规定操作。取样的通常方法是：从大批物料的不同部分、不同深度选取多个取样点取样，然后将各点取得的试样粉碎之后混合均匀，再从混合均匀的试样中取少量作为分析试样。

2. 试样的分解

定量分析中，除少数特殊的分析方法可以不需要破坏试样外，大多数分析方法都采用湿法分析，即将干燥好的试样分解后转入溶液中，然后进行测定。分解试样的方法很多，主要有溶解法和熔融法。实际工作中，应根据试样的性质和分析要求选用适当的分解方法。例如，测定大理石中碳酸钙的含量，试样需要先用酸溶解，转变成溶液后再进行测定；硅酸盐中硅含量的测定，则需要将试样先进行碱熔，将其转变成可溶解产物，溶解后再进行测定。

3. 消除干扰

复杂物质中常含有多种组分，在测定其中某一组分时，必须考虑不同组分间的相互干扰，若共存的其他组分对待测组分的测定有干扰，则应设法消除。采用加入试剂（称为掩蔽剂）的方法来消除干扰，操作上简便易行。但在多数情况下需要采用将被测组分与干扰组分进行分离的方法。目前常用的分离方法有沉淀分离、萃取分离、离子交换和色谱法分离等，要视具体情况而定。详细内容见第九章。

4. 定量测定

各种测定方法在灵敏度、选择性和适用范围等方面有较大的差别,应根据分析的目的要求,被测组分的性质、含量等因素综合加以考虑,选择合适的分析方法进行测定。如常量组分通常采用化学分析方法,而微量组分需要使用分析仪器进行测定。

5. 分析结果的计算及评价

根据分析过程中有关化学反应的计量关系和分析测量所得数据,计算试样中有关组分的含量。应用统计学方法对测定结果及其误差进行评价,判断分析结果的可靠程度。

上述的基本步骤只是各种定量分析过程中的共性部分。实际上分析是一个复杂的过程,试样的多样性也使分析过程不可能一成不变,因此,对某一试样的具体定量分析过程,还要视具体情况而定。

三、定量分析结果的表示

1. 待测组分的化学表示形式

分析结果通常以待测组分实际存在形式的含量表示。例如,测得试样中的含磷量后,根据实际情况以 P , P_2O_5 , PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , $H_2PO_4^-$ 等形式的含量来表示分析结果。

如果待测组分的实际存在形式不清楚,则分析结果最好以氧化物或元素形式的含量表示。例如,各种元素的含量在矿石分析中常以其氧化物形式(如 K_2O , CaO , MgO , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , P_2O_5 和 SiO_2 等)的含量表示,在金属材料和有机分析中常以元素形式(如 Fe , Al , Cu , Zn , Sn , Cr , W 和 C , H , O , N , S 等)的含量表示。电解质溶液的分析结果常以所存在的离子含量表示。

2. 待测组分含量的表示方法

试样的状态不同,其待测组分含量的表示方法也有所不同。

(1) 固体试样 固体试样中待测组分的含量通常以质量分数表示。若试样中含待测组分的质量以 m_B 表示,试样质量以 m_s 表示,它们的比称为物质 B 的质量分数,以符号 w_B 表示,即

$$w_B = m_B / m_s$$

计算结果数值常以百分数表示。例如,测得某水泥试样中 CaO 的质量分数表示为: $w(CaO) = 60.52\%$ 。若待测组分含量很低,可采用 $\mu g/g$ (或 10^{-6})、 ng/g (或 10^{-9}) 和 pg/g (或 10^{-12}) 来表示。

(2) 液体试样 液体试样中待测组分的含量通常有如下表示方式。

① 物质的量浓度:表示待测组分 B 的物质的量 n_B 除以溶液的体积 V_s ,以符号 c_B 表示。常用单位为 mol/L 。

② 质量分数:表示待测组分的物质的质量 m_B 除以试液的质量 m_s ,以符号 w_B 表示。

③ 体积分数:表示待测组分的体积 V_B 除以试液的体积 V_s ,以符号 φ_B 表示。此浓度多用在液体有机试剂或气体分析中。

④ 质量浓度:表示组分 B 的质量与混合物体积之比。以符号 ρ_B 表示,单位为 g/L , mg/L , $\mu g/L$ 或 $\mu g/mL$, ng/mL , pg/mL 等。此浓度多用于浓度较低的溶液,如杂质含量、指示剂溶液等。

(3) 气体试样 气体试样中的常量或微量组分的含量常以体积分数 φ_B 表示。

思考与练习 0-1

一、要点回顾

1. 定量分析过程

一般包括取样、试样分解、消除干扰、定量测定、分析结果的计算及评价。

2. 定量分析结果的表示

被测组分的化学表示形式通常以待测组分实际存在形式表示。如果待测组分的实际存在形式不清楚，则最好以氧化物或元素形式的含量表示分析结果。试样的状态不同，其待测组分含量的表示方法也有所不同。

二、学习思考

1. 定性分析、定量分析和结构分析的任务是什么？

2. 对物质进行定量分析主要有哪些方法？

3. 定量分析结果应如何表达？

三、练习题

1. 将 100 mg NaCl 溶于 1 000 mL 水中，请用 c , w , ρ 表示溶液中 NaCl 的含量。

2. 用无水乙醇配制体积分数 75% 的乙醇溶液 500 mL, 应取无水乙醇多少毫升？

第二节 分析方法的分类

【学习指导】 分析方法的分类是对同一事物从不同角度进行归类，本门课程是学习化学分析方法中的定量分析方法，测定对象主要是无机物质，属于常量组分分析。

根据分析的任务、对象、测定原理、试样用量、被测组分含量和具体要求等方面的不同，分析化学的分类方法有很多种。

一、定性分析、定量分析和结构分析

根据分析的目的和要求的不同，分析化学可分为定性分析(qualitative analysis)、定量分析(quantitative analysis)和结构分析(structural analysis)。定性分析的任务是鉴定物质由哪些元素、基团或化合物所组成，确定物质的化学成分；定量分析的任务是测定物质中各有关组分的相对含量；结构分析的任务是研究物质的分子结构或晶体结构，通过测定物质的空间构型、排布方式，从其微观结构进一步研究物质的物理、化学等方面性质。

二、无机分析和有机分析

根据分析的对象不同，分析化学可分为无机分析(analyses of inorganic substance)和有机分析(analyses of organic substance)。无机分析的对象是无机物，由于无机物的组成元素种类繁多，无机分析的任务主要是鉴定物质的组成和各组分的相对含量。有机分析的对象是有机物，虽然组成有机物的元素种类不多，但由于同分异构体的存在，其结构复杂，物质的性质也会有较大的差别。

所以,有机物分析不仅要进行定性、定量分析,更主要的是要进行官能团和分子结构分析。

三、化学分析和仪器分析

根据分析的原理和使用仪器的不同,分析化学可分为化学分析(chemical analysis)和仪器分析(instrumental analysis)。

1. 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。化学分析法历史悠久,是分析化学的基础,又称为经典分析法,是本课程的主要学习内容。根据其反应类型、操作方法的不同,化学分析法可分为滴定分析法和重量分析法。

(1) 滴定分析法 根据滴定所消耗标准溶液的浓度和体积以及化学反应计量关系,从而求出被测物质的含量,这种方法称为滴定分析法。根据其反应的类型、操作的方法不同,又将其分为酸碱滴定分析法、配位滴定分析法、氧化还原滴定分析法和沉淀滴定分析法等。

滴定分析法仪器设备简单,操作简便,分析速度快,准确度高,一般相对误差为0.1%左右,因此,广泛地应用于科学的研究和工农业生产之中。

(2) 重量分析法 根据物质的化学性质,选择合适的化学反应,将被测组分转化为一种组成固定的沉淀或气体形式,通过纯化、干燥、灼烧或吸收剂的吸收等一系列处理后,精确称量,从而求出被测组分的含量,这种方法为重量分析法。重量分析法仪器设备简单,不需要标准试样进行比较,并且有较高的准确度,其相对误差一般小于0.1%,常作为国家或行业颁布的标准分析方法,但其操作繁琐,分析速度较慢。

2. 仪器分析

以物质的物理或物理化学性质为基础,使用特殊的仪器进行分析测定的方法称为仪器分析法。根据其分析原理和使用仪器的不同,仪器分析法可分为光学分析法、电化学分析法和色谱分析法等。

(1) 光学分析法 以物质的光学性质为基础的分析方法,称为光学分析法。光学分析法分为如下几种方法。

① 吸光光度分析法:根据物质对光选择性的吸收而建立起来的定性、定量或结构分析的方法,称为吸光光度分析法。如可见、紫外、红外吸光光度分析法。

② 原子发射光谱分析法:根据物质吸收能量(原子化)激发后,原子所产生的特征辐射进行的定性、定量分析方法,称为原子发射光谱分析法。

③ 原子吸收光谱分析法:物质吸收能量而原子化,根据基态原子对特征谱线的吸收来进行分析的方法,称为原子吸收光谱分析法。

④ 分子发射光谱分析法:依据对特征谱线、化学能或其他能量的吸收而发光建立起来的分析方法,称为分子发射光谱分析法。如分子荧光分析、磷光分析和化学发光分析等。

此外,光学分析法还有X射线分析、光声光谱分析、光导纤维传感分析、激光拉曼光谱分析等。

(2) 电化学分析法 以物质的电学或电化学性质为基础的分析方法,称为电化学分析法。

① 电导分析法:以测量溶液电导为基础确定物质含量的分析方法,称为电导分析法,包括直接电导法和电导滴定法。

② 电位分析法:通过测定无电流通过时溶液的电位差而确定物质含量的分析方法,称为电

位分析法,包括直接电位法和电位滴定法。

(3) 电解及库仑分析法:应用外加直流电源电解试液后,直接称量电极上析出被测物质的质量的分析方法,称为电解(电重量)分析法。根据电解过程中消耗的电荷量求得被测物质含量的方法,称为库仑分析法。

(4) 极谱分析与伏安分析法:指通过对试液电解得到的电流-电压关系曲线而进行定性、定量分析的方法。凡使用滴汞电极或其他表面周期性更新的液体电极,则称为极谱分析法;凡使用固体电极或表面静止的电极,则称为伏安分析法。

(3) 色谱分析法 利用物质物理化学性质(如吸附、分配、分子体积、极性强弱、电化学等性质)的差异进行分离分析的方法,称为色谱分析法。如气相色谱分析法、高效液相色谱分析法、薄层色谱分析法、毛细管电泳分析法等。

(4) 热分析法 利用物质的温度与其性质(如体积、质量、反应热等)之间的关系而建立起来的分析方法,称为热分析法。如测温滴定法、热重量法、差示热分析法等。

(5) 放射分析法 是依据物质的放射性辐射进行分析的方法。如同位素稀释法、中子活化分析法等。

化学分析和仪器分析都是分析化学的重要组成部分。仪器分析方法的优点是快速、灵敏,操作简便,自动化程度高,易于实现在线分析等,是分析化学的发展方向。但一般不适用于高含量组分的测定,并且其仪器设备较为复杂、价格比较昂贵,维护、检修较为费事,使用、保存的环境条件要求较为苛刻,这是影响仪器分析普及推广的主要因素。化学分析一般适用于常量组分分析,其准确度较高。另外,试样在用仪器分析之前,一般都要用化学分析的方法进行预处理,如试样的溶解、干扰物质的分离、被测组分的富集、标样的合成或标定等,均需用化学分析的方法。著名分析化学家梁树权认为,化学分析和仪器分析是分析化学两大支柱,两者唇齿相依,相辅相成,彼此相得益彰。因此,使用时可根据情况相互配合。

四、常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析

根据分析试样时所用试样量的多少,可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析。

方法	试样用量/g	试液体积/mL
常量分析	>0.1	>10
半微量分析	0.01~0.1	1~10
微量分析	0.0001~0.01	0.01~1
超微量分析	<0.0001	<0.01

五、常量组分分析、微量组分分析和痕量组分分析

根据被测组分在试样中相对含量的多少,可分为常量组分分析、微量组分分析和痕量组分分析。

方法	常量组分分析	微量组分分析	痕量组分分析
相对含量/%	>1	0.01~1	<0.01

一般情况下,常量组分分析取样量较多,大都采用化学分析法,而微量组分分析和痕量组分分析,则采用仪器分析的方法。

六、常规分析、快速分析和仲裁分析

常规分析是指厂矿企业实验室为配合生产所进行的日常分析,也称之为例行分析。快速分析则是要求在很短的时间内快速给出分析结果,例如,炼钢过程的炉前分析。当不同单位对同一试样给出的分析结果有较大差异而产生争议时,则要求具有一定权威的部门,采用指定的标准分析方法进行分析,以确定分析结果的可靠性,这种分析称为仲裁分析或裁判分析。

分析化学由于广泛吸取了当代科学技术的最新成就,已成为当今最富活力的学科之一。为满足当代科学技术发展的需要,分析化学正朝着从常量分析、微量分析到微粒分析,从总体分析到微区、表面分析,从宏观结构分析到微观结构分析,从组织分析到形态分析,从静态追踪到快速反应追踪,从破坏试样分析到无损分析,从离线分析到在线分析,从直接分析到遥控分析,从简单体系分析到复杂体系分析的方向发展和完善。

思考与练习 0-2

一、要点回顾

1. 分析方法分类

根据分析目的和要求的不同,可分为定性分析、定量分析和结构分析;根据分析的对象不同,可分为无机分析和有机分析;根据分析的原理和使用仪器的不同,可分为化学分析和仪器分析;根据分析试样时所用试样量的多少,可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析;根据被测组分在试样中相对含量的多少,可分为常量组分分析、微量组分分析和痕量组分分析;根据在生产中的应用,可分为常规分析、快速分析和仲裁分析。

2. 本门课程学习的内容

学习化学分析方法中的定量分析方法,主要测定对象是无机物质。根据被测组分在试样中相对含量的多少,本门课程的任务是对被测无机物质的常量组分分析。

二、学习思考

1. 根据其反应的类型、操作的方法不同,滴定分析方法又可分为哪几种?
2. 无机物和有机物有何区别?
3. 什么是化学分析、定量分析、常量组分分析、例行分析?

三、练习题

某物质中被测组分的质量分数为 53.26%,根据被测组分在试样中相对含量的多少,它属于何种分析方法?

阅读材料 分析化学的发展趋势

一、分析化学的发展过程简介

分析化学学科的发展经历了三次巨大变革:第一次是在 20 世纪初,随着物理化学的溶液理论的发展,建立