

分析化验基础
化学分析法基础
吸光光度法
电位分析法
气相色谱法
高效液相色谱法

化验员 必备

HUAYANYUAN BIBEI

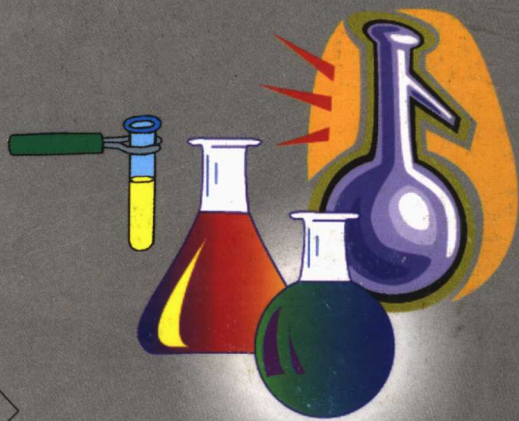
曾鸽鸣 李庆宏 / 编著

分析化验中的误差与数据处理

常用物理常数的测定

化验室的建设

管理与安全防护



Hunan Science & Technology Press

湖南科学技术出版社

分析化验基础
化学分析法基础
吸光光度法
电位分析法
气相色谱法
高效液相色谱法

化验员 必备

HUAYANYUAN BIBEI


曾鸽鸣 李庆宏 / 编著

分析化验中的误差与数据处理

常用物理常数的测定

化验室的建设

管理与安全防护

 Hunan Science & Technology Press

湖南科学技术出版社

化验员必备

编 著：曾鸽鸣 李庆宏

责任编辑：徐 为

出版发行：湖南科学技术出版社

社 址：长沙市湘雅路 276 号

<http://www.hnstp.com>

邮购联系：本社直销科 0731-4375808

印 刷：湖南飞碟新材料有限责任公司
衡阳印务分公司

(印装质量问题请直接与本厂联系)

厂 址：湖南省衡阳市黄茶岭光明路 21 号

邮 编：421008

出版日期：2005 年 1 月第 1 版第 1 次

开 本：850mm×1168mm 1/32

印 张：15.25

插 页：6

字 数：372000

书 号：ISBN 7-5357-4101-0/TQ·53

套 价：35.00 元

(版权所有·翻印必究)

内 容 提 要

本书从化验分析工作的特点出发，注重理论与实践的应用，较为详细地介绍了分析化验人员应具备的基本知识与基本技能，是一本对化验员学习和实践都很有指导意义的必备参考书。

本书共分为九章，着重介绍了分析化验基础、化学分析法基础、吸光度法、电位分析法、气相色谱法、高效液相色谱法、分析化验中的误差与数据处理、常用物理常数的测定、化验室的建设、管理与安全防护等作为化验人员必备的知识和技能，书末附有常用的有关数表。

书中内容深入浅出，通俗易懂，具体实用。可供生产部门、科研单位从事分析化验工作的同志参考和阅读，也可供高等学校相关专业的师生作为教学参考书。

前 言

分析化验是研究物质的质和量的重要方法之一，是化学学科的一个分支，随着科学技术的不断发展，已经渗透到许多科学领域之中。不论是在工农业生产上或是化学学科本身的发展上，或者在与化学相关的学科领域中，分析化验都在其中起着重要的作用。现在，随着国民经济的发展，各行业的分析化验人员的队伍不断更新、扩大，分析化验岗位上增加了大量的新生力量。与此同时，各行业对分析化验人员的业务素质和要求也越来越高，为了帮助化验人员在新的岗位上，学习掌握实际分析化验的基本知识与基本技能，提高理论水平，编写了这本《化验员必备》。

由于分析化验工作是一门实践性很强的基础技术，本书从分析化验工作的特点出发，结合自己多年积累的经验和实践中的点滴体会，在注重实际应用的基础上，将理论与实践紧密结合，较全面地介绍了化验员必须掌握的基本知识、基本概念、基本理论、基本技能，较系统地阐述了化学分析法基本理论和应用、工厂化验室常见的仪器分析方法原理及应用、分析化验实验数据的处理、常用物理常数的测定、化验室的建设、管理与安全防护，是一本对化验员学习和实践都很有指导意义的必备的参考书。

本书分为四大部分共九章，第一部分（第1章）为分析化验

的基本操作，着重介绍了分析化验人员必须掌握的基本操作知识和有关计算；第二部分（第2章）为化学分析的基本方法，着重介绍了几种常用的化学分析方法；第三部分（第3~第6章）为常用的仪器分析方法，重点介绍了几种常用的仪器分析方法及其应用；第四部分（第7~第9章）为定量分析中的误差与数据处理、常见物理常数的测定方法以及化验室的管理与安全防护等方面的内容。为了便于分析化验人员查阅有关数据，书末附有常用的有关数表和主要参考书目。

参加本书编写的有曾鸽鸣（第1章的第3节、第4节、第5节、第6节，第2章、第3章、第4章和第7章），李庆宏（第1章的第1节、第2节、第7节，第5章、第6章、第8章、第9章和附录），由李庆宏统稿。

由于编者水平有限，书中如有不妥或错误之处，欢迎广大读者批评指正。

本书在编写过程中，参考了国内外出版的一些相关教材和专著，受到许多有益的启发，同时也得到了许多同仁的支持和帮助，在此一并表示感谢。

编者

2004年8月于长沙

目 录

1 分析化验基础	(1)
1.1 分析天平	(1)
1.1.1 分析天平的构造原理及主要部件	(1)
1.1.2 分析天平的安装	(6)
1.1.3 分析天平的质量指标及其测定	(8)
1.1.4 分析天平的使用规则及其保养	(12)
1.1.5 分析天平的称量方法	(13)
1.1.6 分析天平的常见故障的处理	(14)
1.2 试样的采集、制备与分解	(22)
1.2.1 试样的采集与制备的方法	(22)
1.2.2 试样的分解	(25)
1.3 普通溶液的配制与计算	(29)
1.3.1 质量分数 (w) 溶液配制与计算	(30)
1.3.2 体积分数 (φ) 溶液配制与计算	(33)
1.3.3 质量浓度溶液的配制与计算	(34)
1.4 标准溶液的配制与计算	(35)
1.4.1 标准溶液的配制方法	(35)
1.4.2 物质的量浓度溶液的配制及其计算	(38)
1.4.3 滴定度溶液的配制及其计算	(43)

1.4.4	标准溶液浓度的换算	(45)
1.4.5	离子标准溶液的配制及其计算	(47)
1.5	滴定分析结果的计算	(48)
1.5.1	滴定分析计算原理	(48)
1.5.2	滴定分析结果计算示例	(50)
1.6	酸碱溶液的 pH 值的计算	(55)
1.6.1	酸碱质子理论	(55)
1.6.2	酸碱溶液的 pH 值定义	(59)
1.6.3	强酸强碱溶液的 pH 值计算	(60)
1.6.4	弱酸弱碱溶液的 pH 值计算	(61)
1.6.5	盐溶液的 pH 值计算	(64)
1.6.6	缓冲溶液 pH 值的计算	(68)
1.7	玻璃量器的校准	(72)
1.7.1	量器校正的常用方法	(72)
1.7.2	量器的校正实例	(75)
2	化学分析法基础	(78)
2.1	概述	(78)
2.1.1	分析化学的任务与作用	(78)
2.1.2	分析方法的分类	(78)
2.1.3	滴定分析法的分类与滴定反应的条件	(80)
2.1.4	滴定方式	(82)
2.2	酸碱滴定法	(85)
2.2.1	酸碱指示剂	(85)
2.2.2	酸碱滴定曲线及指示剂的选择	(92)
2.2.3	酸碱标准溶液的配制与标定	(111)
2.2.4	应用实例	(115)
2.3	配位滴定法	(123)
2.3.1	能用于配位滴定的配位反应必须具备的条件	(123)
2.3.2	EDTA 及其特性	(124)
2.3.3	EDTA 金属离子配合物在水溶液中的离解平衡	(126)

目 录

2.3.4	配位滴定指示剂——金属指示剂	(133)
2.3.5	EDTA 标准溶液的配制和标定	(140)
2.3.6	应用实例	(142)
2.4	沉淀滴定法	(146)
2.4.1	沉淀滴定法对沉淀反应的要求	(146)
2.4.2	银量法确定滴定终点的方法	(147)
2.4.3	标准溶液的配制与标定	(153)
2.4.4	应用实例	(155)
2.5	氧化还原滴定法	(156)
2.5.1	对于氧化还原滴定反应的一般要求	(156)
2.5.2	氧化还原滴定指示剂	(160)
2.5.3	常见的几种氧化还原滴定法	(163)
2.6	重量分析法	(184)
2.6.1	重量分析理论基础	(184)
2.6.2	重量分析对沉淀形式与称量形式的要求	(187)
2.6.3	影响沉淀溶解度的因素	(187)
2.6.4	影响沉淀纯度的因素	(189)
2.6.5	沉淀的类型及沉淀条件	(191)
2.6.6	沉淀的过滤、洗涤与烘干和灼烧	(193)
3	吸光光度法	(196)
3.1	概述	(196)
3.1.1	化学分析方法的特点	(196)
3.1.2	吸光光度法的特点	(197)
3.2	吸光光度法的分析原理	(197)
3.2.1	物质对光的选择性吸收	(197)
3.2.2	光吸收的基本定律	(200)
3.3	光度测量的误差和测量条件的选择	(203)
3.3.1	仪器测量误差(吸光度的读数误差)	(203)
3.3.2	测量条件的选择	(204)
3.4	吸光光度法的定量测定方法	(206)

3.4.1	单组分的定量测定方法	(206)
3.4.2	多组分同时定量测定方法	(211)
3.4.3	差示分光光度法	(214)
4	电位分析法	(217)
4.1	电位分析法的基本原理	(217)
4.1.1	概述	(217)
4.1.2	电位分析法的基本原理	(217)
4.1.3	参比电极	(219)
4.1.4	指示电极	(220)
4.2	直接电位法	(223)
4.2.1	pH 的电位测定	(223)
4.2.2	离子活度或浓度的测定	(224)
4.2.3	离子活度或浓度的测定方法	(224)
4.3	电位滴定法简介	(228)
5	气相色谱法	(232)
5.1	色谱法概述	(232)
5.1.1	色谱法的由来	(232)
5.1.2	色谱法的分离原理与特点	(233)
5.1.3	色谱法的应用	(235)
5.1.4	色谱法的分类	(236)
5.2	气相色谱仪的构造	(237)
5.2.1	气路系统	(237)
5.2.2	进样系统	(241)
5.2.3	分离系统	(242)
5.2.4	检测系统	(244)
5.2.5	记录系统	(244)
5.3	气相色谱检测器	(245)
5.3.1	几种常用的检测器	(245)
5.3.2	检测器的性能指标	(257)
5.4	气相色谱法的理论基础	(262)

目 录

5.4.1	气相色谱的流出曲线	(262)
5.4.2	气相色谱法的常用术语	(264)
5.4.3	塔板理论和速率理论	(265)
5.4.4	色谱分离条件的选择	(272)
5.5	气相色谱固定相	(276)
5.5.1	固体固定相	(276)
5.5.2	液体固定相	(278)
5.5.3	合成固定相	(287)
5.6	气相色谱的定性与定量分析	(288)
5.6.1	气相色谱定性分析	(289)
5.6.2	气相色谱定量分析	(291)
6	高效液相色谱法	(302)
6.1	高效液相色谱法概述	(302)
6.2	高效液相色谱法基本原理	(303)
6.2.1	色谱过程的保留作用	(303)
6.2.2	谱带扩张	(304)
6.3	仪器与装置	(309)
6.3.1	储液罐	(310)
6.3.2	高压输液泵	(310)
6.3.3	梯度洗脱装置	(313)
6.3.4	进样装置	(314)
6.3.5	色谱柱	(315)
6.3.6	检测器	(317)
6.4	高效液相色谱固定相	(324)
6.4.1	固定相的分类和特点	(324)
6.4.2	固定相在各类色谱中的应用	(329)
6.5	高效液相色谱流动相	(338)
6.5.1	溶剂的一般要求	(338)
6.5.2	溶剂的基本特性	(338)
6.5.3	溶剂的选择	(343)

6.6	高效液相色谱的应用	(344)
6.6.1	定性定量分析	(344)
6.6.2	制备	(345)
6.6.3	分离	(345)
6.7	高效离子色谱法简介	(346)
6.7.1	高效离子色谱法概述	(346)
6.7.2	高效离子色谱法的基本原理	(346)
6.7.3	双柱离子色谱法	(347)
6.7.4	单柱离子色谱法	(349)
7	分析化验中的误差与数据处理	(351)
7.1	分析化验中关于误差的一些基本概念	(351)
7.1.1	准确度与精密度	(351)
7.1.2	分析测定中的误差	(358)
7.1.3	分析测定中误差的减免	(360)
7.2	有效数字的运算规则在分析测定中的应用	(363)
7.2.1	有效数字及其运算规则	(363)
7.2.2	有效数字的运算规则在分析测定中的应用	(366)
7.3	分析结果的数据处理	(369)
7.3.1	平均值的置信区间	(369)
7.3.2	异常值的检验与取舍	(372)
7.3.3	分析测定数据的可靠性检验	(375)
8	常用物理常数的测定	(381)
8.1	熔点的测定	(381)
8.1.1	毛细管熔点的测定法	(383)
8.1.2	显微熔点测定法	(384)
8.1.3	温度计的校正	(385)
8.2	凝固点的测定	(387)
8.3	沸点的测定	(388)
8.3.1	常量法测定沸点	(388)
8.3.2	微量法测定沸点	(389)

目 录

8.4	密度的测定	(391)
8.4.1	密度计法	(391)
8.4.2	韦氏天平法	(393)
8.4.3	密度瓶法	(395)
8.5	折光率的测定	(396)
8.6	黏度的测定	(399)
8.7	比旋光度的测定	(402)
8.8	相对分子质量的测定	(404)
9	化验室的建设、管理与安全防护	(408)
9.1	化验室的建设	(408)
9.1.1	化验室的建筑要求	(408)
9.1.2	仪器设备的购置	(412)
9.2	化验室的管理	(414)
9.2.1	人员的管理	(415)
9.2.2	药品、试剂的管理	(415)
9.2.3	仪器、设备的管理	(417)
9.2.4	图书资料的管理	(419)
9.3	化验室的安全与防护	(420)
9.3.1	毒物与中毒	(420)
9.3.2	常见安全事故的防护	(421)
附录	(426)
1	常用的酸溶液和碱溶液的相对密度和浓度	(426)
2	弱酸、弱碱在水中的离解常数 (25°C, $I=0$)	(427)
3	中华人民共和国法定计量单位	(430)
4	化验分析中的法定计量单位	(434)
5	标准电极电位 (18°C~25°C)	(436)
6	某些氧化还原电对的条件电位 ($\varphi^{\circ'}$)	(440)
7	配合物的稳定常数 (18°C~25°C)	(442)
8	羧络合剂类配合物的稳定常数 (18°C~25°C, $I=0.1$)	(449)
9	一些金属离子的 $\lg a_{M(OH)}$ 值	(451)

化验员必备

- 10 常用掩蔽剂及其使用的条件 (452)
- 11 微溶化合物的溶度积 ($18^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$, $I=0$) (454)
- 12 常用溶剂所适用的坩埚 (456)
- 13 分析用分样筛号及孔径 (457)
- 14 基准物质及其干燥温度、时间 (457)
- 15 不同温度下水的折射率 (459)
- 16 几种常用液体的折射率 (n_D) (459)
- 17 不同温度下水的饱和蒸汽压 (460)
- 18 高效液相色谱中常见溶剂的特性 (462)
- 19 常见化学物质的毒性和易燃性 (463)
- 20 常见化合物的俗名或别名 (465)
- 21 常用化合物的相对分子质量 (468)

1 分析化验基础

1.1 分析天平

分析天平是化验分析中最重要的仪器之一。尤其是在定量分析中，分析天平是一种必不可少的、使用最频繁的精密测量仪器。为此，了解分析天平的构造原理，熟悉和掌握分析天平的安装、使用以及保养技术，是每个分析工作者的一项重要的基本功。

1.1.1 分析天平的构造原理及主要部件

1.1.1.1 分析天平的构造原理

尽管分析天平的型号、种类很多，但它们的工作原理都是根据力学中的杠杆原理设计而成的，如图 1-1 所示。

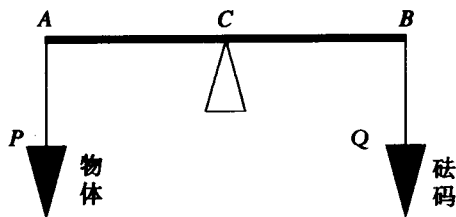


图 1-1 杠杆原理示意图

假设有一杠杆 AB ，受一向上的力点 C 的支承， AB 两端所承受的力分别为 P 、 Q ，当达到平衡时，支点 C 两边的力矩相等，即：

$$AC \times P = BC \times Q$$

若 C 点正好是 AB 的中点，即 $AC = BC$ ，两臂长相等，如果 Q 代表砝码的质量， P 代表物体的质量，那么当天平达到平衡时，物体的质量就等于砝码的质量，即 $P = Q$ 。

1. 1. 1. 2 分析天平的主要部件

分析天平的种类很多，结构和使用方法虽有不同，但其基本构件是不变的，本节以目前用得较多的半自动电光分析天平（如图 1-2）为例，介绍其作用。

(1) 天平梁

天平梁是分析天平的主要构件，它在其中起着杠杆的作用。在天平的横梁上还装有三个三棱形的玛瑙刀，其中一个装在横梁的中间，刀口向下，称为支点刀（也叫中刀，相当于图 1-1 中的 C 点）；另外两个等距离地分别安装在横梁的两端，刀口向上，称为承重刀（也叫边刀，相当于图 1-1 中的 A 、 B 点）。这三把刀的刀口棱边完全平行，并处于同一水平面上。

玛瑙刀口的角度和锋刃的完整程度，直接影响天平的质量。换句话说，此三个刀口的锋利无损，是保证天平灵敏度的重要因素，因此要切实保护好。在天平不使用或加减砝码和物体时，必须将天平横梁托起，使玛瑙刀与刀承分开。为了便于观察天平在称量时的摆动和横梁的倾斜情况，在横梁的正前方装有一根垂直而细长的指针，指针下端还装有一块有刻度的标牌（也称微分标牌），借助于光电系统的放大装置，将摆动的情况反射到投影屏上。

此外，在横梁后的上方，装有一个可上下调节的横梁重心螺丝（此螺丝也叫感量铊或灵敏度调节螺丝），借此改变和调整天

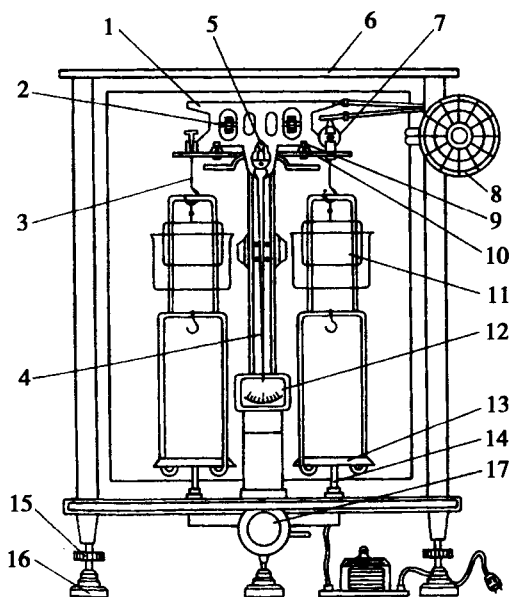


图 1-2 半自动电光天平

1. 横梁 2. 零点调节器 3. 蹬 4. 指针 5. 支点刀 6. 框罩 7. 环码
8. 读数盘 9. 支力刀子 10. 折叶 11. 阻尼内筒 12. 投影屏 13. 秤盘
14. 盘托 15. 螺旋脚 16. 脚垫 17. 升降枢

平的灵敏度和稳定性。

而在横梁的正面左右两边的对称孔里，各装有一个平衡螺丝（也叫平衡铊），用来调节天平空盘时的平衡位置（即零点）。

(2) 蹬及秤盘

蹬（也叫吊耳），一个装在边刀上带有双重挂钩的小环，是用来分挂秤盘和阻尼盒的。吊耳的内侧装有玛瑙平板，用来架在边刀的玛瑙上，既可保证其耐磨，又可使天平灵敏地摆动。平时两只吊耳是支起在支架上的。当天平启动时，吊耳便下降落在横