

高等学校教材

# 分析化学

苏星光 田媛 贾琼 季桂娟 齐菊锐 编

高等教育出版社

高等学校教材

# 分析化学

Fenxi Huaxue

苏星光 田媛 贾琼 季桂娟 齐菊锐 编

出版单位：高等教育出版社

印制厂：北京新华印刷厂

开本：787×1092mm<sup>2</sup>

印数：1—10000

版次：2000年1月第1版

印次：2000年1月第1次印刷

定价：115元

开本：787×1092mm<sup>2</sup>

印制厂：北京新华印刷厂

印数：1—10000

开本：787×1092mm<sup>2</sup>

印制厂：北京新华印刷厂

版次：2000年1月第1版

印数：1—10000

印制厂：北京新华印刷厂

印数：1—10000

开本：787×1092mm<sup>2</sup>

印制厂：北京新华印刷厂

高等教育出版社·北京

## 内容提要

本书以定量化学分析为主要内容，共分九章，包括绪论、滴定分析法概述、分析化学中的误差与数据处理、酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、重量分析法和沉淀滴定法、吸光光度法、分析化学中常用的分离和富集方法。

本书可作为普通高等学校和师范院校化学化工、材料、生物、医学、环境等专业的分析化学教材，也可供其他相关人员参考。

## 图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学 / 苏星光等编. — 北京 : 高等教育出版社, 2015.1

ISBN 978-7-04-041626-8

I . ①分… II . ①苏… III . ①分析化学—高等学校—教材 IV . ①O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第284399号

策划编辑 鲍浩波 责任编辑 鲍浩波 封面设计 王 洋 版式设计 马敬茹  
插图绘制 郝 林 责任校对 陈旭颖 责任印制 尤 静

出版发行	高等教育出版社	咨询电话	400-810-0598
社 址	北京市西城区德外大街4号	网 址	<a href="http://www.hep.edu.cn">http://www.hep.edu.cn</a>
邮 政 编 码	100120		<a href="http://www.hep.com.cn">http://www.hep.com.cn</a>
印 刷	化学工业出版社印刷厂	网上订购	<a href="http://www.landraco.com">http://www.landraco.com</a>
开 本	787mm×960mm 1/16		<a href="http://www.landraco.com.cn">http://www.landraco.com.cn</a>
印 张	19.25	版 次	2015年1月第1版
字 数	350千字	印 次	2015年1月第1次印刷
购书热线	010-58581118	定 价	28.30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 侵 权 必 究

物 料 号 41626-00

# 前　　言

1996年吉林大学化学学院邹明珠教授等人编写了一本《分析化学》教材，并由吉林大学出版社出版。在此教材基础上，2008年邹明珠教授等人结合教学需求，又编写了一本《化学分析教程》，此教材作为吉林大学化学学院本科分析化学课程教学用书，一直使用至今。吉林大学2000年合校以来，化学学院化学专业本科生和公共化学教学中心的化学相关专业（生物、医学、地学、环境等）的分析化学课程还是使用各自不同的教材，考虑到教学效果和教学内容的统一，我们与公共化学教学中心各个校区从事分析化学教学工作的教师都有个共同的想法，就是在现有分析化学教材基础上重新编写一本适合各个校区化学及相关专业的分析化学新教材。

本书就是在这个想法的基础上进行编写的。参与编写的教师都是我校各个校区长期从事分析化学教学和科研工作的一线教师，具有丰富的教学实践经验和较高的学术水平，同时都有参编分析化学教材的经验和参加教改项目的基础。在编写过程中，各位编者根据自己多年教学和实践经验，并结合相关专业的特点，吸收国内外许多同类教材的主要优点，对内容进行精心组织和合理编排，紧扣基本原理，阐明分析方法，精选应用实例，便于教师研究性教学和学生自主式学习。

全书共九章，前言和第1、6章由苏星光编写，第2、9章由贾琼编写，第3、5章由季桂娟编写，第4章由齐菊锐编写，第7、8章由田媛编写，最后由苏星光整理并定稿。在本书编写过程中得到了邹明珠教授和吉林大学化学学院有关教师的帮助和支持，编者在此表示由衷的感谢！同时，在本书编写过程中参考了国内外出版的一些优秀的教材和专著，编者在此向有关作者表示由衷的谢意！此外，也感谢吉林大学给予本书“十二五”规划教材建设经费的支持。

由于编者水平有限，书中肯定会有不足之处，恳请有关专家和读者批评指正。

编者

2014年于吉林大学

# 目 录

第1章 绪论	1
1.1 分析化学的任务和作用	1
1.2 分析化学发展简史	1
1.3 分析方法的分类	2
1.4 定量分析过程	4
1.4.1 取样	4
1.4.2 试样的分解	4
1.4.3 消除干扰	5
1.4.4 测定	5
1.4.5 计算分析结果	5
1.5 本课程的基本任务和要求	6
第2章 滴定分析法概述	7
2.1 滴定分析法的基本概念	7
2.2 滴定分析法的类型	7
2.3 滴定分析法对化学反应的要求	8
2.4 滴定方式	8
2.5 标准溶液	10
2.5.1 标准溶液的配制	10
2.5.2 标准溶液浓度的表示方法	12
2.6 滴定分析结果的计算	13
2.6.1 计算方法	13
2.6.2 质量分数的计算	14
2.6.3 计算示例	15
习题	18
第3章 分析化学中的误差与数据处理	20
3.1 分析化学中的误差	20
3.1.1 误差及其产生的原因	20
3.1.2 误差与偏差的表示方法	22

## II 目录

3.2 准确度与精密度 .....	25
3.3 提高分析结果准确度的方法 .....	26
3.3.1 选择合适的分析方法 .....	26
3.3.2 减少测量误差 .....	27
3.3.3 消除系统误差 .....	27
3.4 误差的传递 .....	29
3.4.1 系统误差的传递公式 .....	29
3.4.2 随机误差的传递 .....	30
3.4.3 极值误差 .....	32
3.5 有效数字及其运算规则 .....	33
3.5.1 有效数字 .....	33
3.5.2 有效数字的修约规则 .....	34
3.5.3 运算规则 .....	34
3.6 分析化学中的数据处理 .....	36
3.6.1 随机误差的正态分布 .....	36
3.6.2 总体平均值的估计 .....	42
3.6.3 少量实验数据的统计处理 .....	46
3.6.4 显著性检验 .....	49
3.6.5 可疑值取舍 .....	55
习题 .....	57
<b>第4章 酸碱滴定法 .....</b>	<b>60</b>
4.1 酸碱质子理论 .....	60
4.1.1 水的解离平衡 .....	61
4.1.2 离子的活度与活度系数 .....	62
4.2 分布分数 .....	63
4.2.1 一元弱酸 .....	64
4.2.2 多元弱酸 .....	65
4.3 酸碱溶液 pH 的计算 .....	67
4.3.1 质子条件式 .....	67
4.3.2 强酸(强碱)溶液 pH 的计算 .....	69
4.3.3 一元弱酸(弱碱)溶液 pH 的计算 .....	69
4.3.4 多元弱酸弱碱溶液 pH 的计算 .....	72
4.3.5 多元弱碱溶液 pH 的计算 .....	74
4.3.6 两性物质溶液 pH 的计算 .....	75

4.3.7 混合溶液 pH 的计算 .....	76
4.4 对数图解法 .....	78
4.4.1 浓度对数图的绘制方法 .....	78
4.4.2 对数图解法的应用 .....	81
4.5 酸碱缓冲溶液 .....	82
4.5.1 缓冲溶液的组成和作用机理 .....	82
4.5.2 缓冲溶液 pH 的计算 .....	82
4.5.3 缓冲容量 .....	84
4.5.4 缓冲范围 .....	86
4.5.5 缓冲溶液的配制 .....	87
4.6 酸碱指示剂 .....	87
4.6.1 酸碱指示剂的作用原理 .....	87
4.6.2 指示剂的用量 .....	89
4.6.3 指示剂的选择 .....	90
4.7 酸碱滴定的基本原理 .....	91
4.7.1 强酸强碱的滴定 .....	91
4.7.2 一元弱酸弱碱的滴定 .....	93
4.7.3 多元酸或混合酸的滴定曲线 .....	96
4.8 终点误差 .....	98
4.8.1 强碱滴定强酸的终点误差 .....	98
4.8.2 强碱滴定一元弱酸的终点误差 .....	100
4.8.3 强碱滴定多元弱酸的终点误差 .....	102
4.8.4 强碱滴定混合酸的终点误差 .....	104
4.9 酸碱滴定的应用 .....	106
4.9.1 混合碱的测定 .....	106
4.9.2 极弱酸(碱)的测定 .....	108
4.9.3 氮的测定 .....	109
4.9.4 磷的测定 .....	110
4.9.5 硅的测定 .....	110
习题 .....	111
<b>第5章 配位滴定法 .....</b>	<b>116</b>
5.1 分析化学中常用的配体 .....	116
5.1.1 无机配体 .....	116
5.1.2 有机配体 .....	117

## IV 目录

5.1.3 乙二胺四乙酸 ······	117
5.2 配位化合物的平衡常数 ······	119
5.2.1 配位化合物的稳定常数 ······	119
5.2.2 配位化合物各型体在溶液中的分布 ······	121
5.3 副反应系数 ······	123
5.3.1 EDTA(Y)的副反应系数 ······	124
5.3.2 金属离子(M)的副反应系数 ······	126
5.3.3 配位化合物 MY 的副反应及副反应系数 ······	128
5.4 条件稳定常数 ······	128
5.5 配位滴定的基本原理 ······	130
5.5.1 配位滴定曲线 ······	130
5.5.2 金属离子指示剂 ······	133
5.5.3 终点误差 ······	137
5.6 准确滴定的条件 ······	139
5.6.1 单一离子准确滴定的条件 ······	139
5.6.2 混合离子分别滴定的条件 ······	140
5.7 配位滴定的酸度控制 ······	141
5.7.1 单一离子配位滴定的酸度控制 ······	142
5.7.2 混合离子分别滴定的酸度控制 ······	144
5.8 提高配位滴定选择性的方法 ······	145
5.8.1 利用控制溶液的酸度提高选择性 ······	145
5.8.2 利用掩蔽法提高选择性 ······	146
5.8.3 利用改变配体法提高选择性 ······	150
5.9 配位滴定方式及其应用 ······	150
5.9.1 直接滴定法 ······	150
5.9.2 反滴定法 ······	150
5.9.3 置换滴定法 ······	151
5.9.4 间接滴定法 ······	152
习题 ······	154
<b>第6章 氧化还原滴定法</b> ······	157
6.1 氧化还原平衡 ······	157
6.1.1 标准电极电位 ······	157
6.1.2 条件电极电位 ······	158
6.1.3 影响条件电极电位的因素 ······	160

6.1.4 氧化还原反应进行的程度	162
6.1.5 氧化还原反应的速率及其影响因素	164
6.2 氧化还原滴定	167
6.2.1 氧化还原滴定曲线	167
6.2.2 氧化还原滴定中的指示剂	171
6.2.3 氧化还原滴定的预处理	173
6.2.4 氧化还原滴定结果的计算	175
6.3 常用的氧化还原滴定法	177
6.3.1 高锰酸钾法	177
6.3.2 重铬酸钾法	180
6.3.3 碘量法	181
6.3.4 其他氧化还原滴定法	185
习题	186
<b>第7章 重量分析法和沉淀滴定法</b>	<b>189</b>
7.1 重量分析法概述	189
7.1.1 重量分析法的分类和特点	189
7.1.2 沉淀重量法的分析过程及对沉淀形和称量形的要求	190
7.1.3 沉淀重量法结果的计算	190
7.2 沉淀的溶解度及其影响因素	192
7.2.1 溶解度、溶度积和条件溶度积	192
7.2.2 影响沉淀溶解度的因素	194
7.3 沉淀的形成	200
7.3.1 沉淀的类型	200
7.3.2 沉淀的形成过程	200
7.4 影响沉淀纯度的因素及沉淀的后处理	202
7.4.1 共沉淀现象	203
7.4.2 后沉淀	204
7.4.3 沉淀沾污对分析结果的影响	205
7.4.4 沉淀的后处理	205
7.5 沉淀条件的选择	206
7.5.1 晶形沉淀	206
7.5.2 无定形沉淀	207
7.5.3 均匀沉淀法	208
7.6 有机沉淀剂	208

## VI 目录

7.6.1 有机沉淀剂的特点 .....	209
7.6.2 有机沉淀剂的分类 .....	209
7.7 沉淀滴定法 .....	211
7.7.1 滴定曲线 .....	211
7.7.2 莫尔(Mohr)法 .....	214
7.7.3 佛尔哈德(Volhard)法 .....	215
7.7.4 法扬司(Fajans)法 .....	217
习题 .....	219
<b>第8章 吸光光度法 .....</b>	<b>222</b>
8.1 吸光光度法基本原理 .....	222
8.1.1 物质对光的选择性吸收 .....	222
8.1.2 光吸收的基本定律 .....	225
8.2 吸光光度法的方法和仪器 .....	229
8.2.1 吸光光度法的方法 .....	229
8.2.2 分光光度计 .....	230
8.2.3 分光光度计的类型 .....	233
8.3 显色反应与显色条件的选择 .....	234
8.3.1 显色反应和显色剂 .....	234
8.3.2 显色反应条件的选择 .....	235
8.4 吸光光度法的准确度及测量条件的选择 .....	239
8.4.1 影响准确度的因素 .....	239
8.4.2 测量条件的选择 .....	243
8.5 吸光光度法的应用 .....	244
8.5.1 单组分的测定 .....	244
8.5.2 多组分的测定 .....	245
8.5.3 示差分光光度法 .....	246
8.5.4 弱酸(碱)解离常数的测定 .....	248
8.5.5 配位化合物组成及稳定常数的测定 .....	250
8.5.6 双波长分光光度法 .....	252
习题 .....	254
<b>第9章 分析化学中常用的分离和富集方法 .....</b>	<b>257</b>
9.1 概述 .....	257
9.2 沉淀分离法 .....	257
9.2.1 无机物沉淀分离 .....	258

9.2.2 有机沉淀剂沉淀分离 .....	259
9.2.3 共沉淀分离法 .....	260
9.3 溶剂萃取分离法 .....	261
9.3.1 溶剂萃取分离法的基本原理 .....	261
9.3.2 溶剂萃取分离法的操作方式及其在分析化学中的应用 .....	267
9.4 离子交换分离法 .....	268
9.4.1 离子交换树脂的种类和性质 .....	268
9.4.2 离子交换分离法的操作方式及应用 .....	270
9.5 色谱分离法 .....	273
9.5.1 柱色谱法 .....	274
9.5.2 纸色谱法 .....	274
9.5.3 薄层色谱法 .....	275
9.6 其他分离方法简介 .....	276
9.6.1 固相萃取和固相微萃取法 .....	276
9.6.2 微波萃取分离法 .....	277
9.6.3 浮选分离法 .....	278
9.6.4 挥发和蒸馏分离法 .....	278
习题 .....	278
<b>附录 .....</b>	<b>280</b>
表 1 离子的体积参数 $a$ 值 .....	280
表 2 水溶液中的离子活度系数( $25^{\circ}\text{C}$ ) .....	281
表 3 弱酸、弱碱在水中的解离常数( $25^{\circ}\text{C}$ ) .....	282
表 4 金属配位化合物的稳定常数 .....	284
表 5 EDTA 的 $\lg\alpha_{Y(H)}$ .....	285
表 6 金属离子的 $\lg\alpha_{M(OH)}$ .....	286
表 7 标准电极电位表( $18\sim25^{\circ}\text{C}$ ) .....	287
表 8 某些氧化还原电对的条件电极电位 .....	289
表 9 微溶化合物的溶度积( $18\sim25^{\circ}\text{C}$ ) .....	289
表 10 一些化合物的相对分子质量 .....	291
表 11 元素相对原子质量表 .....	293
<b>主要参考书 .....</b>	<b>295</b>

# 第1章 绪论

## 1.1 分析化学的任务和作用

分析化学是研究测定物质化学组成的分析方法及其相关理论的一门科学。分析的目的是提供关于物质组成的信息。它的任务可以归纳为三个主要部分：鉴定物质的化学成分，包括元素、离子、基团、化合物等，为定性分析；测定各组分的含量，为定量分析；确定物质的结构，为结构分析。

分析化学是化学学科的一个重要分支，是发展和应用各种方法、仪器和策略以获得有关物质在空间和时间方面的组成和性质的信息科学。分析化学对化学各学科及其他相关学科的发展起着重要的作用。在化学学科各领域的研究中，从物质的人工合成、反应机理的探讨，以及理论的形成等都要运用各种分析手段。与化学有关的各学科，如生命科学、临床医学、环境科学、材料科学乃至考古学等都要应用分析化学，总之，只要涉及化学过程的科学的研究工作都离不开分析化学。

分析化学不仅在科学的研究中具有重要作用，而且在工农业生产、国防建设和人民生活等各方面都发挥着重要的作用。如矿产资源的勘探和开采，工业生产使用的原料、生产流程的控制、产品的检验要靠分析测定；农业生产中对土壤、水质、化肥、农药、农作物等的了解要靠分析提供的结果；在国防建设中各类武器装备的研制、生产及公安侦破等也需要分析测定提供依据；环境监测、食品和药品的质量保证更是离不开分析检测。因此可以说，分析化学在科学技术、经济建设和人民生活等诸多方面都发挥着重要作用。因此，人们常把分析化学比喻为生产、科研的“眼睛”。

## 1.2 分析化学发展简史

分析化学具有悠久的发展历史，它始于定性分析，在发现和鉴定新元素、新

化合物及化学基本定律的确立中分析化学都起着不可取代的作用。但直到19世纪末,分析化学因缺少独立的理论体系,只被看作是一门技术。进入20世纪后,分析化学经历了三次大的变革。第一次变革在20世纪初到30年代。由于物理化学中溶液理论的发展,为分析化学提供了理论基础,建立了溶液中四大平衡理论,使分析化学从一门技术发展成为一门科学。第二次变革在20世纪40年代后的几十年里,物理学和电子学的发展,促进了物理方法的发展,科学技术的发展对分析方法提出快速、灵敏、准确的要求,使各种仪器分析方法和分离技术应运而生,分析化学从以化学分析为主的经典分析化学发展到以仪器分析为主的近代分析化学。20世纪70年代末到现在,分析化学进入第三次变革,以计算机应用为代表的信息技术的发展,一方面促进了分析化学的发展,为分析化学提供了高灵敏、高选择性、高速化、自动化、智能化等新的手段;同时,材料科学、环境科学和生命科学等综合性科学的发展,又给分析化学提出更多的课题和更高的要求,除了要了解物质的化学组成、结构外,还要了解形态、分布,以及表面、微区和短寿命反应中间产物的状态和生命化学物理过程中的激发态等更多的信息,要求用新方法及新技术,如无损分析、快速反应追踪分析、在线分析等来解决日益发展的生产和科学技术提出的问题。21世纪是生命和信息科学的世纪,科学发展和社会生产发展的需要,要求现代分析化学尽可能快速、全面和准确地提供丰富有效的信息。因此,分析化学面临的任务更为复杂和艰巨。

### 1.3 分析方法的分类

分析化学的应用领域非常广泛,采用的方法也多种多样。根据分析任务、分析对象、试样用量和操作方法、被测组分含量、方法原理和具体要求的不同,可将分析方法进行以下分类。

根据分析任务分类,分析方法可以分为定性分析、定量分析和结构分析。定性分析是鉴定物质由哪些元素、离子、基团或化合物组成;定量分析是测定物质中有关组分的含量;结构分析是研究物质的分子结构和晶体结构。

根据分析对象分类,分析方法可以分为无机分析和有机分析。无机分析是分析无机物的组成,由哪些元素或离子、原子团、化合物组成,含量是多少。有时还要测定某一种元素的不同存在价态,例如 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 。有机分析的对象是有机物,有机物种类极多又极其复杂,有机分析包括元素分析和结构分析。组成有机化合物的元素并不多,通常只有C、H、O、N、S、P等,元素分析就是测定这些元素的含量。但是还不能确定是什么物质,要进行官能团分析和结构分析才能

知道是什么物质,这主要靠仪器分析来确定。

根据试样用量和操作方法分类,分析方法可分为以下几类:称样量大于0.1 g的为常量分析;0.01~0.1 g的为半微量分析;0.1~10 mg的为微量分析;小于0.1 mg的为超微量分析(痕量分析)。对于称样量不同的分析,所使用的器皿和操作方法都有所区别。

根据分析方法的测定原理分类,分析方法可以分为化学分析法和仪器分析法两大类。

化学分析法是以物质的化学反应为基础的分析方法,主要有重量分析法和滴定分析法。其中通过称量产物的质量来计算被测组分的含量的方法称为重量分析法;通过滴定的方式将已知准确浓度的试剂定量地加到被测试液中与被测组分按化学计量关系刚好反应完全,从而计算出其含量的方法称为滴定分析法。

仪器分析法是使用比较复杂或特殊的仪器设备,以物质的某些物理或物理化学性质为基础的分析方法。由于可测量的物理性质比较多,仪器分析法大致可分为三大类:光学分析法、电化学分析法、色谱分析法。利用物质所发射的辐射或辐射与物质的相互作用进行分析的一类方法称为光学分析法,包括分光光度法、红外光谱法、原子吸收光谱法、发射光谱法、荧光光谱法、X射线光谱法等;根据测量试样溶液的各种电化学性质来进行分析的方法称电化学分析法,包括电位法、电导法、库仑法、极谱法、伏安法等;根据物质的层析分离特性进行测定的方法称为色谱法,包括气相色谱法、液相色谱法、毛细管电泳法等。除此三大类外还有其他分析方法,如质谱法、核磁共振波谱法、热分析法、中子活化分析法、光声光谱法等。但是,有时化学分析法与仪器分析法并无明显的界限,仪器分析法中也有不少涉及重量分析和滴定分析,例如热重量分析法、电重量分析法、电位滴定法、库仑滴定法、光度滴定法等。

仪器分析法具有快速、灵敏的特点,适合于微量和痕量组分的测定。尽管仪器分析法近年来应用越来越广泛,但化学分析法尤其是定量化学分析仍以其操作简单、准确度高的特点而具有不可替代的作用。

还有些根据要求而特殊命名的分析方法,例如仲裁分析、例行分析、微区分析、无损分析、表面分析、在线分析等。也有以应用领域来命名的分析方法,如环境分析、生化分析、食品分析、药物分析、临床分析等。总而言之,分析方法的分类是多种多样的,有各种不同的分法。

## 1.4 定量分析过程

定量分析的任务是测定物质中待测组分的含量,由于所测定试样的组成不同,有的组分少、形态简单,有的组分多、组成复杂,因此即使测定同一待测组分,对于不同的试样所采取的分析方法及具体分析步骤也不相同。但是,对于定量分析来说,大体要进行下面几个步骤。

### 1.4.1 取样

做定量分析时,一般称样量为几克或零点几克。取样的关键是有代表性,用作分析的试样应能代表被分析对象的平均组成,这样分析的结果才有意义。如果是一个很大的分析对象,例如一座矿山、一个水系、一个地区的粮食、工厂的一批原料或产品,等等,采样时要注意从不同的位置采集才能代表一个整体。采集来的较大量的试样要处理成均匀的少量的分析试样,对固体试样通常是用粉碎、过筛、混合的办法使其均匀,并通过缩分的方法(四分法)反复多次进行,最后得到所需要的少量分析试样,这一过程亦称为制样。在称取分析试样前要根据试样的大致组成和性质在不同的温度下进行烘干处理,除去湿存水而不改变其组成和形态,处理好的试样应保存在干燥器中待称量。当然对于不同的分析对象和分析目的及要求,如地质矿样、食品、生物试样等取样和制样的方法也是不相同的,对于具体分析对象应以各行业标准为准。

### 1.4.2 试样的分解

试样有固体、液体和气体,定量分析一般采用湿法分析,通常将试样分解后转入溶液中,然后进行测定。因此固体、气体试样都要转移进入溶液。由于遇到的大量试样是固体试样,所以有一个试样分解的问题。根据试样的组成和性质不同,可以用溶解或熔融的方法使待测组分定量地转入溶液。溶解法所用的试剂有酸和碱,相应地称为酸溶法和碱溶法。用得最多的是酸溶法,这是一种简单方便的方法,只需选择合适的酸,通常通过加热即可将试样分解。最常用的酸有盐酸、硝酸、硫酸、高氯酸、磷酸、氢氟酸等。对某些试样常用两种混合酸来分解或加入某种强氧化性物质,如用  $H_2O_2$ 、 $KClO_3$ 、 $Br_2$  等作为混合溶剂。例如铁矿石试样用盐酸分解,铜合金试样用  $HCl-H_2O_2$  溶液溶解,水泥试样则比较特殊,首先将试样与  $NH_4Cl$  混合均匀,再加浓盐酸及几滴浓硝酸加热分解后,用水浸取可溶盐。碱溶法中常用的试剂有氢氧化钠、氢氧化钾溶液。熔融法是利用酸

性或碱性助熔剂与试样在高温下进行复分解反应,使待测组分转变为可溶于酸或溶于水的物质。熔融是在适当材质的坩埚中进行,如铂、镍、石英、聚四氟乙烯等坩埚。常用的酸性熔剂有  $K_2S_2O_7$ 、 $KHSO_4$ , 碱性熔剂有  $Na_2CO_3$ 、 $NaOH$ 、 $Na_2O_2$  等,并且常用混合熔剂以达到更好的效果。

还有些其他的分解试样方法,如半熔法(烧结法)、干法灰化、微波消解等,这里就不一一介绍了。

### 1.4.3 消除干扰

分析的对象常常是比较复杂的,除待测组分外还含有许多其他组分,尤其矿物、天然产物中伴生元素多而且性质相近,这就给分析测定带来了干扰问题,需在测定前就将干扰组分除去,或采取措施使其转变成不干扰的形式存在。采用掩蔽剂来消除干扰是一种比较简单、有效的方法,即向试样中加入一种称为掩蔽剂的试剂,它与干扰组分进行化学反应使其转化为不干扰的形式。常用掩蔽方法有配位掩蔽法、沉淀掩蔽法、氧化还原掩蔽法等。例如,用 EDTA 滴定法测水的硬度( $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$  总含量)时,水中少量的  $Fe^{3+}$ 、 $Al^{3+}$  均干扰测定,可加入一定量的三乙醇胺使之与  $Fe^{3+}$ 、 $Al^{3+}$  配位,不再干扰  $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$  的测定。但在许多情况下,如没有合适的掩蔽方法,就需要将被测组分与干扰组分进行分离。分离的最基本要求是被测组分的损失可忽略不计,而干扰组分分离得越彻底越好。常用的分离方法有沉淀分离法、溶剂萃取分离法、离子交换分离法和色谱分离法等,这些方法将在本书第 9 章中详细论述。

### 1.4.4 测定

对被测组分进行测定,首先要根据被测组分的性质、大致含量和对分析结果准确度的要求选择合适的分析方法。各种分析方法在准确度、灵敏度、选择性和使用范围等方面有很大差别,化学分析法准确度高,适合常量组分(含量  $\geq 1\%$ )的测定;而仪器分析法灵敏度高,适合微量组分的测定。选择的原则是分析操作尽量简单、快速,准确度符合要求,所用试剂便宜易得也是附带要考虑的。本课程的主要内容就是介绍各种分析方法的原理、特点,为正确选择分析方法提供理论依据。

### 1.4.5 计算分析结果

分析的结果通常用被测组分的含量表示,根据试样的用量、测定所得的数据和分析过程中有关反应的计量关系,计算出试样中待测组分的含量。表示被测组分含量比较普遍使用的是质量分数  $w$ ,即被测组分的质量占试样质量的百分

数。液体试样一般以 mg/L(或  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )表示测定结果;气体试样中的被测组分常以  $\text{mg}/\text{m}^3$ (或  $\text{mg}\cdot\text{m}^{-3}$ )表示。

分析测定一般都要平行测定几次,对这些平行测定的结果要用数理统计的方法进行处理,合理取舍实验数据,使结果得到最恰当的表达。关于分析结果的误差和实验数据处理的理论和方法,将在本书第3章中阐述。

## 1.5 本课程的基本任务和要求

化学分析是大学化学及化学相关专业的一门基础课,内容主要是定量化学分析。通过这门课程的学习,目的是要使学生掌握定量化学分析的方法及有关理论和分析实验基本技能,树立准确的量的概念。同时,分析化学亦是一门实验性很强的课程,与相应的实验课紧密配合,在学习过程中一定要理论联系实践,加强实验训练,培养严密细致的科学实验技能,正确掌握分析化学的基本操作,培养严谨、认真、实事求是的科学作风,提高分析问题和处理实际问题的能力,为后续课程的学习和今后的工作打下基础。