



分析化学

主 编 陈怀侠

副主编 黄建林 葛伊莉 党雪平



科学出版社

分析化学

主 编 陈怀侠

副主编 黄建林 葛伊莉 党雪平

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书主要是基础分析化学部分,内容包括绪论、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、沉淀滴定法、重量分析法、分光光度法、分析化学中常用的分离和富集方法。各章后附有思考题和习题。

本书可作为综合性大学、师范院校及其他理工院校的化学、化学生物学、应用化学、化学工程与工艺、制药工程、药学等专业的分析化学教材,也可供相关专业师生及分析测试工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学 / 陈怀侠主编. —北京: 科学出版社, 2019.10
ISBN 978-7-03-062677-6

I. ①分… II. ①陈… III. ①分析化学 IV. ①O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 233571 号

责任编辑: 丁 里 / 责任校对: 杨 赛
责任印制: 张 伟 / 封面设计: 迷底书装

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>

北京九州迅驰传媒文化有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2019 年 10 月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2019 年 10 月第一次印刷 印张: 16

字数: 420 000

定价: 59.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

分析化学是一门既经典又现代的学科，是化学学科的重要分支，也是化学及其相关专业的重要基础课程。通过本课程的学习，要求学生掌握分析化学的基本理论、基本方法和基本技能，建立分析化学学科的思维方式，领悟分析化学“量”的概念，以及正确理解和处理“量”与“误差”的关系。并且，在熟悉分析化学各种方法的基础上，初步了解仪器分析方法，能够应用分析化学学科知识解决相关的科学问题，进而具有一定的发现问题、分析问题和解决问题的科研素质和创新能力。

本书是根据教育部高等学校化学类专业教学指导委员会制定的关于化学、应用化学、环境科学和药学等专业化学教学基本内容的要求，结合多年来湖北大学分析化学专业教师在该课程教学中的经验积累和思考，并参考国内外相关教材编写而成，可作为综合性大学、师范院校和理工院校等的分析化学基础课程的教材。

本书是配合湖北大学分析化学 MOOC 线上教学和线上线下混合式教学而编写。为了突出信息化教学模式下的教学特点，在本书编写过程中遵循以下几点：

(1) 知识内容的逻辑性。各章节都有知识内容的框架介绍，层次清晰，突出重要知识点，展示知识的递进关系、条理性和逻辑性，让新概念、新知识的学习层层深入，更易理解，解决分析化学课程内容繁杂、抓不住重点的问题。

(2) 文字表述的简洁化。为了更好地适用于学生的线下或课前学习，本书的文字表述尽量做到简洁、易懂、规范，使知识内容的线条更加清晰。

(3) 前呼后应的类比性。从基准物质到误差，再到四大平衡、四大滴定等内容，前后很多知识点存在相同或相似的含义，以类比的方法介绍新概念，将知识内容进行串联比较，学生更容易理解新内容，也使得分析化学课程的内容更具有系统性。

本书是由湖北大学长期从事分析化学理论和实验教学工作的一线教师共同编写，是集体智慧的结晶，是老师们共同思考、共同努力的成果。参加编写工作的有陈怀侠(第 1、5、9 章)、黄建林(第 2、3 章)、葛伊莉(第 4、8 章)和党雪平(第 6、7 章)四位老师，书稿的整理和定稿工作由陈怀侠完成。在本书编写过程中，也得到了湖北大学化学化工学院分析化学研究室王升富、叶勇、张修华、周吉、何瑜，以及河南科技学院化学化工学院王天喜等老师的帮助和支持，在此表示衷心的感谢。

感谢湖北大学化学国家特色专业建设经费、化学湖北省重点学科建设经费和湖北大学现代分析化学课程群建设经费的资助。在本书的编写过程中参考了相关的教材和资料，在此向这些教材和资料的作者表示衷心的感谢。同时，也感谢科学出版社对本书出版工作的支持。

尽管进行了多次修改，但由于编者水平有限，本书难免存在不足之处，敬请读者批评指正。

湖北大学分析化学 MOOC 已在“学堂在线”和“优课联盟”上线。读者可扫描二维码



登录“学堂在线”，参与并学习“分析化学”课程。

编者

2019年6月

目 录

前言	
第 1 章 绪论	1
1.1 分析化学概述	1
1.1.1 分析化学的定义、任务和作用	1
1.1.2 分析方法的分类与选择	1
1.1.3 分析化学的发展简史和发展趋势	3
1.2 分析过程及分析结果的表示方法	4
1.2.1 分析过程	4
1.2.2 分析结果的表示方法	8
1.3 滴定分析法概述	9
1.3.1 滴定分析法分类及滴定方式	10
1.3.2 基准物质和标准溶液	11
1.3.3 滴定分析中的有关计算	12
思考题和习题	17
第 2 章 分析化学中的误差与数据处理	19
2.1 准确度与精密度	19
2.1.1 误差与准确度	19
2.1.2 偏差与精密度	19
2.1.3 误差的分类	21
2.1.4 准确度与精密度的关系	22
2.2 随机误差的分布规律	23
2.2.1 频数分布	23
2.2.2 正态分布	24
2.2.3 标准正态分布	25
2.2.4 t 分布	27
2.3 有限次测量数据的统计处理	28
2.3.1 平均值的置信区间	28
2.3.2 显著性检验	29
2.3.3 可疑值的取舍	32
2.4 有效数字	33
2.4.1 有效数字的位数	33
2.4.2 有效数字的修约规则	34
2.4.3 有效数字的计算规则	34

2.5 提高分析结果准确度的方法	35
2.5.1 选择合适的分析方法	35
2.5.2 减小测量的相对误差	35
2.5.3 减小随机误差	36
2.5.4 消除系统误差	36
2.6 一元线性回归分析	37
思考题和习题	38
第3章 酸碱滴定法	41
3.1 酸碱反应与平衡	41
3.1.1 共轭酸碱对	41
3.1.2 酸碱反应及平衡常数	41
3.2 溶液中的其他平衡	44
3.2.1 物料平衡	44
3.2.2 电荷平衡	44
3.2.3 质子平衡	45
3.3 溶液中酸碱型体的分布	46
3.3.1 分析浓度、平衡浓度与酸度	46
3.3.2 酸碱型体的分布分数	46
3.4 溶液中 H^+ 浓度的计算	49
3.4.1 强酸和强碱溶液	49
3.4.2 弱酸和弱碱溶液	50
3.4.3 弱酸混合溶液	53
3.4.4 两性物质溶液	54
3.5 酸碱缓冲溶液	55
3.5.1 缓冲溶液的组成	56
3.5.2 缓冲溶液 pH 的计算	56
3.5.3 缓冲容量	57
3.5.4 常见的 pH 缓冲溶液	57
3.6 酸碱指示剂	58
3.6.1 酸碱指示剂的变色原理	58
3.6.2 影响酸碱指示剂变色范围的因素	59
3.6.3 混合酸碱指示剂	61
3.7 酸碱滴定原理	61
3.7.1 强酸(碱)的滴定	61
3.7.2 一元弱酸(碱)的滴定	64
3.7.3 多元酸(碱)和混合酸(碱)的滴定	67
3.8 酸碱滴定的终点误差	69
3.8.1 强酸(碱)滴定的终点误差	69
3.8.2 一元弱酸(碱)滴定的终点误差	71
3.8.3 多元酸(碱)和混合酸(碱)滴定的终点误差	72

3.9 酸碱滴定法的应用	74
3.9.1 CO ₂ 对酸碱滴定法的影响	74
3.9.2 酸碱标准溶液的配制和标定	75
3.9.3 酸碱滴定法的应用示例	76
3.10 非水溶液中的酸碱滴定	80
3.10.1 溶剂与溶质的酸碱性	80
3.10.2 非水滴定应用示例	83
思考题和习题	84
第4章 配位滴定法	86
4.1 概述	86
4.1.1 分析化学中的配合物	86
4.1.2 EDTA与金属离子配合物的特点	88
4.2 配位平衡常数	89
4.2.1 配合物的稳定常数	89
4.2.2 溶液中各级配合物的分布	90
4.3 副反应系数和条件稳定常数	91
4.3.1 副反应和副反应系数	92
4.3.2 条件稳定常数	95
4.4 配位滴定法的基本原理	96
4.4.1 配位滴定曲线	96
4.4.2 金属离子指示剂	101
4.4.3 配位滴定的终点误差	105
4.5 准确滴定金属离子的条件	107
4.5.1 单一金属离子准确滴定判别式	107
4.5.2 分别滴定判别式	108
4.6 配位滴定中酸度的控制	108
4.6.1 单一金属离子配位滴定的酸度控制	109
4.6.2 分别滴定中的酸度控制	111
4.7 提高配位滴定选择性的措施	111
4.7.1 控制酸度法	111
4.7.2 掩蔽法	111
4.7.3 选用适宜的滴定剂	112
4.8 配位滴定方式及其应用	114
4.8.1 直接滴定法	114
4.8.2 返滴定法	114
4.8.3 置换滴定法	115
4.8.4 间接滴定法	116
4.8.5 配位滴定法的应用	116
思考题和习题	117

第 5 章 氧化还原滴定法	119
5.1 氧化还原平衡	119
5.1.1 概述	119
5.1.2 条件电极电位及其影响因素	120
5.1.3 氧化还原反应进行的程度	124
5.1.4 氧化还原反应速率及其影响因素	127
5.2 氧化还原滴定原理	129
5.2.1 氧化还原滴定曲线	129
5.2.2 氧化还原指示剂	132
5.2.3 氧化还原滴定的终点误差	134
5.3 氧化还原滴定中的预处理	135
5.4 常用的氧化还原滴定法	137
5.4.1 高锰酸钾法	137
5.4.2 重铬酸钾法	140
5.4.3 碘量法	141
5.4.4 其他氧化还原滴定法	146
5.5 氧化还原滴定结果的计算	147
思考题和习题	149
第 6 章 沉淀滴定法	152
6.1 沉淀滴定法的基本原理	152
6.1.1 沉淀滴定曲线	152
6.1.2 沉淀滴定的终点误差	154
6.1.3 沉淀滴定终点的指示方法	154
6.2 常见的沉淀滴定法	155
6.2.1 莫尔法	155
6.2.2 福尔哈德法	156
6.2.3 法扬斯法	157
6.3 沉淀滴定法的应用	157
6.3.1 标准溶液的配制	157
6.3.2 沉淀滴定法的应用示例	158
思考题和习题	158
第 7 章 重量分析法	160
7.1 重量分析法概述	160
7.1.1 重量分析法的分类和特点	160
7.1.2 重量分析法对沉淀的要求	161
7.1.3 重量分析法中沉淀剂的选择	161
7.2 沉淀的溶解度及其影响因素	162
7.2.1 溶解度和溶度积	163
7.2.2 影响沉淀溶解度的因素	164
7.3 沉淀的类型及形成过程	170

7.3.1	沉淀的类型	170
7.3.2	沉淀的形成过程	170
7.4	影响沉淀纯度的主要因素	172
7.4.1	共沉淀	172
7.4.2	后沉淀	174
7.4.3	减少沉淀沾污的方法	174
7.5	沉淀条件的选择	174
7.5.1	晶形沉淀的沉淀条件	174
7.5.2	无定形沉淀的沉淀条件	175
7.5.3	均匀沉淀法	175
7.6	称量形式的获得与重量分析法的计算	176
7.6.1	称量形式的获得	176
7.6.2	重量分析法的计算	177
	思考题和习题	178
第 8 章	分光光度法	181
8.1	物质对光的选择性吸收和光吸收基本定律	181
8.1.1	物质对光的选择性吸收	181
8.1.2	光吸收基本定律	183
8.2	分光光度计	186
8.2.1	光源	186
8.2.2	单色器	186
8.2.3	吸收池	186
8.2.4	检测器及数据处理系统	186
8.3	分光光度法的误差控制	187
8.3.1	仪器的测量误差	187
8.3.2	对朗伯-比尔定律的偏离	189
8.4	显色反应及其影响因素	190
8.4.1	显色反应	190
8.4.2	显色反应的影响因素	192
8.5	分光光度法分析	194
8.5.1	分光光度法测量条件的选择	194
8.5.2	标准曲线	195
8.6	其他分光光度法	196
8.6.1	示差分光光度法	196
8.6.2	双波长分光光度法	198
8.7	分光光度法的应用	199
8.7.1	痕量组分分析	199
8.7.2	其他应用	200
	思考题和习题	202

第9章 分析化学中常用的分离和富集方法 ·····	203
9.1 沉淀分离法·····	204
9.1.1 无机沉淀剂分离法·····	204
9.1.2 有机沉淀剂分离法·····	205
9.1.3 共沉淀分离富集法·····	205
9.2 结晶与重结晶法·····	206
9.3 挥发和蒸馏分离法·····	206
9.4 萃取分离法·····	207
9.4.1 液液萃取分离法·····	207
9.4.2 液相微萃取·····	210
9.4.3 固相萃取·····	211
9.4.4 固相微萃取·····	212
9.5 离子交换分离法·····	212
9.5.1 离子交换剂的种类·····	212
9.5.2 离子交换剂的性质·····	213
9.5.3 离子交换亲和力·····	213
9.5.4 离子交换分离的操作方法·····	214
9.5.5 离子交换分离法的应用·····	216
9.6 经典色谱分离法·····	216
9.6.1 柱色谱法·····	217
9.6.2 纸色谱法·····	217
9.6.3 薄层色谱法·····	218
9.7 电泳分离法·····	219
9.7.1 电泳分离原理·····	220
9.7.2 电泳分离分类·····	221
9.7.3 电泳分离法的应用·····	221
9.8 膜分离法·····	221
思考题和习题·····	222
参考文献 ·····	223
附录 ·····	224
附录1 相对原子质量(2005年)·····	224
附录2 常用化合物的相对分子质量·····	225
附录3 弱酸及其共轭碱在水中的解离常数(25℃, $I=0$)·····	226
附录4 常用浓酸、浓碱的浓度和密度·····	229
附录5 离子的 α 值·····	229
附录6 离子的活度系数·····	230
附录7 常用缓冲溶液·····	231
附录8 酸碱指示剂·····	232
附录9 混合酸碱指示剂·····	232

附录 10	配合物的累积稳定常数(18~25℃)·····	232
附录 11	氨羧配位剂配合物的稳定常数(18~25℃, $I=0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)·····	234
附录 12	EDTA 的 $\lg\alpha_{Y(H)}$ ·····	236
附录 13	常见金属离子的水解效应副反应系数·····	236
附录 14	铬黑 T 和二甲酚橙的 $\lg\alpha_{In(H)}$ 及 pM_t ·····	237
附录 15	标准电极电位(18~25℃)·····	238
附录 16	一些氧化还原电对的条件电极电位·····	242
附录 17	微溶化合物的溶度积常数(18~25℃, $I=0$)·····	243

第1章 绪 论

1.1 分析化学概述

1.1.1 分析化学的定义、任务和作用

分析化学是最早发展起来的化学分支学科，是一门兼具经典和现代内容的化学二级学科。随着该学科快速发展，分析化学的定义也在不断拓展和延伸。分析化学是一门表征和测量的信息科学。具体而言，分析化学是一门发展和应用各种理论、方法、仪器和策略以获得物质相对时空内的组成和性质相关信息的科学，即分析化学不仅要完成物质的定性、定量和结构分析的基本任务，而且要提供物质结构与性能关系的信息，提出处理和解决化学问题的策略等。

分析化学是一门应用广泛、几乎渗透到所有自然科学的多学科交叉的综合性基础学科，其理论与实践紧密结合，在化学及其相关领域如生物、医学、药学、材料、环境、农学、能源和地矿等学科发展中起着十分重要的作用，是进行科学研究和工农业生产的基础，对科技发展、国民经济提升、国防建设和人民生活质量提高，以及社会进步等起着举足轻重的作用。因为涉及多学科的相互关联、交叉和渗透，并且相互促进和发展，更重要的是解决了众多学科发展中的关键问题，所以分析化学又称为分析科学。

1.1.2 分析方法的分类与选择

分析化学研究的内容十分广泛，分析方法多种多样，根据分析任务、分析对象、分析原理、试样用量、待测组分含量和作用的不同，可将分析方法分为不同类别。

1. 定性分析、定量分析和结构分析

根据分析任务的不同，可将分析方法分为定性分析(qualitative analysis)、定量分析(quantitative analysis)和结构分析(structural analysis)。

定性分析是指鉴定物质的化学组成，如元素、原子团或化合物等。

定量分析是指测定物质有关成分的含量。

结构分析是指研究物质的分子结构、晶体结构或物质形态等。

2. 无机分析和有机分析

根据分析对象的不同，可将分析化学分为无机分析(inorganic analysis)和有机分析(organic analysis)。

无机分析的对象是无机物。

有机分析的对象是有机物。

分析对象不同，分析方法也有所不同。无机物所含元素种类繁多，所以无机分析大多是定性或定量测定试样的元素、离子、原子团、离子团或化合物的组成，以及组分存在形式等。有机物的特点是组成元素种类不多，但结构复杂、种类繁多，所以有机分析不仅要进行元素

种类和含量分析,而且要进行官能团分析和结构分析等。结合不同的实际情况,分析化学按分析对象不同,也可以进一步分类,如食品分析、药物分析、环境分析、生物分析、冶金分析、材料分析和地质分析等。

3. 化学分析和仪器分析

根据分析原理的不同,可将分析方法分为化学分析(chemical analysis)和仪器分析(instrumental analysis)。这是最常见的分类方法,也是分析化学学科两大分支的分类依据。

化学分析法是以物质化学反应及其计量关系为基础的分析方法。化学分析法是分析化学的基础,又称为经典分析法,包括滴定分析(titrimetric analysis)和重量分析(gravimetric analysis)。其特点是仪器设备简单、准确度高、数据处理简单、应用范围广、适合于含量在1%以上的高、中含量组分(常量组分)分析,是重要的例行分析方法,也是本书的主要内容。

仪器分析法是指以物质的物理性质或物理化学性质为基础的分析方法,因为测试物理或物理化学性质的过程中需要特殊的仪器,故而得名,又称为物理化学分析方法。仪器分析法是分析化学的前沿部分,发展快速,包括光分析法、电分析法、分离分析法和热分析法、元素分析法、放射分析法等众多方法。其特点是操作简便、测试和数据处理自动化程度高、灵敏度和选择性高、适合于低含量组分分析,只是有的仪器价格昂贵,维护成本高,限制了这些方法的应用。

4. 常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析

根据分析所需试样量的多少,可将分析方法分为常量分析(macro analysis)、半微量分析(semimicro analysis)、微量分析(micro analysis)和超微量分析(ultramicro analysis),见表 1-1。

表 1-1 基于试样用量的分析方法分类

分析方法	试样用量/mg	试样体积/mL
常量分析	>100	>10
半微量分析	10~100	1~10
微量分析	0.1~10	0.01~1
超微量分析	<0.1	<0.01

5. 常量组分分析、微量组分分析、痕量组分分析和超痕量组分分析

根据待测组分含量的不同,可将分析方法分为常量组分分析(macro component analysis)、微量组分分析(micro component analysis)、痕量组分分析(trace component analysis)和超痕量组分分析(ultratrace component analysis),见表 1-2。

表 1-2 基于组分含量的分析方法分类

分析方法	组分含量/%
常量组分分析	>1
微量组分分析	0.01~1
痕量组分分析	<0.01
超痕量组分分析	~0.0001

本书中的化学分析法为常量(组分)分析,在分光光度法中采用的是微量(组分)分析。

6. 例行分析和仲裁分析

根据分析结果的作用不同,可将分析方法分为例行分析(routine analysis)和仲裁分析(referee analysis)。例行分析又称为常规分析,是指实验室对生产流程中产品的质量指标进行常规检测分析。仲裁分析又称为裁判分析,是指不同部门或单位之间对产品质量和分析结果有争议时,请权威分析部门用制定的方法对产品进行的可靠和准确分析,以判断原分析结果是否正确或评价准确度的高低。

在应用于实际样品分析时,需要在种类繁多的分析方法中进行合理的选择或多种方法相互配合,才能更好地完成分析任务。选择分析方法时,主要依据以下几个方面综合考虑,制订实验方案:

- (1) 测定的实际要求,以及待测组分的性质、含量范围等。
- (2) 了解共存状况,选择合适的分离富集方法。
- (3) 准确度、灵敏度的要求和解决方法。
- (4) 实验条件、测定成本及实验时间等。

1.1.3 分析化学的发展简史和发展趋势

分析化学学科的发展历史悠久,其起源可追溯到中世纪甚至远古时期,那时候的人们就有了分离和分析检验的初级活动,如冶炼金属过程中对矿石的鉴别、识别天然矿物用作药物治病等。在化学乃至整个自然科学的发展历程中,分析化学起着十分关键的作用,如化学元素的发现、相对原子质量的测定、定比定律和倍比定律等化学基本定律的确立、农产品的改良、地矿资源的勘探和环境污染治理等。

一般认为,分析化学的发展经历了三次重大的变革。

第一次变革发生在20世纪初,基于当时物理化学的溶液化学平衡理论、动力学理论,如沉淀的生成、指示剂变色原理、滴定曲线和滴定误差、缓冲溶液的缓冲原理等,极大地丰富了分析化学的内容,建立了溶液四大平衡理论及其对应的滴定分析方法,使得分析化学由一门技术发展成为一门科学。

第二次变革发生在20世纪中叶,物理学和相关电子技术的发展,以及原子能技术的发展和半导体技术的兴起,促进了各种分析仪器的研制和仪器分析方法的建立。而且,各应用学科领域进一步要求提升分析的灵敏度、准确度和速度,使得仪器分析方法蓬勃发展,改变了经典分析化学以化学分析为主的局面。

第三次变革开始于20世纪70年代,主要标志是以计算机应用的信息化时代的到来。由于生命科学、食品科学、环境科学和材料科学发展的需要,特别是分析化学基础理论和测试技术的完善,现代分析化学能够提供各种物质的组成、含量、结构、分布和形态等信息,因此微区分析、表面分析、在线分析、无损分析和活体分析等应运而生,解决了化学及其相关学科的众多难题,成为现代科学中最富有活力的学科之一。

随着现代科学技术的快速发展,分析化学的内容和任务更加复杂和广阔。同时,生命科学、环境科学、食品科学和材料科学等发展过程中需要分析化学帮助解决相关难题,而且分析化学与生物学、信息学、计算机技术等学科之间的交叉及融合,产生了新理论、新技术、新方法、新仪器和新应用等,使得分析化学成为获取物质部分或全部信息,进一步认识物质

世界、改造自然的重要科学。具体来说，分析化学未来的主要发展趋势有：

(1) 分析理论的完善。化学、物理、数学及计算机技术等多学科相互交叉融合，促使分析化学学科新理论的产生，使得分析化学能够成为获取物质全面信息的综合性学科。

(2) 分析技术的发展。分析化学新技术能够在灵敏度、选择性、速度和成本等指标有效提升，建立复杂样品分析、分子和原子水平分析、微区分析、形态分析、活性物质分析、原位分析、无损分析等实用方法。

(3) 分析仪器的研制。伴随着物理学和相关电子技术的发展，分析仪器必将朝着更加自动化、数字化、智能化、仿生化、微型化以及无损分析和仪器联用等方向快速发展，从而广泛应用到自然科学各个领域，解决更多的科学难题。

1.2 分析过程及分析结果的表示方法

1.2.1 分析过程

针对不同的样品、不同的组分和不同的分析任务等，分析过程会有不同，步骤多种多样。本书主要描述定量分析过程，即测定样品中某种或某些组分的含量，其分析过程一般包括取样和制样、试样的分解与预处理、分析测定、数据处理和结果评价四个步骤。

1. 取样和制样

从整体的分析对象中抽取有代表性的部分作为分析试样的过程称为取样。其主要原则是保证所取试样具有高度的代表性，即保证分析试样的组成能代表整批物料的平均组成。取样过程是分析过程的一个重要环节，取样不正确，分析结果不可靠，定量分析的结果毫无意义。

分析试样的储存和运输方式也有严格要求，要防止杂质的混入和化学组成的变化。对于变异性大的样品，取样后要及时测定。试样的保存通常有不同的措施，如对取样器皿的严格处理、冷藏或加细菌抑制剂等。

环境、食品、生物或医药等不同类型的样品，气态、液态或固态等不同形态的样品有不同的标准取样方法，参见相应国家标准或行业标准。

下面对不同形态的样品取样过程进行简述。

1) 气体样品

环境分析、工业分析等领域涉及气体样品的取样，如大气、汽车尾气、管道气、工业废气、反应气体等，通常是将气体泵入取样容器中，一定时间后密封即可直接进行分析。

当储存困难或需要浓缩富集时，可以使用吸收液或固体吸附剂对气体样品进行吸收、浓缩，然后进行分析，或者加热脱附、溶剂溶解洗脱后进行分析。

2) 液体样品

液体样品是一类常见的样品形态，如水样、酒类、牛奶、工业溶剂等。对于体积较小的液体样品，直接摇动或搅拌均匀后，用试样瓶或取样管取样分析。对于大体积的液体样品，需要从不同位置和不同深度采样混合，以保证取样的代表性。

不同的液体样品也有不同的国家标准和行业标准，应严格按照标准的要求进行采样和分析。需要强调的是，必须选择合适液体样品的采集容器，避免造成干扰或减少容器吸附的影

响。通常使用塑料或玻璃材质的容器进行液体试样的采样,当检测样品中的有机物时,宜选用玻璃容器;而检测样品中的无机物,如测定金属元素时,应选用塑料容器。

同样,采集后的液体样品最好能够及时分析,如果需要储存,一般要采取合适的保护措施,防止其成分变化。通常通过控制溶液酸度、加入化学稳定剂、冷藏或避光等方法。

大部分分析检测方法具有灵敏度高、选择性好等优点,所以液体样品一般都可以直接分析。对于特别复杂的实际样品或超痕量组分分析,需要将液体样品进行分离富集处理。

3) 固体样品

固体样品种类繁多,形态各异,是最常见的样品类型,如食品分析中的果蔬、粮食,环境分析中的土壤、污泥,生物分析中的内脏组织、毛发,工业分析中的矿石、合金等。为保证取样的代表性,不同行业中的不同固体样品的采样方法不同,一般都有国家标准或行业标准。

通常固体样品的组成不均匀,所以应根据原料的堆放状况,从不同位置和深度选取多个取样点,将取得的样品混合后进行制备,即破碎、过筛、混匀和缩分四步,可多次循环进行,以获取所需要的试样量。

破碎是指用人工或机械方式将试样逐步粉碎,历经粗碎、中碎和细碎等过程,分别过4~6号、20号和100~200号筛,以获得所需粒径的样品。因为固体样品的化学成分分布往往不均匀,所以粗颗粒和细颗粒样品的化学成分通常不同,需要把取得的样品从粗颗粒分步粉碎至所需粒径的细颗粒,不可中途丢弃粗颗粒或中颗粒。另外,样品的粒径大小影响其分解过程,所以破碎后的样品一般要求通过100~200号筛。

筛子的材料一般是细铜合金丝,常用筛号(网目)表示筛孔大小,各种筛孔规格见表1-3。

表 1-3 筛号与筛孔直径对应表

筛号(网目)	3	6	10	20	40	60	80	100	120	140	200
筛孔直径/mm	6.72	3.36	2.00	0.83	0.42	0.25	0.177	0.149	0.125	0.105	0.074

混合与缩分是指样品每经一次破碎后,使用机械分样器或人工方式取出有代表性的一部分试样,继续进行破碎,从而使得样品量逐渐缩小。最常用的人工缩分方法是“四分法”,即将样品粉碎后混合均匀,堆成圆锥形后压成圆饼形状,从圆饼中心按“十字”形分成四等份,移去任意对角两份后将剩余的两份混合均匀,试样缩减为原来的一半,称为一次缩分。可多次缩分,直至制成100~300g的分析样品,供下一步分析使用。

2. 试样的分解与预处理

在实际样品分析时,除红外光谱、差热分析等少数方法可以进行固体样品的直接干法分析外,大多数分析需要溶液状态的样品进行分析测定,即湿法分析。所以,需要将固体样品转化为溶液,即进行样品的分解或溶解。

在分解试样时,必须遵循几个原则:①必须使试样分解完全,而且得到的溶液中不存在原固体试样的小颗粒或粉末,确保待测组分完全转入溶液中;②分解过程中待测组分不应挥发或残留损失;③不应引入待测组分和干扰物质。

分解试样的方法很多,主要根据分析目的、试样组成、待测组分性质等选择合适的方法进行分解。常用的方法有溶解法、熔融法、灰化法、消化法和微波辅助消解法。