

高职高专“十二五”规划教材

内蒙古自治区示范性高等职业院校建设校企合作系列教材

化工产品分析检验

侯小伟 韩雅楠 王 茹 主编



化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

内蒙古自治区级示范性高等职业院校建设校企合作系列教材

化工产品分析检验

侯小伟 韩雅楠 王 茹 主编

平版胶印，16开

云版胶印，16开

8.5×11.5cm

2015年8月

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区黄城根街13号 邮政编码 100011）

印 刷：北京印刷集团有限责任公司

853mm×1183mm 1/16 印数 5000 字 2015年8月北京第1版第1次印刷

网 址：http://www.cip.com.cn 电子邮箱：010-64518888 传 真：010-64518883 邮 政 编 号：100011



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书采用项目化模式编写,是在内蒙古君正能源化工股份有限公司和神华蒙西煤化工股份有限公司化验岗位工作人员的指导下,结合企业分析检测的工作任务和分析化学的基本理论,完成的校企合作教材。

本书精心选择了石灰石、工业盐酸、工业氢氧化钠、次氯酸钠、石灰、电石、氯乙烯合成转化气、粗氯乙烯单体、聚氯乙烯、焦炉煤气、煤焦油、粗苯、脱硫液、甲醇空分工段气体、甲醇中间控制、工业成品甲醇、工业循环冷却水相关产品分析项目,承接分析化学的基础理论知识,融合了滴定分析、重量分析、分光光度法、电位分析法、气相色谱法等仪器分析的基本理论,突出了在完成工作任务的同时学习相关理论的高职教育理念。

每个项目分为任务描述、接受检验任务、相关知识、任务内容、知识拓展五个部分,每个任务分为相关知识、学习准备、计划与实施、评价与反馈四个部分。结合分析工(化学检验工)技能测试,充分融合各种化学品检验知识。

本书可作为高职高专化工类专业、工业分析与检验等专业的教材,也可供从事化工厂化验、分析工考试取证人员、质检部门的检验技术人员参考或培训使用。

图书在版编目(CIP)数据

化工产品分析检验/侯小伟,韩雅楠,王茹主编.
北京:化学工业出版社,2016.1

高职高专“十二五”规划教材.内蒙古自治区级示范性
高等职业院校建设校企合作系列教材

ISBN 978-7-122-25896-0

I. ①化… II. ①侯…②韩…③王… III. ①化工产品-
化学分析-高等职业教育-教材②化工产品-检验-高等职业
教育-教材 IV. ①TQ075

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 306555 号

责任编辑:白艳云

装帧设计:刘剑宁

责任校对:边涛

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印装:北京云浩印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张 21½ 字数 557 千字 2016 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:49.00 元

版权所有 违者必究

本书是在内蒙古君正能源化工股份有限公司和神华蒙西煤化股份有限公司相关化验岗位的工作人员指导下,结合氯碱化工和煤化工企业化验岗位的工作任务,以及分析工职业标准而编写的校企合作教材,主要适用于高职高专化工类专业、工业分析与检验等专业,也可作为从事化工厂化验、分析工取证、检验技术人员参考用书。

教育部要求高职院校应积极与行业企业合作开发课程,乌海职业技术学院化学工程系积极与相关化工企业合作开发课程,根据职业岗位(群)的需要,参照相关的职业资格标准,改革教学内容,采用项目化模式编写,突出工作任务,强调理实一体化,突出职业能力的培养。

本教材主要有以下特点。

1. 采用项目化教学法,突出职业性和技术性。本教材突破了以往遵循理论教学的模式,在每个项目下设置相应的任务,使学生在完成工作任务的过程中学习理论,强化操作,注重项目的实用性。

2. 教学目标明确。每一个工作项目、任务都是精心设计的,针对性强,操作性强。强调工作任务,通过一个个任务的解决,学生获得知识与技能,强调边学边做,做中学、学中做,从而达到良好的教学效果。

3. 结合分析工(化学检验工)技能测试。高职阶段教育要求在校期间拿到相应的职业资格证书,本教材在承接分析化学的基础上,让学生能够充分的通过实践锻炼其分析检验技能,为后期分析工技能培训、比赛和技能鉴定奠定夯实基础。

本书除了具有相关企业人员的指导,乌海职业技术学院化学工程系系主任王贤纲也为我们提供了建设性的意见。本书由乌海职业技术学院侯小伟、韩雅楠、王茹担任主编,项目二、项目三、项目五、项目六和项目十由乌职院侯小伟教师和毛巍编写;项目一、项目八、项目九、项目十一和项目十五由乌职院韩雅楠教师和神华蒙西煤化股份有限公司孟庆讯、苏慧锋编写;项目十六由乌职院王茹教师编写;项目四、项目七、项目十三和项目十四由阿拉善职业技术学院张慧娟教师编写;项目十二由鄂尔多斯职业学院郭丽敏教师编写。

由于编者水平、时间和条件所限,书中的错漏和不妥之处在所难免,敬请专家和广大读者批评指正。

编 者

2015年6月

系列教材编审委员会名单

主 任 牟占军 李 峰

副 主 任 王贤纲 张艳君

委 员 (以姓氏笔画为序)

马桂香 王 林 王 茹 王利民 王贤纲 方 懿

仪明武 成彦霞 吕 会 闫碧莹 许红霞 孙微微

牟占军 李 峰 李 慧 李铁云 肖 飞 张艳君

张海玲 张慧娟 赵丽霞 赵新苓 侯小伟 施晓婷

郭俊锁 韩 兵 韩雅楠 董丽坤 魏凤琴

项目一 石灰石品质分析	1
任务描述	1
任务一 石灰石中碳酸钙和氧化镁含量的测定	4
任务二 石灰石中二氧化硅含量的测定	11
任务三 石灰石中氧化铝含量的测定	18
任务四 石灰石中氧化铁含量的测定	25
项目二 工业盐酸品质分析	33
任务描述	33
任务一 工业盐酸总酸度的测定	36
任务二 工业盐酸中铁含量的测定	39
任务三 工业盐酸中灼烧残渣含量的测定	44
任务四 工业盐酸中游离氯含量的测定	46
项目三 工业氢氧化钠品质分析	51
任务描述	51
任务一 工业氢氧化钠中 NaOH 和 NaCO ₃ 含量的测定	55
任务二 工业氢氧化钠中氯化钠含量的测定	61
任务三 工业氢氧化钠中铁含量的测定	74
项目四 次氯酸钠中控分析	81
任务描述	81
任务一 次氯酸钠溶液中有效氯含量的测定	84
任务二 次氯酸钠溶液 pH 值的测定	88
项目五 石灰品质分析	92
任务描述	92
任务一 石灰中氧化钙、氧化镁含量的测定	93
任务二 石灰灼烧减量的测定	97
任务三 石灰活性的测定	100
任务四 石灰粒度的测定	102
任务五 石灰生过烧量的测定	104
项目六 电石品质分析	107
任务描述	107

任务一 碳化钙发气量的测定	109
任务二 乙炔中磷化氢的测定	113
任务三 乙炔中硫化氢的测定	116
项目七 氯乙烯合成转化气和粗氯乙烯单体分析	121
任务描述	121
任务一 氯乙烯合成转化气中乙炔及氯化氢含量的测定	124
任务二 粗氯乙烯纯度分析	129
项目八 聚氯乙烯树脂的分析	134
任务描述	134
任务一 聚氯乙烯树脂黏度的测定	138
任务二 聚氯乙烯树脂的杂质与外来粒子数的测定	143
任务三 聚氯乙烯树脂挥发物(包括水)的测定	145
任务四 聚氯乙烯树脂表观密度的测定	147
任务五 聚氯乙烯树脂“鱼眼”的测定方法	149
任务六 聚氯乙烯树脂热稳定性试验方法 白度法	152
项目九 焦炉煤气成分的分析	155
任务描述	155
项目十 煤焦油品质分析	161
任务描述	161
任务一 煤焦油密度的测定	163
任务二 煤焦油黏度的测定	167
任务三 煤焦油中水分的测定	169
任务四 煤焦油中灰分的测定	176
任务五 煤焦油中甲苯不溶物含量的测定	178
任务六 煤焦油中萘含量的测定	182
项目十一 粗苯品质分析	188
任务描述	188
任务一 粗苯水分和密度的测定	189
任务二 粗苯类产品的馏程的测定	195
项目十二 脱硫液品质分析	200
任务描述	200
任务一 脱硫液中挥发氨的测定	201
任务二 脱硫液中对二苯酚含量的测定	204

任务三	脱硫液中硫代硫酸铵含量的测定	208
任务四	脱硫液中硫氰酸铵含量的测定	211
任务五	脱硫液中悬浮硫含量的测定	213
任务六	脱硫液中 PDS 含量的测定	215
任务七	脱硫液中 pH 值测定	218
项目十三	甲醇空分工段气体分析	222
任务描述		222
任务一	氧纯度的分析	224
任务二	液氧、液空中乙炔和总烃的测定	229
任务三	氮气的分析	238
项目十四	甲醇中间控制的分析	243
任务描述		243
任务一	粗甲醇中甲醇含量的测定	244
任务二	甲醇溶液的 pH 的测定	249
任务三	气体中硫化氢的检测与原料气中总硫的分析	250
项目十五	工业成品甲醇的分析	255
任务描述		255
任务一	工业甲醇色度、密度及水混溶性的测定	258
任务二	工业甲醇酸度或碱度的测定	262
任务三	工业甲醇沸程的测定	265
任务四	工业甲醇的蒸发残渣的测定	272
项目十六	工业循环冷却水水质分析	275
任务描述		275
任务一	工业循环冷却水中 pH 值的测定	283
任务二	工业循环冷却水电导率的测定	286
任务三	工业循环冷却水浊度的测定	290
任务四	工业循环冷却水硬度的测定	293
任务五	工业循环冷却水中钙、镁离子的测定	297
任务六	工业循环冷却水总碱及酚酞碱度的测定	300
任务七	工业循环冷却水中氯离子的测定	303
任务八	工业循环冷却水中铁含量的测定	308
任务九	工业循环冷却水中总磷含量的测定	312
任务十	工业循环冷却水中硅含量的测定	317
附录 1	原始记录单	325

附录 2	使用的温度计、正常沸点及沸点随压力变化的校正值	328
附录 3	气压计读数校正到 0°C 的校正值	331
参考文献		332
项目九	燃料燃气成分的分析	四十目页
项目十	燃料油品质分析	六十目页
项目十一	粗苯品质分析	六十目页
项目十二	煤油品质分析	六十目页

项目一 石灰石品质分析

任务描述

一、接受检验任务

内蒙古君正化工有限公司新购进一批石灰石原料，公司质检部门安排人员进行品质检验，需要检验的任务有碳酸钙和氧化镁含量、二氧化硅含量、三氧化二铁含量，经过资料查询，确立最佳检验方法，开具产品检验报告单，实施检验。

以小组为单位，综合考虑实验室条件和实验方法的可行性，填写石灰石样品交接单和石灰石品质检验工作任务表（参考附录 1）。

二、相关知识

阅读素材 1 石灰石分析相关标准及技术要求

根据 HGT 2504—1993《化工用石灰石》中有关规定，现将相关知识总结如下。

1. 引用标准

- ① GBT 15057.1—1994 化工用石灰石采样与样品制备方法。
- ② GBT 3286.1—2012 石灰石及白云石化学分析方法 第 1 部分：氧化钙和氧化镁含量的测定：络合滴定法和火焰原子吸收光谱法。
- ③ GBT 3286.2—2012 石灰石及白云石化学分析方法 第 2 部分：二氧化硅含量的测定：硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法。
- ④ GBT 3286.3—2012 石灰石及白云石化学分析方法 第 3 部分：氧化铝含量的测定：铬天青 S 分光光度法和络合滴定法。
- ⑤ GBT 3286.4—2012 石灰石及白云石化学分析方法 第 4 部分：氧化铁含量的测定：邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法。

2. 技术要求

纯碱用石灰石应符合表 1-1 技术要求，电石用石灰石技术要求见表 1-2。

表 1-1 纯碱用石灰石技术要求

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
碳酸钙(CaCO_3)含量/%	≥ 96	92	88
碳酸镁(MgCO_3)含量/%	≤ 3.0	5.0	6.0
三氧化二物+盐酸不溶物/%	≤ 2.0	4.0	6.0

注：矿石粒度由供需双方协议确定。

表 1-2 电石用石灰石技术要求

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
氧化钙(CaO)含量/%	≥ 54.5	53.8	53.0
氧化镁(MgO)含量/%	≤ 1.0		1.2
三氧化二物(R ₂ O ₃)含量/%	≤ 1.0		
盐酸不溶物含量/%	≤ 1.0	1.2	1.5
硫(S)含量/%	≤ 0.1		
磷(P)含量/%	≤ 0.06		

注：1. 矿石粒度由供需双方协议确定。

2. 在产品正常生产条件下，硫、磷含量每季度抽检一次。

3. 试验方法

- ① 样品的采样和制备按照 GB/T 15057.1—1994 执行。
- ② 氧化钙和氧化镁的含量：络合滴定法与火焰原子吸收光谱法。
- ③ 二氧化硅的含量：硅钼蓝分光光度法与高氯酸脱水重量法。
- ④ 氧化铝含量：铬天青 S 分光光度法与络合滴定法。
- ⑤ 氧化铁含量：邻二氮杂菲分光光度法与火焰原子吸收光谱法。

4. 检验规则

- ① 石灰石产品应由生产单位的技术检验部门进行检验，生产单位应保证产品各项指标符合本标准的要求。
- ② 发往同一用户相同质量的石灰石产品为一批，并附有一定格式的质量证明书，每批最大量不超过 3000t。证明书的内容应包括生产单位名称、产品名称、产品等级、质量指标、批量重、批号、车船号、发货日期及本标准号。
- ③ 使用单位有权按本标准的规定对所收到的产品进行复验，如有异议，应在到货后 10 天内提出，可由双方协商解决；如需仲裁，应按全国产品质量仲裁检验暂行办法执行。
- ④ 在判定检验数据是否符合本技术指标时，本标准采用修约值比较法。

5. 标志、包装、运输、贮存

- ① 石灰石产品采用火车、汽车、船舶或其他运输工具等散装运输。
- ② 电石用石灰石产品在贮存和运输过程中，应防止硫、磷有害物质的污染。

阅读素材 2 化工用石灰石采样与样品制备方法

根据 GB/T 15057.1—1994 《化工用石灰石采样与样品制备方法》中有关规定，现将方法总结如下。

1. 采样方法

(1) 矿堆采样

采样点应离顶部、底部不小于 0.3m，离表面不小于 0.2m，同批采取的各点份样量应相近似。

- ① 小于 1000t 矿石。采样量不小于十万分之一。行距与点距不大于 2.5m，均匀地分布于矿堆表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

② 大于 1000t 矿石。采样量不小于十万分之一。行距与点距不大于 3.5m，均匀地分布于矿堆表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

(2) 汽车、火车采样

同批采取的各点份样量应相近似。

① 一个车厢为一个采样单元。由每批矿石的车厢数选取的最少采样单元数按表 1-3 处理。选取的采样单元应与总的车厢数随机地分布。

表 1-3 选取采样单元数的规定

总体物料的单元数	选取的单元数	总体物料的单元数	选取的单元数
1~10	全部单元	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

② 采样点应离车壁、底部不小于 0.3m，离表面不小于 0.2m。

③ 汽车车厢按图 1-1 由 5 点采取份样，火车车厢 30t 按图 1-2 由 8 点采取份样，50t 或 60t 按图 1-3 由 11 点采取份样。

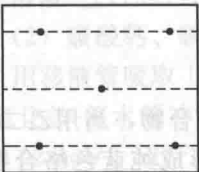


图 1-1

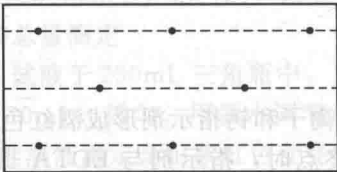


图 1-2

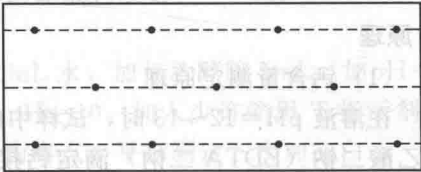


图 1-3

(3) 船舶采样

采样点应离船壁不小于 0.3m，离表面不小于 0.2m，同批采取的各点份样量应相近似。

① 小于 1000t 船舶。采样量不小于十万分之二。行距与点距不大于 1.5m，均匀地分布于船舱矿石表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

② 大于 1000t 船舶。采样量不小于十万分之一。行距与点距不大于 2.0m，均匀地分布于船舱矿石表面，在行距与点距的交叉点上采取份样。

(4) 皮带运输机采样

同批采取的份样量应相近似。

① 每小时采样一次，采取量为每小时皮带运输机通过量的十万分之二。

② 采样位置可在皮带运输机的任一段进行。每次随机地在皮带运输机横截面上连续采取三点份样。

③ 不足 4h 运输量的矿石，由皮带运输机横截面的采样次数不少于 6 次；不足 2h 运输

量的矿石，不少于4次。

2. 样品制备

(1) 按批混合各份样则为该批的样品。

(2) 混合的样品需经破碎、粉碎、磨细等步骤。每步骤均应过筛、混匀并用四分法缩分。每次缩分应按下式进行：

$$Q = Kd^2 \quad (1-1)$$

式中， Q 为缩分出样品的最小可靠质量，kg； d 为样品颗粒的最大直径，mm； K 为矿石的均匀系数，石灰石为 0.1。

(3) 按上条制备的样品全部通过 1mm 筛孔后，缩分至 0.2kg，磨细并全部通过 125μm 筛孔，再用四分法等量分取两份，分装在一个清洁、干燥的磨口瓶中，密封并注明：生产单位名称、产品名称、等级、批号、采样人员及采样日期。

一瓶为实验室样品，送往化验室供检验用；另一瓶为备考样品，供日后有争议时复验用。

(4) 样品保存期为两个月。



任务一 石灰石中碳酸钙和氧化镁含量的测定

第一部分 相关知识

阅读素材 1 测定石灰石中碳酸钙和氧化镁的含量

参考内蒙古君正能源化工有限责任公司和内蒙古中谷矿业有限责任公司检测方法，现将石灰石中碳酸钙和氧化镁的含量测定方法总结如下。

1. 原理

(1) 钙含量测定原理

在溶液 $\text{pH}=12\sim13$ 时，试样中的钙离子和钙指示剂形成酒红色的络合物，当用乙二胺四乙酸二钠（EDTA 二钠）滴定钙接近终点时，指示剂与 EDTA 二钠形成纯蓝色络合物，即为终点。

(2) 钙镁总含量测定原理

在溶液 $\text{pH}=10$ 时，试样中的钙、镁离子和铬黑 T 指示剂形成红色的络合物，当用乙二胺四乙酸二钠（EDTA 二钠）滴定钙、镁接近终点时，指示剂与 EDTA 二钠形成蓝色络合物，即为终点。

2. 方法提要

试样经盐酸加热溶解至清亮，以三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰元素，在 pH 大于 12.5 的溶液中，以钙羧酸作指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定溶液中的钙。在 $\text{pH}=10$ 时，以铬黑 T 为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定钙镁含量，由差减法求得碳酸镁的含量。

3. 试剂

① 盐酸：6mol/L (1+1) 盐酸。

② 氢氧化钠溶液 20%。

③ 10% 氨水：10mL 氨水加 90mL 蒸馏水。

- ④ 三乙醇胺：三乙醇胺 20g/L。
- ⑤ 钙羧酸指示剂：5g 溶于 100g 无水乙醇中。
- ⑥ EDTA 标准溶液：0.0200mol/L。
- ⑦ 氨-氯化铵缓冲溶液：pH=10，称氯化铵 5.4g 加水 20mL 再加入氨水 35mL，加水稀释至 100mL。
- ⑧ 铬黑 T 指示剂：5g/L 乙醇溶液。
- ⑨ 硝酸银溶液（2%）：2g 硝酸银溶于 100mL 水中。

4. 测定步骤

准确称取 0.5g 石灰石样品于 250mL 烧杯中，加少量水润湿，盖上表面皿，用滴管从杯嘴中滴加 1:1 HCl 1~2mL，加热煮沸至完全溶解，取下转移至预先加入 20mL 蒸馏水的 250mL 容量瓶中，过滤，用热水洗至无 Cl^- 为止（用 2% 硝酸银检验），冷却后，用蒸馏水稀释至刻度。

（1）碳酸钙的测定

用移液管吸取 10mL 试液于 250mL 锥形瓶中，加水 50mL，加三乙醇胺 5mL，用 20% NaOH 调节溶液 pH=12~13，加少许钙羧酸指示剂，用 0.02mol/L EDTA 标准溶液（用现标定）滴定至有酒红色变为纯蓝色为终点，平行测定三次加空白。

结果计算：

$$w(\text{CaCO}_3) = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 0.1001}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad (1-2)$$

式中， c 为 EDTA 标准溶液浓度，mol/L； V_2 为 EDTA 标准溶液滴定钙含量的体积，mL； V_1 为 EDTA 标准滴定溶液滴定碳酸钙空白试液的体积，mL； m 为称取试样的质量，g；10 为分取试样的体积，mL；250 为试液定容的体积，mL；0.1001 为与 1.00mL EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000\text{mol/L}$] 相当的，以克表示的碳酸钙质量。

（2）碳酸钙、碳酸镁总量测定

用移液管吸取 10mL 试液于 250mL 三角瓶中，加 50mL 水，加三乙醇胺 5mL，加 pH=10 氯化铵-氨水缓冲溶液 10mL，摇匀，用氨水调节溶液 pH=10，加入少许铬黑 T 指示剂，用 0.02mol/L EDTA 标准溶液滴定至由紫红色变亮蓝色为终点，平行测定三次加空白。

结果按下式计算：

$$w_1 = \frac{c[(V_4 - V_3) - (V_2 - V_1)] \times 0.08431}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad (1-3)$$

式中， w_1 为 MgCO_3 的含量，%； c 为 EDTA 标准滴定溶液的浓度，mol/L； V_4 为 EDTA 标准滴定溶液滴定钙镁含量的体积，mL； V_3 为 EDTA 标准滴定溶液滴定钙镁含量空白试液的体积，mL； V_2 为 EDTA 标准滴定溶液滴定碳酸钙的体积，mL； V_1 为 EDTA 标准滴定溶液滴定碳酸钙空白试液的体积，mL； m 为准确称取试样的质量，g；10 为分取试样的体积，mL；250 为试液定容的体积，mL；0.08431 为与 1.00mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000\text{mol/L}$] 相当的，以克表示的碳酸镁质量。

（3）氧化镁的质量可用下式表示：

$$w_2 = \frac{w_1 \times 0.04031}{0.08431} \quad (1-4)$$

式中， w_2 为 MgO 的含量，%；0.04031 为与 1.00mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=$

1.000mol/L] 相当的，以克表示的氧化镁质量。

5. 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果，碳酸钙平行分析结果的绝对差值应不大于 0.60%，碳酸镁平行分析结果的绝对差值不大于表 1-4 中所列允许差%。

表 1-4 碳酸镁含量允许差

碳酸镁(MgCO ₃)含量/%	允许差/%
2.00~5.00	0.30
>5.00~8.00	0.40

阅读素材 2 EDTA 的配制与标定

1. 配制

按表 1-5 的规定量称取乙二胺四乙酸二钠，加 1000mL 水，加热溶解，冷却，摇匀。

表 1-5

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度[c(EDTA)]/(mol/L)	乙二胺四乙酸二钠的质量/g
0.1	40
0.05	20
0.02	8

2. 标定

(1) 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [(EDTA)=0.1mol/L]，[c(EDTA)=0.05mol/L]

按表 1-6 的规定量称取于 800℃±50℃ 的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氧化锌，用少量水湿润，加 2mL 盐酸溶液（20%）溶解，加 100mL 水，用氨水溶液（10%）调节溶液 pH 至 7~8，加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液（pH≈10）及 5 滴铬黑 T 指示液（5g/L），用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

表 1-6

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度[c(EDTA)]/(mol/L)	工作基准试剂氧化锌的质量 m/g
0.1	0.3
0.05	0.15

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 [c(EDTA)]，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按式（1-5）计算：

$$c(EDTA)=\frac{m\times1000}{(V_1-V_2)M}$$
(1-5)

式中，m 为氧化锌的质量的准确数值，g；V₁ 为乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值，mL；V₂ 为空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值，mL；M 为氧化锌的摩尔质量的

数值, g/mol [$M(\text{ZnO}) = 81.39$]。

(2) 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.02\text{mol/L}$]

称取 0.42g 于 $800^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氧化锌, 用少量水湿润, 加 3mL 盐酸溶液 (20%) 溶解, 移入 250mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。取 35.00~40.00mL, 加 70mL 水, 用氨水溶液 (10%) 调节溶液 pH 至 7~8, 加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10$) 及 5 滴铬黑 T 指示液 (5g/L), 用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 [$c(\text{EDTA})$], 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式 (1-6) 计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times \frac{V_1}{250} \times 1000}{(V_2 - V_3)M} \quad (1-6)$$

式中, m 为氧化锌的质量的准确数值, g; V_1 为氧化锌溶液的体积的准确数值, mL; V_2 为乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值, mL; V_3 为空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的体积的数值, mL; M 为氧化锌的摩尔质量的数值, g/mol [$M(\text{ZnO}) = 81.39$]。

阅读素材 3 火焰原子吸收光谱法测定石灰石中氧化钙和氧化镁含量

根据 GBT 3286.1—2012《石灰石及白云石化学分析方法》中规定, 氧化钙和氧化镁含量的测定——火焰原子吸收光谱法总结如下。

1. 原理

试料以盐酸、氢氟酸分解, 高氯酸冒烟驱尽氢氟酸。在氯化铯存在下, 试液喷入空气-乙炔火焰中用镁空心阴极灯做光源, 于原子吸收光谱仪波长 285.2nm 处测量吸光度。

2. 试剂

① 盐酸 (1+1)。

② 氢氟酸 ($\rho = 1.13\text{g/mL}$)。

③ 高氯酸 ($\rho = 1.67\text{g/mL}$)。

④ 氯化铯溶液 (60g/L): 取 100g 氯化铯 ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 于 600mL 烧杯中, 用水溶解后移入 1000mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

⑤ 氧化镁标准溶液

a. 称取 0.1000g 高纯氧化镁 (含量不低于 99.99%, 预先于 $950 \sim 1000^\circ\text{C}$ 灼烧 1h 并冷却至室温), 置于 250mL 烧杯中, 加 10mL 盐酸溶解, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1.00mL 含 $100.0\mu\text{g}$ 氧化镁。

b. 移取 50.00mL 氧化镁标准溶液置于 500mL 容量瓶中, 加 10mL 盐酸, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1.00mL 含 $10.0\mu\text{g}$ 氧化镁。

3. 仪器

原子吸收光谱仪, 各有空气-乙炔燃烧器, 镁空心阴极灯。空气和乙炔气体要足够纯净 (不含水、油及镁), 以提供稳定清澈的火焰。

按 GB/T 7728 的要求检查原子吸收光谱仪的性能, 所用仪器应达到以下指标。

(1) 精密度最低要求

用最高浓度的标准溶液, 测量 10 次吸光度, 计算其吸光度的平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的标准溶液（不是零浓度标准溶液），测量 10 次吸光度，计算其标准偏差，该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

(2) 特征浓度

氧化镁的特征浓度应优于 $0.007\mu\text{g/mL}$ 。

(3) 检出限

氧化镁的检出限应优于 $0.004\mu\text{g/mL}$ 。

(4) 标准曲线的线性

将校准曲线按浓度等分成 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

4. 制样

① 按 GB/T 2007.2 制备试样。

② 试样应加工至粒度小于 0.125mm 。

③ 石灰石试样分析前在 $105\sim110^\circ\text{C}$ 干燥 2h，置于干燥器中冷却至室温。

5. 分析步骤

(1) 测定次数

对同一试样，至少独立测定 2 次。

(2) 试料量

称取 0.20g 试样，精确至 0.0001g 。对冶金石灰试样，应快速称取试样。

(3) 空白试验

随同试料做空白试验。

(4) 试料分解与试液制备

① 将试料置于铂皿或 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，以少量水湿润，小心滴加盐酸至激烈反应停止，再滴加盐酸至总量为 10.00mL 。加 5mL 氢氟酸， 5mL 高氯酸，低温加热，蒸发冒高氯酸白烟至近干，冷却。

② 加 10mL 盐酸，低温加热溶解盐类，冷却。将试液移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

③ 测量试液

a. 移取 10.00mL 试液于 100mL 容量瓶中，加 5mL 盐酸， 5.0mL 氯化锶溶液，用水稀释至刻度，混匀。此试液用于 $0.1\%\sim0.50\%$ 氧化镁量的测定。

b. 移取 20.00mL 试液于 100mL 容量瓶中，加 5mL 盐酸， 5.0mL 氯化锶溶液，用水稀释至刻度，混匀。此试液用于 0.50% 以上氧化镁量的测定。

(5) 测定

按 GB/T 7728 的要求和操作将原子吸收光谱仪调节至最佳工作条件，在波长 285.2nm 处以空气-乙炔火焰，用水调节零点，测量试样中镁的吸光度，在校准曲线上查出相应氧化镁的浓度。

注：对稳定性较好的原子吸收光谱仪，可采用适当偏转燃烧器的方法降低测量的吸光度，用于氧化镁含量较高的试料溶液的测量，并在同样的条件下绘制标准曲线。

(6) 校准曲线绘制

移取 0 、 1.00mL 、 2.00mL 、 4.00mL 、 6.00mL 、 8.00mL 、 10.00mL 氧化镁标准溶液于一组 100mL 容量瓶中，分别加 5mL 盐酸， 5.0mL 氯化锶溶液，用水稀释至刻度，混匀。在原子吸收光谱仪波长 285.2nm 处，以水调节零点，测量吸光度。以氧化镁浓度为横坐标，