

石油化工专业教材

化 验 工

孔祥生 编著



中國石化出版社

内 容 提 要

本书是中国石化出版社统一组织编写的石油化工专业教材之一。

本书的重点是化学分析、仪器分析基础和化验工常见问题及其解决办法。习题及其解答主要供学习人员理解掌握基本理论知识；模拟试题、评分标准及其参考答案主要供学习人员了解考试出题类型及方式以及培训人员出题作参考。

本书可作为初、中、高级分析化验工及分析化验工技师、高级技师的自学教材及技能鉴定的培训教材，也可作为石油石化工人量化操作，无机化工、有机化工、石油炼制专业的教学使用，还可作为从事石油石化生产、化工分析技术人员及石油石化管理人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化验工/孔祥生编著.

—北京：中国石化出版社，2003

石油化工专业教材

ISBN 7-80164-387-9

I. 化… II. 孔… III. ①化学分析—技术培训—教材
②仪器分析—技术培训—教材 IV. 065

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 043412 号

中国石化出版社出版发行

地址：北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编：100011 电话：(010)84271850

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com.cn

北京精美实华图文制作中心排版

北京大地印刷厂印刷

新华书店北京发行所经销

850×1168 毫米 32 开本 17.5 印张 468 千字 印 1—3000

2003 年 7 月第 1 版 2003 年 7 月第 1 次印刷

定价：32.00 元

前言

化工分析是应用化学分析、仪器分析的基本理论知识 and 基本操作方法，解决石油石化企业生产中实际分析任务的一门学科。本书是在多年的教学实践中应用化工分析的理论和化验实际归纳总结而成的，具有“知识更新源实践，经验推出已检验，知识面宽易理解，实践性强解疑难”的特点，为解决化验工在分析岗位上遇到的实际问题提供了理论和实践方面的知识和经验。本书有助于分析化验工掌握化学分析、仪器分析基本理论知识及提高基本操作技能，还提供了化验工常见问题及其解决办法，对提高化验工解决问题的能力，提高分析结果的精确度是十分有效的。

本书是中国石化出版社统一组织编写的石油化工专业系列教材之一。全书共分五篇：第一篇 化学分析基础，共分 8 章；第二篇 仪器分析基础，共分 6 章；第三篇 习题及其解答(对应前两篇各章内容)；第四篇 化验工常见问题及其解决办法，共分 4 章；第五篇 化验工技能鉴定考核理论及操作考试模拟试题、参考答案及评分标准。本书采用了企业现行的分析实验内容，在基本理论的叙述上能较好地体现系统性、科学性和先进性。严格采用法

定计量单位，在文字表达上力求通俗易懂，由浅入深，以利于教学和自学。在内容选编上适当兼顾了初、中、高级分析化验工及分析化验工技师、高级技师的培训、自学及技能鉴定培训的需要，各培训单位在教学上可根据实际情况酌情选用。本书是由山东化工职业学院孔祥生编著定稿的。济南大学孔令平参加了本书部分书稿的编写。济南大学张广成、柳荣范及聊城教育学院高之清等同志参加了对本书的审议。本书在编写和审稿过程中还得到了中国石化出版社等单位领导和编辑的大力支持和帮助，在此谨表衷心感谢。

限于编者水平，书中不妥之处在所难免，敬请批评和指正。

编者

2003 年 4 月

目 录

第一篇 化学分析基础

第一章 绪论	(1)
第一节 化学分析在石油石化生产中的地位及 作用	(1)
第二节 化学分析的方法	(2)
第三节 分析误差及其减免方法	(4)
第四节 有效数字及其运算规则	(11)
第五节 分析天平	(14)
实验 1 分析天平的正确使用及常见的 错误操作方法	(31)
实验 2 分析天平的称量练习	(31)
第二章 滴定分析法总论	(35)
第一节 简介	(35)
第二节 溶液浓度的表示及其换算	(38)
第三节 标准溶液的配制与标定	(41)
第四节 滴定分析的计算及其结果的表示方法	(44)
第五节 滴定分析仪器及其使用	(47)
实验 1 常用滴定分析仪器的洗涤及操作方法	(52)
实验 2 滴定分析仪器的洗涤及基本操作	(52)
第三章 酸碱滴定法	(55)
第一节 简介	(55)
第二节 酸碱滴定曲线	(55)
第三节 酸碱指示剂及其选择	(66)

第四节	电导滴定	(73)
第五节	酸碱滴定法的应用	(75)
实验 1	酸碱标准溶液的标定	(80)
实验 2	混合碱的测定	(83)
实验 3	尿素中氮含量的测定	(85)
第四章	氧化还原滴定法	(88)
第一节	简介	(88)
第二节	电极电位和能斯特方程式	(88)
第三节	氧化还原滴定曲线	(90)
第四节	氧化还原滴定指示剂	(95)
第五节	高锰酸钾法	(97)
第六节	重铬酸钾法	(100)
第七节	碘量法	(103)
第八节	溴酸钾法	(109)
实验 1	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	(110)
实验 2	苯酚纯度的测定	(112)
第五章	络合滴定法	(115)
第一节	简介	(115)
第二节	EDTA 络合滴定法	(116)
第三节	络合滴定曲线及 EDTA 的酸效应曲线	(120)
第四节	金属指示剂	(126)
第五节	络合滴定法的应用	(128)
实验 1	EDTA 标准溶液的配制与标定	(133)
实验 2	水的总硬度的测定	(136)
实验 3	炼油污水中硫酸根含量的测定	(137)
第六章	沉淀滴定法	(140)
第一节	简介	(140)
第二节	莫尔法	(141)

第三节	佛尔哈德法	(144)
实验 1	工业用水中 Cl^- 含量的测定(莫尔法)	(146)
实验 2	可溶性氯化物中 Cl^- 含量的 测定(莫尔法)	(147)
第七章	非水滴定法	(149)
第一节	简介	(149)
第二节	酸碱质子理论	(149)
第三节	非水滴定法	(151)
第四节	非水滴定法中良好的溶剂应具备的条件	(152)
第五节	非水滴定法的应用	(153)
实验 1	工业酒精中水分的测定(费休法)	(158)
第八章	重量分析法	(162)
第一节	简介	(162)
第二节	气化法	(163)
第三节	沉淀法的理论基础	(164)
第四节	沉淀法的操作技术	(165)
第五节	沉淀法计算示例	(169)
实验 1	氯化钡中结晶水的测定(气化法)	(173)
实验 2	氯化钡中 Ba 含量的测定	(174)

第二篇 仪器分析基础

第一章	气体分析法	(178)
第一节	简介	(178)
第二节	常量气体分析法	(179)
第三节	微量气体分析法	(194)
实验 1	合成氨原料气的全分析	(196)
第二章	气相色谱法	(201)
第一节	简介	(201)

第二节	色谱柱·····	(207)
第三节	检测器·····	(216)
第四节	定性与定量分析·····	(223)
第五节	气相色谱分析法的操作条件·····	(234)
第六节	毛细管气相色谱简介·····	(236)
实验 1	苯、甲苯、乙苯及二甲苯异构体的分析·····	(240)
实验 2	成品苯中非芳烃杂质含量的测定·····	(242)
第三章	比色及分光光度分析法·····	(245)
第一节	简介·····	(245)
第二节	光吸收定律·····	(249)
第三节	显色反应及显色剂·····	(252)
第四节	比色分析的方法及仪器·····	(254)
第五节	72 型分光光度计·····	(259)
第六节	721 型分光光度计·····	(261)
第七节	751 型分光光度计·····	(266)
第八节	分析结果的计算·····	(281)
实验 1	工业盐酸中铁含量的测定 (目视比色法)·····	(283)
实验 2	工业用水中铁含量的测定 (分光光度法)·····	(285)
第四章	红外分光光度分析法·····	(289)
第一节	简介·····	(289)
第二节	基本原理·····	(291)
第三节	红外分光光度计·····	(309)
第四节	定性及定量分析·····	(314)
实验 1	循环冷却水中油含量的测定·····	(322)
第五章	电位分析法·····	(325)
第一节	简介·····	(325)

第二节	指示电极与参比电极	(326)
第三节	直接电位分析法	(330)
第四节	电位滴定分析法	(351)
实验 1	水样碱度的测定	(363)
第六章	质谱分析法	(367)
第一节	简介	(367)
第二节	质谱分析过程	(368)
第三节	质谱仪器介绍	(370)
第四节	质谱分析法的应用及发展前景	(373)

第三篇 习题及其解答(对应前两篇各章内容)

第一章	化学分析基础习题	(379)
第二章	仪器分析基础习题	(387)
第三章	化学分析基础习题解答	(394)
第四章	仪器分析基础习题解答	(410)

第四篇 化验工常见问题及其解决办法

第一章	安全分析常识	(424)
第一节	安全分析	(424)
第二节	化验室安全常识	(433)
第二章	溶液的配制方法	(449)
第一节	一般溶液的配制方法	(449)
第二节	指示剂溶液的配制方法	(451)
第三节	试纸	(453)
第三章	常用仪器及其校准方法	(455)
第一节	常用玻璃仪器	(455)
第二节	常用量器	(464)
第三节	其它器皿和用品	(467)

第四章 仪器分析常见问题及其解决办法	(475)
第一节 TC328A 型全自动电光分析天平部分	(475)
第二节 DJ2/500 型电子精密分析天平部分	(477)
第三节 721 型分光光度计部分	(478)
第四节 751 型分光光度计部分	(484)
第五节 气相色谱分析部分	(486)

第五篇 化验工技能鉴定考核理论及操作 考试模拟试题、参考答案及评分标准

第一章 化验工技能鉴定考核理论考试	(488)
1. 化验工(初级工)技能鉴定考核理论模拟试题	(488)
2. 化验工(中级工)技能鉴定考核理论模拟试题	(491)
3. 化验工(高级工)技能鉴定考核理论模拟试题	(496)
4. 化验工(技师、高级技师)技能鉴定考核理论 模拟试题	(500)
第二章 化验工技能鉴定考核技能操作考试	(504)
1. 化验工(初级工)技能鉴定考核技能操作考试 模拟试题	(504)
2. 化验工(中级工)技能鉴定考核技能操作考试 模拟试题	(507)
3. 化验工(高级工)技能鉴定考核技能操作考试 模拟试题	(510)
4. 化验工(技师、高级技师)技能鉴定考核论文 写作试题	(515)
参考文献	(516)

附表

1. 难溶化合物的溶度积(18~25℃)	(517)
2. 络合物的稳定常数的对数值(18~25℃)	(518)

3. 标准电极电位(18 ~ 25℃)	(520)
4. 常用氧化还原体系的电极电位	(523)
5. 弱酸和弱碱在水中的电离常数(25℃)	(524)
6. 热导池检测器的相对响应值和相对校正因子	(527)
7. 氢焰离子化检测器的相对响应值	(534)
8. 常用相对分子质量表(根据 1997 年国际相对 原子质量)	(537)
9. 相对原子质量表(根据 1997 年国际相对 原子质量)	(542)
10. 标准缓冲溶液的 pH 值(0 ~ 60℃)	(543)
11. 市售酸碱试剂的浓度及相对密度	(543)
12. 常用的聚合物固定相	(544)

第一篇

化学分析基础

第一章 绪 论

第一节 化学分析在石油石化 生产中的地位及作用

化学分析是分析化学在石油石化生产中的应用。

在石油石化生产中，大多数情况下物料的基本组成是已知的，只需要对生产过程中的原料、产品、各种中间产物以及常用的其它物料(如燃料、催化剂、水等)进行及时、准确地定量分析。例如，在合成氨生产中要根据不同的原料组成来确定脱硫和净化原料气的工艺条件，以延长合成氨生产中催化剂的寿命。通常要求炼厂气在进入合成氨系统之前，有机硫和无机硫的总含量必须低于 3×10^{-6} 。否则，就必须先进行脱硫，然后经过转化炉、中低温变换器、脱碳及甲烷化炉，再通入合成塔中合成氨。在分子化学工业中，为了生产高质量的聚乙烯、聚丙烯、顺丁橡胶和丁苯橡胶，需要较高纯度的单体——聚合级乙烯、丙烯、丁二烯。要求其杂质含量控制在 10^{-6} 数量级。这些工艺指标的测定都是靠化工分析来完成的。为了提高企业的经济效益，增强企业的活力，对原料及燃料的选择、工艺流程的控制、产品质量的检验、“三废”的处理与综合利用、事故隐患的避免与消除、安全动火分析、易燃易爆物质泄漏的及时发现与控制、环境保护等，都需要进行必要的化学分析。

可见，化学分析的确是石油石化生产的“耳目”，起着指导石油石化生产的作用，在石油石化生产中具有十分重要的地位及作

用。学习化学分析，必须树立严谨求实的作风。石油石化生产中的操作人员必须掌握化学分析的基本要点和基本方法，根据各个控制点的分析数据，及时地对所操作仪表、阀门等进行有效的调节，以保证装置能安全、平稳、长周期、满负荷、优质地运转，生产出高质量、高产量的石油石化产品。

第二节 化学分析的方法

在石油石化生产中常用的分析方法可分为两大类，即化学分析法和仪器分析法。

一、化学分析法

化学分析法是以能定量完成的化学反应为基础的分析方法。它是化工分析方法的基础。该方法依据反应中生成物的量或标准溶液的消耗量来确定被测组分的含量。其化学方程式为



式中 X ——被测组分；

R ——标准溶液；

P ——反应生成物。

由于运用的能定量完成的化学反应的类型不同，化学分析法又可分为：

(1) 滴定分析法 是用一种已知准确浓度的试剂溶液(称为标准溶液)，滴加到被测试样的溶液中，根据恰好完全反应时所消耗的标准溶液的体积和浓度，计算出被测组分含量的分析方法。如酸碱滴定法、氧化还原滴定法等。此方法具有简单、快速的特点，并具有一定的准确度，应用较广泛，是化学分析法中最基本、最常用的一种方法。但一般适用于常量分析，不适用于微量分析。

(2) 重量分析法 是根据试样质量的变化和反应生成难溶化合物的质量来确定被测组分含量的分析方法。如沉淀法。此方法准确度高，但用时较长，常作为仲裁分析的方法。

二、仪器分析法

仪器分析法主要是以物质的物理性质或物理化学性质(如颜色、光谱、电导率、折射率、溶解度、吸附性、放射性等)的不同为基础的分析方法。由于此类方法需要比较复杂和精密的仪器,故称为仪器分析法。常用的仪器分析法有:

(1) 光化学分析法 如比色及分光光度分析法、红外分光光度分析法、原子吸收光谱分析法、原子发射光谱分析法等。

(2) 色谱分析法 如气相色谱法、毛细管气相色谱法、高压液相色谱法等。

(3) 电化学分析法 如电位分析法、电导分析法、库仑分析法等。

(4) 其它分析法 如气体分析法、质谱分析法、核磁共振波谱法、X射线荧光分析法等。

仪器分析法具有灵敏度高、分析速度快的特点,适于微量组分的分析,能够较理想地完成化学分析法所不能解决的分析任务。但仪器设备一般比较精密复杂,操作要求严细,仪器价格昂贵。

随着科学技术的迅速发展,生产设备的不断更新和新技术的不断引进,对分析方法不断提出了新的要求。特别是随着我国石油石化的高速发展,许多新的石油石化企业相继建成和投产也对化学分析的方法提出了更新更高的要求。有些经典的化学分析方法,已不能满足新的要求而被仪器分析法所取代。目前,许多新型仪器不断问世,陈旧仪器不断被淘汰。化学分析正朝着现代化、仪器化、自动化的方向发展。

但是,仪器分析法还不能完全取代化学分析法。仪器分析法中试样的处理、试液的配制、分析方法准确性的校验等,仍需要通过化学分析法来完成。故化学分析方法仍是化工分析的基础。因此,化学分析方法是基础,仪器分析方法是发展方向。两种方法必须互相配合,互相补充,以满足灵敏、准确、自动、快速的现代化分析要求。

第三节 分析误差及其减免方法

在化工分析中，我们不仅要测定试样中某种组分的含量，而且还要善于判断分析结果是否准确可靠，只有准确的分析结果才能起到指导生产的作用；如果分析结果不准确就会影响生产甚至会给生产带来极大的损失。因此，必须讨论分析误差及其减免措施。

一、误差

误差是指个别分析结果的测得值与真实值之间的接近程度。误差常用来表示分析结果的准确度。分析结果的准确度是指几次平行测定结果的算术平均值与真实值之间的接近程度。误差的绝对值越大，分析结果的准确度就越低；误差的绝对值越小，分析结果的准确度就越高。

误差又分为绝对误差和相对误差。

$$\text{绝对误差} = \text{测得值} - \text{真实值} \quad (1-1-1)$$

显然，绝对误差的绝对值越小，说明测得值与真实值越接近，分析结果越准确；绝对误差的绝对值越大，分析结果就越不准确。但是绝对误差不能反映误差在分析结果中所占的比例。例如，称得某一物质的质量为 1.4380g，而该物质的真实质量为 1.4381g，则

$$\text{绝对误差} = 1.4380 - 1.4381 = -0.0001(\text{g})$$

若称得另一物质的质量为 0.1437g，而该物质的真实质量为 0.1438g，则

$$\text{绝对误差} = 0.1437 - 0.1438 = -0.0001(\text{g})$$

上述两物质的质量相差约 10 倍，但测定的绝对误差却都为 -0.0001g 。而误差在分析结果中所占的比例未能反映出来。故又常用相对误差来表示分析结果的准确度。

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\% \quad (1-1-2)$$

在上例中两物质称量的相对误差分别等于：

$$\frac{-0.0001}{1.4381} \times 100\% = -0.0070\%$$

$$\frac{-0.0001}{0.1438} \times 100\% = -0.0700\%$$

从相对误差的计算可以看出，在称量的过程中，称量的绝对误差虽然相同，但由于被称量物质的质量不同，相对误差却不相同。显然，当被称量的物质的质量较大时，相对误差就比较小，准确度也就比较高。

因为测得值可能大于或者小于真实值，所以绝对误差和相对误差都有正负之分。当测得值等于真实值时，绝对误差和相对误差都等于零。

二、偏差

在化工分析中被测组分的真实值往往是不知道的。这就给衡量分析结果是否准确带来了困难。因此在化工分析中常用测得结果的精密度又叫重现性来表示分析结果的可靠程度。

偏差是指个别测得值与几次平行测定结果的算术平均值之间的接近程度。偏差常用来表示分析结果的精密度。精密度是指在相同条件下，对同一试样进行几次平行测定所得结果互相接近的程度。偏差的绝对值越大，分析结果的精密度就越低；偏差的绝对值越小，分析结果的精密度就越高。

偏差分为绝对偏差、相对偏差。绝对偏差是指个别测得值与几次平行测定所得结果的算术平均值之差。即

$$d_i = x_i - \bar{x} \quad (1-1-3)$$

式中 d_i ——某一次的绝对偏差；

x_i ——某一次的测得值；

$\bar{x}$ —— n 次平行测定结果的算术平均值，即 $\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$ 。

还常用相对偏差来表示分析结果的精密度。

$$\text{相对偏差} = \frac{d_i}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-1-4)$$

式中 d_i ——某一次的绝对偏差；

$\bar{x}$ —— n 次平行测定结果的算术平均值。

如何从精密度和准确度两个方面来衡量分析结果的可靠程度呢？例如，甲乙丙丁 4 人对同一试样中的某一组分进行分析，所得结果见表 1-1-1。

如果这个样品中该组分含量的真实值为 37.40%。可将上述数据绘于图 1-1-1 中。

表 1-1-1 不同分析人员的分析结果

%

分析人员	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	平均值
甲	37.46	37.42	37.42	37.51	37.45
乙	37.07	37.11	37.02	36.99	37.05
丙	36.30	36.04	36.48	36.65	36.37
丁	37.85	37.07	36.69	37.48	37.27

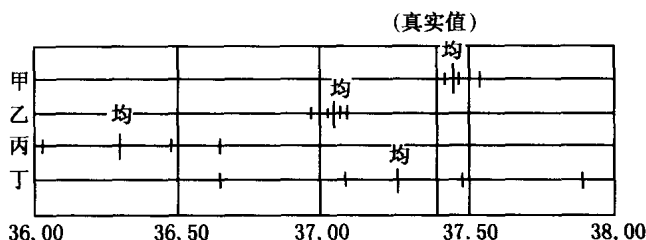


图 1-1-1 不同测定者对同一试样的分析结果

由图 1-1-1 可见，甲所得结果的准确度与精密度均好，结果可靠；乙的精密度虽高，但准确度低；丙的准确度与精密度均很差；丁的平均值虽然也接近真实值，但测得数据之间相差甚远，精密度差。仅仅是由于正、负误差相互抵消才使结果偶然接近真实值，因此可靠程度小。这就说明，精密度高是保证准确度高的先决条件，而精密度差就失去了衡量准确度的前提。但是，仅有高的精密度还不能保证高的准确度，这是由于分析中存在的系统误差所造成的。只有在消除系统误差的前提下，精密度高，准确度才一定高，所得分析结果才是准确可靠的。