



职业技能鉴定培训教程

化 学 检 验 工

有机化工分析

王秀萍 徐焕斌 张德胜 主编

● 依据国家职业标准

● 紧密结合生产实际

● 面向国家职业资格培训



化学工业出版社

职业技能鉴定培训教程

化 学 检 验 工

有机化工分析

王秀萍 徐焕斌 张德胜 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本教材主要围绕有机产品或有机试剂分析中的通用方法(第1部分)以及色谱分析方法(第2部分)编写,重点对各分析方法在实际运用中需要注意的问题进行了较详细的阐述,并针对需要重点掌握的要点附设了思考题。通用方法排序基本上是按先易后难的原则。教材末(第3部分)附设了基本操作评分标准。评分标准是依据分析的基本操作而设,同时包括记录、时间、结果的评分标准。实际考核时可以进行适当组合。

作为劳动保障部培训就业司推荐的行业职业教育培训规划教材,可供化工检验专业工人岗位培训使用,也可供相关行业技术人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

有机化工分析/王秀萍,徐焕斌,张德胜主编. —北京:化学工业出版社,2006.6

职业技能鉴定培训教程 化学检验工

ISBN 7-5025-8726-8

I. 有… II. ①王…②徐…③张… III. 有机化学-化学工业-分析方法-职业技能鉴定-教材 IV. TQ014

中国版本图书馆CIP数据核字(2006)第071032号

丛 书 名 职业技能鉴定培训教程 化学检验工
书 名 有机化工分析
主 编 王秀萍 徐焕斌 张德胜
责任编辑 赵丽霞 李玉晖
文字编辑 杨欣欣
责任校对 洪雅姝
封面设计 于 兵



出版发行 化学工业出版社
地 址 北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029
购书咨询 (010)64982530
(010)64918013
购书传真 (010)64982630
网 址 <http://www.cip.com.cn>
经 销 新华书店北京发行所
印 刷 大厂聚鑫印刷有限责任公司
装 订 三河市延风装订厂
开 本 720mm×1000mm 1/16
印 张 16 $\frac{3}{4}$
字 数 296千字
版 次 2006年10月第1版 2006年10月北京第1次印刷
书 号 ISBN 7-5025-8726-8
定 价 29.00元



版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换

等级划分

(仅供参考)

初 级 工

第 1 部分 通用方法

- 1 液体有机物水混溶性试验
- 2 色度的测定
- 3 蒸发残渣的测定
- 4 灰分的测定
- 5 酸度、碱度的测定

中 级 工

第 1 部分 通用方法

- 6 还原高锰酸钾物质的测定方法
- 7 羰基化合物含量的测定
- 8 密度的测定
- 9 熔点测定
- 10 结晶点的测定方法
- 11 折射率测定法
- 12 闪点的测定
- 13 黏度的测定

高 级 工

第 1 部分 通用方法

- 14 有机液体沸程的测定
- 15 水分的测定
- 16 有机物中铁含量的测定
- 17 微量硫的测定

第2部分 色谱分析

- 18 丙酮含量的测定
- 19 甲醇含量的测定
- 20 乙醇含量的测定
- 21 异丙醇含量的测定
- 22 正丁醇含量的测定
- 23 2-乙基己醇（辛醇）含量的测定
- 24 乙二醇含量的测定
- 25 乙酸乙酯含量的测定
- 26 丙烯酸酯含量的测定
- 27 一乙醇胺含量的测定
- 28 乙酸酐含量的测定
- 29 丙烯酸含量的测定
- 30 四氯化碳含量的测定
- 31 苯含量的测定
- 32 甲苯中烃类杂质含量的测定
- 33 乙苯含量及烃类杂质含量的测定
- 34 混合异丙苯含量及杂质含量的测定
- 35 混合二甲苯含量的测定
- 36 苯乙烯含量的测定
- 37 苯胺含量的测定
- 38 邻苯二甲酸酐含量的测定
- 39 苯酚及酚类产品组成的测定

前言

分析工是化工行业技术工人的主要工种之一。分析工工作技术含量高,岗位责任重。分析检验结果的准确性和可靠性,直接影响到企业正常运行、产品质量和生产效益,甚至人员生命安全。为推行国家职业资格制度,促进高技能人才快速成长,劳动和社会保障部颁布了《国家职业标准·化学检验工》。按照《中华人民共和国职业分类大典》对化学检验工的定义,分析工等15个工种归入化学检验工。

根据国家职业标准的要求,结合行业技术工人培训和技能鉴定的实际情况,化学工业职业技能鉴定指导中心组织编写了《职业技能鉴定培训教程(化学检验工系列)》。本套教程经劳动和社会保障部职业培训教材工作委员会备案,被劳动保障部培训就业司推荐为行业职业教育培训规划教材。教程与化学工业职业技能鉴定指导中心开发的题库配合,可以满足石油化工、化肥、医药、涂料、焦化、高分子等行业化学检验工学习、培训、考核的需求,促进相关工种职业技能鉴定工作的规范化开展。

根据行业特点及基础知识的相关性,本套培训教材分为基础知识和专业技能两大部分。

基础知识部分以分析方法为主线进行编写,基本知识、原理结合分析方法组织内容,包括《化学检验工 初级》《化学检验工 中级》《化学检验工 高级》《化学检验工 技师》和《化学检验工 高级技师》。为便于读者备考,这五个分册中收录了化学检验工职业技能鉴定题库鉴定细目表的部分内容,可供读者参考。

专业技能部分以化工行业的各专业和主要分析项目为主线,按照模块方式分等级编写,包括《化学检验工 无机化工分析》、《化学检验工 有机化工分析》、《化学检验工 石油化工分析》、《化学检验工 溶剂试剂分析》、《化学检验工 水质分析》、《化学检验工 化肥分析》、《化学检验工 催化剂分子筛分析》、《化学检验工 药品分析》、《化学检验工 涂料分析》、《化学检验工 焦化分析》、《化学检验工 生化分析》、《化学检验工 金属材料分析》和《化学检验工 塑料分析与测试》等13个分册。这些分册依据《国家职业标准·化学检验工》对各等级操作技能水平的要求,对职业标准中未能涉及的专业按照行业的实际情况进行了扩展。教材中的每个项目内容包括:项目名称、分析对象;采用的方法和参照的标准;药品、仪器;操作步骤;注意事项及技巧;数据处理和允差;适用

范围等。对部分分析项目给出了评分标准，既可以用于技能鉴定实际操作考试，也可以在日常工作中参考。

本书为《化学检验工 有机化工分析》分册，主要围绕有机产品或有机试剂分析中的通用方法以及色谱分析方法编写。通用方法排序基本是先易后难。书中参考的标准多数是国家标准，色谱分析方法中的个别项目引用了企业标准。重点对各分析方法在实际运用中需要注意的问题进行了较详细的阐述，并针对需要重点掌握的要点附设了思考题。希望本教材对提高分析人员解决实际问题的能力有所启发。书中配有基本操作评分标准，主要是依据分析的基本操作而设，同时包括记录、时间、结果的评分标准。实际考核时可以进行适当组合。

本教材由吉林化学工业集团公司协助组织编写。参加编写人员有王秀萍、徐焕斌、张德胜和李秀梅。全书由王秀萍统稿审核。由于编者水平有限，时间仓促，不当之处在所难免，敬请专家、读者批评指正。

编 者

2006 年 5 月

第1部分 通用方法

1 液体有机物水混溶性试验	1
1.1 试验操作	1
1.2 讨论和注意事项	2
思考与练习	3
2 色度的测定	4
2.1 测定操作	4
2.2 讨论和注意事项	6
附录 氯化钴、氯铂酸钾含量的测定	8
思考与练习	9
3 蒸发残渣的测定	10
3.1 测定操作	10
3.2 讨论和注意事项	11
思考与练习	11
4 灰分的测定	13
4.1 测定操作	13
4.2 讨论和注意事项	14
思考与练习	15
5 酸度、碱度的测定	18
5.1 测定操作	18
5.2 讨论和注意事项	20
附录 A 有机化工产品酸度、碱度测定采用通氮保护措施的滴定方法	22
附录 B 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的配制和标定	22
思考与练习	23
6 还原高锰酸钾物质的测定方法	26
6.1 目视比色法	26
6.2 滴定法	27
6.3 讨论和注意事项	28

附录 标准比色溶液及配制方法	30
思考与练习	32
7 羰基化合物含量的测定	34
7.1 容量法	34
7.2 光度法	35
7.3 讨论和注意事项	37
思考与练习	40
8 密度的测定	42
8.1 固体密度的测定	42
8.2 液体密度的测定	45
8.3 讨论和注意事项	47
思考与练习	51
9 熔点测定	53
9.1 测定操作	53
9.2 讨论和注意事项	54
附录 温度计校正	58
思考与练习	60
10 结晶点的测定方法	62
10.1 测定操作	62
10.2 讨论和注意事项	66
思考与练习	67
11 折射率测定法	69
11.1 测定操作	69
11.2 讨论和注意事项	70
思考与练习	73
12 闪点的测定	75
12.1 测定操作	75
12.2 讨论和注意事项	77
附录 A 克利夫兰开口杯仪	79
附录 B 温度计规格	81
思考与练习	81

13 黏度的测定	83
13.1 测定操作	83
13.2 讨论和注意事项	85
附录 动力黏度的测定	89
思考与练习	90
14 有机液体沸程的测定	93
14.1 测定操作	93
14.2 讨论和注意事项	99
附录 A (资料性附录) 正常沸点及沸点随压力变化校正值	101
附录 B 引起过热的因素及操作注意事项	103
思考与练习	105
15 水分的测定	108
15.1 测定操作	108
15.2 讨论和注意事项	112
附录 干扰情况	118
思考与练习	120
16 有机物中铁含量的测定	123
16.1 邻菲罗啉分光光度法	123
16.2 原子吸收光谱法	125
16.3 讨论和注意事项	127
思考与练习	130
17 微量硫的测定	133
17.1 测定操作	133
17.2 讨论和注意事项	136
思考与练习	139

第 2 部分 色谱分析

18 丙酮含量的测定	140
18.1 丙酮中水、醇含量的测定 (醇含量为甲醇加乙醇)	140
18.2 丙酮含量的测定	142
18.3 讨论和注意事项	143

19 甲醇含量的测定	145
19.1 测定操作.....	145
19.2 讨论和注意事项.....	146
20 乙醇含量的测定	147
20.1 测定操作.....	147
20.2 讨论和注意事项.....	148
21 异丙醇含量的测定	151
21.1 异丙醇含量计算法.....	151
21.2 异丙醇杂质含量测定法——色谱法.....	151
21.3 讨论和注意事项.....	154
22 正丁醇含量的测定	155
22.1 测定操作.....	155
22.2 讨论和注意事项.....	157
23 2-乙基己醇(辛醇)含量的测定	158
23.1 测定操作.....	158
23.2 讨论和注意事项.....	160
24 乙二醇含量的测定	162
24.1 乙二醇含量分析.....	162
24.2 二乙二醇和三乙二醇含量的测定.....	162
24.3 讨论和注意事项.....	165
附录 A 内标定量法.....	166
附录 B 乙二醇中杂质含量的测定.....	167
25 乙酸乙酯含量的测定	169
25.1 测定操作.....	169
25.2 讨论和注意事项.....	171
附录 乙酸酯类中水、乙醇的校正因子测定法.....	171
26 丙烯酸酯含量的测定	173
26.1 测定操作.....	173
26.2 讨论和注意事项.....	175
附录 相对保留时间、相对校正因子推荐值及典型色谱图.....	176
27 一乙醇胺含量的测定	178

27.1	测定操作	178
27.2	讨论和注意事项	180
附录 A	二乙醇胺含量的测定	181
附录 B	三乙醇胺含量的测定	182
28	乙酸酐含量的测定	184
28.1	测定操作	184
28.2	讨论和注意事项	186
29	丙烯酸含量的测定	187
29.1	测定操作	187
29.2	讨论和注意事项	190
30	四氯化碳含量的测定	191
30.1	测定操作	191
30.2	讨论和注意事项	193
31	苯含量的测定	195
31.1	测定操作	195
31.2	讨论和注意事项	196
32	甲苯中烃类杂质含量的测定	197
32.1	测定操作	197
32.2	讨论和注意事项	201
33	乙苯含量及烃类杂质含量的测定	202
33.1	测定操作	202
33.2	讨论和注意事项	204
34	混合异丙苯含量及杂质含量的测定	206
34.1	测定操作	206
34.2	讨论和注意事项	207
35	混合二甲苯含量的测定	209
35.1	测定操作	209
35.2	讨论和注意事项	210
36	苯乙烯含量的测定	212
36.1	测定操作	212
36.2	讨论和注意事项	216

37 苯胺含量的测定	217
37.1 测定操作	217
37.2 讨论和注意事项	219
38 邻苯二甲酸酐含量的测定	221
38.1 测定操作	221
38.2 讨论和注意事项	223
39 苯酚及酚类产品组成的测定	224
39.1 测定操作	224
39.2 讨论和注意事项	227
色谱分析部分思考与练习题	229

第3部分 基本操作评分标准

1. 称量操作评分标准	242
2. 溶解试样操作评分标准	242
3. 试样转移评分标准	242
4. 移液管移液操作评分标准	243
5. 容量瓶操作评分标准	243
6. 滴定管(滴定)操作评分标准	243
7. 分光光度法操作评分标准	244
8. 比色(管)操作评分标准	244
9. pH 值测定操作评分标准	244
10. 密度测定评分标准	244
11. 折射率测定评分标准	245
12. 熔点测定操作评分标准	245
13. 黏度测定操作评分标准	246
14. 闪点测定(开口杯)操作评分标准	246
15. 沸程测定操作评分标准	246
16. 水分测定(卡尔·费休法)操作评分标准	247
17. 气相色谱操作评分标准	247
18. 操作记录评分标准	247
19. 实验管理(文明操作)评分标准	248

20. 操作时间评分标准	248
21. 分析结果评分表	248
参考文献	249

第 1 部分 通用方法

1 液体有机物水混溶性试验

1.1 试验操作

1.1.1 方法概要

按确定比例量取一定体积的样品于比色管中，加水至 100mL，检查混合溶液是否不澄明或浑浊。

本方法参照 GB/ T 6324.1—2004《液体有机化工产品水混溶性试验》。

1.1.2 试剂

水，GB/ T 6682—2004，三级。

1.1.3 仪器

① 比色管：容量 100mL，有刻度，无色透明玻璃材质，具玻璃磨口塞；GB/ T 6324.1—2004。

② 恒温装置：能使温度控制在 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴、恒温室等。

1.1.4 试验方法

根据不同产品的样品所含的难溶于水的杂质及产品规格的要求，选择合适的样品与水混溶的比例。

按确定的比例，量取一定体积的样品注入清洁、干燥的比色管中，缓缓加水至 100mL 刻度，盖紧塞子，充分摇匀，静置至所有气泡消失。将比色管置于 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的恒温装置中（当使用恒温水浴时，应使水面高于比色管中试验溶液

液面) 30min。

加 100mL 水到另一支材质相同的 100mL 比色管中作为空白试液。

30min 后将比色管从恒温装置中取出, 擦干比色管外壁, 在黑色背景下轴向比较样品(水混合溶液)与空白试液。如使用人工光源, 应使光线横向通过比色管。

1.1.5 结果的表述

如果样品——水混合溶液如空白试液一样澄明或无浑浊, 报告样品为“通过试验”。若检验是不澄明的或浑浊的, 报告为“试验不合格”。

1.2 讨论和注意事项

1.2.1 术语及解释

水混溶性试验——在规定条件下, 液体试样与水混合, 观察浊度变化。

澄明——试验溶液的澄清度相同于作为空白试液的水。

水不溶物——在水中的溶解度相对较小, 但与水之间仍存在着一个溶解平衡。当试样中含有的水不溶性杂质超过其在水中溶解度时, 就会出现浑浊。

1.2.2 适用范围

本方法适用于以任何比例都能与水完全混溶并保持化学稳定性的液体有机物, 用于定性检验液体有机化工产品中所含难溶于水的杂质。

1.2.3 方法的意义和应用

能与水完全混溶的液体有机化工产品中常含有烷烃、烯烃、高级醇或酮、芳香烃等难溶于水的杂质, 这些杂质可能影响液体有机化工产品多方面的用途。利用液体有机化工产品与这些杂质和水混溶性的差异, 在规定条件下, 定性检验其中是否含有难溶于水的杂质。

1.2.4 注意事项

① 实验证明, 影响水混溶性的主要是高级烷烃和高级醇(正庚烷也有一定影响), 而芳烃和 C_8 以下的烷烃及醇类只有达到 70mg/L 以上才能观察到微弱的乳浊。

② 温度对溶解度有一定的影响。有些物质随温度降低, 溶解度减小、浊度增大, 如正庚烷; 有些物质随温度降低, 溶解度增大、浊度减小, 如正十六烷。

③ 放置时间对浊度有一定的影响。随着时间的增长，浊度开始增加，30min后基本稳定，2h后开始减退，随后基本保持不变。

④ 加水速度与形成浑浊的程度有关，必须按标准缓缓加入，以保证测试的重复性。

⑤ 试样与水的比例影响检测的灵敏度。试样量大，体系中水不溶性杂质量增加，但有机溶剂量也增加，导致水不溶物在体系中溶解度增大；试样量少（相对水量增加），体系中水不溶性杂质量减少，同样导致水不溶物在体系中溶解度增大。试样与水的比例根据具体产品标准定，如工业甲醇，试样与水的比例优等品为1+3，一等品为1+9。

⑥ 黑背景与其他背景（白背景、玻璃镜等）比较，容易分辨浑浊的深浅。

⑦ 浊度大的试样，轴向与侧向观察差别不大；但浊度很小或仅有乳光的体系，轴向比侧向观察灵敏度高，轴向可分辨出乳光，侧向不行。

⑧ 不同杂质有不同的检出量。表1-1列出了正庚烷、正十六烷、 $C_{16} \sim C_{18}$ 醇、异戊醇、甲苯分别在甲醇、乙醇、丙酮中的最小检出量。

表1-1 水不溶物最小检出量

单位： $\mu\text{g/g}$

试样	正庚烷	正十六烷	$C_{16} \sim C_{18}$ 醇	异戊醇	甲苯
甲醇	19	2	—	10	—
乙醇	20	8	500	6	2000
丙酮	20	5	—	6	—

思考与练习

1-1 测定水混溶性的意义是什么？

1-2 影响水混溶性的主要杂质是什么？

1-3 测定样品水混溶性为什么控制恒温？

1-4 试样与水的比例对检测灵敏度有何影响？

1-5 影响水混溶性测定的因素有哪些？

答 温度、搅拌、放置时间、试样与水的比例、加水速度、观察的方向等。

1-6 化学试剂异丙醇的水混溶性试验如何进行？测的是什么杂质？

答 测定时取10mL试样，加30mL水，混匀，要求溶液应澄清。

异丙醇溶于水，但正丙醇及以上碳数的醇不能与水互溶，而且溶解度随碳数增加而减小，因而本试验测的是高碳醇杂质。