



21世纪复旦大学研究生教学用书

分析化学丛书

# 工业分析化学

邱德仁 编著

复旦大学出版社

21 世纪复旦大学研究生教学用书

# 工业分析化学

邱德仁 编著

复旦大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

工业分析化学/邱德仁编著. —上海:复旦大学出版社,  
2003.11

(分析化学丛书)

ISBN 7-309-03501-1

I. 工… II. 邱… III. 化学工业-化学分析  
IV. TQ014

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 085849 号

工业分析化学

邱德仁 编著

---

出版发行 复旦大学出版社

上海市国权路 579 号 邮编 200433

86-21-65118853(发行部) 86-21-65109143(邮购)

fupnet@fudanpress.com http://www.fudanpress.com

---

责任编辑 秦金妹

装帧设计 陈 萍

总 编 辑 高若海

出 品 人 贺圣遂

---

印 刷 上海复旦四维印刷有限公司

开 本 787×1092 1/16

印 张 20

字 数 369 千

版 次 2003 年 11 月第一版 2003 年 11 月第一次印刷

印 数 1—2 500

---

书 号 ISBN 7-309-03501-1/O·301

定 价 28.00 元

---

如有印装质量问题, 请向复旦大学出版社发行部调换。

版权所有 侵权必究

## 内 容 简 介

本书介绍工业分析实验室的组织与管理、标准分析方法、标准物质、各种分析方法的技术应用、三废排放物分析、分析数据处理及质量保证,以及分析实验室的计量认证。附录给出实用上重要的资料。全书内容实用,适合化学类师生的分析化学教学、自学,实际分析化学工作者和实验室组织管理人员以及拟实行实验室认证认可的领导参考。

## 编辑出版说明

21 世纪,随着科学技术的突飞猛进和知识经济的迅速发展,世界将发生深刻变化,国际间的竞争日趋激烈,高层次人才的教育正面临空前的发展机遇与巨大挑战。

研究生教育是教育结构中最高层次的教育,肩负着为国家现代化建设培养高素质、高层次创造性人才的重任,是我国增强综合国力、增强国际竞争力的重要支撑。为了提高研究生的培养质量和研究生教学的整体水平,必须加强研究生的教材建设,更新教学内容,把创新能力和创新精神的培养放到突出位置上,必须建立适应新的教学和科研要求的有复旦特色的研究生教学用书。“21 世纪复旦大学研究生教学用书”正是为适应这一新形势而编辑出版的。

“21 世纪复旦大学研究生教学用书”分文科、理科和医科三大类,主要出版硕士研究生学位基础课和学位专业课的教材,同时酌情出版一些使用面广、质量较高的选修课及博士研究生学位基础课教材。这些教材除可作为相关学科的研究生教学用书外,还可供有关学者和人员参考。

收入“21 世纪复旦大学研究生教学用书”的教材,大都是作者在编写成讲义后,经过多年教学实践、反复修改后才定稿的。这些作者大都治学严谨,教学实践经验丰富,教学效果也比较显著。由于我们对编辑工作尚缺乏经验,不足之处,敬请读者指正,以便我们在将来再版时加以更正和提高。

复旦大学研究生院

## 分析化学丛书

**主编** 杨芑原 乔登江  
**编委** 邱德仁 张祥民 孔继烈  
朱守正 黄庭国 张文莉

### 书目与作者

《蛋白质组学研究技术和方法》，杨芑原

《感耦等离子体光谱化学》，杨芑原

《原子光谱分析》，邱德仁

《工业分析化学》，邱德仁等

《现代色谱分析》，张祥民

《现代电分析化学》，孔继烈

## 序

复旦大学化学系分析化学的专业教学,近年在课程设置和教学内容上有了与时俱进的显著进步,成为学科建设的重要内容。编写出版一些新的教材,对于课程建设和分析化学学科建设,都是需要和有益的。

《工业分析化学》课程具有明显的实用性。国内外有过一些工业分析的书,内容叙述分析方法的步骤细节,这离教科书尚有一定距离。本书介绍分析实验室的组织管理、标准方法、标准物质、分析方法的应用、三废排放物分析、分析数据处理,以及实验室计量认证,把实际应用组织为系统的课程结构,这是课程的一个鲜明特点。课程的另一个特点是在分析化学教学中引入了质量管理、计量认证的内容。分析化学的传统内容仅限于方法和技术,不考虑质量管理。20 世纪 80 年代在重新认识质量管理在曼哈顿原子弹工程计划中重要作用的基础上,产生了 ISO9000 系列文件,规定对企业生产和分析测试实施质量管理和认证。教学上引入质量管理的理念和体系内容是必要的。在 20 世纪末,欧洲化学会已经组织编写并出版了内容包括质量管理体系的新的分析化学教科书。

这本书对于化学类专业师生的分析化学教和学,分析化学实际工作者和组织管理者,都会是开卷有益的。

是为序。

杨芃原

2003 年 7 月

## 前 言

《工业分析化学》课程开设于 1990 年。当时,设课的实用目的是研究生与高年级学生进行科研时需要实用分析化学,以及帮助毕业生的择业。然而,更重要的背景是当时分析化学正面临全球范围的重新评价,承认分析化学在国民生产总值中占有重要的份额。同时,国际标准化组织制订和发布了 ISO9000 系列的质量管理文件,在这些文件中,分析测试被置于和产品生产同等的地位实行质量管理,并要求对质量管理体系进行认证( accreditation)。这是分析化学理念上的一个重大发展,而在传统的 Kolthoff 建立的分析化学体系中,分析化学是方法和技术以及以准确度、精密度表征分析结果,质量管理未被考虑在内。

分析化学理念上的发展理所当然要在教学中得到反映,《工业分析化学》中安排质量管理和计量认证的内容是合适的。因此,课程的结构确定为:实验室组织管理,标准方法和标准物质,分析方法的应用,三废排放物分析,数据处理与质量保证。编写本书时,将实验室计量认证的内容按新版文件作了补充,并单独列为一章。《工业分析化学》是一门以实用为特点的课程。我和我的妻子程晚霞在复旦大学化学系数十年工作生涯中,乐于做过许多实样分析,实践积累了一些经验,为我开设一门实用性课程准备了有利的条件。

本书第三章 ICP 光谱分析节由王琥、陈蓉玉、李慧莉提供初稿,浊度分析节由李慧莉提供初稿,红外光谱分析节由中科院上海技术物理所德凯公司施学成提供初稿,第五章由江苏大学张文莉提供初稿,由邱德仁统稿。其他各章节由邱德仁编写。

在长期的分析工作中,得到过许许多多分析同行的帮助和指教。编写过程中,中国上海分析测试中心王琥、杨浦区环境监测站帅开敏、米其林轮胎公司主管质量管理的邱维和提供了新版的法规文件,李慧莉协助检索和复印了许多国家标准资料,对此表示衷心的感谢。

自 1993 年起,担任复旦大学分析测试中心顾问,有机会同中心主任胡克季教授切磋和交流本书所述的内容。这对复旦分析测试中心 1995 年通过计量认证,推进分析测试服务工作,起了良好的作用。可惜胡克季教授过早病逝,未能见到本书的出版。期间,经校、系领导同意,将化学系 ICP 光谱仪连同整个实验室移植到分析测试中心,组成共建 ICP 光谱实验室。在这个共建实验室的近 10 年工作中,同化学系陈治江教授、分析测试中心李慧莉工程师一起,完成了无数

分析服务项目,以及许多困难而有意义的任务,留下了大量的分析资料。谨以此书纪念同陈治江、李慧莉的组内愉快合作和感谢胡克季教授对 ICP 共建实验室工作的支持。

本书内容在指导沁晨公司、弗克公司、江沪公司等单位的工业分析的实践中,起了良好的作用。希望本书的出版对我国的工业分析化学的发展起一点有益的作用,希望所有阅读本书的读者获得益处。书中错误或不当之处,请迳告本人,以便如有机会再版时得到改正。

出版过程中得到复旦大学研究生院和复旦大学出版社的鼎力相助,提供了许多帮助,在此表示诚挚的谢意。

邱德仁

2003 年 7 月

# 目 录

|                         |    |
|-------------------------|----|
| 第一章 工业分析化学与工业分析化学实验室    | 1  |
| 第一节 分析化学是国民经济生产力的重要组成部分 | 1  |
| 第二节 工业分析化学在企业生产中的地位和作用  | 3  |
| 一、生产流程                  | 3  |
| 二、分析化学在工业生产中的作用         | 4  |
| 第三节 工业分析实验室的任务与职责       | 9  |
| 第四节 实验室技术管理             | 10 |
| 第五节 实验室的技术人员结构          | 12 |
| 第六节 工业分析实验室的仪器设备管理      | 14 |
| 第七节 化学试剂的管理             | 15 |
| 一、化学试剂的分级与规格            | 15 |
| 二、化学试剂的安全类别             | 16 |
| 三、化学试剂的存放               | 17 |
| 第二章 分析标准                | 18 |
| 第一节 分析工作的标准化和标准的编制      | 18 |
| 一、分析方法标准与分析仪器标准         | 18 |
| 二、标准的编制系统和编制程序          | 18 |
| 三、文件的编写                 | 19 |
| 第二节 标准的等级               | 20 |
| 一、国际标准                  | 20 |
| 二、国家标准                  | 21 |
| 三、协会级、部级、专业级            | 21 |
| 四、企业级                   | 22 |
| 五、地方标准                  | 22 |
| 第三节 标准物质                | 22 |
| 一、标准物质的定义               | 22 |
| 二、标准物质的特性               | 22 |
| 三、标准物质等级                | 23 |

|                                      |        |
|--------------------------------------|--------|
| 四、标准物质的使用 .....                      | 23     |
| 第四节 我国现有国家标准物质 .....                 | 24     |
| 一、国家标准物质 .....                       | 24     |
| 二、国家实物标准 .....                       | 30     |
| 三、标准物质定值方法符号缩写 .....                 | 36     |
| 第五节 被测元素标准溶液的实验室配制 .....             | 36     |
| 一、金属元素标准溶液 .....                     | 37     |
| 二、阴离子标准溶液 .....                      | 44     |
| 三、其他被测物标准溶液 .....                    | 46     |
| 第六节 滴定分析标准溶液的配制 .....                | 48     |
| 一、中和滴定标准溶液 .....                     | 48     |
| 二、非水滴定标准溶液 .....                     | 49     |
| 三、氧化还原滴定标准溶液 .....                   | 50     |
| 四、银量法沉淀滴定标准溶液 .....                  | 54     |
| 五、EDTA 络合滴定标准溶液 .....                | 55     |
| 第七节 pH 标准缓冲溶液 .....                  | 57     |
| <br>第三章 常用分析方法及应用例选 .....            | <br>60 |
| 第一节 重量分析 .....                       | 60     |
| 一、悬浮物、水不溶物的测定 .....                  | 60     |
| 二、蒸发残渣、水溶物的测定 .....                  | 61     |
| 三、灼烧残渣、灰分的测定 .....                   | 62     |
| 四、液体试样的密度测定 .....                    | 62     |
| 五、湿存水和结晶水的测定 .....                   | 63     |
| 六、主成分含量测定 .....                      | 64     |
| 第二节 容量法 酸碱滴定 .....                   | 64     |
| 一、滴定酸度 .....                         | 65     |
| 二、滴定碱度 .....                         | 66     |
| 三、甲醛法测定铵盐 .....                      | 66     |
| 四、次氯酸钠中游离碱测定 .....                   | 66     |
| 第三节 高锰酸钾法滴定 .....                    | 67     |
| 一、高锰酸钾法滴定特点 .....                    | 67     |
| 二、化学需氧量测定 .....                      | 67     |
| 三、 $\text{H}_2\text{O}_2$ 含量测定 ..... | 68     |

|                       |    |
|-----------------------|----|
| 四、亚硝酸钠含量测定 .....      | 68 |
| 第四节 重铬酸钾法滴定 .....     | 68 |
| 一、重铬酸钾法滴定特点 .....     | 68 |
| 二、铬法化学需氧量测定 .....     | 68 |
| 三、总铁测定 .....          | 69 |
| 第五节 碘量法 .....         | 69 |
| 一、概述 .....            | 69 |
| 二、溶解氧测定 .....         | 70 |
| 三、次氯酸钠中有效氯含量测定 .....  | 71 |
| 四、过氧化氢含量测定 .....      | 71 |
| 五、硫酸铜含量测定 .....       | 71 |
| 六、亚磷酸、亚磷酸盐含量测定 .....  | 72 |
| 七、氯化钴含量测定 .....       | 72 |
| 第六节 银量法沉淀滴定 .....     | 73 |
| 一、概述 .....            | 73 |
| 二、氯化物测定 .....         | 73 |
| 三、测定银 .....           | 74 |
| 第七节 EDTA 滴定 .....     | 74 |
| 一、概述 .....            | 74 |
| 二、水质硬度测定 .....        | 75 |
| 三、测定试剂含量确定试剂等级 .....  | 76 |
| 四、回滴法测定铝盐含量 .....     | 77 |
| 第八节 紫外可见分光光度法基础 ..... | 77 |
| 一、概述 .....            | 77 |
| 二、吸收光谱 .....          | 78 |
| 三、吸收定律 .....          | 78 |
| 四、吸光度的测量 .....        | 79 |
| 五、吸光度的加和性 .....       | 80 |
| 六、灵敏度和检出限 .....       | 80 |
| 七、校准曲线的建立 .....       | 81 |
| 第九节 基于目视比较的比色分析 ..... | 82 |
| 一、限量分析 .....          | 82 |
| 二、铂钴比色法测定水体色度 .....   | 82 |
| 三、易碳化物质测定 .....       | 83 |

|                              |     |
|------------------------------|-----|
| 四、不稳定有色体系的测定 .....           | 85  |
| 五、砷斑法检出砷 .....               | 85  |
| 第十节 光度法应用 .....              | 86  |
| 一、测铁通用方法 .....               | 86  |
| 二、氯和铵盐的比色测定 .....            | 86  |
| 三、砷的测定通用方法 .....             | 87  |
| 四、磷钼黄、磷钼蓝法测磷 .....           | 88  |
| 五、硅钼黄、硅钼蓝法测硅 .....           | 89  |
| 六、多组分同时测定 .....              | 90  |
| 七、铬的价态分析 .....               | 91  |
| 八、氰化物 .....                  | 91  |
| 九、挥发酚 .....                  | 92  |
| 十、测定阴离子表面活性剂 .....           | 92  |
| 十一、三元络合物萃取光度法测锑 .....        | 93  |
| 十二、测定大气中 $\text{SO}_2$ ..... | 94  |
| 十三、紫外光度法测定水中油分 .....         | 95  |
| 十四、紫外光度法测定硝酸盐氮 .....         | 96  |
| 第十一节 浊度分析 .....              | 96  |
| 一、水质浑浊度标准 .....              | 96  |
| 二、浊度的测量 .....                | 97  |
| 三、微量氯离子的测定 .....             | 98  |
| 四、微量硫酸盐的测定 .....             | 98  |
| 五、测定重金属总量(以铅计) .....         | 99  |
| 六、有色溶液的比浊测定 .....            | 99  |
| 第十二节 分子荧光分析 .....            | 101 |
| 一、基本原理 .....                 | 101 |
| 二、荧光的测量 .....                | 102 |
| 三、测定无机元素 .....               | 103 |
| 四、测定维生素 .....                | 104 |
| 五、药物 .....                   | 104 |
| 六、毒物 .....                   | 105 |
| 七、水中油分 .....                 | 106 |
| 八、氨基酸和蛋白质 .....              | 106 |
| 第十三节 火焰发射光谱分析 .....          | 107 |

|                             |     |
|-----------------------------|-----|
| 一、实验方法 .....                | 107 |
| 二、火焰发射光谱分析的影响因素 .....       | 108 |
| 三、试样的制备 .....               | 109 |
| 四、校准 .....                  | 109 |
| 第十四节 电弧火花激发原子发射光谱分析 .....   | 110 |
| 一、概述 .....                  | 110 |
| 二、光源的作用·蒸发和激发 .....         | 110 |
| 三、光谱仪 .....                 | 112 |
| 四、光谱线表和光谱图 .....            | 113 |
| 五、定量分析 .....                | 115 |
| 第十五节 电感耦合等离子体原子发射光谱分析 ..... | 116 |
| 一、ICP 炬激发光源 .....           | 117 |
| 二、分析性能 .....                | 118 |
| 三、进样和校准 .....               | 120 |
| 第十六节 原子吸收光谱分析 .....         | 121 |
| 一、实验过程 .....                | 121 |
| 二、被测元素的原子化 .....            | 122 |
| 三、锐线光源 空心阴极灯 .....          | 124 |
| 四、分析条件的优化 .....             | 124 |
| 五、背景吸收与校正 .....             | 126 |
| 六、添加剂 .....                 | 128 |
| 七、校准方法 .....                | 128 |
| 八、冷原子吸收光谱法测定汞 .....         | 129 |
| 第十七节 原子荧光光谱分析 .....         | 130 |
| 一、概述 .....                  | 130 |
| 二、氢化物发生法 .....              | 131 |
| 三、原子荧光光谱测定 .....            | 131 |
| 四、食品中硒的测定 .....             | 132 |
| 五、冷原子荧光法测定汞 .....           | 132 |
| 第十八节 电解分析 .....             | 132 |
| 一、一般原理 .....                | 132 |
| 二、应用 .....                  | 134 |
| 第十九节 电导分析 .....             | 135 |
| 一、电导与电导率 .....              | 135 |

|                                |     |
|--------------------------------|-----|
| 二、电导率标准溶液 .....                | 137 |
| 三、实验室纯水水质测定 .....              | 138 |
| 四、工业循环水、锅炉水、环境水水质分析 .....      | 139 |
| 五、钢铁中总碳测定 .....                | 140 |
| 第二十章 电位法 .....                 | 141 |
| 一、电极电位 .....                   | 141 |
| 二、pH 测定 .....                  | 141 |
| 三、离子选择性电极 .....                | 143 |
| 四、氟离子选择性电极测定氟 .....            | 143 |
| 五、电位滴定 .....                   | 144 |
| 第二十一章 极谱与溶出伏安法 .....           | 146 |
| 一、极谱分析实验方法 .....               | 146 |
| 二、极谱波 .....                    | 146 |
| 三、极谱畸峰 .....                   | 147 |
| 四、半波电位与峰高的测量 .....             | 147 |
| 五、溶出伏安法 .....                  | 147 |
| 六、应用 .....                     | 147 |
| 第二十二章 气相色谱分析 .....             | 148 |
| 一、色谱 .....                     | 148 |
| 二、气相色谱 .....                   | 148 |
| 三、分析应用 .....                   | 149 |
| 第二十三章 高效液相色谱分析 .....           | 150 |
| 第二十四章 薄层色谱分析 .....             | 152 |
| 第二十五章 离子色谱法 .....              | 152 |
| 第二十六章 红外光谱分析 .....             | 154 |
| 一、红外光谱 .....                   | 154 |
| 二、基团分析 .....                   | 155 |
| 三、非色散红外吸收法测定碳、硫 .....          | 162 |
| 第二十七章 若干项目的分析方法 .....          | 165 |
| 一、食物、饲料中蛋白质含量测定 .....          | 165 |
| 二、氨基酸分析 .....                  | 166 |
| 三、烟草制品中尼古丁测定 .....             | 167 |
| 四、Williamsfield 法测定酒中酒精度 ..... | 168 |
| 五、酒中甲醇测定 .....                 | 168 |

|                                     |            |
|-------------------------------------|------------|
| 六、啤酒的苦味测定 .....                     | 169        |
| 七、索氏萃取法测定脂肪 .....                   | 169        |
| 八、袋装样取样分布点 .....                    | 169        |
| <b>第四章 工业三废排放物分析 .....</b>          | <b>171</b> |
| 第一节 排放标准 .....                      | 171        |
| 一、概述 .....                          | 171        |
| 二、空气污染物标准 .....                     | 173        |
| 三、水污染物标准 .....                      | 175        |
| 四、工业固体废物 .....                      | 184        |
| 第二节 采样 .....                        | 185        |
| 一、采样时间和频率 .....                     | 185        |
| 二、采样位置 .....                        | 185        |
| 三、采样器具与方法 .....                     | 186        |
| 第三节 分析方法 .....                      | 188        |
| 一、水中污染物分析方法 .....                   | 188        |
| 二、废气中污染物分析方法 .....                  | 194        |
| <b>第五章 分析测试数据处理和分析工作的质量保证 .....</b> | <b>198</b> |
| 第一节 测量值的准确度和测量的精密度 .....            | 198        |
| 一、误差 .....                          | 198        |
| 二、偏差 .....                          | 200        |
| 三、准确度和精密度的关系 .....                  | 202        |
| 第二节 测量值的正态分布 .....                  | 203        |
| 一、测量值分布图 .....                      | 203        |
| 二、分布函数 .....                        | 204        |
| 第三节 有效数字 .....                      | 205        |
| 一、有效数字 .....                        | 205        |
| 二、修约规则 .....                        | 206        |
| 三、运算规则 .....                        | 207        |
| 第四节 可疑数据的检验与取舍 .....                | 207        |
| 一、4d 检验法 .....                      | 208        |
| 二、Grubbs 检验法 .....                  | 208        |
| 三、Q 检验法 .....                       | 210        |

|                                                 |     |
|-------------------------------------------------|-----|
| 四、Dixon 检验法 .....                               | 210 |
| 第五节 显著性检验 .....                                 | 212 |
| 一、 $t$ 检验 .....                                 | 212 |
| 二、 $F$ 检验 .....                                 | 218 |
| 第六节 分析结果的报告 .....                               | 220 |
| 一、分析结果的有效数字 .....                               | 220 |
| 二、单位 .....                                      | 220 |
| 三、分析结果的表述 .....                                 | 227 |
| 第七节 线性回归方程和相关系数 .....                           | 228 |
| 一、回归方程 .....                                    | 228 |
| 二、相关系数 .....                                    | 230 |
| 第八节 分析数据的质量控制 .....                             | 231 |
| 一、采用质量控制图 .....                                 | 231 |
| 二、实验室之间的质量控制——比对试验 .....                        | 233 |
| 三、建立质量保证体系 .....                                | 235 |
| <br>第六章 分析实验室的计量认证 .....                        | 237 |
| 第一节 计量认证 .....                                  | 237 |
| 第二节 计量认证的法规文件 .....                             | 238 |
| 第三节 计量认证步骤和《质量管理手册》的编制 .....                    | 239 |
| 一、计量认证步骤 .....                                  | 239 |
| 二、质量管理手册的编制 .....                               | 240 |
| 第四节 评审内容和评定方法 .....                             | 244 |
| 一、组织机构 .....                                    | 244 |
| 二、仪器设备 .....                                    | 245 |
| 三、检测工作 .....                                    | 247 |
| 四、人员 .....                                      | 249 |
| 五、环境条件 .....                                    | 250 |
| 六、工作制度 .....                                    | 250 |
| 第五节 计量认证正式评审程序 .....                            | 251 |
| 第六节 实验室能力的通用要求 .....                            | 254 |
| 一、法规文件 GB/T 15481—2000/ISO/IEC 17025—1999 ..... | 254 |
| 二、实验室管理要求 .....                                 | 255 |
| 三、实验室技术要求 .....                                 | 260 |