



普通高等教育“十二五”创新型规划教材

化学分析技术

HUAXUE FENXI JISHU

主 编 张利君 刘 杰

 北京理工大学出版社
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

普通高等教育“十二五”创新型规划教材

化学分析技术

主 编 张利君 刘 杰
副主编 王 强 阿木尔 王 彦



 北京理工大学出版社

BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

内 容 简 介

全书共分四部分：第一部分是定量化学分析基本技能，第二部分是水泥质检控制组作业项目，第三部分是水泥质检分析组作业项目，第四部分是水泥质检荧光组作业项目。各项目中的任务，突出强调能力目标，同时将知识的学习、素质的培养融合到能力训练中去，使学生学会自主学习、团结协作、与人交流、信息处理、解决问题、创新革新等能力。

本教材适用于高等院校无机非金属材料专业的学生使用。也可供水泥企业的技术人员、岗位操作人员阅读，以及作为企业职工培训、继续教育的教材。

版权专有 侵权必究

图书在版编目 (CIP) 数据

化学分析技术 / 张利君, 刘杰主编. —北京: 北京理工大学出版社, 2012. 12

ISBN 978 - 7 - 5640 - 7182 - 0

I. ①化… II. ①张…②刘… III. ①化学分析 - 技术 - 高等学校 - 教材 IV. ①O652

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 312446 号

出版发行 / 北京理工大学出版社

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010)68914775(办公室) 68944990(营销中心) 68911084(读者服务部)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 / 北京通州皇家印刷厂

开 本 / 710 毫米 × 1000 毫米 1/16

印 张 / 16.5

字 数 / 307 千字

责任编辑 / 廖宏欢

版 次 / 2012 年 12 月第 1 版 2012 年 12 月第 1 次印刷

责任校对 / 周瑞红

定 价 / 46.00 元

责任印制 / 王美丽

图书出现印装质量问题, 本社负责调换



前 言

化学分析技术是材料工程技术专业重要的专业基础课之一，本教材以专业人才培养方案为立足点，将水泥企业质检部门实际的分析检验项目与定量化学分析理论相结合进行编写的。本课程各项目中的任务，突出强调能力目标，即学生能做什么。突出强调能力目标的同时，不忽略知识目标，将知识的学习、素质的培养融合到能力训练中去，使学生学会自我学习、团结协作、与人交流、信息处理、解决问题、创新革新等能力，为其将来走向工作岗位奠定基础。

本教材中的项目是按照水泥企业质量检验作业指导标准中各岗位的工作项目编排的，各项目中的任务具有典型性、实战性和代表性。全书共分四部分，第一部分是定量化学分析基本技能，第二部分是水泥质检控制组作业项目，第三部分是水泥质检分析组作业项目，第四部分是水泥质检荧光组作业项目。各项目按照完成企业生产中原料、燃料及半成品、成品的分析检验为目标任务，强调将知识的学习融入到项目训练过程中，做到理论与实践相结合。

本书由张利君、刘杰担任主编，王强、阿木尔、王彦担任副主编。其中绪论和第一、第二部分由张利君编写，第三部分由刘杰编写，第四部分由王强编写，习题部分由阿木尔编写，附录部分由王彦编写。全书最后由张利君、刘杰分别通读整理。在编写过程中得到内蒙古冀东水泥有限公司、中联集团金山特种水泥公司、乌兰水泥集团的大力支持和帮助，崔海兵、邓克平、李树清、郝长命等工程技术人员提供了大量资料，并在审稿中提出了许多宝贵意见，在此表示衷心感谢。

限于编者水平有限，书中难免存在疏漏之处，热忱欢迎广大教师和读者在试用过程中提出批评和建议，编者将不胜感谢。

编 者



目 录

绪论	1
0.1 分析化学的学科定义及分类	1
0.2 分析化学的地位和作用	1
0.3 定量化学分析的主要内容	2
0.4 分析方法的分类	2
0.5 化学分析技术的发展	4

第一部分 定量化学分析基本技能

项目1 定量化学分析仪器操作技术	7
任务1 样品的准确称量	7
1.1 任务分析	7
1.2 相关支撑知识	7
1.2.1 分析误差与数据处理	7
1.2.2 分析天平简介	19
1.2.3 电子天平简介	22
习题	23
1.3 任务实施	25
1.3.1 样品的准确称量——分析天平	25
1.3.2 样品的准确称量——电子天平	28
任务2 滴定分析基本操作练习	29
2.1 任务分析	29
2.2 相关支撑知识	29
2.2.1 化实验室基础知识	29
2.2.2 滴定分析基本知识	34
习题	44
2.3 任务实施	45
2.3.1 常用仪器、器皿的准备与使用	45
2.3.2 滴定分析仪器的校准	51
2.3.3 普通溶液的配制练习	52

2.3.4	滴定分析基本操作练习	54
2.3.5	盐酸标准溶液的配制与标定	54
2.3.6	氢氧化钠标准溶液的配制与标定	55

第二部分 水泥质检控制组作业项目

项目 2	半成品分析	59
任务 1	水泥生料中碳酸钙滴定值测定	59
1.1	任务分析	59
1.2	相关支撑知识	59
1.2.1	酸碱平衡的理论基础	59
1.2.2	酸碱溶液的 pH 计算	62
1.2.3	酸碱缓冲溶液	65
1.2.4	酸碱指示剂	68
1.2.5	酸碱滴定曲线	72
1.2.6	酸碱滴定法的应用及结果计算	80
习题	83
1.3	任务实施	84
1.3.1	试剂的配制与标准溶液的标定	84
1.3.2	水泥生料中碳酸钙滴定值测定	85
任务 2	水泥熟料中游离氧化钙的测定	85
2.1	任务分析	86
2.2	相关支撑知识	86
2.2.1	溶剂的分类及其作用	86
2.2.2	非水溶液滴定条件的选择	87
2.3	任务实施	89
2.3.1	甘油乙醇法测定游离氧化钙	89
2.3.2	乙二醇法快速测定游离氧化钙	91
项目 3	成品分析	93
任务 1	水泥中三氧化硫的快速测定（离子交换法）	93
1.1	任务分析	93
1.2	相关支撑知识	93
1.3	任务实施	93
1.3.1	试剂及仪器的准备	94
1.3.2	水泥中三氧化硫的快速测定（离子交换法）	94
任务 2	硅酸盐中二氧化硅的测定（氟硅酸钾容量法）	95

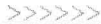
2.1 任务分析	95
2.2 相关支撑知识	96
2.3 任务实施	96
2.3.1 试剂与仪器的准备	96
2.3.2 硅酸盐试样中二氧化硅的测定（氟硅酸钾容量法）	97

第三部分 水泥质检分析组作业项目

项目4 原、燃料分析	101
任务1 黏土化学成分分析	101
1.1 任务分析	101
1.2 相关支撑知识	102
1.2.1 配位反应的普遍性	102
1.2.2 乙二胺四乙酸的分析特性	103
1.2.3 配位平衡	105
1.2.4 配位滴定基本原理	109
1.2.5 配位滴定曲线	112
1.2.6 金属指示剂	113
1.2.7 提高配位滴定选择性的途径	117
1.2.8 配位滴定的方式与应用	120
习题	122
1.3 任务实施	124
1.3.1 EDTA 标准滴定溶液的配制和标定	124
1.3.2 试样溶液的制备	125
1.3.3 二氧化硅的测定	125
1.3.4 三氧化二铁的测定	126
1.3.5 三氧化二铝、二氧化钛的测定	126
1.3.6 氧化钙的测定	127
1.3.7 氧化镁的测定	127
1.3.8 烧失量的测定	127
1.3.9 氧化钾、氧化钠的测定	128
1.4 质量控制指标	128
1.4.1 水泥厂黏土质量控制指标	128
1.4.2 分析数据整理的方法	128
任务2 石灰石化学成分分析	129
2.1 任务分析	129

2.2 任务实施	131
2.2.1 试样溶液制备	131
2.2.2 二氧化硅的测定	131
2.2.3 三氧化二铁的测定	132
2.2.4 三氧化二铝的测定	132
2.2.5 氧化钙的测定	132
2.2.6 氧化镁的测定	133
2.2.7 烧失量的测定	133
2.2.8 氧化钾、氧化钠的测定	133
2.3 质量控制指标	133
2.3.1 分析结果的容许差范围	133
2.3.2 石灰石原料的质量控制指标	134
2.3.3 石灰石原料的质量要求	135
任务3 石膏分析	135
3.1 任务分析	135
3.2 相关支撑知识	136
3.2.1 重量分析法原理	136
习题	155
3.2.2 氧化—还原滴定法	156
习题	172
3.3 任务实施	174
3.3.1 溶液的制备	174
3.3.2 酸不溶物测定	174
3.3.3 SO_3 的测定	174
3.3.4 附着水的测定	175
3.3.5 结晶水的测定	175
3.3.6 烧失量的测定	176
3.3.7 Fe_2O_3 快速测定	176
3.4 质量控制指标	176
3.4.1 石膏的主要成分	176
3.4.2 石膏分析结果的容许差范围	177
任务4 煤灰分析、硅砂分析、沸石分析	177
4.1 任务分析	177
4.2 任务实施	178
任务5 煤工业分析	178

5.1 任务分析	178
5.2 任务实施	179
5.2.1 空气中干燥煤样水分的测定	179
5.2.2 灰分的测定	179
5.2.3 挥发分的测定	180
5.2.4 固定碳的计算	180
5.2.5 发热量	180
5.2.6 艾士卡法测定煤的全硫	181
5.2.7 煤的发热量的测定方法	182
项目5 半成品、成品分析	183
任务1 生料分析	183
1.1 任务分析	183
1.2 相关支撑知识	184
1.3 任务实施	184
1.3.1 试样溶液的制备	184
1.3.2 二氧化硅的测定	184
1.3.3 三氧化二铁的测定	185
1.3.4 三氧化二铝的测定	185
1.3.5 氧化钙的测定	186
1.3.6 氧化镁的测定	186
1.3.7 烧失量测定	187
1.3.8 K_2O 和 Na_2O 的测定	187
1.4 质量控制指标	187
1.4.1 水泥生料化学成分	187
1.4.2 水泥生料分析结果容许差范围	187
任务2 熟料、水泥分析	188
2.1 任务分析	188
2.2 相关支撑知识	189
2.2.1 莫尔法	189
2.2.2 佛尔哈德法	190
2.2.3 法扬司法	191
习题	193
2.3 任务实施	194
2.3.1 溶液的制备	194
2.3.2 SiO_2 的测定	194



2.3.3	Fe ₂ O ₃ 的测定	194
2.3.4	Al ₂ O ₃ 和 TiO ₂ 的测定	195
2.3.5	氧化钙的测定	195
2.3.6	MgO 的测定	196
2.3.7	烧失量的测定	196
2.3.8	不溶物的测定	196
2.3.9	三氧化硫 (SO ₃) 的测定	197
2.3.10	熟料中游离钙的测定	198
2.3.11	氯离子测定	200
2.4	质量控制指标	201

第四部分 荧光分析组基本技能

项目 6	荧光分析基本技能	205
任务 1	荧光分析仪器的使用及操作	205
1.1	任务分析	205
1.2	相关支撑知识	205
1.2.1	荧光分析法简介	205
1.2.2	荧光分析仪器介绍	218
任务 2	荧光分析法测定水泥中的铁、钙等	223
2.1	任务分析	223
2.2	相关支撑知识	224
2.2.1	荧光制样岗位操作规程	224
2.2.2	荧光分析岗位操作规程	224
2.2.3	熔融法制样操作规程	225
2.2.4	荧光分析仪操作规程	226
附录		235
附录 1	考核评分标准	235
附录 2	常用酸碱指示剂	236
附录 3	某些物质的商品名或俗名	239
附录 4	常用的缓冲溶液	242
附录 5	水泥、玻璃及其材料的化学成分	244
附录 6	常用的干燥剂	246
附录 7	配离子的稳定常数 (298.15 K)	247
附录 8	相对原子质量表 (1997 年)	248
附录 9	常见化合物的摩尔质量表	249
附录 10	一些金属离子的 lg $\alpha_{M(OH)}$ 值	252
参考书目		253

绪 论

0.1 分析化学的学科定义及分类

在自然科学领域，分析化学是最近几十年经历最大拓展的一门学科。分析化学的学科内涵是随着分析化学学科自身的发展而发展的；其学科定义与研究内容，也随着分析化学学科的发展而变化。因此，分析化学的学科定义是一个发展、变化着的动态概念！

早在 20 世纪 50 年代，人们对分析化学的定义为：它是研究测定物质化学组成的各种分析方法及有关理论的一门科学。到了 90 年代，分析化学的定义演变为：它是人们获得物质化学组成和结构信息的科学。现在，随着科学技术的飞速发展，分析化学被定义为：“它是发展和应用各种方法、仪器和策略，以获得物质在特定时间和空间有关组成和性质信息的一门科学。”由此不难理解分析化学是一门融合了多学科研究成果的综合性科学。

分析化学的全部内容就是汲取当代科学技术的最新成就（包括化学、物理学、数学、电子学、计算机科学、生物学等学科的最新成就），利用物质的一切可以利用的性质，建立表征测量的新方法和新技术，最大限度地在特定的时间与空间点或期间内获取物质的信息。其特点表现在它不是直接提供和合成新型的材料和化合物，而是提供与这些新材料、新化合物的化学成分和结构相关的信息，研究获取这些信息的最优方法和策略。因此，分析化学又是信息科学的组成部分。

分析化学是“表征和量测的科学”，按分析化学的任务，可分为定性分析和定量分析两部分。定性分析的任务是确定物质由哪些组分（元素、离子、基团或化合物）组成，也就是确定组成物质的各组分“是什么”；定量分析的任务是测定物质中有关组分的含量，也就是确定物质中被测组分“有多少”。

0.2 分析化学的地位和作用

分析化学是研究物质及其变化的重要方法之一，任何科学研究，只要涉及化学现象，分析化学常作为一种手段被运用到研究工作中。如地质学、海洋学、矿物学、考古学、生物学、医药学、农业科学、材料科学、能源科学、环境科学等

学科，都需要化学分析提供大量的信息。

在国民经济建设中，分析化学具有重要的地位和作用。例如，在工业上，资源的勘探、原料的配比、工艺流程的控制、产品检验与“三废”处理；在农业上，土壤的普查、化肥和农药的生产、农产品质量检验；在尖端科学和国防建设中，原子能材料、半导体材料、超纯材料、航天技术等研究都要应用化学分析技术。对于进出口商品的质量检验、引进产品的“消化”和“吸收”，也需要化学分析技术。因此，人们常将化验室称为生产、科研的“眼睛”。分析化学在实现我国工业、农业、国防和科学技术现代化的宏伟目标中具有重要的作用。

分析化学是一门解决实际问题的科学，有极高的实用价值，它在社会发展中的重要作用不言而喻。它不仅给各个科学领域（如航天、材料、能源等）和生产部门提供新的检测方法（如工艺过程质量控制、产品的质量检查及商品检验等），直接为国民经济、国防建设（如反恐）及社会生活的众多领域（如医疗卫生、环境保护及食品药品安全）服务，而且影响着社会财富的创造、人类生存（如环境生态）和政策决策（如资源、能源开发）等重大社会问题的解决。随着科学技术的进步与社会经济的快速发展，分析化学比以往任何时候都有着更大的责任以推动我们社会将来的发展。

0.3 定量化学分析的主要内容

定量化学分析是高职高专材料类专业的一门重要的实用技术课程，是分析化学基本原理在生产实践中的具体运用，它突出了工学结合的特色和实用性，注重培养学生分析和解决实际问题的基本能力。

在进行物质分析时，首先要确定物质有哪些组分，其次选择适当的分析方法来测定各组分的含量。在生产中，大多数情况下物质的基本组成是已知的，只需要对原燃料、半成品、成品及其他辅助材料进行及时准确的定量分析。定量化学分析主要讲述无机非金属材料原材料、半成品和成品的化学组成的分析检测技术及相关的定量分析的基本原理和方法。

定量化学分析是一门实践性很强的课程，是以实验为基础的科学，在学习过程中要求一定要理论联系实际，注重培养实践技能这一重要环节。通过本课程的学习，要求学生掌握分析化学的基本原理和测定方法，树立准确的“量”的概念；加强基本操作技能的训练，培养严谨、求实的工作作风和科学态度；提高分析问题和解决问题的能力，提高综合素质，为学习后续课程和将来的实际应用打下坚实的基础。

0.4 分析方法的分类

分析化学的内容十分丰富，除按任务分为定性分析与定量分析外，还可根据

分析对象、测定原理、试样用量、被测组分含量多少和生产部门的要求，分为如下不同类别。

一、无机分析和有机分析

无机分析的对象是无机化合物，有机分析的对象是有机化合物。在无机分析中，无机化合物所含的元素种类繁多，通常要求鉴定试样是由哪些元素、离子、原子团或化合物组成，各组分的含量是多少。在有机分析中，虽然组成有机化合物的元素种类不多，但由于有机化合物结构复杂，其种类已达千万种以上，故分析方法不仅有元素分析，还有官能团分析和结构分析。

二、化学分析和仪器分析

化学分析法是以物质的化学反应为基础的分析方法，主要有滴定分析法和重量分析法。仪器分析法是以物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法称为物理和物理化学分析法，这类方法都需要特殊的仪器，故常称为仪器分析法。仪器分析法主要有光学分析法、电化学分析法、色谱分析法、质谱分析法和放射化学分析法等，种类很多，而且新的分析方法正在不断出现。

三、常量分析、半微量分析和微量分析

分析工作中根据试样用量的多少可分为常量分析、半微量分析和微量分析，见表 0-1。

表 0-1 根据试样用量分类

分析方法名称	常量分析	半微量分析	微量分析
固态试样质量/g	1 ~ 0.1	0.1 ~ 0.01	< 0.01
液态试样体积/mL	10 ~ 1	1 ~ 0.01	< 0.01

四、例行分析、快速分析和仲裁分析

例行分析——一般化验室对日常生产中的原料和产品所进行的分析，又叫“常规分析”。

快速分析——主要为控制生产过程提供信息。例如，水泥生产配料中 CaO 和 Fe₂O₃ 含量的测定，要求在尽量短的时间内报告出分析结果，以控制生产过程。这种分析要求速度快，准确的程度达到一定要求便可。

仲裁分析——是因为不同的单位对同一试样分析得出不同的测定结果，并由此发生争议时，要求权威机构用公认的标准方法进行准确的分析，以裁判原分析结果的准确性。显然，在仲裁分析中，对分析方法和分析结果要求有较高的准确度。

0.5 化学分析技术的发展

分析化学的学科发展经历了三次巨大的变革。第一次变革发生于 20 世纪初期。由于物理化学溶液平衡理论（特别是“四大平衡”理论）的发展，为分析化学提供了理论基础，使分析化学由一门技术发展为一门科学，这一时期的分析化学对当时化学的发展是极其巨大的，其影响也是其他化学分支无法比拟的，并且这一时期的分析方法主要是化学分析，亦称“经典分析化学”。第二次变革发生在第二次世界大战时期到 20 世纪 60 年代。这一时期的物理学、电子学、半导体以及原子能工业的发展，促进了各种仪器分析方法的发展，分析化学从以溶液化学分析为主的经典分析化学发展到以仪器分析为主的现代分析化学。20 世纪 70 年代以来，以计算机应用为主要标志的信息时代的到来，给科学技术带来了巨大的活力。分析化学由此进入第三次变革时期。在这一时期，现代仪器分析技术得到了长足的发展。

化学分析技术是近年来发展非常迅速的一门应用技术，同现代科学技术总的发展密切相关。一方面，现代科学技术的发展要求提供更多的关于物质组成和结构的信息；另一方面，现代科学也为化学分析技术不断提供新的理论、方法和手段，促进了化学分析技术的发展。

现代分析技术的发展和完善包含从常量分析、半微量分析到微量分析；活动的领域也有宏观分析发展到微观结构分析；由表观分析深入到内部分析，从总体进入到微区分析、表面分析或薄层分析；由静态分析发展到动态分析；从破坏试样分析到无损分析；从简单体系分析到复杂体系分析等方面。

分析方法朝着越来越灵敏、准确、快速、简便和自动化的方向发展。例如，半导体技术中的原子级加工，要求测出单个原子的数目；在地质普查、勘探工作中，需要获得上百万、上千万个数据，不仅要求快速、自动化，而且要求发展遥测技术。不仅如此，化学分析技术的任务也不再限于测定物质的成分和含量，而且往往还要知道物质的结构、价态、状态等性质。

分析化学的方法正向着仪器化、自动化的方向发展，许多经典的分析方法也逐步同仪器的使用结合起来。尽管如此，化学分析目前仍然是分析化学的基础，经典的分析方法无论在教育价值上还是在实用价值上都是不可忽视的。当前许多仪器分析方法都离不开化学处理和溶液平衡理论的应用。一个缺乏分析化学基础理论和基本知识的分析工作者，不可能仅仅依靠现代分析仪器就能正确解决日益复杂的分析课题。因此，本课程重点介绍化学分析方法的基本原理及在建材行业的应用。

◆ 第一部分 ◆

定量化学分析基本技能

项目 1

定量化学分析仪器操作技术

任务 1 样品的准确称量

► **知识目标：**理解定量分析误差的有关概念，学会误差、偏差的计算方法，掌握有效数字的修约规则和运算规则，学会分析误差的来源，理解提高分析结果准确度的方法；了解分析天平和电子天平的工作原理。

► **能力目标：**能够正确使用分析天平和电子天平准确称量一定质量的样品，通过对误差的学习，能够对测定数据进行简单的误差计算。掌握准确记录实验原始数据的方法。

1.1 任务分析

分析天平和电子天平是定量化学分析中最主要而又最常用的仪器之一，运用分析天平和电子天平准确称量一定质量的样品是定量化学分析的一项基本技能，也是从事分析工作的人员必须掌握的一项技术，因为称量的准确与否直接关系到测定结果的准确度。因此，一个分析工作者必须熟知分析天平和电子天平的构造和性能，以及掌握它们的使用方法和维护方法。

1.2 相关支撑知识

1.2.1 分析误差与数据处理

一、定量分析中的误差

定量分析的任务是测定试样中组分的含量。要求测定的结果必须达到一定的准确度，方能满足生产和科学研究的需要。显然，不准确的分析结果将会导致生产的损失、资源的浪费、科学上的错误结论。

但在分析测定过程中，虽然我们用可靠的方法、校正过的仪器、精细的操