



普通高等教育“十二五”创新型规划教材

工业分析技术

GONGYE FENXI JISHU

主 编 李赞忠



 **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

工业分析技术

主 编 李赞忠

副主编 陶柏秋

参 编 张 瑄 白艳红 马光路

主 审 李继睿 李纯毅

 北京理工大学出版社

BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

内 容 简 介

本书介绍了工业分析技术的基础知识,整体上分为两大部分,即基础知识和工业分析方法及应用。理论知识坚持“够用”为度的原则,实践任务注重可操作性,尽量按照由易到难、结合真实工作情景,力求使学生对任务引领比较容易“入手”,同时对完成任务拓展又有一定的挑战性。

本书适合作为高等学校的教材使用,也可供相关从业人员学习参考。

版权专有 侵权必究

图书在版编目(CIP)数据

工业分析技术 / 李赞忠主编. —北京:北京理工大学出版社, 2013.3
ISBN 978 - 7 - 5640 - 7247 - 6

I. ①工… II. ①李… III. ①工业分析 - 高等学校 - 教材
IV. ①TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 318190 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(批销中心) 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 / 保定市中华美凯印刷有限公司

开 本 / 710 毫米 × 1000 毫米 1/16

印 张 / 25.5

字 数 / 479 千字

责任编辑 / 张慧峰

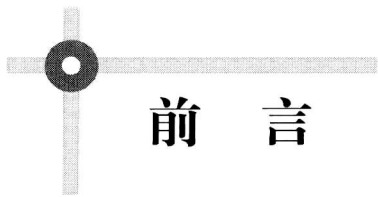
版 次 / 2013 年 3 月第 1 版 2013 年 3 月第 1 次印刷

责任校对 / 周瑞红

定 价 / 69.00 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

在高等教育由规模发展已经完全转变为内涵建设的今天，课程体系与教学内容的改革已成为各高等院校的核心工作，它推动着高等应用教育课程的改革，并促进实践性教学的创新。由此产生了适合高等应用教育的项目教学法、任务驱动教学法、基于资源的主题学习教学法、案例教学法等众多教学理念和方法，而教材改革也必须适应上述教学理念和方法的要求。因此本教材在内容编排上紧紧围绕高等应用教育发展的方向，同时立足区域行业发展的需要以及相关技术领域和岗位的任职要求，以任务驱动为导向，结合项目课程的设计方法，将理论知识和实践任务有机结合在一起，从而强化学生综合职业素质的培养，为学生职业能力的提高打下坚实的基础。

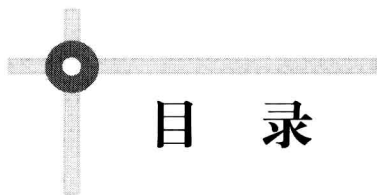
本教材在整体上分为两大部分，即基础知识和工业分析方法及应用。理论知识坚持“够用”为度的原则，实践任务注重可操作性，尽量按照由易到难、结合真实工作情景，力求使学生对任务引领比较容易“入手”，同时对完成任务拓展又有一定的挑战性。

本教材由李赞忠主编、陶柏秋副主编，张瑄、白艳红、马光路参编。其中绪论、第1章、第10章由李赞忠编写；第2章、第4章由陶柏秋编写；第3章、第9章、附录由张瑄编写；第6章、第8章由白艳红编写；第5章、第7章由马光路编写；全书由李赞忠教授统稿。李继睿教授、李纯毅副教授担任主审，参加审稿的还有中石油呼和浩特石化公司和中海油内蒙古天野化工集团的专业技术人员，在此深表感谢。

在本教材编写过程中，得到了有关领导及教师们的支持和帮助，同时还要对本教材提供技术资料的有关企业技术人员，表示深深的谢意。

鉴于编者学识有限，书中难免有疏漏和不足之处，请广大同仁、学者及使用本教材的师生提出批评、指正，特此致谢。

编 者



目 录

绪论	1
0.1 工业分析的任务和作用	1
0.2 工业分析的特点	1
0.3 工业分析的方法	2
0.4 允许误差	3
0.5 标准物质	3
0.6 干扰的消除方法	4
0.7 测定方法的选择	4
思考题	5
阅读材料	5

第一部分 基础知识和技能

第1章 试样的采集、制备和分解	9
1.1 概述	9
1.2 试样的采集	11
1.3 试样的制备	16
1.4 试样的分解	20
1.5 任务	28
任务1 固体试样的采取、制备	28
任务2 固体试样的分解	29
任务3 液体试样的采取、制备	30
任务4 气体试样的采取、制备	32
习题	34
阅读材料	35

第二部分 工业分析方法及应用

第2章 食品分析	39
2.1 概述	39
2.2 食品一般成分分析	51

2.3	食品添加剂分析	85
2.4	任务	97
任务1	食品中苯甲酸含量的测定（蜜饯中山梨酸含量的测定）	97
任务2	食品中总脂肪含量的测定（午餐肉中脂肪含量的测定）	98
任务3	食品中亚硝酸盐含量的测定（咸肉中亚硝酸盐含量的测定）	100
习题		102
阅读材料		107
第3章	硅酸盐分析	108
3.1	概述	109
3.2	硅酸盐分析系统	112
3.3	硅酸盐系统分析	115
3.4	任务	130
任务1	硅酸盐中 SiO_2 含量的测定（动物胶凝聚质量法）	130
任务2	硅酸盐中 Fe_2O_3 含量的测定	131
任务3	硅酸盐中 TiO_2 含量的测定（二安替比林甲烷分光光度法）	134
任务4	硅酸盐中 Al_2O_3 含量的测定	134
任务5	硅酸盐中 CaO 含量的测定（EDTA 滴定法）	137
习题		137
阅读材料		139
第4章	钢铁分析	143
4.1	概述	143
4.2	钢铁定性分析	154
4.3	钢铁定量分析	155
4.4	任务	190
任务1	钢铁中碳硫含量的测定	190
任务2	钢铁中锰含量的测定	194
任务3	钢铁中硅含量的测定（还原型硅钼酸盐光度法）	195
习题		197
第5章	水质分析	198
5.1	概述	199
5.2	工业用水分析	206
5.3	工业污水分析	218
5.4	锅炉用水分析	224
5.5	任务	231
任务1	工业用水中溶解氧含量的测定（碘量法）	231
任务2	工业污水中六价铬含量的测定（GB/T 7466—1987）	234
任务3	工业污水中铜、锌、铅、镉含量的测定（伏安法）	236

任务4 工业污水中氨氮含量的测定	239
任务5 工业污水中化学耗氧量的测定	240
习题	242
阅读材料	243
第6章 化学肥料分析	244
6.1 概述	245
6.2 化学肥料分析	247
6.3 任务	262
任务1 农用碳酸氢铵中氨态氮含量的测定	262
任务2 尿素中总氮含量的测定	264
任务3 磷肥中有效磷含量的测定	266
任务4 钾肥中钾含量的测定	268
习题	271
阅读材料	272
第7章 气体分析	275
7.1 概述	275
7.2 气体化学分析法	277
7.3 大气污染物分析	283
7.4 任务	288
任务1 大气中二氧化硫含量的测定	288
任务2 工业半水煤气全分析（1904型奥式气体分析仪）	291
习题	294
阅读材料	295
第8章 化工产品分析	297
8.1 概述	297
8.2 硫酸生产过程分析	299
8.3 烧碱生产过程分析	304
8.4 乙酸乙酯生产过程分析	308
8.5 任务	310
任务1 氢氧化钠产品中铁含量的测定	310
任务2 乙酸乙酯含量的测定	312
练习题	314
阅读材料	315
第9章 煤质分析	316
9.1 概述	316
9.2 煤的工业分析	322
9.3 煤中全硫的测定	330

9.4 煤的发热量的测定	333
9.5 任务	335
任务1 煤中水分含量的测定	335
任务2 煤中灰分含量的测定	336
任务3 煤中全硫含量的测定	337
任务4 煤的发热量的测定	339
练习题	344
阅读材料	345
第10章 农药分析	347
10.1 概述	347
10.2 杀虫剂分析	350
10.3 除草剂分析	353
10.4 杀菌剂分析	356
10.5 植物生长调节剂分析	359
10.6 任务	362
任务1 绿麦隆含量的测定	362
任务2 多效唑含量的测定	365
练习题	367
阅读材料	368
附录	369
附录1 相对原子量表	369
附录2 相对分子量表	370
附录3 我国化学试剂规格的划分	372
附录4 普通酸碱溶液的配制	373
附录5 指示剂	374
附录6 物质颜色和吸收光颜色的对应关系	377
附录7 滴定分析基准物质的干燥方法	378
附录8 缓冲溶液	378
附录9 常见弱电解质的标准解离常数 (298.15 K)	382
附录10 常见配离子的稳定常数	384
附录11 难溶化合物的溶度积常数	386
附录12 常见氧化还原电对的标准电极电势 $E^\ominus$	389
附录13 常见离子和化合物的颜色	393
附录14 危险药品的分类、性质和管理	396
附录15 特种试剂的配制	397
附录16 常用有机溶剂的物理常数	398
参考文献	399

绪 论

任务目标



知识目标

1. 了解工业分析的任务、作用和特点。
2. 掌握工业分析的方法和结果的允许误差。
3. 了解标准物质的使用和干扰的消除方法及测定方法的选择。

0.1 工业分析的任务和作用

工业分析是分析化学及仪器分析等学科在工业生产中的具体应用。工业分析的任务是研究工业生产的原料、辅助材料、中间产品、产品、副产品以及生产过程中各种废物的组成。

对于一个企业，工业分析是确保生产正常运行不可或缺的环节，在企业质量保证体系认证中，分析测试与生产工艺同等纳入质量管理体系的管理。通过工业分析能评定原料和产品的质量，检查工艺过程是否正常，从而能及时、正确地指导生产，并能够经济合理地使用原料、燃料，及时发现、消除生产的缺陷，减少废品，提高产品质量。因此，工业分析起着指导和促进生产的作用，是国民经济的许多生产部门（如化工、冶金、煤炭、石油、环保、建材等）中不可缺少的生产检验手段。因此，工业分析被誉为“工业生产的眼睛”，在工业生产中起着重要的作用。

0.2 工业分析的特点

（1）工业生产中原料、产品等的量是很大的，往往以千吨、万吨计，而其组成又很不均匀，但在进行分析时却只能测定其中很小的一部分，因此，正确采取能够代表全部物料的平均组成的少量样品，是工业分析中的重要环节，是获得准确分析结果的先决条件。

（2）对所采取的样品，要处理成适合分析测定的试样。多数分析操作是在

溶液中进行的，因此在工业分析中，应根据测定样品的性质，选择适当的溶剂来溶解试样。

(3) 工业物料的组成是比较复杂的，共存的物质对待测组分可能会产生干扰，因此，在研究和选择工业分析方法时，必须考虑共存组分的影响，并且采取相应的措施消除其干扰。

(4) 工业分析的一个重要作用，是用来指导和控制生产的正常进行，因此，必须快速、准确地得到分析结果，在符合生产所要求的准确度的前提下，提高分析速度也是很重要的，有时不一定要达到分析方法所能达到的最高准确度。

0.3 工业分析的方法

1. 快速分析法

主要用以控制生产工艺过程中最关键的阶段，要求能迅速得到分析结果，而对准确度则允许在符合生产要求的限度内适当降低。此法多用于生产控制分析。

2. 标准分析法

标准分析法的结果是进行工艺核算及评定产品质量的依据，因此需要很高的准确度，完成分析的时间可适当长些。此种分析方法主要用于测定原料、产品的化学组成，也常用于校核和仲裁分析，此项工作通常在中心化实验室进行。

制定和采用标准方法是保证质量的重要措施。国际标准化组织（ISO）为此下设 162 个技术委员会，制定了各种标准方法。ISO 标准每 5 年复审一次，但 ISO 标准不带强制性。我国在国家标准管理方法中规定国家标准实施 5 年内要进行复审，即国家标准有效期一般为 5 年。

我国的标准分析法是由国家技术监督局或有关主管业务部门审核、批准并作为“法律”公布施行。前者称为国家标准（代号 GB），后者称为行业标准，各个行业代号不同，如化工行业代号为 HG，石油行业代号为 SY。此外，还有地方或企业标准，但只在一定范围内有效。如果企业生产的产品或分析方法没有国家标准和行业标准可用时，企业应制定企业标准，国家也鼓励企业制定比国家标准更为严格的企业标准。

工业分析应积极引入新的方法。新方法应具有快速、准确、简便等优点。其中，简便、快速能够直接看出来，准确性应按拟定的方法进行测定，即：首先进行精密度检验，平行做 10~20 次，计算标准偏差和变异系数；然后进行准确度检验，准确度检验主要采用如下三种方法：

- ① 采用标准样品对照（最佳方法）；
- ② 标准方法或公认方法的结果对照；
- ③ 标准加入回收试验法。

新方法制订时，还要由制订部门将该类样品发至各个化验部门，按照新方法进行测试，综合处理测试结果，判断其方法的可行性，以便确定能否制订等。

0.4 允许误差

允许误差又称公差，允许误差是指某一分析方法所允许的平行测定值间的绝对偏差，或者说是指按此方法进行多次测定所得的一系列数据中最大值与最小值的允许界限，即极差。它是主管部门为了控制分析精确度而规定的依据。标准分析法都注有允许误差（或允许差），允许误差是根据特定的分析方法统计出来的，它仅反映本方法的精确度，而不适用于另一种方法。一般工业分析只做两次平行测定，若两次平行测定的绝对偏差超出允许差，称为超差，则必须重新测定。允许误差分为室内允许差和室间允许差两种。

室内允许差指在同一实验室内，用同一种分析方法，对同一试样，独立地进行两次分析，所得两次分析结果之间在 95% 置信度下可允许的最大差值。如果两个分析结果之差的绝对值不超过相应的允许误差，则认为室内的分析精度达到了要求，可取两个分析结果的平均值报出；否则，即为超差，认为其中至少有一个分析结果不准确。

例如，氯化铵质量法测定水泥熟料中的 SiO_2 含量，国家标准规定 SiO_2 允许差范围为 0.15%，若实际测得数值为 23.56% 和 23.34%，其差值为 0.22%，必须重新测定。如果再测得数据为 23.48%，与 23.56% 的差值为 0.08%，小于允许误差，则测得数据有效，可以取其平均值 23.52% 作为测定结果。

室间允许差指两个实验室采用同一种分析方法，对同一试样各自独立地进行分析时，所得两个平均值之间在 95% 置信度下可允许的最大差值。两个结果的平均值之差符合允许差规定，则认为两个实验室的分析精确度达到了要求；否则就叫做超差，认为其中至少有一个平均值不准确。

0.5 标准物质

标准物质是具有一种或多种足够均匀和很好确定的特性值，用以校准设备，评价测量方法或给材料赋值的材料或物质。按技术特性标准物质分为：

① 化学成分和纯度标准物质，如钢铁、合金、矿石、炉渣和基准试剂等标准物质。

② 物理化学特性标准物质，如燃烧热、pH 值、高聚物分子量等标准物质。

③ 工程类标准物质，如橡胶、工程塑料的机械性能、电性能的标准物质。

按照特性值的准确度水平标准物质可分为一级标准物质、二级标准物质和工作标准物质，其中一级水平最高，二级次之，工作标准物质最低。标准物质可由

科研部门和企业根据规定要求自己制备,我国标准物质编号为 GBW。

标准物质作为统一量值的计量单位,必须具备定值准确、稳定性好、均匀性好三个基本条件。除此之外,还要具备能小批量生产、制备上再现性好等优点。标准物质通常有下列几条获取途径:

① 由纯物质制备。

② 直接由高纯度的物质作为标准物质。

③ 从生产物料中选取。如无机固体物、矿物、化肥、水泥、钢铁等,可以从生产物料中选取有代表性的样品,按照试样的制备方法制得标准物质。

④ 特殊方法制备。如高聚物分子量窄分布的标准物质,可以用柱分离技术制得。

水泥、玻璃、陶瓷、钢铁、合金、矿石和炉渣等标准物质习惯上叫做标准试样,简称标样。标样的研制过程比较复杂。国家计量部门早在 20 世纪 50 年代开始研制标准物质,现在冶金、机械、化工、地质、环保、建材等行业已研制出了近千种标准物质,门类也有数十种,特别是近几年来发展十分迅速。国家计量部门还专设标准物质管理委员会,负责鉴定、审核标准物质的生产和发行。

标准物质在工业分析中作为参照物质,用于检测结果的可靠性。标准物质与试样进行平行分析,比较测定值与标准值之间的差异,是检验结果可靠性的最好方法之一;标准物质用于校准仪器或标定标准滴定溶液,仪器在使用前或使用中,需用标准物质定标或制作校正曲线,才能给出正确的分析结果;标准物质作为已知试样用以发展新的测量技术和新的仪器,当采用不同方法或不同仪器进行测量时,标准物质帮助我们判断测量结果的可靠程度;在仲裁分析和进行实验室质量考核中经常采用标准物质作为评价标准。

0.6 干扰的消除方法

试样分解后制成的试验溶液中,往往有多种组分(离子)共存,测定时常常会彼此干扰,不仅影响分析结果的准确性,有时甚至使测定无法进行。因此必须预先除去干扰组分。通常采用的方法有掩蔽法(含解蔽)和分离法。

掩蔽法分为配位掩蔽法、沉淀掩蔽法、氧化还原掩蔽法三类,使用的掩蔽剂有无机掩蔽剂和有机掩蔽剂两大类,其中有机掩蔽剂使用较多。常用的分离方法有沉淀分离法、萃取分离法、离子交换树脂分离法、色谱分离及挥发法、蒸馏分离法等。

0.7 测定方法的选择

每一种组分往往有几种测定方法,选择何种测定方法,直接影响分析结果的

可靠性。测定方法的选择可根据测定的具体要求、待测组分的含量范围、待测组分的性质、共存组分的影响四个主要方面进行综合考虑。

随着科学技术水平的提高,工业分析将向着准确、高速、自动化、在线分析以及与计算机结合以实现过程质量控制分析的方向发展。

思 考 题

1. 什么是工业分析? 其任务和作用是什么?
2. 工业分析的特点是什么? 工业分析的方法是什么? 什么是允许差?
3. 什么是标准物质? 工业分析中常用的标准物质指哪些?
4. 消除干扰离子的方法有哪些?
5. 选择分析方法时应注意哪些方面的问题?
6. 通过查阅资料, 概述工业分析的发展状况。

阅 读 材 料

标准化是在一定的范围内获得最佳秩序, 对实际的或潜在的问题制定共同的和重复使用的规则的活动。国家质量监督检验检疫总局(原国家技术监督局、国家质量技术监督局)是主管全国标准化、计量、质量监督、质量管理和认证工作等的国务院的职能部门。2001 年成立了中国国家标准化管理委员会。标准化是一个活动过程, 它是一个制定标准、发布与实施标准并对标准的实施进行监督的过程。标准包括质量标准、卫生标准、安全标准。

标准是对重复性事物和概念所做的统一规定, 它以科学、技术和实践经验和综合成果为基础, 经有关方面协商一致, 由主管机构批准, 以特定形式发布, 作为共同遵守的准则和依据。世界有国际标准、区域标准、国家标准、专业团体协会标准和企业企业标准。我国标准分为四级: 国家标准、行业标准、地方标准、企业标准。

分析方法标准的内容包括方法的类别、适用范围、原理、试剂或材料、仪器或设备、采样、分析或操作、结果的计算、结果的数据处理。有专门单列的分析方法标准和包含在产品标准中的分析方法标准。化验室对某一样品进行分析检验, 必须依据以条文形式规定下来的分析方法进行。分析方法标准是经过充分试验、广泛认可逐渐建立, 不需额外工作即可获得有关精密度、准确度和干扰等知识的整体。

分析方法标准在技术上并不一定是先进的, 准确度也可能不是最高的方法, 但是在一般条件下是一种简便易行、具有一定可靠性、经济实用的成熟方法。分析方法标准也常用作仲裁方法, 有人称之为权威方法。分析方法标准都应注明允许误差(或称公差), 公差是某分析方法所允许的平行测定间的绝对偏差。

第一部分 基础知识和技能

第 1 章

试样的采集、制备和分解

任务引领

任务 1 固体试样的采取、制备

任务 2 固体试样的分解

任务 3 液体试样的采取、制备

任务拓展

任务 4 气体试样的采取、制备

任务目标

知识目标

1. 了解采样的目的、意义；
2. 了解并掌握固体、液体、气体试样的采样工具及采样方法；
3. 掌握试样的制备方法；
4. 掌握试样的几种分解方法。

能力目标

1. 能够使用工业技术标准文献查阅国家和行业标准；
2. 具备使用各种常见工业物料采样工具的能力；
3. 具备使用制备、分解试样仪器和设备的能力。

物质的一般分析步骤：采样、称样、试样分解、分析方法的选择、干扰杂质的分离、分析测定和结果计算。试样分解，是化验分析工作中很重要的一个步骤。

1.1 概述

工业生产的物料往往是大批量的，通常有几十、几百吨，甚至成千上万吨，