

简明 化学检验工手册

JIANMING
HUAXUE JIANYANGONG SHOUCE

季剑波 主编 / 唐学红 副主编



简明化学检验

主 编 季剑波

副主编 唐学红

参 编 刘 姗 肖先举

主 审 朱伟军

机械工业出版社

本手册是根据各类化工企业从事化学检验人员和产品质量管理人员的需要编写的。其主要内容包括：化验室基础知识，滴定分析基础，酸碱滴定法，氧化还原滴定法，配位滴定法，沉淀滴定法，电位分析法，紫外-可见吸收光谱分析法，原子吸收光谱分析法，色谱分析法，化工产品综合分析示例和文献检索概论，共 12 章，书末附录有危险品化学试剂的分类储存、酸碱在水中的离解常数、部分有机物在 FID 上的校正因子等常用资料 14 种。

本手册可供各类化工企业化学检验人员和产品质量管理人员使用，也可供高等职业院校化工专业师生参考。

图书在版编目（CIP）数据

简明化学检验工手册/季剑波主编. —北京：机械工业出版社，2013.3

ISBN 978-7-111-41687-6

I. ①简… II. ①季… III. ①化工产品 - 检验 - 技术手册 IV. ①TQ075 - 62

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2013）第 039634 号

机械工业出版社（北京市百万庄大街 22 号 邮政编码 100037）

策划编辑：崔世荣 责任编辑：崔世荣

版式设计：霍永明 责任校对：张 媛

责任印制：乔 宇

北京机工印刷厂印刷（三河市南杨庄国丰装订厂装订）

2013 年 5 月第 1 版第 1 次印刷

130mm × 184mm · 19 印张 · 562 千字

0 001—4 000 册

标准书号：ISBN 978-7-111-41687-6

定价：45.00 元

凡购本书，如有缺页、倒页、脱页，由本社发行部调换

电话服务 网络服务

社 服 务 中 心：(010)88361066 教 材 网：<http://www.cmpedu.com>

销 售 一 部：(010)68326294 机 工 官 网：<http://www.cmpbook.com>

销 售 二 部：(010)88379649 机 工 官 博：<http://weibo.com/cmp1952>

读者购书热线：(010)88379203 封面无防伪标均为盗版

前　　言

随着我国工业产品逐步融入到国际工业生产的大家庭中，必须用国际通用的产品质量标准进行生产和质量管理。国际标准化组织制定和发布的 ISO9000 系列质量管理文件，已经把分析检验置于和产品生产同等的地位实行质量管理。化学检验工是化工企业进行产品质量认证与认可的必备工种，广大的从事化学检验工作的人员也急需通过化学检验工种的考核及考级确定上岗资格。本手册正是为适应以上需求编写的。

本手册是以《国家职业标准》为依据，重点介绍化学检验人员和产品质量管理人员应当掌握的质量检验和质量管理的基本知识及基本技能，内容简明扼要，实用性强，可以满足化学检验人员和产品质量管理人员的日常工作需要。本手册采用现行国家标准规定的术语、符号和法定计量单位，书中的知识体系、案例介绍符合国家或行业的最新标准。

本手册由徐州工业职业技术学院季剑波任主编。季剑波编写第三、四、五、六、十章及附录，唐学红编写第七、八、九章，刘姗编写第二、十一章，肖先举编写第一、十二章，全书由季剑波统稿。朱伟军为主审。

限于编者水平，书中不足之处恳请同行和读者批评指正。

编　　者

本手册中所用的符号解释

m_B —— 待测组分 B 的质量 (g)	s —— 样本的标准偏差
m_s —— 试样质量 (g)	f —— 自由度 (指独立偏差的个数)
w_B —— 物质 B 的质量分数, 数值以 % 表示	y —— 概率密度
n_B —— B 物质的物质的量 (mol)	P —— 置信度
V_s —— 试样溶液的体积 (mL)	α —— 显著性水平, 其值为 $(1 - p)$
c_B —— B 物质的物质的量浓度 (mol/L)	$t_{\alpha, f}$ —— 显著性水平为 α 自由度为 f 时的 t 值
φ_B —— B 物质的体积分数, 数值以 % 表示	sp —— 化学计量点
ρ_B —— 组分 B 的质量浓度 (g/L 、 mg/L 、 $\mu\text{g/L}$)	ep —— 滴定终点
x_T —— 真值 (组分的真实数值)	$n\left(\frac{1}{Z_B}B\right)$ —— 基本单元为 $1/Z_B$ 的 B 物质的物质的量 (mol)
x —— 组分的测定值	$T_{B/A}$ —— 每毫升 A 标准滴定溶液相当于被测物质 B 的质量 (g/mL)
E —— 误差	$c\left(\frac{1}{Z_A}A\right)$ —— 基本单元为 $1/Z_A$ 的 A 标准滴定溶液的浓度 (mol/L)
Ea —— 绝对误差	K_w —— 水的质子自递常数
Er —— 相对误差	K_r —— 反应的平衡常数
d —— 偏差	K_a —— 酸的离解常数
\bar{x} —— 测定结果平均值	K_b —— 碱的离解常数
x_i —— 组分值	a —— 离子的活度
d_i —— 第 i 次测定的绝对偏差	γ —— 离子的活度系数
\bar{d} —— 一组平行测定值的平均偏差	I —— 离子强度
R —— 极差	
n —— 样本容量	
μ —— 总体平均值	
x_m —— 中位数	
σ —— 总体标准偏差	

此为试读, 需要完整PDF请访问: www.ertongbook.com

δ	某一存在形式的分布系数	度
β	缓冲溶液的缓冲容量	$[M]$ ——金属离子 M 的平衡浓
E_t	终点误差或称滴定误差	度
M	金属离子	$K'_{(MY)}$ ——配位化合物 MY 的条件
L	配位剂	稳定常数
Y	配位剂 EDTA	$[In']$ ——未与金属离子配位的
K_{MY}	金属-EDTA 配位化合物 的绝对稳定常数	指示剂的各种形式的 总浓度
K_i	各级稳定常数	pM_t ——金属-指示剂颜色转变点 的 pM 值
β_n	累积稳定常数	M_{ep} ——终点时游离金属离子的 平衡浓度
$K_{\text{稳}n}$	稳定常数	M'_{ep} ——终点时未与滴定剂配位 的金属离子的各种形式 的总浓度
K'_{MY}	金属-EDTA 配位化合物 的条件稳定常数	ΔpM ——配位滴定终点与化学计 量点 pM 之差
N	共存离子	Ox —— 氧化态
α_Y	滴定剂 Y 的副反应系数	Red —— 还原态
$\alpha_{Y(H)}$	EDTA 的酸效应系数	$\varphi^{\circ}_{Ox/Red}$ ——电对 Ox/Red 的标准 电极电位 (V)
$\alpha_{Y(N)}$	共存离子效应系数	a_{Ox} ——电对氧化态的活度
α_M	金属离子 M 的副反应系 数	a_{Red} ——电对还原态的活度
$\alpha_{M(L)}$	金属离子 M 配位效应 系数	R —— 气体常数, $8.314J/(K \cdot mol)$
$\alpha_{M(OH)}$	金属离子 M 羟基化效 应系数	T —— 热力学温度 (K)
α_{MY}	配位化合物 MY 的副反 应系数	F —— 法拉第常数, $96485C/mol$
$[Y']$	EDTA 各种形式的总 浓度	n —— 电极反应中转移的电子数
$[Y]$	EDTA 游离 Y 的浓度	$\varphi^{\circ'}_{Ox/Red}$ —— 条件电极电位 (V)
c_Y	EDTA 的分析浓度	$\Delta\varphi$ —— 两电对的电位差 (V)
$[M']$	未与配位剂配位的各 种型体金属离子总浓	φ_{sp} —— 化学计量点电位 (V)

φ_{In} —— 氧化还原指示剂的变色点 电位 (V)	学因数
s —— 化合物的溶解度	K_d —— 分配系数
s° —— 化合物的固有溶解度	D —— 分配比
K°_{sp} —— 离子的活度积常数 (简称活度积)	E —— 萃取率 (数值以% 表示) β —— 分离系数
F —— 重量分析换算因数或称化	R_f —— 比移值

目 录

前言

第一章 化验室基础知识	1
第一节 化学检验安全知识	1
一、化验室安全规则	1
二、化验室意外事故的处理	2
三、化验室的“三废”处理	5
四、气体钢瓶的正确使用	11
五、化验室的灭火基本常识	13
六、化验室的安全用电常识	16
第二节 化验室化学实验技术	17
一、化学基本操作	17
二、物理常数的测定	45
第三节 化验室溶液的配制	53
一、化验室用水	53
二、化学试剂	56
三、常见溶液的配制	62
第四节 化验室常用设备及使用方法	67
一、化验室常用的玻璃仪器	67
二、化验室常用的电气设备	71
第五节 化验室的组织管理	76
一、化验室的部门设置	76
二、化验室的人员配备	76
三、化验室的管理方法	76
四、化验室的认证与认可	77
第二章 滴定分析基础	79
第一节 化学检验数据处理	79

一、有效数字及运算规则	79
二、分析测试中的误差	81
三、正态分布与 t 分布	87
四、分析数据的可靠性检验	89
五、异常值的检验与取舍	91
第二节 化学检验常用仪器及其使用	93
一、分析天平	93
二、滴定分析仪器的使用	101
第三节 定量分析过程	116
一、滴定分析专用术语	116
二、滴定分析法的分类	117
三、滴定分析法对滴定反应的要求和滴定方式	118
四、基准物质和标准滴定溶液	119
五、滴定分析计算	120
六、定量分析过程	124
第四节 试样的采取和制备	126
一、采样的基本术语	126
二、采样原则	126
三、液体试样的采取	129
四、固体试样的采取和制备	129
五、试样的分解	131
第三章 酸碱滴定法	136
第一节 溶液的酸碱度计算	136
一、溶液的酸度和酸的浓度	136
二、酸碱水溶液中 pH 值计算	139
第二节 酸碱缓冲溶液	143
一、缓冲溶液的 pH 值计算	143
二、缓冲容量与缓冲范围	143
三、缓冲溶液的选择	144
第三节 酸碱指示剂	145
一、酸碱指示剂的作用原理	145

二、变色范围和变色点	146
三、混合指示剂	148
第四节 酸碱滴定条件的选择	150
一、一元酸碱的滴定	150
二、多元酸、混合酸和多元碱的滴定	159
第五节 酸碱标准溶液的配制与标定	164
一、HCl 标准溶液的配制与标定	164
二、NaOH 标准溶液的配制与标定	165
第六节 测定示例	166
一、食醋中总酸度的测定	166
二、混合碱组分的测定	167
第四章 氧化还原滴定法	171
第一节 氧化还原滴定法概述	171
一、条件电极电位	171
二、氧化还原反应进行的程度	174
三、影响氧化还原反应速度的因素	176
四、氧化还原滴定曲线	177
五、氧化还原指示剂	180
六、氧化还原滴定前的预处理	181
第二节 高锰酸钾滴定法	185
一、工作原理	185
二、标准溶液的制备	185
三、工业用双氧水组分的测定	187
四、水中化学耗氧量 COD _{Mn} (高锰酸钾指数) 的测定	187
第三节 重铬酸钾滴定法	189
一、工作原理	189
二、标准溶液的制备	189
三、铁矿石中全铁量的测定	190
四、水中化学耗氧量 COD _{Cr} (重铬酸钾指数法) 的测定	191
第四节 碘量滴定法	192
一、工作原理	192

二、标准溶液的制备	194
三、维生素 C (V_c) 含量的测定	195
四、铜合金中铜含量的测定	196
第五章 配位滴定法	198
第一节 配位滴定法概述	198
一、有机配位剂与螯合物	198
二、乙二胺四乙酸 (EDTA) 及其螯合物	199
三、条件稳定常数	201
第二节 金属指示剂	206
一、金属指示剂的作用原理	206
二、金属指示剂具备的条件	207
三、常用的金属指示剂及其配制	208
四、封闭与僵化	209
第三节 滴定条件的选择	211
一、配位滴定曲线	211
二、酸效应曲线及其应用	214
第四节 EDTA 标准溶液的配制与标定	220
一、EDTA 标准溶液的配制	220
二、EDTA 标准溶液的标定	221
第五节 配位滴定法及其应用	222
一、直接滴定法	222
二、返滴定法	224
三、置换滴定法	225
四、间接滴定法	225
第六节 测定示例	226
一、水的硬度测定	226
二、铝盐中铝含量的测定	227
第六章 沉淀滴定法	229
第一节 沉淀滴定法概述	229
第二节 银量法滴定终点的确定	230
一、莫尔法——铬酸钾作为指示剂	230

二、佛尔哈德法——铁铵矾作为指示剂	231
三、法扬司法——吸附指示剂	233
第三节 测定示例	235
一、水中氯离子含量的测定（莫尔法）	235
二、酱油中 NaCl 含量的测定（佛尔哈德法）	236
第七章 电位分析法	238
第一节 电位分析法概述	238
一、电位分析法的分类	238
二、电位分析法的原理	239
三、电极的类型	242
第二节 直接电位法	249
一、直接电位法测定溶液的 pH 值	249
二、直接电位法测定溶液的离子活（浓）度	254
三、影响电位测定准确度的因素	259
第三节 电位滴定法	261
一、基本原理	261
二、滴定终点的确定方法	261
三、电位滴定装置	264
第四节 测定示例	267
一、直接电位法测定溶液的 pH 值	267
二、电位滴定法测定绿矾的含量	268
第八章 紫外-可见吸收光谱分析法	271
第一节 基本原理	271
一、光的性质	271
二、物质对光的选择性吸收	273
三、光吸收定律	274
第二节 可见分光光度法	278
一、显色剂应具备的条件	278
二、显色条件的选择	281
三、测量条件的选择	284
四、定量方法	285

第三节 紫外-可见分光光度法	289
一、紫外吸收光谱常用术语	290
二、紫外-可见分光光度法的应用	291
第四节 紫外-可见分光光度计	296
一、仪器的组成部件	296
二、紫外-可见分光光度计的类型	301
三、分光光度计的检验	302
四、紫外-可见分光光度计的使用与维护	305
第五节 测定示例	311
一、分光光度法测定微量铁	311
二、分光光度法测定工业废水中的微量酚	313
第九章 原子吸收光谱分析法	316
第一节 基本原理	316
一、共振线和吸收线	317
二、谱线轮廓与谱线宽度	317
三、基态原子数与原子化程度的关系	319
四、原子吸收值与待测元素浓度的定量关系	320
第二节 测定条件的选择	322
一、吸收线的选择	322
二、光谱通带的选择	323
三、灯电流的选择	324
四、火焰的选择	324
五、燃烧器高度的选择	325
六、进样量的选择	326
七、光谱干扰及其抑制	326
第三节 定量分析方法及评价	331
一、工作曲线法	331
二、标准加入法	332
三、灵敏度、检出限和回收率	332
第四节 原子吸收分光光度计	335
一、原子吸收分光光度计的主要部件	335

二、原子吸收分光光度计的使用和维护	342
第五节 测定示例	350
一、火焰原子吸收光谱法测定水样中微量锌	350
二、原子吸收分光光度法测定自来水中 Ca、Mg 含量	352
三、石墨炉原子吸收分光光度法测定蒸馏酒中的铅含量	354
第十章 色谱分析法	356
第一节 基本原理	356
一、色谱分析法的分类	356
二、色谱分析法的分离原理	357
三、色谱流出曲线及其术语	359
四、色谱分析法的特点	363
第二节 色谱分析法的基本理论	363
一、塔板理论	363
二、速率理论	365
第三节 色谱分析法的定性分析与定量分析	369
一、定性分析	369
二、定量分析	371
第四节 气相色谱分析法	374
一、气相色谱仪	374
二、气相色谱固定相	394
三、气相色谱条件的选择	397
第五节 高效液相色谱分析法	400
一、高效液相色谱仪	400
二、常用的高效液相色谱仪的使用及维护	406
三、高效液相色谱固定相与流动相	409
四、实验技术	412
第六节 测定示例	413
一、苯、甲苯、二甲苯混合样品的气相色谱分析	413
二、白酒主要成分的气相色谱分析	415
三、维生素 E 胶丸中 α -V _E 含量的液相色谱分析	417
四、果汁中有机酸的液相色谱分析	419

五、饮料中咖啡因含量的液相色谱分析	421
第十一章 化工产品综合分析示例	423
第一节 常见化工产品的分析	423
一、烧碱的全分析	423
二、工业硫酸的全分析	430
第二节 合成洗涤剂的全分析	441
一、粉状洗涤剂中水分及挥发物含量的测定	442
二、粉状洗涤剂中活性氧含量的测定	443
三、粉状洗涤剂颗粒度的测定	444
四、合成洗涤剂中总五氧化二磷含量的测定	445
五、合成洗涤剂发泡力的测定	449
六、合成洗涤剂中总活性物含量的测定	451
七、合成洗涤剂用4A沸石的分析	454
八、粉状洗涤剂中二氧化硅含量的测定	456
第三节 化肥产品分析	459
一、尿素的全分析	459
二、碳酸氢铵的全分析	471
第四节 农药产品分析	480
一、拟除虫菊酯类农药的全分析	480
二、有机磷类农药的全分析	482
第五节 涂料产品分析	485
一、挥发性有机化合物含量的测定（VOC）	487
二、游离甲醛含量的测定	490
三、苯、甲苯、乙苯、二甲苯、苯酚、蒽、萘含量的测定	492
四、氨含量的测定	493
五、甲苯二异氰酸酯单体（TDI）含量的测定	495
六、可溶性重金属含量的测定	496
第六节 水泥产品分析	497
一、三氧化硫的测定——硫酸钡重量法（基准法）	498
二、二氧化硅的测定——氯化铵重量法（基准法）	498
三、三氧化二铁的测定——EDTA直接滴定法	501

四、三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定法（基准法）	503
五、氧化钙的测定——EDTA 滴定法	504
六、氧化镁的测定——原子吸收光谱法	505
七、二氧化钛的测定——二安替比林甲烷光度法	507
八、氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法	508
九、氯离子的测定——硫氰酸铵容量法	510
十、硫化物的测定——碘量法	511
十一、一氧化锰的测定——高碘酸氧化分光光度法	514
十二、五氧化二磷的测定——磷钼酸铵分光光度法	515
第十二章 文献检索概论	517
第一节 分析化学文献检索和检索工具	517
一、化学文献的现状	517
二、美国《化学文摘》(Chemical Abstracts, 简称 CA)	518
三、分析文摘 (Analytical Abstracts, 简称 AA)	527
四、分析化学文摘	528
五、中国无机分析化学文摘	528
六、仪器分析文摘	528
第二节 专利文献检索工具	530
第三节 标准文献	531
一、标准文献的特点及类型	531
二、中国标准文献	533
三、国际标准文献	535
第四节 查阅文献的方法	536
一、文献检索步骤	536
二、手工检索工具查找法	536
三、计算机检索方法	540
第五节 文献检索方法出版物和 CD-ROM 光盘数据库	544
一、文献检索方法出版物	545
二、CD-ROM 光盘数据库	546
附录	547
附录 A 危险品化学试剂的分类储存	547

附录 B 非危险品化学试剂的分类贮存	549
附录 C 混合后能燃烧、爆炸的化学试剂的分类储存	552
附录 D 弱酸在水中的离解常数 (25°C , $I=0$)	553
附录 E 弱碱在水中的离解常数 (25°C , $I=0$)	555
附录 F 金属配位化合物的稳定常数	556
附录 G 金属离子与氨羧配位剂配位化合物稳定常数的对数	559
附录 H 标准电极电位 φ° (25°C)	560
附录 I 部分氧化还原电对的条件电位 $\varphi^{\circ'}$ (25°C)	562
附录 J 难溶化合物的活度积(K_{sp}^{\ominus})和溶度积(K_{sp} , 25°C)	563
附录 K 部分有机化合物在 TCD 上的校正因子	566
附录 L 部分有机化合物在 FID 上的校正因子	577
附录 M 相对原子质量 (Ar) 表	582
附录 N 化合物的摩尔质量 (M) 表	583