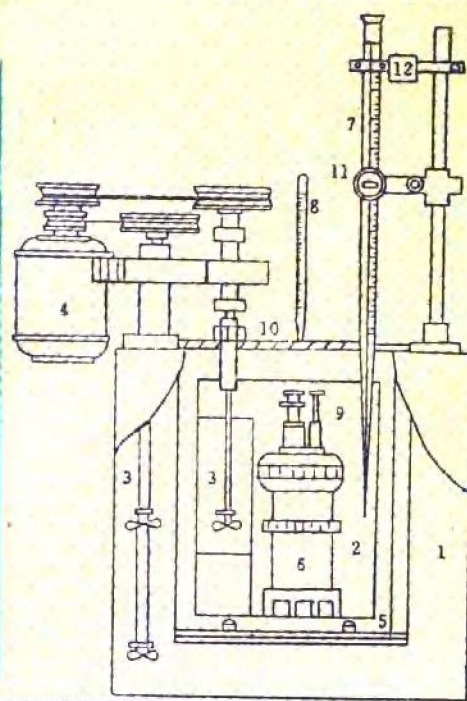


普通高等教育
兵工类规划教材

工业分析

康云月 主编



北京理工大学出版社

工业分析

康云月 主编

北京理工大学出版社

内 容 简 介

本书是根据兵工高等专科学校工业分析专业培养目标要求而编写的。全书共十章,内容包括:绪论、试样的采取和制备、试样的分解、钢铁分析、有色金属及合金分析、电镀液分析、煤的分析、石油产品分析、橡塑材料分析、火炸药分析。本书编写中突出专科特色,从培养应用人才出发,以必须和应用为度,加强了实践材料,反映了分析的新成就。在内容叙述上由浅入深,循序渐进,利于自学。

本书可作为高等工科专科学校工业分析专业教材,也可供工厂、科研机关分析工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

工业分析/康云月主编. —北京:北京理工大学出版社,1995

ISBN 7—81045—044—1

I. 工… II. 康… III. 工业分析—高等学校—教材 IV. TQ014

中国版本图书馆 CIP 数据核字(95)第 10071 号

北京理工大学出版社出版发行

(北京市海淀区白石桥路 7 号)

(邮政编码 100081)

各地新华书店经售

北京地质印刷厂印刷

*

850×1168 毫米 32 开本 13.125 印张 335 千字

1995 年 9 月第一版 1995 年 9 月第一次印刷

印数:1—3000 册 定价:14.50 元

※图书印装有误,可随时与我社退换※

出版说明

遵照国务院国发[1978]23号文件精神,中国兵器工业总公司承担全国高等学校兵工类专业教材的规划、编审、出版的组织工作。自1983年兵总教材编审室成立以来,在广大教师的积极支持和努力下,在国防工业出版社、兵器工业出版社和北京理工大学出版社的积极配合下,已完成两轮兵工类专业教材的规划、编审、出版任务,共出版教材211种。这批教材出版对解决兵工专业教材有无问题、稳定教学秩序、促进教学改革及提高教学质量都起到了积极作用。

为了使兵工类专业教材更好地适应社会主义现代化建设需要,特别是国防现代化培养人才的需要,反映国防科技的先进水平,达到打好基础、精选内容、逐步更新及利于提高教学质量的要求,我们以提高教材质量为主线,完善编审制度、建立质量标准及明确岗位责任,建立了由主审人审查、责任编委复审和教编室审定等5个文件。并根据兵工类专业特点,成立了十个专业教学指导委员会,以更好地编制兵工类专业教材建设规划,加强对教材的评审和研究工作。

为贯彻国家教委提出的“抓好重点教材,全面提高质量,适当发展品种,力争系统配套,完善管理制度,加强组织领导”的“八五”教材建设方针,兵总教材编审室在总结前两轮教材编审出版工作的基础上,于1991年制订了1991~1995年兵工类专业教材编写出版规划,共列入教材220种。这些教材都是从学校使用两遍以上、实践证明是比较好的讲义中遴选的,专业教学指导委员会从兵工专业教材建设的整体考虑对编写大纲进行了审查,认为符合兵工专业培养人才要求,符合国家出版方针。这批教材的出版必将为兵工专业教材的系列配套,为教学质量的提高和培养国防现代化

人才,为促进兵工类专业科学技术的发展,都将起到积极的作用。

本教材由王忠厚副教授主审,经中国兵器工业总公司火炸药专业教学指导委员会复查,兵总教材编审室孙业斌教授审定。

限于水平和经验,这批教材的编审出版难免有缺点和不足之处,希望使用本教材的单位和广大读者批评指正。

中国兵器工业总公司教材编审室

1994 年 11 月



前 言

工业分析是兵器工业的重要组成部分,在工业生产过程中,从原料、半成品到成品都离不开工业分析。在产品开发,提高产品质量,改进生产工艺的研究中,工业分析更具有重要的作用,可称为“生产和科研的前哨兵”。工业分析课程是兵工高等专科学校工业分析专业学生必须掌握的内容。

为了适应培养工业分析专业高等专科学校应用型技术人才的需要。全书在编写过程中,突出专科特色,以必须和应用为度,理论联系实际,加强了实践材料。全书收集实验注意贯彻我国最新标准和规范为主,同时介绍一些生产中常用的、成熟的、行之有效的快速分析方法。实验涉及面广,具有典型性、代表性、先进性和系统性。

本书既适用于 140~180 学时的高等高等专科学校工业分析专业的教材,也可供从事这方面的工程技术人员参考使用。

本书一至八章由沈阳工业学院专科学校康云月同志编写,九、十两章由徐士明同志编写,草图由刘淑珍同志绘制,由辽宁大学化学系副教授王忠厚同志主审。兵总教材编审室复查,兵总教编室教授孙业斌同志审定,谨向他们表示诚挚的感谢。

由于编者的水平局限,缺点错误在所难免,恳望读者批评指正。

编 者

1993 年 10 月

目 录

第一章 绪 论	(1)
§ 1.1 工业分析的任务和作用	(1)
§ 1.2 工业分析的特点与方法	(2)
§ 1.3 工业分析中溶液浓度的定义及表示方法	(4)
§ 1.4 工业分析工作者的基本素质	(7)
习 题	(9)
第二章 试样的采取与制备	(10)
§ 2.1 概述	(10)
§ 2.2 液体和气体物料的采取	(14)
§ 2.3 固体物料的取制样方法	(19)
§ 2.4 钢及合金的取制样方法	(26)
§ 2.5 有色金属及合金产品的取制样方法	(32)
习 题	(34)
第三章 试样的分解	(36)
§ 3.1 概述	(36)
§ 3.2 酸碱分解法	(37)
§ 3.3 熔融分解法	(41)
§ 3.4 其他新的分解法	(45)
习 题	(47)
第四章 钢铁分析	(49)
§ 4.1 钢铁基本知识	(49)
§ 4.2 碳的测定	(53)
§ 4.3 硫的测定	(73)
习 题	(82)
§ 4.4 碳硫联合测定	(82)

§ 4.5 磷的测定	(86)
习 题	(95)
§ 4.6 硅的测定	(95)
习 题	(105)
§ 4.7 锰的测定	(105)
习 题	(116)
§ 4.8 铬的测定	(117)
习 题	(128)
§ 4.9 镍的测定	(129)
习 题	(138)
§ 4.10 钒的测定	(138)
习 题	(148)
§ 4.11 钨的测定	(148)
习 题	(159)
§ 4.12 钛的测定	(159)
习 题	(168)
§ 4.13 钼的测定	(168)
习 题	(176)
第五章 有色金属及合金分析	(177)
§ 5.1 概述	(177)
§ 5.2 铜及铜合金分析	(179)
习 题	(187)
§ 5.3 铝及铝合金分析	(188)
习 题	(200)
§ 5.4 锌及锌合金分析	(200)
习 题	(208)
§ 5.5 铅、锡及其合金分析	(208)
习 题	(215)
§ 5.6 钛及钛合金分析	(215)
习 题	(218)
第六章 电镀液的分析	(219)
§ 6.1 概述	(219)

§ 6.2	镀铬液分析实验	(220)
§ 6.3	酸性镀铜液分析实验	(225)
§ 6.4	镀镍液分析实验	(228)
§ 6.5	酸性镀锌液分析	(236)
§ 6.6	化学镀镍溶液中次磷酸钠的测定	(240)
习 题		(243)
第七章	煤的分析	(244)
§ 7.1	概述	(244)
§ 7.2	方法综述	(246)
习 题		(275)
第八章	石油产品分析	(276)
§ 8.1	概述	(276)
§ 8.2	方法综述	(277)
§ 8.3	石油产品水分测定实验	(285)
§ 8.4	石油产品运动粘度测定实验(毛细管粘度计法)	(288)
§ 8.5	条件粘度测定(恩格勒粘度计法实验)	(292)
§ 8.6	石油产品闪点测定实验	(296)
§ 8.7	溶剂汽油碘值测定实验	(302)
习 题		(304)
第九章	橡塑材料分析	(306)
§ 9.1	橡胶分析	(306)
§ 9.2	塑料分析	(321)
习 题		(342)
第十章	火炸药分析	(343)
§ 10.1	概述	(343)
§ 10.2	火炸药分析方法综述	(347)
§ 10.3	梯恩梯(TNT)成品凝固点的测定	(354)
§ 10.4	梯恩梯渗油性的测定	(357)
§ 10.5	硝化棉含氮量的测定	(359)
§ 10.6	单基发射药中樟脑和二苯胺含量的测定	(364)
§ 10.7	发射药中水分含量的测定	(369)
§ 10.8	梯恩梯装药废水中梯恩梯的测定	(371)

§ 10.9 梯恩梯生产废水中硝基化合物的测定	(374)
习 题	(377)
附表 I 气体容量法测定碳的温度、气压补正系数表(一).....	(378)
附表 II 气体容量法测定碳的温度、气压补正系数表(二).....	(393)
参考资料	(409)

第一章 绪 论

§ 1.1 工业分析的任务和作用

工业分析是一门实践性很强的专业课,是分析化学在工业生产上的具体应用。它研究工业生产中涉及的金属材料、辅助材料及燃料等组成的分析方法和对各类材料组成的分析测定,并对生产过程中的中间产品、成品及工艺实行监测,以确保生产所用各类材料的质量,为生产中的工艺过程提供正确的分析结果,为产品质量提供质量依据。它在提高企业产品质量、保证工艺过程的顺利进行、提高企业经济效益等方面都起着重要的作用。所以工业分析被誉为工业生产的“眼睛”,在工业生产中起着“把关”的作用。

工业生产的发展和科学技术的进步,给工业分析提出了越来越多的新课题。要求分析手段必须越来越灵敏、准确、快速、简便和自动化。例如:①快速方面。炼钢工业的迅速发展要求测试手段更加快速。纯氧顶吹炼钢每炉只要二三十分钟的时间,钢中添加成分的炉前测定时间只能以秒计,因此要求提供更加快速的测试方法。随着工业生产自动化程度的不断提高,对分析方法的自动化要求也愈来愈高。②准确方面。半导体中的砷镓比的测定,要求达到的精度为 10^{-6} ,而且要快速自动。半导体技术级的原子级加工,要求测出单个原子数目。③灵敏度方面。环境保护工作和半导体材料分析均要求痕量杂质成分测定灵敏度达到 10^{-9} 级甚至更低,而且要求快速自动。④微区分析。半导体材料表面微小区域极微量杂质成分的非破坏性检查要求测定方法具有很高的选择性与灵敏

度。随着电子工业和真空技术的发展,许多物理检测方法逐渐应用到工业分析中来,产生了许多检测手段,它们的特点是灵敏快速。近年来激光、电子计算机等新技术应用于工业分析中,使分析过程自动化,大大提高了分析工作的效率。

§ 1.2 工业分析的特点与方法

1.2-1 工业分析的特点

工业分析的对象是多种多样的。分析的对象不同,对分析的要求也就不同。但一般来说,在符合生产所需准确度的前提下,分析快速、测定简便及易于重复等是对工业分析的普遍要求。

工业上所处理的物料其数量往往以千百吨计算,而组成往往又不是完全均匀,分析时只能从中取出少量试样进行分析。所以正确的采样是工业分析中重要的步骤。

工业物料的组成是复杂的,大都含有多种杂质,因此在选择分析方法时,必须考虑到杂质的影响。在分析过程中应有消除或减少杂质干扰的措施。

此外,在分析工业物料之前,多数是将试样转变成溶液才能进行测定。所以试样的分解是工业化学分析的重要环节,对整个分析过程和结果都具有重要意义。而试样分解方法的选择与测定物质的组成、被测元素和测定的方法有密切关系,对提高分析速度也具有决定意义。

综上所述,在工业分析中应注意以下四个方面:

- (1) 正确采样和制样,即所采制试样要能够代表全部被分析物料的平均成分;
- (2) 选择适当的分解试样方法,以利于分析测定;
- (3) 选择能满足准确度要求的分析方法,并应考虑被分析物

料所含杂质的影响；

(4) 在保证一定的准确度下,尽可能地快速化。

1.2-2 工业分析方法的分类

工业分析中所用的分析方法,以定量分析为分类原则,可分为:①化学分析法;②物理化学分析法;③物理分析法。

工业分析所用的分析方法,按其在工业生产中所起的作用主要可分为标类法与快速法。标类法用来测定生产中原料及成品的化学组成。将所得结果作为评定原料及产品质量的依据,也用于验证分析和仲裁分析。所以要求此种方法准确度高。此项分析工作通常在中心化验室进行。快速法主要用以控制生产工艺过程中的重要工序,要求迅速报出分析结果,以指导工艺过程的顺利进行和工艺质量的提高。而对准确度则允许在符合生产要求的限度内适当降低一些。此类方法最适用于车间分析。但就目前分析方法的发展来看,标类法也向快速化发展,而快速法也向较高的准确度发展。这两类方法的差别已逐渐不明显。有些分析方法既能保证准确度,操作又非常迅速,既可作为标类法,又可作为快速法。

验证分析是以专为验证某项分析结果为目的的,所用方法往往是在原用标类法中增添一些补充操作而使其准确度提高。仲裁分析是当甲乙两方对分析结果有分歧时,以解决争议为目的的分析,所用分析方法通常是采用原用的方法,但由技术更高的分析人员进行,必要时可用标准分析方法或经典分析方法。

一个试样中,某组分的测定可以用不同的方法进行,但各种方法的准确度是不同的,因此当用不同的方法测定时,所得结果难免有出入。即使对同样的试剂采用同一种方法,如用不同精密度的仪器,分析结果也不尽相同。为使同一试样中的同一组分,不论是由何单位或何人员来分析,所得分析结果都应在允许误差范围以内,必须统一分析方法。这就要求规定一个相当准确、可靠的方法作为标准分析方法,同时对进行分析的各种条件也应作出严格的规定。

这样的标准方法世界各国都是由国家选定和批准并加以公布的。我国的标准分析方法是由国家技术监督局或各有关主管部门审核批准的。当然,标准方法也不是永久不变的,随着科学的发展,实验技术的进步,旧标准不断地被新标准代替。

§ 1.3 工业分析中溶液浓度的定义及表示方法

溶液的浓度对工业分析工作者来说是一个既十分重要又十分熟悉的量。溶液的浓度有多种表示方法。根据国际标准和国家标准的规定有质量摩尔浓度 b_B 或 m_B 、物质的量浓度 c_B 和物质的质量分数等几种表示方法。但在实际工作中,常会遇到一些其它的表示方法。因此这里重点介绍法定的浓度表示法与过去的浓度表示形式作一对照,对其它常用的浓度表示法只作简单介绍。

1.3-1 体积比浓度

体积比浓度是指市售溶液与水混合时的体积比。通常用 $a:b$ 或 $a+b$ 来表示。目前常用 $a+b$ 表示。例如:硫酸(1+3)就表示 1 份体积的浓硫酸与 3 份体积的水相混合。

国际标准规定溶液稀释表示法为 $V_1 \rightarrow V_2$, 反对采用 $V_1:V_2$ 或 V_1/V_2 表示法。

1.3-2 体积百分比浓度(体积分数)

是一种液体试剂的体积占混合溶液体积的百分数。

例如:95%乙醇溶液是指每 100mL 体积乙醇溶液中含有 95mL 的纯乙醇。

1.3-3 物质 B 的质量分数

(1) 质量百分浓度是指 100g 溶液中含有溶质的质量(g), 例如:5%草酸(m/m/%)是指 5g 草酸溶解在 95g 水中。这种浓度在

分析中多用于一些市售酸碱试剂,如 98%的硫酸、36%的盐酸。30%的过氧化氢等。

(2) 质量体积百分浓度是指每 100mL 溶液中含有溶质的质量(g)。这是在分析中配制一般试剂中最常用的浓度,用 $m/V/\%$ 表示。例如:20%的过硫酸铵即表示在 100mL 溶液中含有 20g 过硫酸铵;配制 5% 500mL 氯化钠溶液即称取 25g 氯化钠溶解于水中,加水稀释至 500mL,摇匀。然而在日常工作中,为了简化操作,在不影响分析质量的前提下,常常直接加水。即称取 25g 氯化钠溶解于 500mL 水中。当然这是一种近似的作法,只在浓度较小的情况下使用。

1.3-4 物质 B 的质量浓度

质量体积浓度与质量体积百分浓度含义是一致的,只不过它是表示每毫升溶液中含溶质的质量。常用单位是 $\mu\text{g/mL}$, mg/mL 。这是配制元素成分标准溶液时最常用的浓度表示法。例如 1mg/mL 钛标准溶液,即表示每 1mL 钛标准溶液中准确含有 1.0mg 的钛。

1.3-5 质量摩尔浓度(b_B)

溶液中溶质 B 的物质的量(n_B)除以溶剂的质量叫做物质 B 的质量摩尔浓度,用 b_B 或 m_B 表示,其 SI 单位是 mol/kg 。

这种浓度过去叫重量摩尔浓度或重量克分子浓度。在分析中由于使用上不方便,目前很少应用。

1.3-6 物质的量浓度(c_B)

“物质的量浓度”简称“浓度”,是分析化学中应用最多的浓度表示方法,是物质的量的一个重要的导出量。国际将其定义为“物质 B 的物质的量 n_B 除以混合物的体积 V ”,其国际符号为 c_B

$$c_B = n_B/V$$

其 SI 单位是 mol/m^3 , 在分析化学中常用的单位是 mol/L 。

因物质的量浓度是物质的量的导出量, 所以在表示浓度时也必须标明其基本单元。

例如:

KMnO_4 的浓度为 0.1mol/L , 记作 $c(\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$

$1/5 \text{KMnO}_4$ 的浓度为 0.5mol/L , 记作 $c(1/5 \text{KMnO}_4)=0.5\text{mol/L}$

但若只说高锰酸钾的浓度 0.1mol/L , 未标明基本单元, 则是错误的。

物质的量浓度 c_B 与过去所用的克当量浓度 N 和克分子浓度 M 对照, 其含义大体相似, 但单位及符号不同, 含义更广泛。

1.3-7 滴定度(用符号 T 加脚注表示)

在大量的例行分析中, 采用滴定度表示的浓度十分方便, 因此得到了广泛的应用。滴定度有三种不同的表示方法。

(1) 以每毫升溶液中含有滴定剂的克数来表示的浓度常用符号 T_s 表示(S 代表滴定剂的化学式)。

例 1 $T_{\text{HCl}}=0.0010\text{g/mL}$ 盐酸滴定液, 即表示 1mL 盐酸溶液中含有 0.0010g 盐酸。

(2) 以每毫升溶液相当于被测物质的克数来表示的浓度。常用符号 $T_{a/b}$ 表示(a 代表滴定剂的化学式, b 代表被测物质的化学式)。

例 2 $T_{\text{KMnO}_4/\text{Fe}}=0.0050\text{g/mL}$ 高锰酸钾滴定溶液, 即表示 1mL 高锰酸钾滴定溶液相当于 0.0050gFe 。

(3) 固定称取试样的质量, 以每毫升溶液相当于被测物质的百分含量表示的浓度。一般用符号 T_g 表示(g 代表固定称样的质量, 克)

例 3 $T_{0.5}=0.10\%\text{Mn}$ 的亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定溶液, 即表示采用给定的分析方法测定样品中的锰含量时, 固定称样

0.5g, 用亚砷酸钠-亚硝酸钠溶液滴定锰, 1mL 滴定液相当于 0.10%Mn 含量。

采用这种滴定度进行操作, 计算分析结果特别简单。但标定这种滴定度浓度时, 必须采用被测物质含量与样品中待测物质含量相近, 其余组成成分相似的标准样品标定, 才能收到预期的效果。

1.3-8 其它

目前还常用到 ppm 等表示浓度的方法, 尤其是在痕量、超痕量分析中尤感方便。由于国标中对此未作明确规定, 故应谨慎使用, 不能视作为浓度单位符号。

ppm 是百万分之一的意思, $1\text{ppm} = 10^{-6} = 1 \times 10^{-4}\%$ 。即每 1g 物质中含有 10^{-6}g ($1\mu\text{g}$) 的物质 B。对气体来说, 是指 1L 气体中含有气体 B 的体积 $1\mu\text{L}$ 。例如钢中含氢 10.5ppm, 即表示每 1g 钢中含有 $10.5\mu\text{g}$ 氢, 或等于 0.00105% 的氢。液体溶液的质量体积浓度单位 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 不能用 ppm 表示。

pp^b 是 10^{-9} , pp^t 是 10^{-12} , 由于它们在世界上各国不统一(例如 pp 在美国、法国是 10^{-9} , 而在英、德则为 10^{-12}), 因此在 1971 年 7 月国际纯粹化学与应用化学协会(IUPAC)决定它们“不宜采用”, 并且指出 ppm 只适用于固体物质。

§ 1.4 工业分析工作者的基本素质

工业分析技术本身并没有具体的产品, 也不能创造直接效益。如果说它有产品的话, 那就是分析结果。没有这些数字和结果, 生产与科研就等于瞎了眼睛。如果报出的结果发生错误, 将会造成重大损失或不良影响, 乃至使生产与科研走向歧途, 可见分析工作是何等重要。同时, 分析工作又是一种十分精细, 知识性、技术性都十分强的工作。因此, 工业分析工作者必须具备良好的素质, 才能胜任这一工作, 满足生产与科研提出的各种要求。工业分析工作者具备