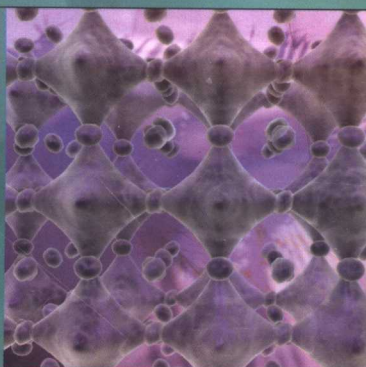
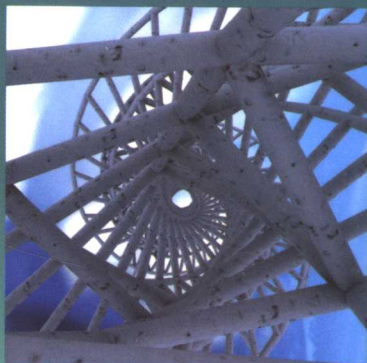




全国高职高专教育“十一五”规划教材



王建梅 王桂芝 主编

工业分析



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

全国高职高专教育“十一五”规划教材

工 业 分 析

王建梅 王桂芝 主编

高等教育出版社

内容提要

本书是根据高等职业教育化工技术类专业人才培养目标而编写的。

全书共分九章,内容包括绪论、水质分析、煤和焦炭分析、气体分析与工业废气的测定、石油产品分析、硅酸盐分析、钢铁分析、化学肥料分析、化工生产分析、实验等。本书是按模块编写的,通俗易懂,注重“实际、实践、实用”的原则,采用了尽可能新的标准方法,融入一些现代的教学方法和理念。

本书适用于应用性、技能型人才培养的各类教育的化工技术类专业及相关专业教材,也可作为中级、高级及技师分析检验技能培训教材,也可供从事化工技术工作人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

工业分析/王建梅,王桂芝主编. —北京:高等教育出版社,2007.4

ISBN 978—7—04—020571—8

I. 工… II. ①王…②王… III. 工业分析—高等学校:技术学校—教材 IV. TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 027847 号

策划编辑 王 冰 责任编辑 朱 仁 封面设计 于 涛 责任绘图 朱 静
版式设计 王艳红 责任校对 王效珍 责任印制 朱学忠

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010—58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 煤炭工业出版社印刷厂

开 本 787×1092 1/16
印 张 18.25
字 数 440 000

购书热线 010—58581118
免费咨询 800—810—0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landracom.com>
<http://www.landracom.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2007 年 4 月第 1 版
印 次 2007 年 4 月第 1 次印刷
定 价 25.80 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 20571—00

前言

工业分析是分析化学在工业生产上的具体应用,主要研究工业生产的原料、辅助材料、中间产品、最终产品、副产品及生产过程中各种废弃物组成的分析检验方法,是国民经济的许多生产部门(如化学、化工、冶金、煤炭、石油、环保、建材等)不可缺少的生产检验手段。分析化学被誉为“工业生产的眼睛”,由此可见工业分析在工业生产中所起的重要作用,它是化工技术类专业和相关专业学生及分析检验人员必修的一门专业技术技能课。

本书共分九章,内容包括绪论、水质分析、煤和焦炭分析、气体分析与工业废气的测定、石油产品分析、硅酸盐分析、钢铁分析、化学肥料分析、化工生产分析、实验。其特点是按模块编写,通俗易懂,注重“实际、实践、实用”的原则,采用了尽可能新的国家标准方法,融入一些现代教学方法和理念。每章前有知识目标和能力目标,章后有思考题与习题及树枝状结构的本章小结,正文中设有“小栏目”及“小图片”,如“想一想”、“练一练”、“查一查”、“小知识”及“阅读材料”等,有利于预习、复习、巩固及提高学习兴趣。书后配有相关内容的实验,有利于操作技能训练。

本书由南京化工职业技术学院王建梅(编写绪论、第一章、第八章)和吉林工业职业技术学院王桂芝(编写第二章、第四章、第六章)主编,参加编写的还有南京化工职业技术学院倪超(编写第三章、第五章、第七章)等。全书由王建梅统稿,由天津渤海职业技术学院王炳强担任主审。承德石油高等专科学校曹克广教授也参加了审定工作并提出了一些有价值的建议;本书的编写还得到了教育部高等学校高职高专化工技术类专业教学指导委员会、中国职业技术教育学会教学工作委员会化学教学研究分会(高职)、高等教育出版社及诸多同行的大力支持及帮助,在此谨表谢意!

由于编者水平有限,错误和不当之处在所难免,敬请读者批评指正。

编者

2006年12月

高等职业教育化学化工类专业 系列教材编审委员会

主 任:曹克广 丁志平

副主任:李居参 张方明 杨宗伟 李奠础

委 员:(以姓氏笔画为序)

马秉骞	于乃臣	邓素萍	牛桂玲	王宝仁	王炳强
王建梅	王桂芝	王焕梅	田立忠	关荐伊	刘爱民
刘振河	刘登辉	曲志涛	孙伟民	伍百奇	许 宁
陈长生	陈 宏	初玉霞	冷士良	冷宝林	吴英绵
张正兢	张荣成	张淑新	陆 英	林 峰	周 波
胡久平	胡伟光	侯文顺	侯 侠	赵连俊	高 琳
耿佃国	索陇宁	徐瑞云	曹国庆	程忠玲	魏培海

目 录

绪论	1	四、铅的测定	27
第一节 工业分析的内容、任务和特点	1	五、铬的测定	27
一、工业分析的内容	1	六、铜的测定	28
二、工业分析的任务	1	第五节 非金属无机物的测定	29
三、工业分析的特点	1	一、pH 的测定	29
第二节 工业分析方法	2	二、溶解氧(DO)的测定	29
一、快速分析法	2	三、氟化物的测定	31
二、标准分析方法及标准物质	2	四、氰化物的测定	32
第三节 分析检验方法的选择	6	第六节 有机化合物的测定	33
第四节 分析检验方案的拟订	7	一、化学需氧量(COD)的测定	33
第五节 工业分析的发展	7	二、生化需氧量(BOD)的测定	36
第六节 工业分析课程的学习要求	7	三、挥发酚的测定	38
本章小结	8	本章小结	39
思考题	9	思考题	40
第一章 水质分析	10	第二章 煤和焦炭的分析	41
第一节 概述	10	第一节 概述	41
一、水中的杂质与水质	10	一、煤和焦炭的组成及各组分的重要性质	41
二、水中杂质的危害	10	二、煤的分析方法分类	42
三、水质分析	12	第二节 煤试样的采取和制备	42
第二节 水样的采集和保存	14	一、采样工具	43
一、水样的采集	14	二、采样的基本术语	44
二、水样的保存	17	三、采样方法	45
第三节 水的物理指标的测定	18	四、试样的制备	46
一、色度	18	第三节 煤的工业分析	48
二、浊度的测定	19	一、水分的测定	48
三、矿化度的测定	20	二、灰分的测定	51
四、电导率的测定	21	三、挥发分的测定	54
第四节 金属化合物的测定	23	四、固定碳含量的计算	57
一、水的硬度的测定	24	五、不同基准分析结果的换算	57
二、汞的测定	25	第四节 煤的元素分析	58
三、镉的测定	26	一、碳和氢的测定	58

二、氮的测定	64	一、仪器的基本部件	89
三、氧的计算	66	二、气体分析仪器	90
第五节 煤中全硫含量的测定	66	第七节 气体分析实例	91
一、艾氏卡法	67	一、化学分析法	92
二、库仑滴定法	68	二、气相色谱法	94
三、高温燃烧-酸碱滴定法	70	第八节 工业废气的测定	94
第六节 煤的发热量的测定	70	一、氯化氢气体的测定	94
一、煤的发热量的表示方法	70	二、氧化氮气体的测定	96
二、发热量的测定方法——氧弹式 热量计法	71	三、二氧化硫气体的测定	97
三、发热量的计算方法	74	四、硫化氢气体的测定	99
本章小结	75	本章小结	100
思考题与习题	75	思考题与习题	100
 第三章 气体分析与工业废气的 测定	77	 第四章 石油产品分析	102
第一节 概述	77	第一节 概述	102
一、工业气体的种类、分析的 意义和特点	77	一、石油的性质及石油产品的分类	102
二、气体分析方法	78	二、石油产品分析标准	103
第二节 气体试样采取	78	三、石油产品测定项目	103
一、采样方法	79	四、液体石油产品试样的脱水	103
二、采样仪器	80	第二节 水分的测定	104
第三节 吸收法	80	一、有机溶剂蒸馏法	104
一、吸收体积法	80	二、卡尔·费休法	104
二、吸收滴定法	82	第三节 馏程的测定	105
三、吸收重量法	82	一、馏程测定法的原理和测定意义	105
四、吸收比色法	83	二、恩氏蒸馏中常用术语	106
第四节 燃烧法	83	三、仪器	106
一、可燃性气体的燃烧方法	83	四、准备工作	107
二、燃烧法的计算	85	五、试验步骤	107
第五节 其他气体分析方法	88	六、注意事项	110
一、气相色谱法	88	第四节 石油产品黏度的测定	110
二、电导法	88	一、黏度的表示方法	110
三、库仑法	88	二、油品黏度的测定意义	111
四、热导气体分析	88	第五节 石油产品闪点与燃点的 测定	111
五、激光雷达技术	88	第六节 石油产品腐蚀性能的测定	112
第六节 气体分析仪器	89	一、水溶性酸或碱的测定	112
		二、酸度、酸值的测定	113
		三、硫含量的测定	113

四、油品的金属腐蚀测定	113	二、钢铁试样的分解	141
第七节 石油产品碘值、溴值(溴价) 及溴指数的测定	114	第三节 碳的测定	141
本章小结	114	一、燃烧-气体容量法	141
思考题与习题	115	二、燃烧-库仑法	142
第五章 硅酸盐分析	116	三、燃烧-非水酸碱滴定法	143
第一节 概述	116	第四节 硫的测定	145
一、硅酸盐的种类、组成和分析意义	116	一、氧化铝色谱分离-硫酸钡重量法	145
二、硅酸盐的分析项目	117	二、燃烧-碘量法	147
第二节 硅酸盐试样的准备和分解	117	三、燃烧-酸碱滴定法	149
一、硅酸盐试样的准备	117	第五节 锰的测定	149
二、硅酸盐试样的分解	118	一、分离富集方法	149
第三节 硅酸盐系统分析方法	120	二、锰的测定	150
一、系统分析和分析系统	120	第六节 磷的测定	156
二、硅酸盐岩石分析系统	121	一、分离富集方法	156
三、硅酸盐水泥分析系统	123	二、磷的测定	156
第四节 硅酸盐分析	123	第七节 硅的测定	161
一、二氧化硅的测定	123	一、分离富集方法	161
二、氧化铁的测定	125	二、硅的测定	162
三、氧化铝的测定	127	本章小结	165
四、二氧化钛的测定	127	思考题与习题	166
五、硅酸盐中氧化钙和氧化镁含量 的测定	129	第七章 化学肥料分析	167
六、五氧化二磷的测定	130	第一节 概述	167
七、氧化钾和氧化钠的测定	132	一、化学肥料的分类方法	167
本章小结	133	二、化学肥料的分析项目	168
思考题与习题	133	第二节 水分的测定	168
第六章 钢铁分析	135	一、烘箱干燥法	168
第一节 概述	135	二、碳化钙法	169
一、钢铁的分类	135	三、卡尔·费休法	170
二、钢铁中五大元素对钢铁性能的 影响	137	第三节 磷肥的分析	170
三、钢铁产品牌号表示方法	138	一、概述	170
第二节 钢铁试样的采取、制备 和分解	139	二、磷肥中的含磷化合物及其提取	171
一、钢铁试样的采取	139	三、磷肥中有效磷的测定	173
		四、游离酸含量的测定	177
		第四节 氮肥分析	178
		一、氨态氮的测定	179
		二、硝态氮的测定	180
		三、酰胺态氮的测定	182

第五节 钾肥分析	184	实验九 石油产品闪点、燃点的测定 (开口杯法)	238
一、钾肥分析简介	184	实验十 石油产品闪点的测定 (闭口杯法)	241
二、钾肥中钾含量的测定	184	实验十一 航空汽油中硫含量的 测定方法(燃灯法)	243
三、有机肥料中全钾的测定	188	实验十二 车用汽油铜片腐蚀的 试验方法	246
本章小结	189	实验十三 柴油酸度的测定方法	249
思考题与习题	189	实验十四 水溶性酸、碱的测定方法	251
第八章 化工生产分析	191	实验十五 喷气燃料碘值和饱和 烃含量的测定	252
第一节 概述	191	实验十六 硅酸盐中钾、钠含量的测定 ——火焰光度法	254
一、原料分析	191	实验十七 水泥中硅、铁、铝、钙和镁 含量的测定	255
二、中间控制分析	191	实验十八 钢铁中锰的测定——亚砷 酸钠-亚硝酸钠滴定法	258
三、产品质量分析	192	实验十九 钢铁中磷的测定——磷钼 蓝光度法	260
第二节 工业硫酸生产分析	192	实验二十 钢铁中硅的测定——硅钼 蓝光度法	262
一、硫酸生产工艺简介	192	实验二十一 钢铁中总碳的测定—— 燃烧-气体容量法	264
二、原料矿石和炉渣中硫的测定	193	实验二十二 过磷酸钙中有效磷的测定 ——喹钼柠酮容量法	268
三、生产过程中二氧化硫和三氧 化硫的测定	194	实验二十三 尿素中氮含量的测定 ——蒸馏-滴定法	270
四、产品硫酸的分析	197	实验二十四 钾肥中钾含量的测定—— 四苯硼酸钠重量法	271
第三节 工业冰醋酸生产分析	210	实验二十五 工业冰醋酸中甲酸含量的 测定——气相色谱法	272
一、工业冰醋酸生产工艺简介	210	附录1 气体体积法测定碳的温度和 气压校正系数 f	275
二、工业冰醋酸生产分析	211	附录2 发烟硫酸中游离三氧化硫 含量换算表	277
本章小结	217	参考文献	278
思考题	218		
第九章 实验	219		
实验一 水中铬的测定	219		
实验二 水中氯化物的测定——离子 选择电极法	221		
实验三 化学需氧量的测定	223		
实验四 水中挥发酚类的测定	227		
实验五 煤中硫的测定——高温 燃烧-酸碱滴定法	229		
实验六 烟道气分析——奥氏气体 分析仪吸收测定法	232		
实验七 石油产品运动黏度的测定 ——毛细管黏度计法	233		
实验八 石油产品恩氏黏度的测定 ——恩格勒黏度计法	236		

绪论

知识目标

- 了解工业分析的内容、任务及特点。
- 了解工业分析方法的分类及适用范围。
- 了解标准的分类及表示方法。
- 了解标准物质的分类及作用。
- 明确分析检验方法选择及分析方案制定的方法。
- 明确工业分析课程的学习要求。

能力目标

- 能辨别各类标准。

第一节 工业分析的内容、任务和特点

一、工业分析的内容

工业分析是分析化学在工业生产中的具体应用,是一门实践性、实用性较强的课程。在工业生产中,从资源开发利用、原材料的选择、生产过程的控制、产品的质量检验到三废治理和环境监测等一系列分析测定过程都属于工业分析的内容。

二、工业分析的任务

工业分析的任务是研究和测定工业生产的原料、中间产品、最终产品、副产品以及生产过程中产生的各种废物(包括气体、液体和固体)的化学组成及其含量,对生产环境进行监测,对生产过程的各项指标进行监控,确保生产的正常进行,保证产品的质量。

三、工业分析的特点

工业分析的对象统称为工业物料。由于工业物料的复杂性、产品的多样性和生产的时间性等,使工业分析具有以下特点。

(1) 工业物料成分往往比较复杂,干扰因素较多。必须考虑分析方法的选择性及消除杂质干扰的方法。

(2) 工业物料的数量很大,有的大到成千上万吨,并且固体物料往往不均匀。因此,必须正确取样和制备试样,保证用于分析测定的试样有充分的代表性。

(3) 在保证生产要求的前提下,应尽可能采用快速测定方法,以适应生产过程的控制分析需要。

(4) 根据试样的具体情况,采用单一分析方法或多种分析方法进行分析测定。并根据生产实际的要求,确定分析测定结果的准确度和允许差。

第二节 工业分析方法

工业分析的方法有快速分析法和标准分析法。

一、快速分析法

快速分析法的操作时间短,能迅速得到分析结果,而准确度相对较低,多用于生产过程的控制分析。

二、标准分析方法及标准物质

标准分析法是由国务院标准化行政主管部门制定或有备案的方法,它具有法律效力,是从事科研、生产、经营的单位和个人必须严格执行的。标准分析法的准确度较高,可用于生产原料及产品化学组成的测定,也可用于验证分析和仲裁分析。

1. 标准的分类

根据标准协调统一的范围及适用范围的不同可分为六类。

(1) 国际标准 国际标准由共同利益国家间的合作与协商制定,是为大多数国家所承认的,具有先进水平的标准。如国际标准化组织(ISO)所制定的标准及其所公布的其他国际组织(如国际计量局)制定的标准。

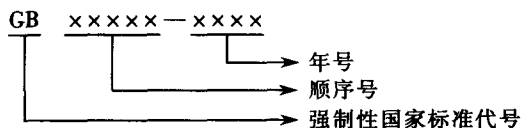
(2) 区域性标准 区域性标准局限在几个国家和地区组成的集团使用的标准。如欧盟制定和使用的标准。

(3) 国家标准 国家标准是指在全国范围内使用的标准。对需要在全国范围内统一的技术要求,应当制定成国家标准。我国的国家标准由国务院标准化行政主管部门编制计划,组织草拟,统一审批、编号和发布,以保证国家标准的科学性、权威性和统一性。国家标准分为强制性国家标准和推荐性国家标准。

强制性国家标准的代号为“GB”(“国标”汉语拼音的第一个字母);推荐性国家标准的代号为“GB/T”(“T”为“推”的汉语拼音的第一个字母)。

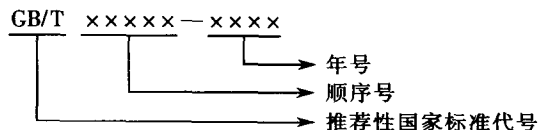
国家标准的编号由国家标准的代号,国家标准发布的顺序号和审批年号构成。审批年号为四位数字,当审批年号后有括号时,括号内的数字为该标准进行重新确认的年号。

强制性国家标准的编号可表示为



例如,GB 252—2000 为中华人民共和国强制性国家标准第 252 号,2000 年批准。

推荐性国家标准的编号可表示为

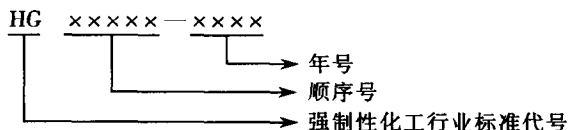


例如,GB/T 269—1991 为中华人民共和国推荐性国家标准第 269 号,1991 年批准;GB/T 261—1981(1991)为中华人民共和国推荐性国家标准第 261 号,1981 年批准,1991 年重新确认。

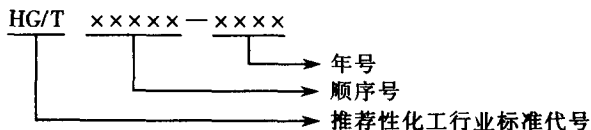
(4) 行业标准 行业标准是全国性的各行业范围内统一的标准。对没有国家标准而又需要在全国某个行业范围内统一的技术要求,可以制定成行业标准。我国的行业标准是由国务院有关行政主管部门制定实施,并报国务院标准化行政主管部门备案,是专业性较强的标准。行业标准可分为强制性行业标准和推荐性行业标准。国家标准是国家标准体系的主体,在相应的国家标准实施后该项行业标准即行废止。

各行业标准代号由国务院标准化行政管理部门规定了 28 个,其中化工行业标准代号为 HG。

行业标准的编号由行业标准的代号、顺序号和年号组成。例如,强制性化工行业标准可表示如下:



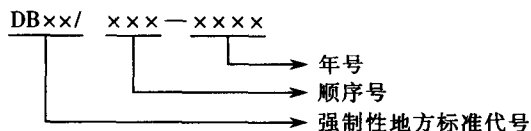
推荐性化工行业标准可表示如下:



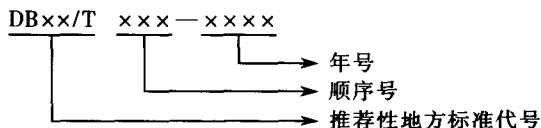
(5) 地方标准 对没有国家标准和行业标准而又需要在某个省、自治区、直辖市范围内统一要求所制定的标准。地方标准由省、自治区、直辖市标准化行政主管部门统一编制计划、组织制定、审批、编号和发布,并报国务院标准化行政主管部门备案。在国家标准或行业标准实施后,该项地方标准即行废止。地方标准也可分为强制性地方标准和推荐性地方标准。

强制性地方标准的代号由汉语拼音字母“DB”加上省、自治区、直辖市行政区划代码前两位数再加斜线组成,再加“T”后,则组成推荐性地方标准代号。例如,江苏省行政区划代码为 320000,江苏省强制性地方标准代号为 DB32,其推荐性地方标准代号为 DB32/T。

地方标准的编号由地方标准代号、顺序号和年号三部分组成。例如,强制性地方标准的代号和编号为



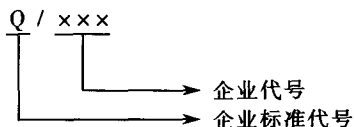
推荐性地方标准的代号和编号为



(6) 企业标准 企业标准是指由企业制定的对企业范围内需要协调、统一的技术要求、管理要求和工作要求所制定的标准。企业标准是企业组织生产经营活动的依据。企业标准是由企业制定,由企业法人代表或法人代表授权的主管领导批准、发布,由法人代表授权的部门统一管理。

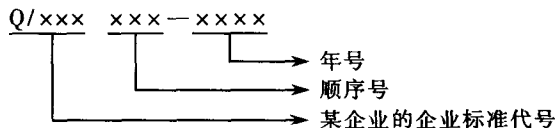
国家标准、行业标准和地方标准中的强制性标准,企业必须严格执行。推荐性标准企业一经采用也就具有了强制的性质,应严格执行。

企业标准代号为“Q”。企业标准的代号由企业标准代号 Q 加斜线,再加企业代号组成,即



企业代号可用汉语拼音字母或阿拉伯数字,或两者兼用组成。

企业标准的编号由该企业的企业标准代号、顺序号和年号三部分组成,即



2. 化学检验方法标准

标准又可分为综合标准、产品标准、方法标准、安全标准、卫生标准、环境标准等。在工业分析中,原料和产品质量的分析检验使用的是化学检验方法标准。

化学检验方法标准又称分析方法标准和试验方法标准。这类标准有基础标准与通用方法。如化工产品的密度、相对密度测定通则,化工产品中水分含量的测定,化工产品中铁含量测定的通用方法等,以及各种仪器分析法通则。更大量的是各种产品,如钢铁、有色金属、水泥、各种无机及有机化工产品的化学检验方法。

化学检验方法标准包括适用范围、方法概要、使用仪器、材料、试剂、标准试样、测定条件、试验步骤、结果计算、精密度等技术规定。

标准方法是经过试验论证,取得充分可靠的数据的成熟方法,而不一定是技术上最先进、准确度最高的方法。制定一个标准方法需经历较长的时间,花费较大的代价,因而其制定总是落后于需要。标准化组织每隔几年对已有的标准进行修订,颁布一些新的标准。因此使用标准方法时要注意是否已有新的标准替代了旧标准,及时使用新的标准方法。此外,工业分析中是否采用标准方法要根据化学检验的目的和要求而定。

3. 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了特性值,用以校准设备、评价测量方法或给材料赋值的材料或物质。

标准物质是一种计量标准,都附有标准物质证书,规定了对某一种或多种特性值可溯源的确定程序,对每一个标准值都有确定的置信水平的不确定度。工业分析中使用标准物质的目的是:检查分析结果正确与否,标定各种标准溶液的浓度,作为基准试剂直接配制标准溶液等,借以检查和改进分析方法。

标准物质可以是纯的或混合的气体、液体或固体。如校准黏度计用的纯水,量热法中用作热容校准物质的蓝宝石,化学分析校准用的基准试剂、标准溶液,钢铁分析中使用的标准钢样,药品分析中使用的药物对照品等。

在分析化学中使用的基准物质是纯度极高的单质或化合物。有关行业使用的标准试样是已经准确知道化学组成的天然试样或工业产品(如矿石、金属、合金、炉渣等)以及用人工方法配制的人造物质。标准物质必须是组成均匀、稳定、化学成分已准确测定的物质。在标准物质的保证单中,除要指出了主要成分含量外,为了说明标准物质的化学组成,还注明了各辅助元素的含量。在使用时必须注意区别这两种数据,不能把辅助元素的含量当作十分准确的数据在分析中作为标准。

在工业分析中由于试样组成的广泛性和复杂性,由于分析方法不同程度地存在系统误差,依据基准试剂确定的标准溶液的浓度不能准确反应被测试样的组分含量,必须使用标准试样来标定标准溶液的浓度。对于不同类型的物质,应选用同类型的标准试样,并要求在选用标准试样时应使其组成、结构等与被测试样相近。例如,冶金行业中的标准钢铁试样,有普碳钢标准试样、合金钢标准试样、纯铁标准试样、铸铁标准试样等,并根据其中组分的含量不同可分成一组多品种的标准试样。例如,在测定普碳钢试样中某组分时,不能使用合金钢标准试样作对照。此外在选择同类型的标准试样时,也应注意该组分的含量范围,所测试样中某组分的含量应与标准试样中该组分的含量相近,这样分析结果将不因组成和结构等因素而产生误差。

我国将标准物质分为一级标准和二级标准。

一级标准(GBW)是用绝对测量方法或其他准确、可靠方法测量其特性值,测量准确度达到国内最高水平的有证标准物质,主要用于研究与评价标准方法及对二级标准物质定值。

二级标准[GBW(E)]是用准确可靠的方法,或直接与一级标准物质相比较的方法定值的物质,也称工作标准物质。主要用于评价分析方法及同一实验室或不同实验室间的质量保证。

标准物质的种类很多,涉及面很广,按行业特征分类可分为13类,其分类方法见表0-1。

表 0-1 标准物质的分类

序号	类 别	一级标准 物质数	二级标准 物质数	序号	类 别	一级标准 物质数	二级标准 物质数
01	钢铁	258	142	08	环境	146	537
02	有色金属	165	11	09	临床化学与药品	40	24
03	建材	35	2	10	食品	9	11
04	核材料	135	11	11	煤炭、石油	26	18
05	高分子材料	2	3	12	工程	8	20
06	化工产品	31	369	13	物理	75	208
07	地质	238	66	合 计		1 168	1 422

第三节 分析检验方法的选择

在实际工作中,分析检验的任务多种多样。分析对象可能是无机试样或有机试样;要求分析的组分可能是单项分析或全分析;组分的含量可能属于常量组分、微量组分或痕量组分等。一种组分的测定往往又有多种方法,如铁的测定常用的方法有:配位滴定法、氧化还原滴定法、氢氧化物重量法、邻二氮菲分光光度法等。因此,必须合理选择测定方法,以获得准确可靠的分析结果。选择测定方法的依据是测定的目的要求、待测组分的性质和含量范围、共存组分的影响及实验室条件等。

1. 测定的目的要求

测定的要求主要包括需要测定的组分、准确度及完成测定的时间等。一般对标准物、原料及成品分析的准确度要求较高,应选择标准分析方法。例如,测定标准钢样中硫含量时,一般采用准确度较高的重量分析法。微量组分的分析对灵敏度要求较高,应选择仪器分析方法。例如,有机物中微量水分的测定,常用气相色谱法或卡尔·费休法。中间产品的控制分析要求快速简便等,应选择快速分析方法,如滴定分析法等。例如,炼钢炉前硫含量的控制分析,则采用1~2 min即可完成的燃烧滴定法。

2. 待测组分的含量范围

化学分析方法,如滴定分析法和重量分析法适用于高含量(>1%)组分的分析,故常量组分的分析多采用滴定分析法和重量分析法,其相对误差为千分之几。滴定分析法操作简便、快速,重量分析法虽很准确,但操作费时,当两者均可选用时,一般采用滴定分析法。但滴定分析法的灵敏度不高,对低含量(<1%)组分的测定误差太大,有时甚至测不出来。

仪器分析方法,如分光光度法、原子吸收分光光度法、色谱分析法等灵敏度较高,相对误差一般为百分之几,适用于微量组分的测定。

3. 待测组分的性质

一般,分析方法的选择都基于被测组分的性质。例如,对具有酸碱性的试样,可选用酸碱滴定法、电位滴定法或库仑滴定法等。试样具有氧化性或还原性时,可选用氧化还原滴定法、电位滴定法或库仑滴定法等。大部分金属离子能与EDTA形成稳定的配合物,常用配位滴定法测定。而对于碱金属,特别是钠离子等,由于它们的配合物一般都很不稳定,大部分盐类的溶解度又较大,而且不具有氧化还原性质,但能发射或吸收特定波长的特征谱线。因此,可用火焰光度法、原子吸收分光光度法及原子发射光谱法测定。此外,还可用电位法、离子交换容量法、离子色谱法等测定金属。又如,溴能与不饱和的有机物发生加成反应,与芳香族酚类和胺类发生取代反应,因此可用溴酸盐法测定有机物的不饱和度及芳香族酚类和胺类的含量。

4. 共存组分的影响

工业物料一般都很复杂,故选择分析方法时,必须考虑共存组分对测定的干扰。例如用配位滴定法测定 Bi^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 混合物中的 Pb^{2+} 时,共存离子都能与EDTA配位而干扰 Pb^{2+} 的测定。若用原子吸收光谱法,则一般元素如Fe、Zn、Pb、Al、Co、Ni、Ca、Mg等均不相互干扰。当没有合适的直接测定方法时,可通过改变测定条件,加入适当的掩蔽剂或进行分离等方法,消除各种干扰后再进行测定。

5. 实验室条件

选择测定方法时,还需考虑实验室现有仪器的种类、精密度和灵敏度,所需试剂和水的纯度以及实验室的温度、湿度和防尘等条件是否满足测定的要求。

总之,一个理想的分析方法应是灵敏度和准确度高、检出限低、操作简便快速。但在实际中,一个测定方法很难同时满足所有测定条件,即不存在适用于任何试样、任何组分的测定方法。因此,应综合考虑各种因素,选择适宜的分析方法,以满足测定的要求。

第四节 分析检验方案的拟订

通常用于工业生产或教学的都是比较成熟的测定方法。但在实际中也会遇到一些不熟悉的物质或新产品,需拟定分析方案进行测定。拟定分析方案的基本过程包括查阅文献、进行验证性试验、优化实验条件、完善分析方法及确定分析方案等。

1. 查阅文献

分析化学文献数量庞大,其中最实用的是“标准分析方法”。因为标准分析方法对精密度、准确度及干扰等问题都有明确的说明,是常规实验室易于实施的方法。在文献中选择分析方法时,试样组分、待测物的性质和状态、使用的仪器性能等要与文献中的相一致。

2. 进行验证性试验

客观评价一个分析方法的优劣,通常有三项指标,即检出限、精密度和准确度。进行验证性试验时,首先要进行精密度检验,即按照拟定的方法平行测定 10 ~ 20 次,计算标准偏差和变异系数,然后进行准确度检验。准确度的检验方法有采用标准试样对照法,与标准方法或公认方法的结果对照法和标准加入回收试验法。

3. 优化实验条件 完善分析方法

若用上述方法检查出所拟定的分析方法存在系统误差,则说明该方法不准确。系统误差越大,方法的准确度愈低。需通过条件试验,选定最佳的浓度、酸度、温度等实验条件。此外,还要考虑测定方法的分析速度、应用范围、复杂程度、成本、操作安全性、创新性及污染等因素。这样才能对测定方法做出比较全面的综合评价,从而完善分析方法。

4. 确定分析方案

一个完整的分析方案,一般包括主题内容与适用范围,引用标准,术语、符号、代号,方法提要或原理,试剂和材料,仪器设备,试样,分析步骤,分析结果表示,精密度,其他附加说明等。

第五节 工业分析的发展

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、在线分析及与计算机联用实现过程质量控制分析的方向发展。

第六节 工业分析课程的学习要求

工业分析课程的教学目的在于全面提高学生对分析化学在工业生产中的应用知识,使学生

灵活掌握工业分析方法,锻炼学生综合分析能力,培养学生的创新意识。其基本要求如下:

(1) 在基础分析化学理论的指导下,进行大量的实验,掌握分析测定的原理及其关键所在。积累经验、触类旁通,最终达到灵活运用、熟能生巧、融会贯通的目的。

(2) 多去实际生产部门了解真实的工业生产情况,了解工业分析在生产实际中的具体应用,了解工业分析的新技术和先进的分析测试仪器,丰富信息量。

(3) 参加生产实际具体试样的分析,掌握从采样、试样的制备和分解、预测定(包括干扰的处理等)、选择分析方法、测定、正确记录原始数据、用数理统计的方法处理数据、实验报告等分析测试的完整过程,培养分析问题和解决问题的综合能力。

综上所述,学习工业分析课程,必须与基础分析化学和生产实践紧密结合,重视实践(实验)环节,培养具有自我获取知识、充分利用信息、加工和扩展信息的能力,为将来从事分析检验工作打下坚实的基础。



本章小结

