

中等职业学校**创新**教材

● 胥朝提 杨 兵 主编

分析技术与操作(V)

——综合分析及环保检测



化学工业出版社

中等职业学校创新教材

分析技术与操作 (V)

——综合分析及环保检测

胥朝褪 杨 兵 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是工业分析专业和化学检验专业模块教材《分析技术与操作》的第五分册,包括17个模块,95个学习单元。主要介绍综合分析中常用的化工产品、水样和气体的分析方法、分析测定基本原理和操作使用方法。在各类化工产品的分析中介绍了常见的具体方法,为教学提供了较大的选择余地,为自学者提供了较全面的知识储备。同时,在每种分析方法的相关模块中设计和安排了一些具体的分析检测项目,为培训学员的操作能力奠定了良好而扎实的基础。每个模块后均设有“技能考试内容及评分标准”,供学员检查学习效果使用。

本书既可作为职业学校分析、环保等专业的教材,又可作为从事分析、环保检测等专业工作的在职初、中、高级技术人员的培训教材,还可作为相关人员自学参考书。

图书在版编目(CIP)数据

分析技术与操作(V)——综合分析及环保检测/胥朝提,
杨兵主编. —北京:化学工业出版社,2007.8

中等职业学校创新教材

ISBN 978-7-122-01039-1

I. 分… II. ①胥…②杨… III. ①分析方法-专业学校-
教材②环境监测-专业学校-教材 IV. 065 X83

中国版本图书馆CIP数据核字(2007)第133420号

责任编辑:陈有华
责任校对:顾淑云

文字编辑:刘志茹
装帧设计:于兵

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:北京云浩印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张15 字数366千字 2007年9月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:24.00元

版权所有 违者必究

编写说明

《分析技术与操作》是根据中华人民共和国劳动和社会保障部颁布的《中华人民共和国职业技能鉴定规范》和原化学工业部 1999 年颁布的、由全国化工技工学校教学指导委员会分析组编制的《全国化工技工学校分析专业教学计划》和《全国化工技工学校分析专业分析技术与操作教学大纲》而编写的。

本教材是一本集当今世界最新教学模式、最新分析技术和手段、最新理论和知识，全部采用法定计量单位的崭新教材，它与传统教材相比有如下特点。

一、先进的教学模式

为适应教育教学改革发展、创新以及经济和科技飞速发展的需要，本教材引进和开发了“模块式技能培训”教学模式。此模式把国际劳工组织（ILO）在 20 世纪末开发并传入中国的《模块式技能培训教学模式》（MES）和中国的国情以及分析专业的实际和特点相结合，以系统论、控制论和信息论为理论基础，坚持以技能培训为中心，理论为实践服务的原则，对原职业学校分析专业的传统教材体系进行了大胆的改革，将《化学分析》、《化学分析实验》、《仪器分析》、《仪器分析试验》、《工业分析》、《工业分析实验》、《有机定量分析》、《有机定量分析实验》、《实验室管理》的全部内容以及《工业化学》、《无机化学》、《有机化学》等课程的部分内容，进行了整合，删除陈旧内容，合并了重复部分，提炼出其中为职业学校学生以及分析技术人员的技能和必需知识，并以此构成了全新的教材体系。

此模式在重庆市化工高级技校进行了五年的试点和对比实验，效果良好。试点班学生的职业技能鉴定合格率远远高于对比班。实验证明，这是一种适应职业教育特点的很好的教学模式。

二、崭新的教材结构

在重庆市化工高级技校试点的基础上，经全国部分化工技工学校分析专业的教师多次的研讨，不断改进，不断完善，最终把分析专业应用型人才所需要的技能和知识科学地划分成 96 个模块（MU）和 391 个学习单元并基本依照分析技术人员对专业技能和知识的认知程序由浅入深，由简单到复杂，由基础到综合进行排列，构成了整个教材的总框架。

关于模块和学习单元的划分原则：每个模块里包含若干学习单元，但其中至少有一个学习单元是技能培训单元，没有技能培训单元，就不能构成模块。每个模块后都有该模块的技能考试内容及评分标准，考试合格，该模块学习任务完成，学员也就获得了一种技能。前一模块考试合格方能进入下一模块学习。

每个模块里包含若干学习单元。每个学习单元都有明确的“学习目标”和与其紧密对应的“进度检查”。“进度检查”题型多样、形式灵活。进度检查合格，本学习单元的学习目标达到。

三、广博的内容、现代的技术

为满足不同行业中相关分析工种人员培训的需要，本教材所列 96 个模块，不仅涵

盖了原职业学校分析专业《化学分析》、《化学分析实验》等十余门课程的重要内容，而且还增加了很多新的分析方法、分析设备和仪器以及新标准等内容，为分析专业有关人员及其培训提供了较为全面的知识和技能储备。

其中，仪器分析的多数方法均已涉及；环保分析和综合分析内容也增加很多。虽然内容增加很多，但总体篇幅仍比原传统教材为小。

四、新颖的体例、规范的格式

本教材由于采用 MES 模式，故没有传统教材章节的划分，只分模块 (MU) 和学习单元。每个学习单元都有准确的名称、编号、职业领域、工作范围、课时数等固定项目。其具体内容都按学习目标、所需仪器设备、相关学习单元、学习单元内容、进度检查等依序排列。每个图的图题和图注都非常明确。为方便教学，另配有“模块学习单元选择表”和“模块教学流程图”，为使用者的选用以及教师的教学和学生的学习提供了极大的方便。

五、图文并茂、方便自学

为便于学员自学和对教师自身操作技能不足的弥补，本教材绘制了大量的插图，使师生能按图索骥，尽快学会有关操作，降低了教学的难度，节约了教学时间，提高了教学效率，特别适合自学。

六、灵活的使用性

本教材由于内容广博且采用模块结构安排，故具备了使用灵活的特点。根据不同的培训需求，在“模块学习单元选择表”里可将不同的学习单元进行组合以形成不同的模块，再将不同的模块组合形成不同的培训大纲，因此特别适用于石油、化工、医药、环保、建材、冶金、轻工、食品等行业初、中、高级分析技术人员的培训。

而对职业学校分析专业的学历培训，则可根据本校和本地区教学资源（主要指师资和仪器设备）的实际情况，按“模块学习单元选择表”进行选择，其中 MU1~MU51 为必修模块。而 MU52~MU79 的仪器分析部分，则可根据培训目标进行选择，如培训目标是中级工，则可选 1~2 个仪器分析项目所属的相关模块进行教学；如培训目标为高级工，则可选 3~4 个仪器分析项目所属的相关模块进行教学。MU80~MU96 为综合分析和环保检验模块，可做学生综合训练和环保检测专业培训。

七、知识结构的科学性

本教材虽由 96 个模块组成，结成一体，但从使用和出版的角度考虑，又把它分成了五个分册出版：第一分册《分析室基本知识及基本操作》，包括 37 个模块；第二分册《化学分析及基本操作》，包括 14 个模块；第三分册《电化学与光谱分析及操作》，包括 14 个模块；第四分册《色谱分析及操作》，包括 14 个模块；第五分册《综合分析及环保检测》，包括 17 个模块（主要是水和气的分析检测）。

以上把相似内容集中安排，分册出版，大大地方便了使用，降低教学成本。

在本教材的编审过程中，得到了原化学工业部人事教育司、国家石油和化工管理局教育培训中心、化学工业出版社的帮助和指导，得到了重庆市化工高级技校、陕西兴平化工高级技校、南京化工集团公司技校、大连化学集团有限责任公司技校、江西省化工技校、四川省泸州火炬化工厂技校、泸天化集团公司技校、四川省化工技校、四川化工集团公司技校、云南省化工高级技校、陕西省西安医药化工技校、山西省太原工贸学

校、广西南宁石油化工高级技校、广西柳州化工技校、河南省化工高级技校、山东省鲁南化工技校、山东省泰安化工技校等学校的大力支持，在此一并表示感谢。

本教材可作各类职业学校分析专业教材使用，也可作各行业相关分析操作技术人员培训教材使用，还可作为各行业、企事业单位及分析检验和管理工作的有关人员自学或参考。

胥朝祯

前 言

本书是根据中华人民共和国劳动和社会保障部颁布的《中华人民共和国职业技能鉴定规范》，原化学工业部 1999 年颁布的、由全国化工技工学校教学指导委员会分析组编制的《全国化工技工学校分析专业教学计划》、《全国化工技工学校分析专业分析与操作教学大纲》编写的。本书是分析专业模块教材《分析技术与操作》的第五分册，共 17 个模块，95 个学习单元。

本书主要介绍综合分析中常用的化工产品、水样和气体的分析方法、分析测定基本原理和操作使用方法。在各类化工产品的分析中介绍了常见的具体方法，为教学提供了较大的选择余地，为自学者提供了较全面的知识储备。同时，在各个模块中，还安排了为数较多的具体分析项目，为培训学员的操作能力奠定了良好而扎实的基础。每个模块后均设有“技能考试内容及评分标准”。

由于采用新的教学模式，本书特别适合用作各类中等职业学校分析、环保等专业以及企事业单位在职初、中、高级分析技术人员职前职后培训的教材，也可作相关人员的参考书。

本书由胥朝禔、杨兵主编，张荣主审。其中 MU80（即 80 模块）由宁芬英编写；MU81~MU82、MU95（即 81~82 模块和 95 模块）由胥朝禔和陈本寿编写；MU83~MU84 和 MU96（即 83~84 模块和 96 模块）由胥朝禔和李乐编写；MU85~MU87（即 85~87 模块）由陈本寿编写；MU88~MU90（即 88~90 模块）由曾祥燕编写；MU91（即 91 模块）由曾艳编写；MU92（即 92 模块）由王波编写；MU93~MU94（即 93~94 模块）由杨兵编写。MU95（即 95 模块）由陈本寿编写。全书由曾祥燕和杨兵统稿整理。

参加本教材审稿的有马腾文、杨海栓、张光伟、蔡增俐、刘朝平、潘学军、朱瑛、李勇宣、黄祖海、郭一民、吴兰、欧蜀云和刘筱琴。

本书在编写过程中，得到了原化学工业部人事教育司、原国家石油和化学工业局教育培训中心、化学工业出版社的帮助和指导，得到全国各化工技校的支持，在此一并表示感谢。

由于采用新的教材模式，无先例可循，再加之经验和水平有限，书中不足之处在所难免，恳请广大读者及时提出宝贵意见，不胜感谢。

编 者
2007 年 6 月

目 录

MU80 工业硫酸的分析	1
FJC-80-01 工业硫酸中铁含量的测定	1
FJC-80-02 工业硫酸中铅含量的测定	3
FJC-80-03 工业硫酸中二氧化硫含量的测定	4
FJC-80-04 工业硫酸中氯含量的测定	6
FJC-80-05 工业硫酸透明度的测定	7
FJC-80-06 工业硫酸色度的测定	9
工业硫酸的分析技能考试内容及评分标准	10
MU81 工业氢氧化钠的分析	12
FJC-81-01 工业氢氧化钠中钙、镁含量的测定	12
FJC-81-02 工业氢氧化钠中铁含量的测定	13
工业氢氧化钠的分析技能考试内容及评分标准	15
MU82 工业碳酸钠的分析	17
FJC-82-01 工业碳酸钠总碱量的测定(滴定法)	17
FJC-82-02 工业碳酸钠中氯化物含量的测定(电位滴定法)	18
FJC-82-03 工业碳酸钠中铁含量的测定	19
FJC-82-04 工业碳酸钠中硫酸盐含量的测定	21
FJC-82-05 工业碳酸钠中水不溶物含量的测定	23
FJC-82-06 工业碳酸钠烧失量的测定	24
工业碳酸钠的分析技能考试内容及评分标准	25
MU83 工业氯化钾的分析	27
FJC-83-01 工业氯化钾中钾含量的测定	27
FJC-83-02 工业氯化钾中钠含量的测定	29
FJC-83-03 工业氯化钾中钙镁含量的测定	30
FJC-83-04 工业氯化钾中水分含量的测定	33
FJC-83-05 工业氯化钾中水不溶物含量的测定	34
工业氯化钾的分析技能考试内容及评分标准	35
MU84 工业氯化锌的分析	36
FJC-84-01 工业氯化锌含量的测定	36
FJC-84-02 工业氯化锌中碱式盐含量的测定	38
FJC-84-03 工业氯化锌中硫酸盐含量的测定	39
FJC-84-04 工业氯化锌中钡盐含量的测定	40
FJC-84-05 工业氯化锌中铁含量的测定	41
FJC-84-06 工业氯化锌中重金属的测定	42
FJC-84-07 工业氯化锌中盐酸不溶物含量的测定	43

工业氯化锌的分析技能考试内容及评分标准	44
MU85 工业丙酮的分析	45
FJC-85-01 工业丙酮密度的测定	45
FJC-85-02 工业丙酮沸程的测定	46
FJC-85-03 工业丙酮蒸发残渣的测定	48
FJC-85-04 工业丙酮酸度的测定	49
FJC-85-05 工业丙酮高锰酸钾时间试验	51
FJC-85-06 工业丙酮中水、甲醇、乙醇含量的测定	52
工业丙酮的分析技能考试内容及评分标准	55
MU86 工业乙酸乙酯的分析	56
FJC-86-01 工业乙酸乙酯密度的测定	56
FJC-86-02 工业乙酸乙酯酸度的测定	57
FJC-86-03 工业乙酸乙酯蒸发残渣的测定	58
FJC-86-04 工业乙酸乙酯中水分、乙酸乙酯含量的测定	59
工业乙酸乙酯的分析技能考试内容及评分标准	61
MU87 工业丙烯腈的分析	63
FJC-87-01 工业丙烯腈密度的测定	63
FJC-87-02 工业丙烯腈 (5%水溶液) pH 的测定	64
FJC-87-03 工业丙烯腈 (5%水溶液) 滴定值的测定	65
FJC-87-04 工业丙烯腈中水分含量的测定	66
FJC-87-05 工业丙烯腈中总醛含量的测定	70
FJC-87-06 工业丙烯腈中总氰的测定	72
FJC-87-07 工业丙烯腈中铁含量的测定	73
FJC-87-08 工业丙烯腈中对羟基苯甲醚的测定	75
工业丙烯腈的分析技能考试内容及评分标准	76
MU88 尿素的分析	78
FJC-88-01 尿素中总氮含量的测定	78
FJC-88-02 尿素中缩二脲含量的测定	80
FJC-88-03 尿素中水分含量的测定	83
FJC-88-04 尿素中铁含量的测定	85
FJC-88-05 尿素碱度的测定	87
FJC-88-06 尿素中水不溶物含量的测定	89
FJC-88-07 尿素粒度的测定 (筛分法)	90
尿素的分析技能考试内容及评分标准	92
MU89 农业碳酸氢铵的分析	94
FJC-89-01 农业碳酸氢铵中氮含量的测定	94
FJC-89-02 农业碳酸氢铵中水分含量的测定	95
农业碳酸氢铵的分析技能考试内容及评分标准	97
MU90 磷酸一铵、磷酸二铵的分析	99
FJC-90-01 磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量的测定	99

FJC-90-02	磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量的测定	103
FJC-90-03	磷酸一铵、磷酸二铵中水分的测定	106
FJC-90-04	磷酸一铵、磷酸二铵粒度的测定	109
	磷酸一铵、磷酸二铵的分析技能考试内容及评分标准	111
MU91	煤的分析	113
FJC-91-01	煤的工业分析中水分的测定	113
FJC-91-02	煤的工业分析中灰分的测定	117
FJC-91-03	煤的挥发分的测定	120
FJC-91-04	煤的固定碳的计算	123
FJC-91-05	煤的发热量的测定	125
FJC-91-06	库仑滴定法测定煤的全硫量	130
	煤的分析技能考试内容及评分标准	135
MU92	水的物理性质检验	137
FJC-92-01	水质检测基本知识	137
FJC-92-02	环境水样的采集和保存	138
FJC-92-03	水温的测定	141
FJC-92-04	水样颜色的测定	142
FJC-92-05	水样浊度的测定	144
FJC-92-06	水样透明度的测定	146
FJC-92-07	水样 pH 的测定	147
FJC-92-08	水样残渣的测定	149
FJC-92-09	水样电导率的测定	151
	水的物理性质检验技能考试内容及评分标准	154
MU93	水中非金属无机物的测定	155
FJC-93-01	水样酸度的测定	155
FJC-93-02	水样碱度的测定	156
FJC-93-03	水样中二氧化碳的测定	159
FJC-93-04	水样中溶解氧的测定	161
FJC-93-05	水样中氟化物的测定	163
	水中非金属无机物的测定技能考试内容及评分标准	165
MU94	水样中金属化合物的测定	167
FJC-94-01	水样中砷的测定	167
FJC-94-02	水样中铬的测定	169
FJC-94-03	水样中铁的测定	171
FJC-94-04	水样中铅的测定	173
FJC-94-05	水样中镁的测定	175
FJC-94-06	水样中钙的测定	177
	水样中金属化合物的测定技能考试内容及评分标准	179
MU95	水样中有机化合物的测定	180
FJC-95-01	水样中化学需氧量的测定	180

FJC-95-02	水样中苯系物的测定	183
FJC-95-03	水样中氯苯系物的测定	187
FJC-95-04	水样中有机磷的测定	191
FJC-95-05	水样中高锰酸盐指数的测定	196
FJC-95-06	水样中甲醛的测定	198
	水样中有机化合物的测定分析技能考试内容及评分标准	201
MU96	气体分析	202
FJC-96-01	大气检测基本知识	202
FJC-96-02	大气中氮氧化物的测定	211
FJC-96-03	大气中二氧化硫的测定	214
FJC-96-04	大气中硫酸盐化速率的测定	218
FJC-96-05	大气中酚类化合物的测定	220
FJC-96-06	大气中总悬浮颗粒物的测定	223
FJC-96-07	大气中灰尘自然沉降量的测定	225
	气体分析技能考试内容及评分标准	228
	参考文献	229

MU80 工业硫酸的分析

学 习 单 元		编号	FJC-80-01
名 称：工业硫酸中铁含量的测定		课时	4
职业领域：化工、环保、食品、医药等		日期	
工作范围：分析			

学习目标

完成了本单元的学习之后，能够用邻菲罗啉分光光度法测定工业硫酸中铁的含量。

所需仪器、药品

序号	名称及说明	数量	序号	名称及说明	数量
1	分光光度计	1 台	6	乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=4.5)	100mL
2	分析天平(0.1mg/格)	1 台	7	盐酸溶液(1mol/L)	2mL
3	容量瓶(1000mL、100mL、50mL)	1 个、1 个、11 个	8	硫酸溶液(1+1)	5mL
4	邻菲罗啉盐酸溶液(0.1%)	100mL	9	铁标准溶液(0.100mg 铁/mL)	1000mL
5	盐酸羟胺溶液(1%)	50mL	10	铁标准溶液(0.010mg 铁/mL)	1000mL

相关学习单元

——双盘电光分析天平的称量操作

FJC-19-04

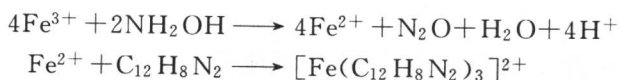
——721 型分光光度计的操作

FJC-60-03

学习单元内容

一、测定原理

邻菲罗啉是测定铁的一种较好的显色剂，试样中的 Fe^{3+} 可先用盐酸羟胺或对苯二酚还原为 Fe^{2+} 。在 $\text{pH}=2\sim 9$ 的水溶液中，邻菲罗啉与 Fe^{2+} 生成稳定的橙红色配位化合物，反应式如下：



二、测定步骤

1. 试液的准备

- (1) 取样 用 25mL 移液管移取 25mL 试样（精确至 0.01mL）置于 50mL 烧杯中。
- (2) 试液的准备 将试样在砂浴上蒸发至干，冷却，加 1mol/L 的盐酸溶液 2mL，再加 25mL 水，加热使其溶解，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，备用。

2. 标准显色溶液的制备

用吸量管分别取 0.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL、12.00mL、14.00mL、16.00mL、18.00mL、20.00mL 铁标准溶液于 11 个 50mL 容量瓶中，加水约 25mL，加 2.5mL 1% 的盐酸羟胺溶液、5mL pH=4.5 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液，5min 后加 0.1% 邻菲罗啉盐酸溶液 5mL，用水稀释至刻度，摇匀。

3. 吸收曲线的绘制

用 2cm 比色皿取上述含 6.00mL 铁标准溶液的显色溶液，以未加铁标准溶液的试剂溶液作参比，在分光光度计上在波长 440~600nm 之间测定吸光度，在 440~480nm 和 540~600nm 之间每间隔 20nm 测定一个数据，而在最大吸收波长附近每隔 10nm 测定一个数据。

以波长为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制吸收曲线，选取吸收曲线的峰值波长为测量波长。

4. 标准曲线的绘制

在选定的波长下，用 2cm 的比色皿分别取配制的标准系列显色溶液，以未加铁标准溶液的试剂溶液作参比，测定各溶液的吸光度。

以 50mL 溶液中铁含量为横坐标，相应的吸光度 $A(A_{\text{标}}-A_{\text{空}})$ 为纵坐标，绘制吸光度对铁含量的标准曲线。

5. 试样中铁含量的测定

用 25mL 移液管移取试液 25mL（精确至 0.01mL）注入一个 50mL 容量瓶中，按配制标准系列同样的操作，依顺序加入各种试剂进行还原和显色，并在同样条件下测定试样溶液和空白溶液的吸光度。

平行测定三次，用 $A_{\text{试}}-A_{\text{空}}$ 值在标准曲线上查出相应的铁含量。

6. 结束工作

洗涤、整理仪器，打扫卫生，关闭水、电、门、窗。

7. 结果计算

按下式计算工业硫酸中铁的含量：

$$\rho = \frac{m}{V}$$

式中 ρ ——工业硫酸中铁的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——从标准曲线上查出的铁含量， μg ；

V ——实验所取硫酸试样的体积，mL。

进度检查

一、填空题

1. 邻菲罗啉分光光度法测定铁含量的原理是：在 pH = _____ 的溶液中，_____ 与邻菲罗啉作用，生成 _____ 色的配位化合物，对此配位化合物作吸光度测定。

2. 加入还原剂盐酸羟胺溶液的作用是将 _____ 还原为 _____ 再进行测定。

3. 测定吸光度时，应选择 _____ nm 波长，以 _____ 为参比。

二、判断题（正确的在括号内划“√”，错误的划“×”）

1. 在绘制标准曲线时，是以 $A_{\text{试}}-A_{\text{空}}$ 值作横坐标，以对应的铁含量为纵坐标。（ ）

2. 本实验中的参比溶液是蒸馏水。()

学 习 单 元 名 称：工业硫酸中铅含量的测定 职业领域：化工、环保、食品、医药等 工作范围：分析	编号	FJC-80-02
	课时	4
	日期	

学习目标

完成了本单元的学习之后，能够用原子吸收分光光度法测定工业硫酸中铅的含量。

所需仪器、药品

序号	名称及说明	数量	序号	名称及说明	数量
1	移液管(10mL)	1 支	6	浓硝酸(分析纯)	65mL
2	分析天平(0.1mg/格)	1 台	7	硝酸溶液(5mol/L)	250mL
3	容量瓶(1000mL、100mL、50mL、10mL)	各 1 个	8	乙炔钢瓶或乙炔发生器	1 个
4	原子吸收分光光度计	1 台	9	铅标准溶液(0.001g/mL)	1000mL
5	铅空心阴极灯	1 盏	10	空气压缩机	1 台

相关学习单元

- 双盘电光分析天平的称量操作
- FJC-19-04
- 原子吸收光谱仪的操作
- FJC-61-03

学习单元内容

一、测定原理

对于微量铅的测定，原子吸收光谱法是一种较为理想的方法。本实验采用标准曲线法定量，标准曲线是否理想（呈直线）受诸多因素的影响，所以必须保持标准溶液和试液的性质和组成相近，并在实验过程中保持操作条件不变，才能得到良好的标准曲线和准确的分析结果。

二、测定步骤

1. 试液的制备

用移液管移取 10mL（精确至 0.01mL）置于 100mL 烧杯中，将样品在砂浴上蒸发至干，冷却，加 5mL $c(\text{HNO}_3)=5\text{mol/L}$ 的硝酸和 25mL 水，加热至残渣溶解，蒸发至干，再次用 5mL $c(\text{HNO}_3)=5\text{mol/L}$ 的硝酸溶液溶解残渣，小心移入 10mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

2. 铅标准溶液的制备

① 称取 1.6g（精确至 0.0001g）预先在 105℃ 烘干的硝酸铅，溶解于 600mL 水和 65mL 硝酸中，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

② 准确吸取上述溶液 10mL（精确至 0.01mL）置于 100mL 容量瓶中，加 50mL

$c(\text{HNO}_3)=5\text{mol/L}$ 的硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

3. 标准曲线的制作

① 用吸量管分别吸取铅标准溶液 2mL、4mL、6mL、8mL、10mL（精确至 0.01mL），置于 5 个 50mL 容量瓶中，同时吸取空白溶液 1 份，也置于一个 50mL 的容量瓶中，加入 25mL 硝酸铅溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

② 将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态，点燃空气-乙炔火焰，以水净化燃烧器，待仪器稳定后，在波长 283.3nm 处测量上述铅标准溶液的吸光度。

以 $A_{\text{标}}-A_{\text{空}}$ 为纵坐标，以对应铅的浓度为横坐标绘制铅标准曲线。

4. 试液的测定

吸喷试液，待读数稳定后，在相同条件下，测定待测溶液的吸光度 $A_{\text{试}}$ 。

5. 结束工作

洗涤、整理仪器，打扫卫生，关闭水、电、门、窗。

6. 结果计算

用 $A_{\text{试}}-A_{\text{空}}$ 值，从标准曲线上查得 A 值对应的铅含量。

铅的质量浓度按下式计算：

$$\rho = \frac{m}{V}$$

式中 ρ ——工业硫酸中铅的质量浓度，g/mL；

m ——试样中铅的质量，g；

V ——实验所取试样（硫酸）的体积，mL。

进度检查

一、填空题

1. 原子吸收分光光度法是将待测元素的溶液经雾化器_____后，在燃烧器上方火焰中进行试样_____化，使其离解为_____态原子。

2. 原子吸收分光光度计一般由_____、_____、_____及_____四个主要部分组成。

3. 原子吸收分光光度法定量分析遵循_____定律，即吸光度的大小与待测元素的浓度成_____比。

二、简答题

1. 火焰原子化方法中火焰的作用是什么？

2. 原子吸收分析与紫外-可见分光光度分析有何异同？

学 习 单 元		编号	FJC-80-03
名 称：工业硫酸中二氧化硫含量的测定		课时	4
职业领域：化工、环保、食品、医药等		日期	
工作范围：分析			

学习目标

完成了本单元的学习之后，能够用碘量法测定工业硫酸中二氧化硫的含量。

所需仪器、药品

序号	名称及说明	数量	序号	名称及说明	数量
1	棕色酸式滴定管(50mL)	1支	4	淀粉溶液(10g/L)	100mL
2	碘量瓶(250mL)	3个	5	碘标准溶液(0.01mol/L)	1000mL
3	氨基磺酸溶液(100g/L)	1000mL			

相关学习单元

——碘量法的基本原理

FJC-42-01

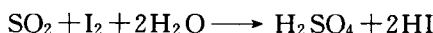
——碘标准溶液的制备

FJC-42-02

学习单元内容

一、测定原理

二氧化硫（或 SO_3^{2-} ）能被 I_2 定量氧化，反应式如下：



根据碘标准溶液的消耗量计算工业硫酸中 SO_2 的含量。

由于试样中氮的氧化物有干扰，应加入氨基磺酸除去；又由于试样溶解时会放出大量的热，易使二氧化硫挥发损失，不利于氨基磺酸的稳定，影响测定结果，所以应在冷却条件下溶解试样，使试样温度不高于 30°C 。

二、测定步骤

1. 试液的制备

用 25mL 移液管移取工业硫酸试样（精确至 0.01mL），在冷却条件下将试样缓缓注入盛有 10mL 100g/L 的氨基磺酸溶液及 200mL 水的碘量瓶中（注意温度不得高于 30°C ），在上述碘量瓶中加入 2mL 10g/L 的淀粉溶液。

2. 滴定

将碘标准溶液注入 50mL 的棕色酸式滴定管中，调零，滴定至试液呈蓝色即为终点，记录消耗碘标准溶液的体积（如果二氧化硫的含量大于 0.05%，改用 0.1mol/L 的碘标准溶液）。

平行测定三次，同时作空白试验。

3. 结束工作

洗涤、整理仪器，打扫卫生，关闭水、电、门、窗。

三、结果计算

$$\rho = \frac{c_{\text{标}} V_{\text{标}} M(\text{SO}_2)}{V_{\text{样}}}$$

式中 ρ ——工业硫酸中二氧化硫的质量浓度，g/L；

$c_{\text{标}}$ ——碘标准溶液的浓度，mol/L；

$V_{\text{标}}$ ——实验中所消耗的碘标准溶液的体积，mL；

$M(\text{SO}_2)$ ——二氧化硫的摩尔质量，g/mol；

$V_{\text{样}}$ ——实验所取的工业硫酸的体积，mL。

进度检查

一、填空题

1. 用碘量法测定工业硫酸中二氧化硫含量时, 是以_____作指示剂, 用_____作标准溶液滴定一定量的试样。

2. 该方法中加入氨基磺酸的作用是_____。

二、简答题

1. 测定工业硫酸中二氧化硫时, 为什么要在冷却条件下稀释试样?

2. 写出测定的化学方程式。

学 习 单 元		编号	FJC-80-04
名 称:	工业硫酸中氯含量的测定	课时	4
职业领域:	化工、环保、食品、医药等	日期	
工作范围:	分析		

学习目标

完成了本单元的学习之后, 能够用电位滴定法测定工业硫酸中氯的含量。

所需仪器、药品

序号	名称及说明	数量	序号	名称及说明	数量
1	电位计(精确到±2mV)	1台	5	滴定管(50mL)	1支
2	甘汞电极(双盐桥)	1支	6	烧杯(100mL)	1个
3	指示电极(银电极)	1支	7	硫酸溶液(40%)	1000mL
4	磁力搅拌器	1个	8	硝酸银标准溶液(0.005mol/L)	1000mL

相关学习单元

——自动电位滴定仪的操作

FJC-54-03

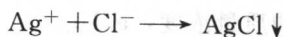
——硝酸银标准溶液的标定

FJC-54-05

学习单元内容

一、测定原理

工业硫酸中氯含量的测定方法有比浊法和电位滴定法, 这里只介绍电位滴定法。该法的原理是用 AgNO_3 标准溶液滴定 Cl^- , 反应式为:



根据 AgNO_3 标准溶液的消耗量来确定 Cl^- 的含量。

该沉淀反应, 可用甘汞电极做参比电极, 银电极做指示电极组成电池, 进行电位滴定, 根据电动势的突跃来确定滴定终点。该法使用的电极是双盐桥电极, 因为单盐桥电极的填充液中可能含有待测离子或含有对待测离子有影响的干扰离子而影响测定结果。