

全国工人中级技术考核培训教材

工业化学分析工



劳动出版社

全国工人中级技术考核培训教材

工业化学分析工

劳动部培训司组织编写

中国劳动出版社

(京)新登字 114 号

本书是为了贯彻《工人考核条例》，根据机械工业部颁布的《工人技术等级标准》应知、应会，由劳动部培训司组织编写的全国工人中级技术考核培训教材。

本书内容分两部分：第一部分为工业分析，主要有滴定分析计算及标准溶液、酸碱滴定法、氧化还原滴定法、配位滴定法、称量分析法、比色分析法和分光光度法、原子吸收分光光度法、原子发射光谱分析、钢中气体分析法；第二部分为试题及答案。

本书可作为晋级考核前的自学和培训教材，也可供有关人员参考。

本书由云大泰、马业新、雍兴才编写；杜文杰、朱永华、陈跃惠审稿。

图书在版编目(CIP)数据

工业化学分析工/劳动部培训司组织编写. -北京:中国劳动出版社, 1995

全国工人中级技术考核培训教材

ISBN 7-5045-1718-6

I. 工… II. 劳… III. 化学工业-工业分析-技术教育-教材 IV. TQ014

中国版本图书馆 CIP 数据核字(95)第 02579 号

工业化学分析工

劳动部培训司组织编写

责任编辑:任萍

中国劳动出版社出版

(100029 北京市惠新东街1号)

北京怀柔东茶坞印刷厂印刷 新华书店总店北京发行所发行

1995年5月第1版 1995年5月北京第1次印刷

开本:787×1092毫米 1/32印张:10.75

字数:242千字 印数:3000

定价:9.50元

前 言

为了适应工人岗位培训和贯彻《工人考核条例》，建立工人培训、考核、使用相结合的制度，推动职业技术培训，提高工人队伍素质的需要，我们组织编写了这套《全国工人中级技术考核培训教材》。1990年首批编写的十种教材，受到了广大读者的欢迎，经过三年的试用，我们在总结经验的基础上，这次又编写出版了铸造工、锻压工、电镀工、油漆工、模型工、齿轮工、起重工、筑炉工、工具钳工、铆工（铆、钣金、冲压工）、计量鉴定修理工、物理金相实验工、电工仪表修理工、热工仪表检修工、内外线电工、工业化学分析工等十六种教材。以后还将陆续编写出版其他工种教材。

《全国工人中级技术考核培训教材》，在内容编排上突破了文化课—技术基础课—专门工艺学的模式。从工人岗位生产技术的实际出发，突出操作技能训练。全书分两部分。第一部分内容着重阐明本工种中级技术的生产工艺、设备调整与维修等操作技能和技术理论知识及新技术、新工艺、新设备的有关知识。第二部分内容汇集了本工种的数百例试题与答案。因此，这套教材紧密结合在职工人岗位培训需要，可供组织升级考核复习和学员练习使用，也可供有关行业的人员自学使用。

在编写这套教材过程中，得到河北省劳动厅、湖南省劳动厅、上海市劳动局、江西省劳动厅、四川省劳动厅、河南省劳动

厅、辽宁省劳动局、安徽省劳动局、湖北省劳动局、新疆自治区劳动厅、陕西省劳动局、广东省劳动局、天津市劳动局、黑龙江省劳动局等单位的大力支持,在此深表谢意!

由于编写这套教材时间仓促和缺乏经验,不足之处在所难免,恳切欢迎各单位和个人提出宝贵意见和建议。

劳动部培训司

1992年6月

目 录

第一部分 工业分析

绪言	1
第一章 滴定分析总论	4
§ 1—1 概述	4
§ 1—2 标准溶液	6
§ 1—3 滴定分析计算	10
第二章 酸碱滴定法	16
§ 2—1 酸碱反应的基本理论	16
§ 2—2 酸碱指示剂	21
§ 2—3 酸碱滴定法的应用	25
§ 2—4 非水溶液中酸碱滴定简介	31
第三章 氧化还原滴定法	34
§ 3—1 氧化还原反应的基本理论	34
§ 3—2 重铬酸钾法	36
§ 3—3 高锰酸钾法	40
§ 3—4 碘量法	46
第四章 配位滴定法	52
§ 4—1 配位化合物的基本概念	52
§ 4—2 EDTA 的性质及其与金属离子的配位 反应	55
§ 4—3 金属离子指示剂	60
§ 4—4 配位滴定法的应用	64

第五章 称量分析法	71
§ 5—1 沉淀法的基本原理	71
§ 5—2 沉淀法的基本操作技术	74
§ 5—3 沉淀称量法的应用	76
第六章 比色分析法和分光光度法	80
§ 6—1 比色分析法和分光光度法的基本原理	80
§ 6—2 光电比色法及仪器	87
§ 6—3 分光光度法与分光光度计	90
§ 6—4 合金钢中钼、钨、镍、钛、铌、钴、钒的比色 测定	98
§ 6—5 有色金属中几种元素的测定	127
§ 6—6 稀土总量的测定	142
第七章 原子吸收分光光度法	151
§ 7—1 原子吸收分光光度法的基本原理	151
§ 7—2 原子吸收分光光度计的构造和使用	160
§ 7—3 实验技术	170
§ 7—4 对 15 种元素分析简介	187
第八章 原子发射光谱分析	192
§ 8—1 原子发射光谱分析法简介	192
§ 8—2 原子发射光谱的仪器设备	197
§ 8—3 原子发射光谱的定性分析和半定量 分析	218
§ 8—4 原子发射光谱的定量分析	223
第九章 钢中气体分析方法	234
§ 9—1 概述	234
§ 9—2 金属中气体的提取方法	235
§ 9—3 真空熔融法提取钢中气体的基本原理	239

§ 9—4 脉冲加热气相色谱法测定钢中氮、 氢、氧	245
------------------------------------	-----

第二部分 试题与答案

试题	248
一、名词解释	248
二、填空	249
三、判断	259
四、选择	267
五、问答	278
六、计算	282
答案	287
一、名词解释	287
二、填空	292
三、判断	296
四、选择	297
五、问答	298
六、计算	310
附录一 中级工业化学分析工标准	321
附录二 工业化学分析工教学大纲	322

第一部分 工业分析

绪 言

一、工业化学分析在生产中的意义

工业化学分析（工业分析）是分析化学在工业生产上的应用。分析化学是化学学科的一个重要分支，是研究物质化学组成的分析方法及有关理论的一门学科。分析化学的基本内容是定性分析和定量分析。定性分析的任务是鉴定物质的组成，定量分析的任务则是测定各组成部分的含量。在工业生产领域中化学分析的主要内容是定量分析。

工业分析是工业生产中不可缺少的重要组成部分，如工业生产用料的鉴定，生产的中间产品和成品质量的检查，生产过程的控制和管理等都离不开化学分析。人们把工业分析称为工业的“眼睛”。

二、工业生产对工业分析的要求

工业分析的对象种类很多，对各种分析的要求也各不相同，但总的来说对工业分析的普遍要求是快速和准确（符合生产需要的准确度）。

工业分析是生产过程中的一个重要环节，因此它必须在规定的时间内，按生产要求的准确度完成分析任务，特别是

生产流程的控制。例如，炼钢的炉前分析，应在很短的时间内报出分析结果。

随着科学技术的迅速发展，对工业分析又提出了更高的要求以适应现代生产的需要，表现在仪器分析的普及和化学分析的自动化。对分析工作者来说，则应具有现代的科学技术水平。

三、分析方法的分类

工业分析的分类方法有以下几种：

1. 按定量分析方法分类，有化学分析法和仪器分析法。

(1) 化学分析法，是以物质的化学反应为基础的分析方法，主要有称量分析法和滴定分析法。这些方法是分析化学的基础，又称为经典化学分析法。

(2) 仪器分析法，是借助于光电仪器测定物质的物理性质或物理化学性质，从而求出待测组分含量的方法，它包括光学分析法、电化学分析法、色谱分析法等。

1) 光学分析法 利用物质的光学性质进行分析的方法，主要有：比色和分光光度法、原子吸收分光光度法、发射光谱分析法等。

2) 电化学分析法 利用物质的电学及电化学性质来测定物质组分含量的方法，常用的有电解法、电位法、电导法、极谱法和库仑分析法等。

3) 色谱分析法 它是一种物理分离技术的分析方法。如气相色谱法、液相色谱法等。

仪器分析具有快速、简便，灵敏及选择性好的优点，常用于微量分析。

2. 根据试样用量大小分类 可分为：

(1) 常量分析，试样用量大于 0.1g。

(2) 半微量分析, 试样用量 $0.01 \sim 0.1\text{g}$ 。

(3) 微量分析, 试样用量 $0.1 \sim 10\text{mg}$ 。

(4) 超微量分析, 试样用量小于 0.1mg 。

3. 根据被测组分含量多少分类 可分为:

(1) 常量组分分析法, 组分含量大于 1% 。

(2) 微量组分分析法, 组分含量 $0.01\% \sim 1\%$ 。

(3) 痕量组分分析法, 组分含量小于 0.01% 。

4. 根据生产要求不同分类 可分为:

(1) 例行分析(常规分析) 这种分析是指一般化验室为配合生产的日常分析工作, 例如炼钢的炉前分析, 这种分析的目的在于控制生产的正常进行, 必须迅速报出分析结果, 因此例行分析又称快速分析。

(2) 仲裁分析(裁判分析) 这种分析是指, 当不同单位对分析结果有争议时, 要求有关单位用指定的分析方法进行的精确分析。以此结果判断原分析结果的可靠性。

5. 根据分析操作程序不同分类 有分别测定法、系统分析法和连续测定法。

(1) 分别测定法 对试样待测的某一组分单独称样测定的分析方法, 常用于炉前快速分析或指定某一组分的测定。

(2) 系统分析法 称取一份试样制成溶液, 然后根据各待测组分的含量分取一定量的试液分别进行测定, 这种分析方法可用于一种试样中多组分的测定。例如, 钢铁中硅、锰、磷的系统分析。

(3) 连续测定法 用同一试液逐次测定各个组分, 例如钙、镁的配位滴定。

第一章 滴定分析总论

§ 1—1 概 述

滴定分析法^①是化学分析法中重要的分析方法之一。这种方法是将一种已知准确浓度的试剂溶液（标准溶液）滴加到被测物质的溶液中，直到所加的试剂与被测物质按化学计量定量反应为止。然后根据标准溶液的浓度和用量，计算被测物质的含量。

一、滴定分析常用术语

1. 滴定和滴定剂 在滴定分析中，滴加到被测物质溶液中的已知准确浓度的试剂溶液叫“滴定剂”（标准溶液）。将滴定剂从滴定管逐滴地加到被测物质溶液中的操作过程叫“滴定”。

2. 等量点和终点 滴定分析在滴定过程中，当所加入的标准溶液与被测物质定量反应完全时，此时称反应到达了“化学计量点”，简称“等量点”，等量点一般根据指示剂的变色来确定。在滴定过程中，当指示剂恰好变色时即停止滴定，停止滴定这一点称为“滴定终点”，简称“终点”。等量点和滴定终点不一定完全相符，两者之间的差值称为“滴定误

^① 滴定分析法是容量分析法的重要组成部分。通常所谓的“容量分析”指的就是滴定分析。

差”。

二、滴定分析法的分类

根据滴定时化学反应的类型,滴定分析方法可分为四类。

1. 酸碱滴定法 以质子传递反应为基础的滴定分析方法。

2. 沉淀滴定法 利用沉淀反应进行滴定的分析方法。

3. 氧化还原滴定法 利用氧化还原反应进行滴定的分析方法。

4. 配位滴定法 利用配位反应进行滴定的分析方法。

上述分析方法,除沉淀滴定法外,其他分析方法将在以后各章分别予以详述。

三、滴定分析对化学反应的要求和滴定方式

1. 滴定分析对化学反应的要求,适合滴定分析的化学反应,应具备以下几个条件:

首先,反应必须定量地完成,即反应按一定的反应方程式进行。没有副反应,而且反应要完全(要求达到 99.9% 以上),这是定量计算的基础;其次反应要有足够的速度加入滴定剂后反应要立即完成。如果反应速度较慢,则须采取一定的方法(如加热或加催化剂等)来加快反应速度;另外要有简便可靠的指示方法确定滴定终点。

2. 滴定分析的滴定方式基本有两种,即直接滴定和间接滴定。

(1) 直接滴定法 用标准溶液直接滴定被测物质溶液的方法叫直接滴定法。直接滴定法是滴定分析法中最常用和最基本的滴定方法。凡是满足于滴定分析对化学反应要求的条件均可采用直接滴定法。

(2) 间接滴定法 当反应不能完全符合滴定分析要求

时，可采用间接滴定法。间接滴定的方式一般的有两种，即返滴定和置换滴定。

1) 返滴定法 返滴定的方法是：首先于被测物质溶液中，准确加入过量的标准溶液，使其与被测物质充分反应；然后，再用另一种标准溶液滴定过量的标准溶液，两标准溶液的物质的量之差，即为待测物质的物质的量。例如，过硫酸铵氧化滴定法测定铬量，为消除钒的干扰即可采用返滴定法。滴定的方法是：首先以亚铁盐标准溶液滴定六价铬的黄色变至为三价铬的绿色，再过量数毫升，然后用高锰酸钾标准溶液返滴过量的亚铁标准溶液。计算出铬所消耗的亚铁溶液的量，再换算试样中铬含量。

2) 置换滴定法 这是另一种间接滴定方式。滴定的方法是，标准溶液滴定的不是待测物质本身，而是待测物质和其他试剂反应后生成的另一种化合物。例如，用碘量法测定铜量、硫代硫酸钠标准溶液滴定的不是试液中的 Cu^{2+} 离子，而是外加的碘化钾和试液中的 Cu^{2+} 离子相作用后析出的碘。因为析出的碘的数量与 Cu^{2+} 离子浓度成正比关系，所以可根据滴定所消耗的硫代硫酸钠标准溶液量直接计算出铜含量。

§ 1—2 标准溶液

标准溶液是一种已知准确浓度的溶液。在滴定分析法中，不论采用何种滴定方式，都必须使用标准溶液，因此，对标准溶液应有严格的要求，现将有关标准溶液的一些规定及要求介绍如下：

一、标准溶液浓度

溶液的浓度是溶液中物质的组成量度，溶液的浓度有各

种各样的表示方法，根据我国法定单位规定：标准溶液的浓度用“物质的量浓度”表示^①。

1. 物质的量 “物质的量”与长度（米、m）、质量（千克、kg）一样是一个物理量，是国际单位制中七个基本量之一。量的符号为 n ，量的单位名称为摩〔尔〕、单位符号为 mol。

应该特别注意的是，在使用“物质的量”及其单位摩〔尔〕时，必须同时指明“基本单元”。基本单元可以是原子、分子、离子、电子及其他粒子，也可以是这些粒子的特定组合。基本单元表示方法是，把基本单元的符号放在量后面的括号里。例如， $n(\text{H}_2)$ 、 $n(\text{NaOH})$ 、 $n\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)$ 、 $n\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ ，它们的基本单元分别是： H_2 、 NaOH 、 $\frac{1}{5}\text{KMnO}_4$ 和 $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$ 。

2. 摩尔质量 摩尔质量是每单位“物质的量”的物质所具有的质量。摩尔质量的单位为千克每摩〔尔〕(kg/mol)，习惯上常采用克每摩〔尔〕(g/mol) 为单位。若物质 i 的质量为 $m(i)$ 、物质的量为 $n(i)$ ，则摩尔质量 $M(i)$ 为：

$$M(i) = \frac{m(i)}{n(i)} \quad \text{g/mol}$$

由于摩尔质量的单位是“物质的量”的导出单位，因此在使用时也必须指明基本单元。任何物质的摩尔质量在数值上等于该物质的化学式量（基本单元一致）。例如， $M(\text{NaOH}) = 40\text{g/mol}$ 、 $M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 49\text{g/mol}$ 、 $M\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = 31.61\text{g/mol}$ 。

① 过去使用的当量浓度、摩尔浓度，现在停止使用。

如已知某物质 i 的物质的量 $n(i)$, 其质量 $m(i)$ 为:

$$m(i) = n(i) \cdot M(i)$$

例如, $n(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol}$, 则 $m(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol} \times 40\text{g/mol} = 4\text{g}$ 。而 $0.1\text{mol} \left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 \right) = 0.1\text{mol} \times 49\text{g/mol} = 4.9\text{g}$ 。

3. 物质的量浓度 物质的量浓度表示单位体积溶液中含有溶质的物质的量。物质的量浓度用符号“ C ”表示。根据我国法定计量单位规定: 溶液的体积单位为升(L)、溶质的物质的量单位为摩尔(mol), 则物质的量浓度的单位为 mol/L。

若 $V(\text{L})$ 溶液中含有溶质 i 的质量为 $m(i)\text{g}$, 则该溶液中溶质 i 的浓度为:

$$C(i) = \frac{n(i)}{V} = \frac{m(i)}{M(i)} \times \frac{1}{V} \quad \text{mol/L}$$

由于物质的量浓度的单位亦是由物质的量单位导出的, 因此在使用物质的量单位时也应注明基本单元。例如, $C\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.1\text{mol/L}$ 的溶液, 表示每升硫酸溶液中含有 $0.1\text{mol} \left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 \right)$, 即每升硫酸溶液中含有硫酸 4.9g 。

二、标准溶液的配制

配制标准溶液必须使用基准物质, 因此首先应对基准物质有所认识。

1. 基准物质 由于直接配制或标定标准溶液的纯物质称为基准物质, 基准物质应符合下列要求:

(1) 试剂的纯度应足够高, 一般要求纯度在 99.9% 以上。

(2) 试剂的组成应与它的化学式完全符合 (包括结晶水)。

(3) 试剂在一般情况下应很稳定。

(4) 试剂应具有较大的化学式量。

(5) 试剂参加化学反应时，应按反应式定量进行，没有副反应。

2. 标准溶液的配制方法 标准溶液的配制方法通常有两种：直接配制法和间接配制法。

(1) 直接配制法 用基准物质直接配制标准溶液，配制的方法是：准确称取一定量的基准物质，溶解后定量地移入一定体积的容量瓶内，稀释至刻度，摇匀。根据称取基准物质的质量和溶液的体积，计算出该标准溶液的准确浓度。

例如，要配制 $C\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right) = 0.1\text{mol/L}$ 的标准溶液 1 升，配制的方法是，准确称取 145—150℃ 烘干后的基准试剂 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ $4.9032\text{g}\left(\frac{1}{6} \times 294.19\text{g/mol} \times 0.1\text{mol}\right)$ ，用水溶解后，全部转移至 1 升容量瓶中，以水^① 稀释至刻度，摇匀。

注意：用直接法配制标准溶液时，必须使用基准物质。

(2) 间接配制法（标定法） 用非基准物质配制标准溶液时，可采用间接配制法。配制的方法是：首先用非基准物质配制成近似所需浓度的溶液，然后再用一已知准确量的物质或已知浓度的标准溶液对其浓度进行校正校正的过程叫标定。经标定后获得的准确浓度的溶液可作为标准溶液。

用于标定标准溶液的准确物质一般有三种：基准物质、已知准确浓度的标准溶液、标准试样。

进行标定时还应注意以下两点：

① 试剂的配制以及实验用水，全部指的是纯水，即蒸馏水或离子交换法制取的去离子水，以下同。