

A photograph of various laboratory glassware, including flasks, beakers, and a graduated cylinder, arranged on a lab bench. The image is overlaid with a warm, orange-red gradient.

中等职业学校规划教材

化工分析

例题与习题

● 姚金柱 张振宇 主编



化学工业出版社

中等职业学校规划教材

化工分析例题与习题

姚金柱 张振宇 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是中等职业学校教材《化工分析》第三版的配套教材。书中章序和内容同第三版教材相对应,某些实用内容有所拓宽和更新,其深广度符合中等职业教育的教学需求。

各章编有内容提要、例题解析、习题荟萃和技能测试等单元,涵盖定量分析基础知识和实验技术。内容提要层次清晰,突出重点;例题指出解题思路 and 具体解题步骤;多样化的习题可从不同角度反复练习,融会贯通;技能测试项目典型、评分标准明确,便于操作和自检。

本书与《化工分析》第三版默契配合,互为补充。旨在促进所学知识向职业能力转化,为学生复习、实训和获取分析检验职业资格开辟绿色通道,以满足多岗位就业的需要。

本书适用于中等职业学校化工、分析及其相关专业,也可供企业分析检验人员培训和考核使用。

图书在版编目(CIP)数据

化工分析例题与习题/姚金柱,张振宇主编. —北京:
化学工业出版社, 2009.8

中等职业学校规划教材
ISBN 978-7-122-05911-6

I. 化… II. ①姚…②张… III. 化学工业-分析方法-
专业学校-习题 IV. TQ014-44

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 091806 号

责任编辑:陈有华
责任校对:战河红

文字编辑:向东
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:三河市延风印装厂
850mm×1168mm 1/32 印张 9 字数 241 千字
2009 年 8 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: 15.00 元

版权所有 违者必究

前 言

中等职业学校教材《化工分析》以简明、实用、便于教学为特色，二十多年来一直受到广大职校师生和企业分析人员的青睐，其第三版于2008年荣获“中国石油和化学工业优秀教材奖一等奖”。为了更好地使用该教材，促进所学知识向应用能力的转化，让中职学生顺利获取分析检验职业资格，培养多岗位就业需要的技能型人才，编者根据兄弟院校的需要，编写了这本《化工分析例题与习题》，作为《化工分析》第三版的配套教材与读者朋友共享。我们深信，本书对提高化工分析课程的教学质量，对职业教育的教学改革和教材建设，会起到异曲同工的有益作用。

考虑到配套教材的适用性、互补性和可操作性，《化工分析例题与习题》在编写结构和取材方面遵循以下原则。

1. 本书与《化工分析》第三版默契配合，互为补充。书中章序和内容同第三版教材相对应，某些实用内容有所拓宽，其深广度符合中等职业学校化工类和相关专业的教学需求。

2. 各章编有内容提要、例题解析、习题荟萃（包括填空题、选择题、判断题、问答题、计算题等题型）和技能测试单元，以从不同角度反复练习，融会贯通，培养学生解决问题和实际操作能力。

3. 选题涵盖定量分析基础知识和实验技术，多数题目取材自分析检验实际，突出编写其他习题类教材中少见的关于操作技能和解读分析规程方面的内容，以确保达到职业教育课程设定的知识目标和技能目标。

4. 全书采用我国法定单位制和 GB/T 14666—2003 推荐的分析化学术语；注重贯彻近年来新颁布的国家标准和行业标准；适当介绍相关分析仪器的进展与更新；附录中介绍了 Excel 软件在仪器

分析中的应用。

5. 所编例题给出解题思路 and 具体解题步骤，各类习题由浅入深、循序渐进、符合认知规律；书中文字叙述层次清晰，通俗易懂；习题附有参考答案，更适合于中职师生和企业分析人员培训。

本书由吉林工业职业技术学院姚金柱、张振宇主编。第一、七、八、九、十章及各章的技能测试部分和附录由姚金柱执笔，第二、三、四、五、六章由聂英斌执笔，李伸荣、王绍东提供了相关资料并校核习题答案。全书由张振宇统一修改定稿。

本书的编写出版承蒙化学工业出版社的大力支持和热忱帮助，在此表示诚挚的谢意。

限于编者水平，特别是尝试编写操作技能培养方面的题目，会有欠妥之处。我们殷切期待与从事职业教育的同行们切磋，欢迎广大读者批评指正。

编 者

2009 年 4 月

目 录

第一章 称量和数据处理	1
内容提要.....	1
一、定量分析的过程和方法.....	1
二、分析天平和称量技术.....	2
三、误差与数据处理.....	4
例题解析.....	7
习题荟萃	14
技能测试	23
第二章 滴定分析	26
内容提要	26
一、基本概念	26
二、滴定分析仪器和操作技术	27
三、标准滴定溶液的制备	29
四、滴定分析的计算规则	30
例题解析	32
习题荟萃	38
技能测试	45
第三章 酸碱滴定法	49
内容提要	49
一、溶液酸度的计算	49
二、酸碱指示剂	51
三、滴定方式和应用	52
四、技能训练环节	54
例题解析	54
习题荟萃	63

技能测试	70
第四章 配位滴定法	73
内容提要	73
一、EDTA 的酸效应	73
二、金属离子指示剂	75
三、配位滴定方式和应用	76
四、技能训练环节	78
例题解析	78
习题荟萃	83
技能测试	92
第五章 氧化还原滴定法	96
内容提要	96
一、电极电位的应用	96
二、常用的滴定方法	98
三、氧化还原滴定的计算	99
四、技能训练环节	101
例题解析	101
习题荟萃	108
技能测试	120
第六章 沉淀滴定和沉淀称量法	123
内容提要	123
一、溶度积规则的应用	123
二、银量滴定法	124
三、沉淀称量分析	126
四、技能训练环节	126
例题解析	126
习题荟萃	132
技能测试	141
第七章 电位分析和电导分析	145
内容提要	145

一、电位方程式和常用电极·····	145
二、酸度计与离子计（直接电位法）·····	147
三、电位滴定·····	150
四、电导分析法·····	151
五、技能训练环节·····	152
例题解析·····	153
习题荟萃·····	159
技能测试·····	169
第八章 吸光光度分析 ·····	172
内容提要·····	172
一、紫外-可见光度分析方法·····	172
二、光吸收定律与定量分析·····	173
三、光度测量仪器与条件·····	175
四、技能训练环节·····	177
例题解析·····	177
习题荟萃·····	184
技能测试·····	195
第九章 气相色谱分析 ·····	197
内容提要·····	197
一、气相色谱分离原理·····	197
二、气相色谱仪·····	199
三、色谱图和常用术语·····	200
四、定量分析方法·····	203
五、技能训练环节·····	204
例题解析·····	205
习题荟萃·····	212
技能测试·····	224
第十章 化工产品质量检验 ·····	226
内容提要·····	226
一、质量管理和质量保证·····	226

二、技术标准及其检索	227
三、产品检验和品级鉴定	229
四、技能训练环节	230
例题解析	230
习题荟萃	235
技能测试	240
附录	242
附录一 习题参考答案	242
附录二 弱酸和弱碱的离解常数 (25℃)	259
附录三 氧化还原半反应的标准电位	262
附录四 相对原子质量 (2005 年)	264
附录五 分析化学中常用的量及其单位	266
附录六 Excel 软件在仪器分析中的应用	267
参考文献	278

第一章 称量和数据处理

内容提要

化工分析是以定量分析化学的原理和方法为基础，通过实验测定，解决化工生产和产品检验中实际分析任务的学科和技术。学习本章，要了解定量分析的一般过程、常用方法和误差的基本知识；掌握使用分析天平的称量技术、测得数据的处理规则以及如何报告分析结果等通用问题。

一、定量分析的过程和方法

对物质进行定量分析的一般过程为：

采样→试样处理→进行定量测定→计算和报告分析结果

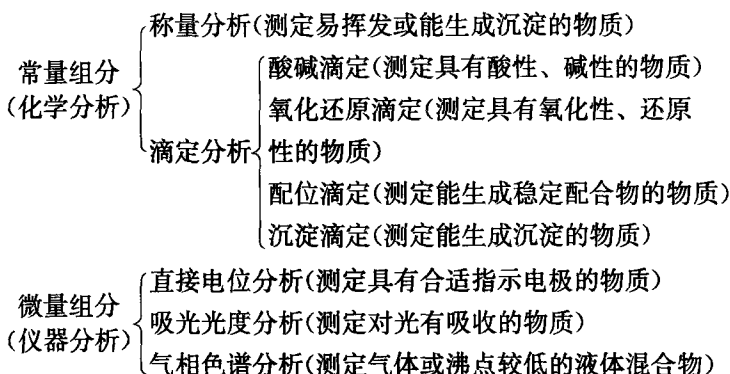
(1) 采样 采样的关键是取得有代表性的分析试样，能够反映大宗物料成分。具体采样方法可以参考相关标准（GB/T 6678～6681—2003）。

(2) 试样处理 气体和液体试样可以直接进行定量分析；固体试样需要制备成溶液。

溶解 { 用水作溶剂
用酸性溶剂(HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、 HF 、混酸)
用碱性溶剂(NaOH 、 KOH)
用有机溶剂(甲醇、乙醇、氯仿、四氯化碳等)

熔融 { 酸性熔剂($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 等) } 熔融后可用水
碱性熔剂(Na_2CO_3 、 NaOH 、 Na_2O_2) } 或稀酸浸溶

(3) 进行定量测定 根据试样中待测组分性质选择适当的定量分析方法，按操作规程进行定量测定。



(4) 计算和报告分析结果 根据测定所得数据, 计算试样中待测组分含量; 按规定要求报告分析结果, 并对分析结果的可靠性进行评价。

二、分析天平和称量技术

分析天平一般是指能够称量到万分之一克的天平。常用的有部分机械加码天平和电子天平。

1. 部分机械加码分析天平

在这类天平上, 1g 以下的环状砝码通过机械加码器进行加减, 10mg 以下的质量通过光学投影装置读取。其使用一般程序如下。

(1) 准备工作 取下、折叠天平罩, 砝码盒、接受称量物的器皿、记录本放在规定的地方。

(2) 检查 检查天平各个部件是否都处于正常位置、砝码是否齐全、天平是否处于水平位置。察看天平秤盘和底板是否清洁。

(3) 调整 调整天平零点。

(4) 预称 先用托盘天平将装有被称物品的称量瓶进行预称。

(5) 称量 将被称物品放在左盘中央。根据预称数据, 用镊子选取合适砝码放在右盘中央, 将机械加码指数盘调至适当位置, 关上左右天平门。用左手轻轻开启升降旋钮半开天平, 以指针偏移方向或光标移动方向判断两盘轻重, 仔细调整砝码。最后将升降旋钮

全部打开，准备读数。

(6) 读数与记录 待指针停止摆动后，在投影光屏上读取微分标尺读数（0~10mg 范围），加上砝码和加码指数盘读数，立即用钢笔或圆珠笔记在记录本上。

(7) 结束工作 关闭天平开关旋钮，称量物和砝码放在规定的地方，将指数盘归零。检查天平零点是否有变动，如果超过 2 小格，则应重称。最后，切断电源，罩好天平罩，将天平收拾干净，填写天平使用记录。

2. 电子分析天平

电子分析天平是新一代的天平，具有称量速度快、操作简便、准确度高等优点。同时具有自动调零、自动校准、数字显示、扣除皮重和输出打印等功能。电子天平使用一般程序如下。

(1) 预热 接通电源预热至少 30min。

(2) 检查 检查天平盘是否清洁、天平是否水平。

(3) 校正 按下开/关键，显示屏很快出现“0.0000g”，用标准砝码或用校正按键在仪器内部自动校正。

(4) 称量 将物品放到秤盘上，关上防风门。待显示屏上的数字稳定并出现质量单位“g”后，即可读数，记录称量结果。操纵相应的按键可以实现“去皮”、“增重”、“减重”等称量功能。

(5) 结束 取下被称物，按下“开/关”键（但不拔下电源插头）；如果长时间不用，应拔下电源插头，盖上防尘罩，清扫并填写天平使用记录。

3. 称量试样的方法

(1) 固体试样的称量 称量固体试样有如下几种方法。

① 对在空气中不吸湿、不与空气反应的试样可以采取直接称样法。先称出清洁干燥的表面皿（或称样纸）的质量，再用牛角匙取试样放入表面皿，称出表面皿和试样的总质量。两次称量质量之差即为试样的质量。

② 对在空气中易吸湿、会与空气反应的试样可以采取递减称样法。首先准确称取盛装一定量试样的称量瓶的质量；然后倾出一

定量试样，再准确称其质量。两次质量之差即为倾出试样的质量。

③ 欲准确称取固定质量的试样可以采用指定质量称样法。在天平上准确称出洁净干燥的表面皿的质量后，加好所需样品量的砝码，用小药匙慢慢将试样加到表面皿上，直至达到指定的质量为止。

④ 使用电子分析天平可以用去皮称量法。将表面皿或装有试样的称量瓶放在称量盘上，去皮后，只需将样品缓慢加到表面皿上或倾出一定试样，直到天平显示所需的样品质量即可。

(2) 液体试样的称量 称量液体试样的方法与固体试样基本相同，只是盛装液体的容器不同。

① 对于不易挥发的液体试样，一般将试样放入滴瓶中称量。可以采用递减称样法或去皮称量法。

② 对于易挥发的液体试样，可将试样吸入安瓿球中称量。试样也可以吸入注射器中，用硅橡胶垫封口，再称其质量。

三、误差与数据处理

1. 误差与偏差

(1) 误差与准确度 分析的准确度是指测定结果与真实值之间相符合的程度，常用误差大小来表示。

$$\text{绝对误差}(E_a) = \text{测定值} - \text{真实值} \quad (1-1)$$

$$\text{相对误差}(E_r) = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\% \quad (1-2)$$

(2) 偏差与精密度 精密度是指在相同条件下，对同一样品多次重复测定时，所得值互相符合的程度，常用偏差大小来表示。偏差有几种表示方法。

① 绝对偏差

$$d_i = \text{某次的测定值} - \text{算数平均值} = x_i - \bar{x} \quad (1-3)$$

工业上一般规定某一项指标的平行测定结果的绝对偏差不得大于某一数值，这个数值称为“允许差”或“公差”。

② 平均偏差 对于 n 次测定，平均偏差 ($\bar{d}$) 等于各次绝对偏

差绝对值的平均值。

$$\bar{d} = \frac{\sum |d_i|}{n} \quad (1-4)$$

$$\text{相对平均偏差} = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-5)$$

③ 样本标准偏差 有时采用多次测定的均方根偏差 (S) 表示精密度, 称为样本标准偏差, 简称为样本偏差或标准偏差。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1-6)$$

$$\text{相对标准偏差} = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-7)$$

④ 极差 极差指一组平行测定值中最大值与最小值之差。在标定标准溶液准确浓度时, 常用极差表示精密度。

(3) 提高分析结果准确度的方法 误差按其来源和性质可分为系统误差和随机误差两类。系统误差是由一些固定的、规律性的因素引起的误差, 造成测定结果偏高或偏低。随机误差是由于某些难以控制的偶然因素所造成的误差, 这种误差无规律性, 是随机出现的。

提高分析结果的准确度, 必须减小整个测定过程中的误差。系统误差的减免可采取对照试验、空白试验和校正仪器等方法来实现。随机误差的减免则必须严格控制测定条件、细心操作, 并适当增加平行测定次数取其平均值作为测定结果。

2. 有效数字处理规则

(1) 有效数字 有效数字是指分析仪器实际能够测量到的数字。有效数字不仅表明数量的大小, 而且反映测量的准确度。在有效数字中只有最末一位数字是可疑的, 可能有 ± 1 的偏差。

(2) 有效数字处理规则

① 直接测量值应保留一位可疑值, 记录原始数据时也只有最后一位是可疑的。

② 几个数字相加、减时，应以各数字中小数点后位数最少（绝对误差最大）的数字为依据决定结果的有效位数。

③ 几个数字相乘、除时，应以各数字中有效数字位数最少（相对误差最大）的数字为依据决定结果的有效位数。若某个数字的第一位有效数字 ≥ 8 ，则有效数字的位数应多算一位（相对误差接近）。

④ 计算中遇到常数、倍数、系数等，可视为无限多位有效数字。弃去多余的或不正确的数字，应按“四舍六入五取双”原则，即当尾数 ≥ 6 时，进入；尾数 ≤ 4 时，舍去；当尾数恰为 5 而后面数为 0 时，若 5 的前一位是奇数则入，是偶数（包括 0）则舍；若 5 后面还有不是 0 的任何数皆入。注意，数字修约时只能对原始数据进行一次修约到需要的位数，不能逐级修约。

⑤ 表示误差时无论是绝对误差还是相对误差，一般只需取一位有效数字，最多取两位有效数字。

⑥ 分析结果的数据应与技术要求量值的有效位数一致。对于高含量组分（ $>10\%$ ）一般要求以 4 位有效数字报出结果；对中等含量的组分（ $1\% \sim 10\%$ ）一般要求以 3 位有效数字报出；对于微量组分（ $<1\%$ ）一般只以 2 位有效数字报出结果。

3. 报告分析结果

(1) 分析结果的表示

① 质量分数（ w_B ） 混合物中物质 B 的质量（ m_B ）与混合物质量（ m ）之比，其比值可用小数或百分数表示。

$$w_B = \frac{m_B}{m} \quad (1-8)$$

② 体积分数（ φ_B ） 物质 B 的体积（ V_B ）与混合过程前总体积（ V ）之比，其比值可用小数或百分数表示。

$$\varphi_B = \frac{V_B}{V} \quad (1-9)$$

③ 质量浓度（ ρ_B ） 物质 B 的质量（ m_B ）与相应混合物的体

积 (V) (包括物质 B 的体积) 之比, 其常用单位为克每升 (g/L) 或毫克每升 (mg/L)。

$$\rho_B = \frac{m_B}{V} \quad (1-10)$$

(2) 分析数据的取舍 在一个样品的平行测定结果中, 有时出现显著偏大或偏小的可疑值。对于可疑值不应随意弃去不用, 采用“四倍平均偏差法”可以判断 4~8 个平行数据的取舍问题。

① 先将一组数据中可疑值略去不计, 求出其余数据的平均值 $\bar{x}$ 、平均偏差 $\bar{d}$ 及 $4\bar{d}$ 。

② 计算可疑值与平均值之差的绝对值 $|\text{可疑值} - \bar{x}|$ 。

③ 判断。若 $|\text{可疑值} - \bar{x}| \geq 4\bar{d}$, 可疑值应舍去, 若 $|\text{可疑值} - \bar{x}| < 4\bar{d}$, 该可疑值应保留, 并参与平均值计算。

(3) 分析结果的报告

① 在常规分析中, 若试样的两个平行测定结果, 在允许差范围内, 可取平行测定的平均值报告分析结果。若出现超过允许差的情况, 应初步查询误差的来源, 重做测定。

② 在多次测定中, 首先应该用 $4\bar{d}$ 法判断测定结果中是否存在需要剔除的可疑值, 然后再取算数平均值或中位值报告分析结果, 同时报告平均偏差和相对平均偏差; 或者同时报告标准偏差和相对标准偏差。

例题解析

【例 1-1】 拟测定下列样品中组分含量, 试选择合适的分析方法, 说明理由。

工业乙酸含量、硫酸亚铁含量、纯碱中铁含量、汽油中各组分含量。

解题思路 根据待测组分含量、性质和已知的分析方法初步选择

解

测定对象	分析方法	理 由
工业乙酸含量	酸碱滴定法	工业乙酸中乙酸是常量,又具有酸性
硫酸亚铁含量	氧化还原滴定法	硫酸亚铁是常量, Fe^{2+} 具有还原性
纯碱中铁含量	光度测量法	纯碱中铁是微量,铁离子和显色剂反应显色、吸光
汽油中各组分含量	气相色谱法	汽油是烃类混合物,可用气相色谱法加以分离后定量

【例 1-2】 欲用机械加码分析天平分别称取工业碳酸钠 0.2g 左右 4 份、重铬酸钾 0.4903g、正丁醇试样 0.5g 左右 4 份、工业氨水 0.4g 左右 2 份（都要求称准确至 0.0001g），试回答：样品应装入什么称量容器中？用哪种方法称量？说明理由。

解题思路 根据待称组分性质和称量要求选择盛装容器及称量方法。

解

称量对象	称量容器	称量方法	理 由
工业碳酸钠 0.2g 左右 4 份	称量瓶	递减称量法	碳酸钠易吸收空气中水分和 CO_2
重铬酸钾 0.4903g	表面皿或 称量纸	固定质量直接称量法	要求称取固定质量且重铬酸钾在空气中稳定
正丁醇试样 0.5g 左右 4 份	滴瓶	递减称量法	不挥发的液体试样可以装入滴瓶称量
工业氨水 0.4g 左右	安瓿球	增量法	易挥发液体试样需装入安瓿球称量

【例 1-3】 分析天平称量的绝对误差为 $\pm 0.0002\text{mg}$ 。若称取 0.2000g Na_2CO_3 ，产生相对误差是多少？若称取 1.0000g Na_2CO_3 ，产生相对误差又是多少？这说明什么问题？

解题思路 首先分别计算出各自的相对误差，然后分析误差大小的原因，从而找出说明的问题。

解 若称取 0.2000g Na_2CO_3 ，产生相对误差是

$$\text{相对误差}(E_r) = \frac{0.0002}{0.2000} \times 100\% = 0.1\%$$