

高等职业院校/教学改革/教材

化学分析 检验技术

王桂芝 王淑华 主编
姜洪文 主审

HUAXUE
FEN XI
JIANYAN
JISHU



化学工业出版社

高等职业院校教学改革教材

化学分析检验技术

王桂芝 王淑华 主编
姜洪文 主审



化学工业出版社

·北京·

本教材为高职高专工业分析与检验专业教学用书,由吉林工业职业技术学院专业教师与吉林石化行业专家合作共同编写,对接企业分析检验岗位需求。

本书内容包括:容量分析仪器的认知与使用、酸性或碱性物质含量测定、金属离子含量测定、氧化性或还原性物质含量测定、沉淀滴定和称量分析法的应用等。教材的编写按照项目教学方式,进行知识体系的重构,所涉及项目全部是企业分析检验岗位真实工作任务中通用的检验方法,突出体现“产品检验工作过程”特点,形成项目化教材。检验方法执行国家标准、行业标准或企业标准。

图书在版编目(CIP)数据

化学分析检验技术/王桂芝,王淑华主编. —北京:化学工业出版社,2015.8

高等职业院校教学改革教材

ISBN 978-7-122-24395-9

I. ①化… II. ①王… III. ①化学分析-检验-高等教育-教材 IV. ①O652

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第138899号

责任编辑:陈有华 刘心怡

文字编辑:颜克俭

责任校对:王素芹

装帧设计:尹琳琳

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)

印刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张20 $\frac{1}{2}$ 字数499千字 2015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:49.00元

版权所有 违者必究



前言

《化学分析检验技术》教材是在总结工学结合、基于工作过程的课程改革经验基础上编写而成的。

工业分析与检验专业培养具有良好职业道德和文化素养,适应市场经济建设需要,德、智、体、美等方面全面发展的,适应化工、医药、环保、冶金等行业第一线需要的,并具有创新素质和可持续发展能力的,产品检验及管理高素质技术技能型专门人才。化学分析检验技术课程是实现培养目标的专业核心课程。本教材紧扣人才培养目标,充分考虑本专业毕业生对接的职业岗位,其首次就业的职业岗位是产品检验岗,发展岗位是检验技术管理岗(检验师),通过与行业实践专家、车间主任和岗位技术能手共同论证,一起对产品检验过程进行职业工作任务分析,并参照“检验师”岗位任务和岗位能力及“化学检验工”职业资格标准,构建了基于“产品检验”工作过程的课程内容。

通过本课程的学习,学生应具备行业常见的各种化学分析方法基本知识和必要的理论,具备查阅、收集和整理技术文献资料的能力、解读标准能力、检验方案初步设计与实施能力、具有正确熟练操作常见分析仪器的能力、形成较强的分析与检验技术应用能力、具有良好的实验室工作素养和严谨求实的科学态度、具备安全与环保意识,并形成对本专业知识和技能的可持续学习能力。为后续课程的学习、未来的可持续学习及发展和将来从事化工、环保、制药、冶金、食品等企事业分析检验岗位的技术和管理工作的,解决分析与检验岗位中存在的实际问题打下坚实的基础。

教材编写突出实用性,整合并重新编排化学分析检验技术课程内容,首先列出基本工作任务,设疑提问,或使学生“知其然”,学生可以“带着问题找答案”,然后才是项目相关知识的全面讲解,学生据此“知其所以然”,充分发挥学生的主体性。为激发学生的主动思考,教材中还有一些“想一想”的相关问题,使学生先经过几番思考,再进入学习。为开阔学生视野,还编写了一些与测定项目相关的“相关链接”。为方便学生练习,编写了较大数量典型例题和习题,并对其中一些题目给出参考答案,便于学生自我学习和检查。

本教材跟踪化学分析检验技术发展前沿,尽量应用最新的国家标准和行业标准。选取采用简单、可操作性强的分析检验方法,采用毒性较小的试剂完成技能训练任务。

本教材由校企合作共同开发,体现教材特色,力求提高教材的职业性、技术性和实践性。

本教材可作为工业分析与检验、环境分析与治理技术和食品分析与检验等专业教材,也可作为参加全国化学检验工职业资格考试人员和从事分析检验工作人员的参考用书。

本教材由吉林工业职业技术学院王桂芝和吉林石化分公司炼油厂王淑华任主编,参加编写的人员有聂英斌。白立军和张国乐完成了大部分图表的制作和排版工作。全书由王桂芝负责统稿。教材由姜洪文任主审,对全部内容认真思忖,并提出具体修改意见和建议,在此,表示诚挚感谢!本教材在编写中引用了有关资料和图表,在此,对原著作者表示衷心感谢!

由于编者水平有限,书中欠妥之处在所难免,敬请专家和读者批评指正。

编者

2015年3月

目录

	项目一 职业任务与职业能力认识	1
	相关知识	2
	1.1 化学分析检验技术的任务、作用和方法	2
	1.2 分析方法的分类	2
	1.3 定量分析过程	5
	习题	6
	项目二 容量分析仪器的认知与使用	9
	任务一 误差和分析数据处理	10
	相关知识	10
	2.1 准确度、精密度及其表示方法	10
	2.2 定量分析结果的表示	14
	2.3 定量分析误差的种类、来源和减免方法	15
	2.4 有效数字及运算规则	17
	2.5 分析数据的统计处理	21
	习题	25
	任务二 一般溶液的配制	29
	相关知识	30
	2.6 化学试剂	30
	2.7 分析实验用水	34
	2.8 滴定分析的条件和方法分类	37
	2.9 一般溶液、基准物质和标准滴定溶液	39
	2.10 滴定分析的计算	42
	习题	46
	任务三 分析天平的使用	49
	技能训练一 分析天平称量操作练习	49
	相关知识	52
	2.11 分析天平的种类和称量原理	52
	2.12 常用几种分析天平的构造和使用方法	54
	2.13 基本称量方法和操作	61
	2.14 分析天平的计量性能与质量检验	63
	习题	66

任务四 滴定分析仪器的使用和校正	67
技能训练二 滴定分析仪器基本操作	68
技能训练三 滴定终点练习	70
技能训练四 滴定分析仪器的校准	72
技能训练五 滴定分析基本操作(考核)	74
相关知识	77
2.15 滴定分析仪器与基本操作	77
2.16 滴定分析仪器的校准	86
习题	91

项目三 酸性或碱性物质含量测定 95

任务一 混合碱的测定	96
技能训练一 盐酸标准溶液的配制与标定	96
技能训练二 混合碱含量的测定(双指示剂法)	98
任务二 食用醋酸总酸量的测定	101
技能训练三 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	101
技能训练四 食醋中总酸量的测定	103
任务三 工业硫酸中硫酸含量的测定	105
技能训练五 工业硫酸纯度的测定	105
技能训练六 硼酸纯度的测定	106
相关知识	108
3.1 酸碱质子理论与酸碱水溶液中 $[H^+]$ 的计算	108
3.2 酸碱指示剂	115
3.3 滴定曲线及指示剂的选择	120
3.4 酸碱标准溶液的配制和标定	130
3.5 酸碱滴定方式和应用实例	133
习题	137

项目四 金属离子含量测定 143

任务一 自来水硬度的测定	144
技能训练一 EDTA 标准滴定溶液的配制与标定	144
技能训练二 自来水硬度的测定	146
任务二 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定	149
技能训练三 铅铋混合液中铅、铋含量的连续测定	149
相关知识	151
4.1 配位滴定法及特点	151
4.2 金属离子指示剂	162
4.3 配位滴定曲线	166
4.4 单一离子和混合离子滴定条件的选择	168

4.5 EDTA 标准滴定溶液的配制与标定	174
4.6 配位滴定方式及应用	176
习题	179

项目五 氧化性或还原性物质含量测定 183

任务一 高锰酸钾法测定工业 H_2O_2 含量	184
技能训练一 $KMnO_4$ 标准滴定溶液的配制与标定	184
技能训练二 过氧化氢含量的测定	186
任务二 $K_2Cr_2O_7$ 法测定硫酸亚铁铵中亚铁含量	188
技能训练三 $K_2Cr_2O_7$ 标准滴定溶液的配制与标定	188
技能训练四 $K_2Cr_2O_7$ 法测定硫酸亚铁铵中亚铁含量	190
技能训练五 铁矿石中铁含量的测定(无汞法)	192
任务三 直接碘量法测定抗坏血酸含量	194
技能训练六 碘标准滴定溶液的配制与标定	194
技能训练七 维生素 C 片中抗坏血酸含量的测定	196
任务四 间接碘量法测定胆矾中 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 含量	198
技能训练八 硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制与标定	198
技能训练九 胆矾中 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 含量的测定	200
相关知识	202
5.1 电极电位	202
5.2 氧化还原滴定曲线和指示剂	210
5.3 氧化还原滴定前的预处理	214
5.4 高锰酸钾法	217
5.5 重铬酸钾法	221
5.6 碘量法	224
5.7 其他氧化还原滴定法	231
习题	233

项目六 沉淀滴定和称量分析法的应用 241

任务一 水中氯离子的测定	242
技能训练一 $AgNO_3$ 标准滴定溶液的配制与标定	242
技能训练二 水中氯离子含量的测定(莫尔法)	245
技能训练三 NH_4SCN 标准溶液的配制与标定	246
技能训练四 酱油中 $NaCl$ 含量的测定(佛尔哈德法)	248
任务二 氯化钡含量的测定	250
技能训练五 氯化钡含量的测定	250
任务三 硫酸镍中镍含量的测定	254
技能训练六 硫酸镍中镍含量的测定	254
相关知识	257

6.1 沉淀与溶解平衡	257
6.2 沉淀滴定法——银量法	263
6.3 称量分析法概述	267
6.4 影响沉淀纯度的因素	271
6.5 沉淀的条件	275
6.6 沉淀称量法仪器设备	276
6.7 沉淀称量法操作	281
6.8 沉淀称量法分析结果的计算	286
6.9 沉淀称量法应用实例	288
习题	288

习题参考答案 295

项目一 职业任务与职业能力认识	296
项目二 容量分析仪器的认知与使用	296
任务一 误差和分析数据处理	296
任务二 一般溶液的配制	298
任务三 分析天平的使用	299
任务四 滴定分析仪器的使用和校正	299
项目三 酸性或碱性物质含量测定	300
项目四 金属离子含量测定	301
项目五 氧化性或还原性物质含量测定	301
项目六 沉淀滴定和称量分析法的应用	303

附录 305

附录一 弱酸在水中的离解常数 (25℃, $I=0$)	306
附录二 弱碱在水中的离解常数 (25℃, $I=0$)	308
附录三 金属配合物的稳定常数	308
附录四 金属离子与氨羧配位剂配合物稳定常数的对数	310
附录五 标准电极电位 (25℃)	311
附录六 部分氧化还原电位的条件电极电位 (25℃)	311
附录七 难溶化合物的活度积 (K_{sp}^{\ominus}) 和溶度积 (K_{sp} , 25℃)	312
附录八 相对原子质量 (A_r)	314
附录九 化合物的摩尔质量 (M)	315
附录十 常用酸碱的密度和浓度	317
附录十一 常用缓冲溶液	317
附录十二 常用指示剂	318

参考文献 320



项目一

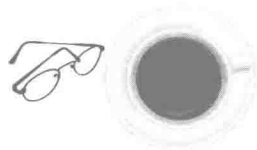
职业任务与职业能力认识

知识目标

1. 认识分析检验岗位工作任务。
2. 认识定量分析过程。
3. 认识定量分析方法的类别及适用范围。

能力目标

1. 能够查阅各类分析方法。
2. 能够查阅各级分析标准和分析资料。
3. 能够进行交流，有团队合作精神和职业道德，可独立或合作学习与工作。



1.1 化学分析检验技术的任务、作用和方法

化学分析检验技术是分析化学(analytical chemistry)的一部分。分析化学是研究物质化学组成、含量、结构的分析方法及有关理论的一门学科,是化学学科的一个重要分支。

分析化学的任务是确定物质的化学组成,测量各组成的含量以及表征物质的化学结构,即隶属于定性分析(qualitative analysis)、定量分析(quantitative analysis)和结构分析的范畴,以定性分析和定量分析为主。定性分析的任务是测定物质由哪些组分(元素、离子、原子团、官能团或化合物)所组成,定量分析的任务则是测定物质中有关组分的相对含量。结构分析(structure analysis)的任务是确定物质各组分的结合方式及其对物质化学性质的影响。

在进行分析工作时,首先须确定物质的定性组成,然后根据试样组成选择适当的定量分析方法测定有关组分的含量。当分析试样的来源、主要成分及主要杂质都是已知时,不必进行定性分析,而直接进行组分的定量分析。本课程的主要内容是定量分析。此外,分析化学还包括测定多组分试样时干扰组分的分离等内容。

分析化学是研究物质及其变化的重要方法之一,在化学学科本身的发展以及与化学有关的各学科领域中都起着重要的作用。化学学科本身如原子、分子学说的创立,原子量的测定和化学基本定律的建立等,都离不开分析化学;在其他领域如地质学、海洋学、矿物学、考古学、生物学、医药学、食品学、农业科学、材料科学、能源科学、环境科学等的研究工作中,分析化学也作为一种研究手段而被广泛应用。

在国民经济建设、国防建设和科学研究的发展中,分析化学具有更重要的实际意义。在工业上,资源的勘探、原料的选择和配比、工艺流程的控制、产品质量检验以及新技术的探索、新产品的开发都离不开分析;在农业上,土壤的普查、化肥和农药的生产、农产品的质量检验、新品种的培育等也必须以分析结果作为主要依据;在商业领域,需要对商品质量及其变化进行仲裁、评估与监督;在尖端科学和国防建设中,如人造卫星、核武器的研制和生产,原子能材料、超导材料、超纯物质中微量杂质的分析等都需要应用分析化学。

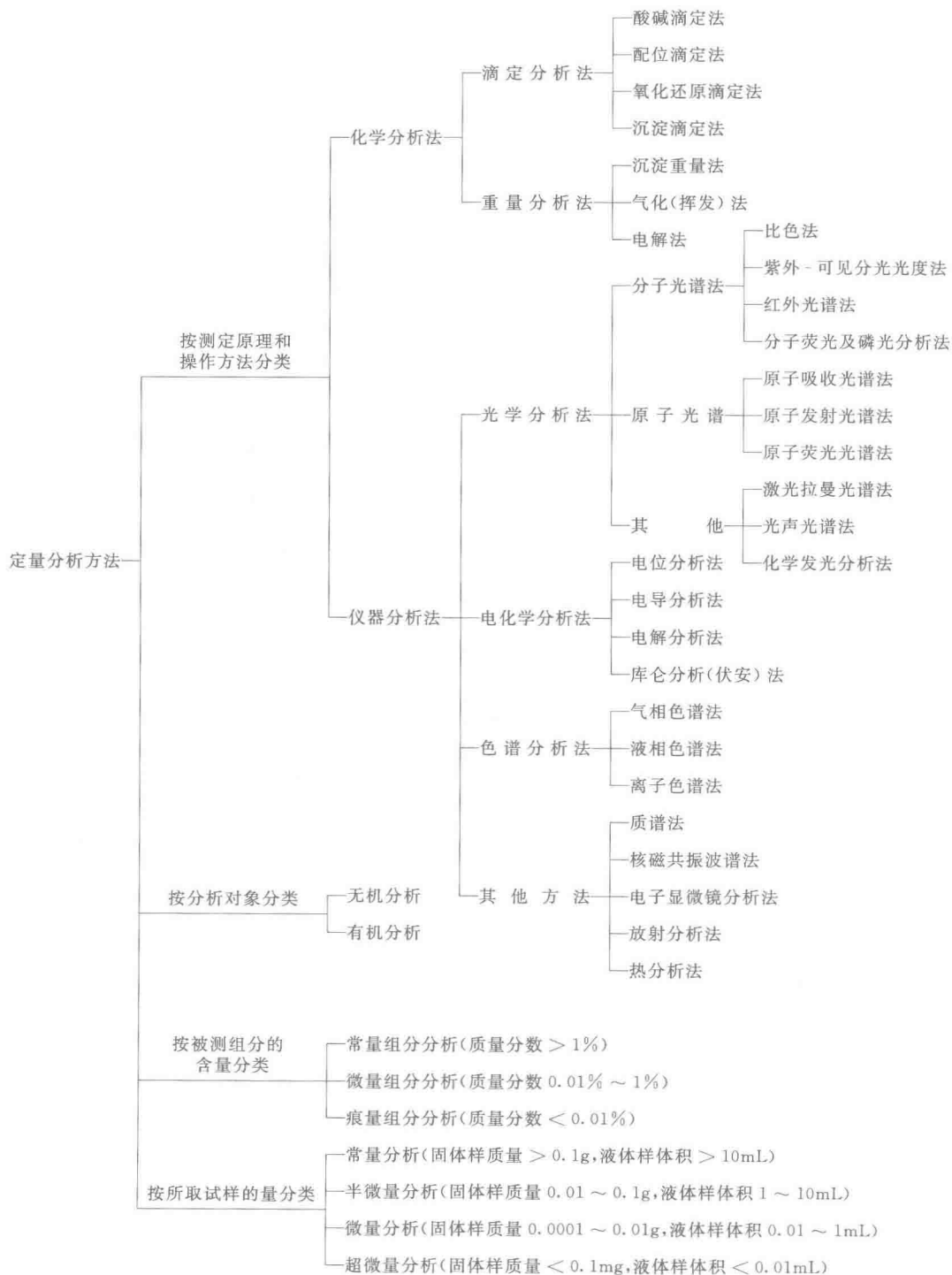
当前环境污染已成为全人类面临的严峻问题,环境保护已经引起人们的普遍重视。对大气和水质的监测、对“三废”的处理和综合利用、研究生态平衡、提高环境质量等,分析化学也发挥着重要作用。因此人们将分析化学比作工农业生产的“眼睛”、科学研究的“参谋”、环境保护的“卫士”、假冒伪劣的“克星”,以说明分析化学的重要作用。

1.2 分析方法的分类

分析化学的内容十分丰富,除按分析任务分为定性分析、定量分析与结构分析外,还可

根据分析对象的化学属性、样品用量、待测组分相对含量及测定原理和操作方法等类别，分为不同方法，见表 1-1。

表 1-1 定量分析方法分类



1.2.1 按分析对象的化学属性

无机分析 (inorganic analysis): 主要是无机物的定性、定量分析。

有机分析 (organic analysis): 有机物的官能团鉴定, 组成元素的定性, 定量和结构的分析。

1.2.2 按试样用量多少

常量分析 (major analysis): 试样量在 0.1g 以上, 试液体积在 10mL 以上。

半微量分析 (semimicro analysis): 试样量在 0.01~0.1g, 试液体积在 1~10mL。

微量分析 (micro analysis): 试样量在 0.0001~0.01g, 试液体积在 0.01~1mL。

超微量分析: 试样量 < 0.1mg, 试液体积 < 0.01mL。

1.2.3 按待测组分相对含量

常量组分分析 (major constituent analysis): 组分在试样中的质量分数 $w_B > 1\%$ 。

微量组分分析 (micro constituent analysis): $0.01\% < w_B < 1\%$ 。

痕量组分分析 (trace constituent analysis): $w_B < 0.01\%$ 。



痕量组分分析是否一定是微量分析?

1.2.4 按测定原理及操作方法

分为化学分析 (chemical analysis) 和仪器分析 (instrumental analysis)。

(1) 化学分析

以物质的化学反应为基础的分析方法。是分析化学的基础。

在定性分析中, 许多分离和鉴定就是根据组分在化学反应中生成沉淀、气体或有色物质 (鉴定反应的外部特征) 而进行的。如含 Ag^+ 试液中, 加入 K_2CrO_4 试剂, 应得到砖红色的沉淀。而在定量分析中, 是根据物质化学反应的计量关系来确定待测组分的含量, 分为滴定分析法和重量分析法。

① 滴定分析 滴定分析 (titration analysis) 又称容量分析。将已知准确浓度的试剂溶液 (标准滴定溶液) 滴加到待测物质的溶液中, 直至所加试剂与待测组分反应达化学计量点时, 根据所加试剂的体积和浓度计算出待测组分含量的分析方法。例如工业硫酸纯度的测定。根据滴定时反应类型的不同, 可分为酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法和沉淀滴定法四大类。

② 重量分析 重量分析又称称量分析, 分为沉淀重量法、电解法和气化 (挥发) 法。如沉淀重量法, 通过加入过量的试剂, 使待测组分完全转化成一种难溶化合物, 经过滤、洗涤、干燥及灼烧等一系列步骤, 得到组成固定的产物, 再通过称量产物的质量, 就可以计算出待测组分的含量。例如试样中 SO_4^{2-} 含量的测定, 就是将样品溶解后, 加入过量的 BaCl_2 试剂, 使 SO_4^{2-} 生成难溶的 BaSO_4 沉淀, 经过滤、洗涤、干燥及灼烧等步骤, 得到组成固

定的 BaSO_4 沉淀，称量其质量，就可以计算出试样中 SO_4^{2-} 的含量。

(2) 仪器分析

以待测物质的物理或物理化学性质为基础的分析方法，称为物理或物理化学分析法，这类方法通常都需要使用特殊的仪器，故又称为仪器分析法。常用的仪器分析方法如下。

① 光学分析法 根据物质的光学性质建立起来的一种分析方法。主要有：分子光谱（如比色法、紫外-可见分光光度法、红外光谱法、分子荧光及磷光分析法等）、原子光谱法（如原子发射光谱法、原子吸收光谱法等）、激光拉曼光谱法、光声光谱法、化学发光分析法等。

② 电化学分析法 根据被分析物质溶液的电化学性质建立起来的一种分析方法，主要有电位分析法、电导分析法、电解分析法、极谱法和库仑分析法等。

③ 色谱分析法 一种分离与分析相结合的方法，主要有气相色谱法、液相色谱法（包括柱色谱、纸色谱、薄层色谱及高效液相色谱）、离子色谱法。

随着科学技术的发展，现代测试技术还有质谱分析、核磁共振波谱分析、能谱分析、电子探针和离子探针微区分析等。这些大型仪器分析法已成为强大的分析手段。仪器分析由于具有快速、灵敏、自动化程度高和分析结果信息量大等特点，备受人们的青睐。

化学分析和仪器分析的关系：仪器分析法的优点是操作简便、快速灵敏，能测定含量极低的组分，易实现自动化。但是仪器分析是以化学分析为基础的，如试样预处理、制备试样、方法准确度的校验等都需要化学分析法来完成。因此仪器分析法和化学分析法是密切配合、互相补充的。只有掌握好化学分析的基础知识和基本技能，才能正确地掌握和运用仪器分析方法。这两部分内容都是分析技术人员应该掌握的。

1.2.5 按化工生产过程

分为原材料分析、中间产物控制分析和产品分析。

1.3 定量分析过程



完成一项定量分析一般需经过哪些步骤？

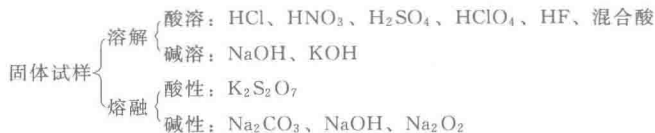
(1) 取样

这里的“样”指样品或试样 (sample)，是指在分析工作中被采用来进行分析的物质体系，它可以是固体、液体或气体。分析化学要求被分析试样在组成和含量上具有一定的代表性，能代表被分析的总体。否则分析工作将毫无意义，甚至可能导致错误结论，给生产或科研带来很大的损失。

要采取有代表性的样品，必须用适当的方法或顺序。对不同的分析对象取样方式也不相同。有关的国家标准或行业标准对不同分析对象的取样步骤和细节都有严格的规定，应按规定进行。采样后用适当的方法制备试样。

(2) 试样的分解

定量分析中，除使用特殊的分析方法可以不需要破坏试样外，大多数分析方法需要将干燥好的试样分解后转入溶液中，然后进行测定，即湿法分析。分解试样的方法很多，主要有溶解法和熔融法（选用）。如测定补钙药物中钙含量，试样需要先用酸溶解转变成溶液后再进行；砂石中硅含量的测定，试样则需要先进行碱熔，然后再将其转变成可溶解产物，溶解后进行测定。



(3) 消除干扰

复杂物质中常含有多种组分，在测定其中某一组分时，若共存的其他组分对待测组分的测定有干扰，则应设法消除。如采用掩蔽法，但在很多情况下合适的掩蔽方法不易寻找，此时需要进行化学分离。目前常用的分离方法有沉淀分离法、萃取分离法、离子交换法和色谱分离法等。

(4) 测定

各种测定方法在灵敏度、选择性和适用范围等方面有较大的差别，因此应根据被测组分的性质、含量和对分析结果准确度要求，选择合适的分析方法进行测定。如常量组分通常采用化学分析法，而微量组分需要使用分析仪器进行测定。

(5) 分析结果计算及评价

根据分析过程中有关反应的计量关系及分析测量所得数据，计算试样中有关组分的含量。应用统计学方法对测定结果及其误差分布情况进行评价。

应该指出的是，以上是定量分析的基本步骤、一般程序。具体试样分析过程可能会有变化。



习题

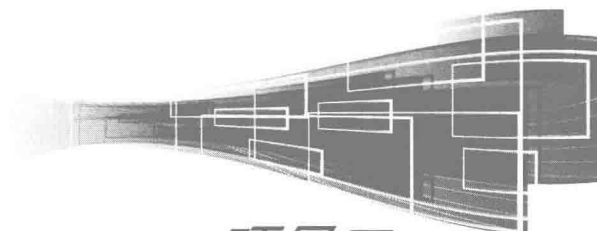
一、填空

1. 定量分析一般过程包括_____、试样分解、_____、_____、_____等步骤。
2. 定量分析常用方法可以分为_____和_____两大类。
3. 滴定分析通常又分为_____、_____、_____和沉淀滴定四类。
4. 大多数定量分析方法要求将固体试样处理成_____，必要时还需分离有_____的物质，然后才能测定。
5. 填表——分析方法的分类

分类依据	分 类	特 征
分析任务		
分析对象		
试样用量		
组分在试样中的质量分数		
测定原理和测定方法		
化工生产过程		

二、判断

1. 化学分析法主要有滴定分析法和称量分析法两大类。()
2. 在制备试样时，如果个别试样不能被破碎，则可以弃去。()
3. 分解试样的方法主要有溶解法和熔融法。()
4. 滴定分析法包括重量分析。()
5. 组分的质量分数大于1%的分析为常量组分分析。()



项目二 容量分析仪器的认知与使用

