

工业分析

石油化学工业出版社

工 业 分 析

石 油 化 学 工 业 出 版 社

内 容 提 要

本书内容包括水、煤、气体、钢铁、硅酸盐、肥料、合成氨、石油产品、酚醛树脂等工业分析方法。其中主要讲述试样的采取和制备、分析原理、仪器及分析操作。

本书可供有关化工厂从事化学分析的工人同志阅读，也可作为中等专业学校分析化学专业教师和学生的参考书。

工 业 分 析

*

石油化学工业出版社 出版

(北京安定门外和平北路16号)

燃料化学工业出版社印刷二厂 印刷

新华书店北京发行所 发行

*

开本 $850 \times 1168 \frac{1}{32}$

印张 $7 \frac{5}{16}$ 插页 1

字数186千字

印数1—32,100

1975年7月新1版

1975年7月第1次印刷

书号 15063·化85 定价 0.73 元

(根据原中国工业出版社纸型重印)

目 录

第一章 緒 論	1
一、工业分析的任务及其作用	1
二、工业分析的特点	1
三、工业分析方法的分类	2
四、工业分析的学习方法和基本要求	4
复习題	5
第二章 水的分析	6
第一节 概論	6
第二节 水样的采取	7
第三节 水的分析項目及分析方法	8
一、pH值的測定 (比色法)	9
二、碱度的測定 (中和法)	12
三、硬度的測定	13
(一) 硬水、硬度	13
(二) 硬度单位的表示方法	13
(三) 硬度的分类	14
(四) 总硬的測定 (E. D. T. A. 法)	15
四、总鉄的測定	18
(一) 硫氰酸盐比色法	18
(二) 磷基水楊酸比色法	21
五、溶解氧的測定 (容量法)	23
复习題	26
第三章 煤的分析	27
第一节 概論	27
第二节 煤样的采取和制备	29

第三节 煤的分析方法	34
一、分析用試样的准备	34
二、水分的測定	35
(一) 水分的分类	35
(二) 外在水分的測定	36
(三) 分析水分的測定 (根据GB212-63)	37
(四) 总水分的計算	37
三、灰分的測定 (根据 GB212-63)	39
四、揮发分的測定 (根据 GB212-63)	40
五、固定碳的計算	42
六、各种基准的換算	42
七、总硫的測定 (艾士卡-硫酸鋇重量法, 根据 GB214-63)	44
八、热值的測定	48
(一) 由分析結果計算	48
(二) 由实验測定 (氧彈式热量計法)	49
复习題	63
第四章 气体分析	65
第一节 概論	65
第二节 气体試样的采取	66
第三节 气体分析方法	71
一、吸收法	71
(一) 基本原理	71
(二) 各气体所用的吸收剂	72
(三) 混合气体吸收順序	73
二、燃烧法	75
(一) 基本原理	75
(二) 二元可燃气体混合物燃烧后的計算	76
(三) 燃烧方法	79
第四节 气体分析仪器及分析举例	81
一、仪器的基本部件	81
二、改良型奥氏气体分析器的构造	85
三、煤气全分析 (吸收法及爆燃法)	87

四、改良型奥氏气体分析器的使用	92
复习题	93
第五章 钢铁的分析	95
第一节 概 论	95
第二节 钢铁试样的采取与制备	97
第三节 生铁与碳素钢的分析	100
一、试样的分解	100
二、总碳的测定 (气体容量法, 根据 GB223-63)	101
三、硫的测定 (燃烧法, 根据 GB223-63)	108
四、锰的测定 (过硫酸铵-银盐法, 根据 GB223-63)	113
五、硅的测定 (硅钼蓝比色法, 根据 YB35-64)	116
六、磷的测定 (磷钼蓝比色法, 根据 YB35-64)	119
复习题	121
第六章 硅酸盐的分析	123
第一节 概 论	123
第二节 试样的分解	124
第三节 分析方法	127
一、系统分析法	127
(一) 系统分析简表	127
(二) 二氧化硅的测定 (盐酸蒸干脱水法)	128
(三) 倍半氧化物的测定 (氢沉淀法)	131
(四) 总铁的测定 (重铬酸钾法)	133
(五) 三氧化二铝的计算	136
(六) 氧化钙的测定 (草酸铵-高锰酸钾容量法)	136
(七) 氧化镁的测定 (磷酸盐法)	139
二、快速分析法	141
(一) 快速分析简表	141
(二) 二氧化硅的测定 (氟硅酸钾容量法)	141
(三) 三氧化二铝的测定 (E.D.T.A-PAN法)	145
(四) 氧化钙与氧化镁的测定 (E.D.T.A.法)	147
复习题	149
第七章 肥料的分析	150

第一节 概論	150
第二节 有机肥料中氮的測定(克氏法)	151
第三节 磷肥中磷的測定	155
一、全磷的測定(鉬酸鉍容量法)	156
二、有效磷的測定	159
第四节 鉀肥中鉀的測定(鈷亚硝酸鈉容量法)	160
复习題	162
第八章 合成氨的生产檢驗	164
第一节 概論	164
第二节 分析方法	167
一、焦煤的分析	167
二、半水煤气的分析	167
三、脫硫后半水煤气中硫化氢含量的測定(碘量法)	167
四、轉化后气体的分析及轉化率的計算	169
五、銅碱液洗滌后气体中微量一氧化碳、二氧化碳的測定 (电导法)	170
六、合成塔进出口气体中氨含量的分析(中和法)	177
复习題	179
第九章 石油产品的分析	180
第一节 概論	180
第二节 汽油馏程的測定(根据SYB2101-60)	182
第三节 比重的測定	185
一、比重計法	185
二、韦氏天平法	186
第四节 粘度的測定	189
一、运动粘度的測定(毛細管粘度計法)	190
二、条件粘度的測定(恩格勒氏粘度計法)	192
第五节 閃点和燃点的測定	194
一、用开口式仪器測定閃点和燃点	194
二、用閉口式仪器測定閃点	195
第六节 潤滑脂的水分的測定(根据SYB2704-59)	196

复习題	198
第十章 酚醛树脂工业生产檢驗	200
第一节 概論	200
第二节 分析方法	201
一、原料分析	201
(一) 甲醛的分析(亚硫酸鈉法)	201
(二) 苯酚的分析(凝固点法)	202
二、中間控制檢驗	204
三、成品分析	205
(一) 游离酚的測定(水蒸汽蒸馏-溴量法)	205
(二) 变定速度的測定	207
(三) 粘度的測定(毛细管粘度計法)	207
复习題	207
附录	209
1. 1961年国际原子量表	209
2. 水在不同温度下的密度表	212
3. 水蒸汽压力表	212
4. 酸的比重表	213
5. 苛性鉀和苛性鈉溶液的比重表	217
6. 氨水的比重表	218
7. 測定碳时的校正系数表	插頁
8. 鉑坩堝使用規則	219
9. 温度相差 1°C 时油品比重变化的校正系数(r)表	220
10. 英国篩制对照表	220
11. 对数与反对数表	221
主要参考文献	227

第一章 緒 論

一、工业分析的任务及其作用

工业分析是分析化学的一部分，是分析化学在工业生产上的应用。它研究各种工业生产中原料、輔助材料、中間产品、主产品、副产品、本生产过程中的各种废料的組成的分析方法；以及許多工业生产都要用到的材料如燃料、水、金属、硅酸盐等的分析方法。

通过工业分析能够評定原料和产品的质量，并能检查工艺过程是否在正常进行，从而能及时消除缺点，并能最經濟地使用原料、燃料，减少废品，提高产品质量。由此可見，工业分析起着指导生产的作用。

旧中国一穷二白，科学技术水平极低，生产上很少用到工业分析这一項技术，并且从事分析工作的人員也是寥寥无几。解放后，在党的英明领导下，科学事业与其它事业一样得到史无前例的发展。各种現代化工业蓬勃兴起，新型的工厂广泛建立，它們都設有分析實驗室。在生产过程中的每一步都必須經過严格的分析檢驗，以求能准确地控制生产，获得合乎国家規格的产品，这时，工业分析才算是真正被重視起来了。十余年来，分析化学人員的成长也非常快，目前已有数以万計的分析工作者，在全国不同的崗位上，为保証和提高工业产品质量而貢獻力量。

二、工业分析的特点

对于工业分析的准确度來說，只要求其能符合生产上的需要就可以，不要求其要达到分析化学上已达到的最高准确度那样的准确度，因为在許多情況下都是不必要的。对于工业分析的要求

应当是：在符合生产上所需要的准确度下，分析迅速、測定簡便并易于重复。

工业上所处理的物料其数量往往以千吨計，而其組成又不均匀，分析时只能从中取出少量試样才便于进行分析。所以正确取样是工业分析中最重要的第一步。

工业物料的組成不可能是純淨的，大都含有許多杂质，例如矿石中除含有主要元素外，还有其它杂质元素存在；因此，在选择分析方法时，必須考虑到杂质的影响，在分析过程中应有消除杂质干扰的步驟。

此外，工业物料，在分析之前，应当使之分解成为便于分析的状态—溶液，而其工作則常較定量分析中所用純盐类为样品制成溶液时要困难复杂得多。綜上所述，在工业分析中应注意以下四个特点：

1. 正确取样，即所取之样要能够代表全部被分析物料的平均成分。
2. 选择适当方法分解样品，以便于分析。
3. 选择分析方法时，应考虑被分析物料所含杂质的影响。
4. 在保証一定的准确度下，短時間內能够完成測定。

三、工业分析方法的分类

工业分析中所用的分析方法，按科学上的分类，与定量分析中的分析方法分类相同，即分为三类：1.化学分析法；2.物理化学分析法；3.物理分析法。本书中所講的方法以化学分析法为主。

工业分析中所用的分析方法按其在工业生产上所起的作用来分类，主要可分为二类，即标类法与快速法。标类法用来測定生产中原料及成品的化学組成，由所得結果来作为进行工艺上的計算、財務計算和評定产品质量等的依据，所以此种方法必須准确度高。此項分析工作通常在中心化驗室进行。快速法主要用以控制生产工艺过程中最关紧要的阶段，要求迅速报出結果，而对准确度允許在符合生产要求的限度內可以适当降低一些。此类方法

最适宜用于車間分析。就目前分析方法的发展看，此二类方法的差別已漸不明显。有些分析方法既能保証准确度，操作又非常迅速，既可作为标类法，又可作为快速法。例如在鋼鐵分析中，定碳的气体容量法、定硫的燃烧法等就是。

工业上确定产品等級的分析名为品号分析，上述的标类法除用于品号分析外，也用于校核分析和仲裁分析。校核分析是专为校核某項分析結果为目的而进行的分析。所用方法往往是在原用标类法中增添一些补充操作而使其精确度提高。仲裁分析是当甲、乙两方所作分析結果有分歧而以解决爭議为目的的分析。所用方法通常仍是采用原用的方法，但由技术更高的分析人員来进行，并应使用經過特別校驗的仪器和試剂，借以提高分析結果的可靠性。

一个样品中某組份的測定可以用不同的方法进行，但各种方法的准确度是不相同的，因此当用不同方法測定时，所得結果常不免有出入；即使采用同一种方法，如所用試剂、仪器規格不同，分析結果也不尽相同。为使同一样品中同一組份，不論是由何单位或任何具有合格分析技术水平的人員来做，所得分析結果都应在允許誤差范围以內，統一分析方法就有必要，这就要求規定一个十分准确可靠的方法作为标准分析方法，同时对进行分析的各种条件也应作出严格的規定。这样的标准方法世界各国都是由国家有关部門选定和批准并加以公布的。我国的标准分析方法是由国家科学技术委员会或各个主管部审核批准的。当然，标准方法也不是永久不变的，随着科学的发展，实验技术的改进，旧法就不断地由新法代替。

工业分析中的标准分析方法，大都注明它的允許誤差（或名公差），实际是此分析方法所允許的平行測定的絕對偏差。这些数值都是通过許多次分析实践，并将所得数值經過数学处理而制定出来的。生产上常用以作为判断分析結果合格与否的依据。一般規定两个平行測定結果的偏差不得超过方法的允許誤差的規定，否則須重新測定。例如，用燃烧-碘量法測定鋼鐵中的硫，

当硫含量在 0.02~0.05% 范围内，其允許誤差是 $\pm 0.004\%$ 。如果平行測定所得結果是 0.030% 和 0.039%，則必須重做；如果所得結果是 0.030% 和 0.036%，則取其算術平均值 0.033% 作为測定結果。

四、工业分析的学习方法和基本要求

学习任何一門知識都必須通过艰苦的劳动，認真的钻研，才能掌握得牢固，理解得透彻，真正地把知識学到手。

工业分析是一門实验課，实验时数占总学时的四分之三左右。通过本門課程的学习，主要掌握如何使用在分析化学中所学过的原理与方法来进行工业产品的分析，和一些工业分析中某些特殊的測定方法，所以在学习时应特別重視理論联系实际。为保证实验課进行得好，在学习时应特別注意实验前的預习工作。

每学习一个新的分析項目，应掌握分析原理、分析条件（如 pH 值、浓度、溫度、干扰的消除等等）及有关的計算。学习时必须联系每一方法中各反应物的重要特性和影响反应的因素，从而找出方法中的关键。

在实验課前，应当按照教材进行充分准备，明确每一实验的目的和要求，仔細研讀操作規程，明了每一操作步驟的意义和影响，抓住关键深入分析，对全盘实验情况能够了如指掌，然后才能胸有成竹地去进行实验。实验前应先制訂出实验計劃，如各个操作的先后安排，或交錯进行等都写入計劃，以便实验中能更好地有效利用時間，并可避免顧此失彼的情况。实验中注意观察、仔細思考，并作詳細記錄。操作时要严格遵守操作規程，对于个别情况要善于运用自己已有的成功經驗。实验后及时小結。将实验中所观察到的現象和所得到的結果与課堂上講授的理論联系起来思索进一步深入体会，把知識加以巩固和提高。实验时所保留的問題，通过自己思考、或查书或經過教师的輔導求得及时解决。最后作好实验报告。

通过課堂和实验环节，同学学习了各个典型分析方法之后，

一方面要掌握所学过的基础理論、基本知識和基本技能；另一方面还要求能做到举一反三；对化工生产中其它的一般分析方法，在自行閱讀給定資料后能理解其基本原理，抓住关键，独立进行分析。

复 习 題

1. 什么是工业分析？它与定量分析有什么不同之处？
2. 工业分析的分析方法按其生产上所起的作用应该如何分类？各类的特点为何？什么是国定标准方法？部頒标准方法？
3. 工业分析在祖国建設事业中起着什么作用？你打算怎样学好工业分析？

第二章 水的分析

第一节 概 論

一、天然水中所含杂质

水不但是人們生活中的必需品，而且在各种工业生产中也是不可缺少的，它的品质好坏对生产的影响很大。除雨水外的各种天然水都曾与地层岩石、土壤等接触，由于水的溶解作用溶解了各种物质：如无机盐类、有机物及气体等。含有这些杂质的水是否能供飲用或者能应用于某种工业的生产上，必須对这些杂质进行分析之后，方能确定。处理过的水是否符合要求，处理的效果怎样，也必須通过分析才能知道。通常說水的分析即是指水中杂质的分析。

天然水可分为雨水、地面水及地下水三类。其中以雨水較为純淨。它們各別含有的杂质如下：

雨水——氧、氮、二氧化碳、尘埃、微生物等。

地面水——少量可溶性盐（海水除外）、悬浮物、腐植物、微生物等。

地下水——主要是可溶性盐类，如鈣、鎂、鉀、鈉的碳酸盐、氯化物、硫酸盐、硝酸盐和硅酸盐等。

二、对工业用水水质的要求

不同的用途对水有不同的要求。对飲用水主要考虑它对人体健康的影响；对工业用水則考虑是否影响产品的质量或者易于損害容器及管道等。某些杂质可能在工业上应严格控制，而在飲用上并无妨碍。例如工业用水要求水中的 O_2 及 CO_2 含量低，以免

腐蚀金属管壁；但饮用水中， O_2 及 CO_2 的存在反而使水的味道清新凉爽。工业生产上不但需用大量的水，而且每种工业对于用水的水质都有自己的不同要求。

锅炉用水 要求含悬浮物少，以免堵塞管道；硬度低，以免形成锅垢； O_2 、 CO_2 少，以免腐蚀金属管壁及锅炉。

生产技术用水 指产品制造过程中作为处理与清洗产品用水。如纺织工业要求硬度低，硬度大会降低产品质量，并且难于染色；要求含铁、锰离子要极少，因为它们能使产品显出黄色锈斑。某些化学工业对水质的要求也特别高，如氯乙烯聚合反应要在不含任何杂质的水中进行等都是其例。

作为原料用水 如食品工业常用水来做原料，除须符合饮用水的标准外，还应符合它的特殊要求，例如啤酒酿造用水不允许含有过量 $CaSO_4$ ，否则妨碍麦芽发酵。

第二节 水 样 的 采 取

水的取样器可以用一容积为 2 升的无色细口带塞的玻璃瓶 1（图 2—1），装在金属框 2 中，框底附有铅块可以增加重量。当瓶沉入水中，其深度可以从瓶上牵引的绳子 3 上标注刻度看出。牵引瓶塞另有细绳 4，稍用力向上提起打开瓶塞，水即流入瓶中。取样瓶必须先洗净，再用水样洗涤 2~3 次后才能使用。

（一）井中取样 将瓶沉入水中 0.5~1 米深处，拔去瓶塞使水流入。

（二）小溪及河中取样 在靠近两岸及河中心的数点取样，深度

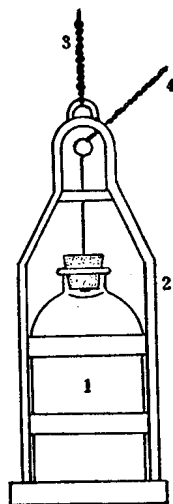


图 2—1 简易取样瓶
1—取样瓶；2—金属框子；
3—牵引绳子；4—牵瓶塞绳

为 0.75~1 米。

(三) **水龙头下取样** 先打开水龙头放水 10~15 分钟，再在水龙头上套上橡皮管，管的另一端插入取样瓶底，继续放水，俟瓶口溢出水经若干时间后，塞上瓶塞取去备用。

(四) **锅炉中取样** 须经冷凝器取水；开放旋塞放水 5 分钟后再取样。

取样完毕，塞好，用棉纱布包扎紧瓶颈，贴好标签，注明取样时间、地点、来源以及周围环境等。一般作全分析取样 0.5~1 升，部分测定取样 0.2~0.5 升。将瓶装在木箱中送至实验室。取样与开始分析所隔时间越少越好，久置水质易发生变化，普通规定时间为：

泉水·····	72 小时
清洁的江河水·····	48 小时
不清洁的江河水·····	12 小时
沟水·····	6 小时

测定溶解气体用的水样须用特殊方法采取，详见溶解氧的测定一节中。

第三节 水的分析项目及分析方法

实验室收到水样后，应知道水的来源及其用途，以决定分析项目。普通全分析项目有：外观、碱度、硬度、 Ca^{++} 、 Mg^{++} 、 Fe^{+++} (Fe^{++})、 Al_2O_3 、 O_2 、 CO_2 、 $\text{SO}_4^{=}$ 、 Cl^- 、 NH_4^+ 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 H_2S 、 SiO_2 、耗氧量、腐植酸盐、全固、悬浮物、溶解固体、灼烧残渣及 pH 值等。锅炉用水的分析项目有：碱度、硬度、 Cl^- 、 $\text{SO}_4^{=}$ 、pH、 SiO_2 、 O_2 、 CO_2 、发泡量及油质等。

水中溶解气体含量及 pH 值易于变化，应最先分析，最好能在现场进行。碱度、耗氧量、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 NH_4^+ 、 Fe^{+++} 、 Fe^{++} 等应在取样的当日测定完毕。总硬、 Cl^- 、 SiO_2 、溶解固体及悬浮物等项目的测定可以稍迟。全固、总铁、 $\text{SO}_4^{=}$ 等可以放在最后进行。

如水样太渾濁，可以靜置澄清，吸取上层清液进行測定，但全固、悬浮物項目除外。进行某些項目分析时，實驗室中不能同时进行有酸霧、 NH_3 、 CO_2 存在的試驗。

在水中成为离子状态存在的，分析結果用离子形式表示，即用每升水中含某离子的毫克数表示。在水中不离解或离解极微小而通常是胶体状态存在的化合物如 SiO_2 、 Al_2O_3 等，則用每升水中含此种氧化物的毫克数表示。溶解于水中的气体如 CO_2 、 H_2S 也用每升水中所含毫克数表示。硬度和碱度用每升水中所含毫克当量数表示。

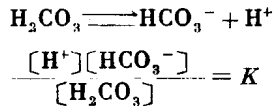
一、pH 值的測定（比色法）

pH 值是氢离子有效浓度的負对数，

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

当 $\text{pH}=7$ 时，溶液是中性； $\text{pH}<7$ 时是酸性； $\text{pH}>7$ 时是碱性。

天然水中的 pH 值与水中 H_2CO_3 、 HCO_3^- 、 $\text{CO}_3^{=}$ 的含量有关，按



K 为常数，故 $[\text{H}^+]$ 的大小与 $[\text{H}_2\text{CO}_3]$ 的大小成正比，与 $[\text{HCO}_3^-]$ 的大小成反比。因此水中含 CO_2 多时（即 H_2CO_3 生成量多时），pH 值小；相反，如含 CO_2 少时，則 pH 值大。不含溶解盐的水中，由于空气中 CO_2 的溶解，应呈弱酸性，如蒸餾水中因溶有 CO_2 ， $\text{pH}=5.7$ 。

水的 pH 值小于 7 时能腐蝕金属管壁，严重时甚至引起管道鍋炉的爆炸，故須測定。測定方法有电位法和比色法，前者比較精确，后者簡單迅速。一般常用比色法，惟对污水測定时則用电位法。

1. 用比色法測 pH 值的原理在定量分析中，已知酸硷指示剂可以看作是离子状态和分子状态具有不同顏色的弱有机酸或弱