

中等专业学校试用教材



工业分析

泸州化工专科学校编写

张家驹 主编

化学工业出版社

内 容 提 要

本教材共分十二章,包括工业分析样品的采取与制备,水、煤、气体、硅酸盐、肥料、石油产品、硫酸、钢铁、有机农药等的工业分析检验,以及水与大气污染的分析等环境保护检测内容。书中选用了国家标准与部颁标准中一部分有教学意义的分析方法。

本教材可供化工中等专业学校工业分析专业及其它专业使用,也可供有关厂矿业余教学参考。

中等专业学校试用教材

工 业 分 析

泸州化工专科学校 编写

张家驹 主编

*

化学工业出版社出版发行

(北京和平门七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ 印张10字数228千字印数1-11,000

1982年2月北京第1版1982年2月北京第1次印刷

统一书号15063·3327(K·262)定价0.80元

前 言

化工分析专业《工业分析》试用教材的编写依据是, 1978年3月化工部泸州教材工作会议制订的化工中专分析专业教学计划; 1978年6月化工中专教材编写大纲南宁会议讨论通过的工业分析编写大纲; 1978年11月由泸州化工专科学校, 北京化工学校, 安徽化工学校组成北京审稿会的审查意见; 1979年11月化工中专化工分析专业二年制教学计划北京讨论会五所学校关于工业分析教材的意见。

在编写过程中, 编者力求结合生产实际和学生实际, 叙述力求深入浅出, 围绕先行课程中已经学过的基础知识, 进一步讨论这些知识在生产实际中的综合应用。学生通过本课程的学习, 应能较灵活、正确地运用分析化学基础理论和实验技术解决生产实际问题。

本教材包括样品的采取和制备, 水、煤、气体、硅酸盐、肥料、石油产品、硫酸、钢铁、有机农药、水及大气污染等的分析检验。主要选用了国家标准或部标准中规定的一部分有教学意义的分析或检验方法, 同时还介绍了一些生产中行之有效的方法。

因缺乏有关素材, 本教材暂未编入复习思考题或练习题。希望广大同志共同努力, 在使用本教材的教学实践过稿中, 注意收集这方面的资料, 总结这方面的经验, 待修订时采用。

本教材由泸州化工专科学校张家驹同志编写, 经泸州化工专科学校宁永钦等同志校阅, 部分内容曾在泸州化工专科学校

中专分析专业试用。

由于时间仓促，限于编者水平，特别是编者根据自己的教学和生产实践，对某些内容所作的增补、删减或改动，可能有许多不妥或错误。请读者批评指正。

编者

1980年3月

目 录

前言

第一章 绪论1

第一节 工业分析的任务1

第二节 工业分析的特点和方法1

第二章 试样的采取和制备4

第一节 试样的采取4

一、固态物料的采样4

二、液态物料的采样9

三、气态物料的采样11

第二节 试样的制备16

一、破碎及掺合16

二、缩分16

三、过筛18

第三章 水的分析20

第一节 概述20

第二节 水的分析20

一、pH值的测定21

二、碱度的测定24

三、硬度的测定29

四、总铁量的测定33

五、溶解氧的测定36

第四章 煤和焦炭的分析40

第一节 概述40

第二节 煤或焦炭样品的制备43

第三节 煤或焦炭的工业分析44

一、水分的测定	44
二、灰分的测定	50
三、挥发分产率的测定	52
四、固定碳含量的计算	55
五、硫的测定	55
六、不同基准分析结果的换算	59
第四节 发热量的测定	60
一、发热量的测定	61
二、由工业分析结果计算发热量	73
第五章 气体的分析	77
第一节 概述	77
第二节 气体的化学分析法	79
一、吸收法	79
二、燃烧法	85
第三节 气体分析的仪器	93
一、量气管	93
二、吸收瓶	96
三、燃烧管	97
四、梳形管及旋塞	99
第四节 煤气或半水煤气的分析	99
一、化学分析法	99
二、气相色谱分析法	105
第六章 硅酸盐的分析	111
第一节 概述	111
第二节 水分及灼烧减量的测定	112
一、吸附水分的测定	113
二、灼烧减量的测定	113
第三节 硅酸盐的碱熔快速系统分析法	114
一、样品的分解及二氧化硅的测定	114

二、三氧化二铁的测定	119
三、二氧化钛的测定	122
四、三氧化二铝的测定	124
五、氧化钙的测定	128
六、氧化镁的测定	129
七、氧化钾的测定	131
八、氧化钠的测定	134
第七章 肥料的分析	137
第一节 氮肥的分析	137
一、概述	137
二、碳酸氢铵的质量检验	139
三、尿素的质量检验	142
第二节 磷肥的分析	151
一、概述	151
二、分析用溶液的制备	154
三、磷矿石中全磷量的测定	159
四、过磷酸钙的分析	167
五、钙镁磷肥的分析	171
第三节 钾肥的分析	173
第八章 石油产品的检验	176
第一节 概述	176
第二节 馏程的测定	177
第三节 密度的测定	181
一、密度计法	182
二、比重瓶法	183
第四节 粘度的测定	185
一、运动粘度的测定	186
二、条件粘度的测定	189
第五节 闪点和燃点的测定	191

一、闭口杯法	192
二、开口杯法	193
第六节 水分的测定	195
第九章 硫酸生产的分析检验	196
第一节 概述	196
第二节 硫铁矿或炉渣中硫的测定	197
一、有效硫的测定	197
二、总硫的测定	201
第三节 气体中二氧化硫、三氧化硫的测定	204
一、气体中二氧化硫的测定	204
二、气体中三氧化硫的测定	207
第四节 成品硫酸的质量检验	210
一、硫酸的测定	210
二、发烟硫酸中游离硫酸酐的测定	211
三、氮的氧化物的测定	212
四、灼烧残渣的测定	214
五、铁的测定	215
六、砷的测定	216
七、浊度的测定	218
八、色度的测定	219
第十章 钢铁的分析	221
第一节 概述	221
第二节 总碳的测定	224
第三节 硫的测定	233
第四节 锰的测定	241
第五节 硅的测定	246
第六节 磷的测定	249
第七节 钢铁中锰、硅、磷的快速测定	253
第十一章 有机农药的质量检验	258

一、敌百虫	258
二、对硫磷	261
三、毒杀芬	266
四、代森锌	268
五、乙酸苯汞及氯化乙基汞	270
第十二章 水及大气污染的检验	273
第一节 概述	273
第二节 水质污染的检验	274
一、样品的采取和保存	275
二、化学耗氧量的测定	276
三、氰化物的测定	279
四、酚类化合物的测定	282
五、铅的测定	286
六、铬的测定	289
第三节 大气污染的检验	290
一、样品的采集与处理	291
二、二氧化硫的测定	292
三、二氧化氮的测定	297
四、氟化氢的测定	300
附录	302
1. 煤或焦炭分析中的名词符号对照表	302
2. 玛瑙乳钵使用规则	302
3. 铂器皿使用规则	302
4. 气体容量法测定钢铁中总碳量的温度压力校正系数表	304
5. 其它材料坩埚的使用规则	308
6. 原子量表	309

第一章 绪 论

第一节 工业分析的任务

工业分析是分析化学在工业生产上的应用。工业分析的任务是研究工业生产中的原料、辅助材料、中间产品、最终产品、副产品以及生产过程中各种废物的组成的分析检验方法。通过工业分析才能评定原料和产品的质量，检查工艺过程是否正常。从而做到正确组织生产，最合理的使用原料、燃料，及时发现生产缺陷，减少废品，提高产品质量。因此，工业分析有指导和促进生产的作用，是国民经济的许多生产部门中不可缺少的生产检验手段。

第二节 工业分析的特点和方法

工业生产和工业产品的性质决定了工业分析有许多特点。

首先是工业物料不是纯净的。因此，在研究和选择工业分析方法时，必须考虑到杂质的干扰，在分析过程中应消除这种干扰。

其次，工业物料的数量往往是以千、万吨计，而且是不均匀的。但是分析样品却仅仅是其中的很小部分。因此，正确采取能够代表全部物料的平均组成的少量样品，是工业分析的重要环节。

分析要求准确的分析结果。但是在生产条件下，完成分析的速度却极为重要。对于工业分析的要求是能符合生产需要、

快速简便，不一定要达到分析化学可能达到的最高准确度。

此外，分析一般是在溶液中进行。但是工业物料却不是都很容易溶解的。因此，在工业分析中，如何制备分析溶液，是一个复杂的问题。

总之，分析化学的发展，必须和生产紧密联系。工业分析工作者的责任首先是正确地选用适当的分析方法，并研究更先进、更完善的分析方法。使分析化学充分发挥服务于生产的作用，不断迅速发展前进。

工业分析的方法是根据生产需要和实践拟定的，常常是许多分析方法的综合应用。其中化学分析法是比较成熟的最通用的方法。利用物质的物理-化学性质的物理-化学分析法，例如比色分析、浊度分析、电位分析、电导分析、电解分析、极谱分析和利用物质的物理性质的折射分析、偏光分析、光谱分析及密度、沸点、熔点、粘度、表面张力的测定等在工业分析中也被普遍应用。近年来飞速发展起来的，得到广泛应用的各种色谱分析法，则是综合应用物质的化学性质、物理性质及物理化学性质的一例。

由大量分析检验的科学研究及生产实践说明。必须把化学的、物理的和物理化学的分析检验方法取长补短、互相补充、配合应用，才能作到深入地、全面地了解物质的性质或特征。但是，要作到简便而快速地获得准确度高、重现性好的分析检验结果，则各种分析检验方法过程的自动化，是分析检验工作者必须努力实现的。因此，工业分析实际上并不仅限于分析化学，而是许多种科学手段在生产中的综合应用。所以要求工业分析工作者有较广泛的科学技术知识。

工业分析的方法，还可以按完成分析的时间和所起作用的不同，分为快速分析法和标准分析法。

快速分析法，主要用于控制生产工艺过程中的关键部位。要求能迅速得到分析数据。对于准确度则可以视生产的要求不同而适当降低。快速分析法多用于车间生产控制分析。

标准分析法的分析结果是进行工艺计算、财务核算及评定产品质量的依据。因此，要求有较高的准确度，完成分析工作的时间容许适当地长些。标准分析法主要用于测定原料、半成品、成品的化学组成，也用于校核或仲裁分析。这种分析工作通常在中心试验室进行。

标准分析法由国家科学技术委员会或有关主管业务的部、委审核、批准并作为“法律”公布施行。前者称为国家标准（代号为GB）；后者称为部颁标准，例如化工部颁标准（代号为HG），石油部颁标准（代号为SY）等。此外，也允许有地方或企业标准，但是只能在一定的范围内有效。

标准分析法不是永恒不变的，而是随着科学的发展、技术的革新而改变，旧方法不断地被新方法代替。新标准公布后，旧标准即应作废。

标准分析法都注明有允许误差（或公差）。公差是某分析方法所允许的平行测定间的绝对偏差。这些数值都是将多次分析实践的数据经过数学处理而确定的。在生产实际中必须以公差作为判断分析结果是否合格的依据，两次平行测定数据的偏差不得超过方法的允许误差，否则必须重新测定。例如，艾士卡法测定煤中总硫量。标准规定当含硫量为1~4%时，允许误差为0.10%。如果实际测得数据分别为2.56%及2.80%，其算术平均值为2.68%，与测得值之差为0.12%，已经超过允许误差，必须重新测定。但是如果测得数据分别为2.56%及2.74%，其算术平均值为2.65%，与测得值之差为0.09%，此值小于允许误差，则测定数据有效。可以取其算术平均值做为测定结果。

第二章 试样的采取和制备

第一节 试样的采取

工业分析的主要目的是测定大量（通常是几百吨甚至几千吨）工业物料的平均组成。但是实际进行分析的物料却又只能是其中的很小一部分。显然，这很小一部分物料必须具有能够代表大量物料、即和大量物料有极为相近的平均组成。否则，尽管分析工作如何精密、准确，但是分析结果却不足以代表大量物料，分析是没有意义的，甚至会把生产引入歧途，造成严重的生产事故。这很小一部分进行分析的物料，在分析工作中称为“平均试样”。正确采取平均试样是工业分析工作中的重要环节，是保证分析结果正确无误的前提条件。平均试样必须分别不同情况，严格按照一定的规程采取。

一、固态物料的采样

工业生产的固态产品，一般比较均匀，采样工作比较简单。但是，自然矿物则不均匀，有时甚至很不均匀。因此，采取自然矿物的平均试样，比较困难。本教材将参照国家标准（GB475-77）“商品煤样采取方法”，着重综合讨论采取不均匀固态物料平均试样的一般原则及方法。

（一）采样工具

由运输皮带、链板运输机等物流中采样时，大都是使用机械化自动采样器，定时、定量连续采样。由运输工具或物料堆中用人工采样时，则通常是使用长约300毫米，宽250毫米的

舌形铁铲，要求能一次在一个采样点取足规定数量的物料。

（二）子样、原始平均试样及分析化验单位

在规定的采样点采取的规定量物料称为“子样”（或小样、分样）。合并所有的子样称为“原始平均试样”。

应采取一个原始平均试样的物料总量，称为“分析化验单位”。在物料流或运输工具中采样时，通常是按物料的种类，分用户或单位时间（一般为一天）内的发运量计算。例如规定商品煤 1000 ± 100 吨为一个分析化验单位。在煤堆中采样时，则以一天内的实际发运量或报验数量为一个分析化验单位。

从每一个分析化验单位中采样时，应采取子样的最少数目和每个子样的最小重量，是根据物料中杂质含量的高低、物料的颗粒度及物料的总量决定的。一般是物料中杂质的含量愈高、颗粒度愈大，则采取子样的最少数目及最小重量也相应地增大。如果按实际发运量或报验数量采样，则除上述原则外，物料的总量愈多，采样量也愈大。但是不论那种情况，其增量的幅度都是逐渐减小而不是正比例地增大。

（三）物料流中采样

从物料流中采样时，应该于确定子样数目后，根据物料流量的大小及有效流过时间，均匀分布采样时间，调整采样器工作条件，一次横截物料流的断面采取一个子样。在横截皮带输送机采样时，采样器必须紧贴皮带，不允许悬空铲取样品。也可以分两次或三次采取一个子样，但是必须按左、中、右的顺序进行，采样的部位不得交错重复。对于商品煤，采取子样的数目，应根据计划灰分，分别按表 2-1 及表 2-2 的规定确定。如果分析化验单位不足 1000 吨时，子样数目可以根据实际发运量，按比例减少。但是不得少于 5 个，每个子样的重量不得少于 5 公斤。

表 2-1 原煤 (包括筛选煤)

灰分, %	10	10~15	15~20	20~25	>25
子样数目, 个	15	25	45	65	85

表 2-2 洗煤产品

灰分, %	<15	15~30	>30
子样数目, 个	50	60	80

(四) 运输工具中采样

由火车中采样时, 每个分析化验单位应采取子样数目, 按产品计划灰分和车皮容量确定。

对于灰分含量小于或等于20%的商品煤, 不论车皮容量大小, 均按图 2-1 所示, 沿斜线方向采取三个子样; 对于灰分含量大于20%的商品煤, 则按车皮的容量确定。当车皮容量为30吨时 (包括30吨以下的) 仍按图 2-1 所示, 沿斜线方向采取三个子样。当车皮容量为40吨或50吨 (包括50吨以上) 时, 则按图 2-2及图2-3所示, 沿斜线方向采取四或五个子样。

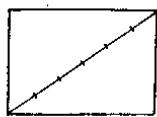
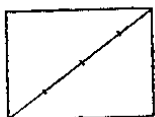
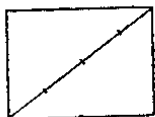


图 2-1 三点采样部位 图 2-2 四点采样部位 图 2-3 五点采样部位

斜线的始末两点距离车角为1米, 其余各点应平均分布于

留下的斜线上。各车皮的斜线方向应一致。

商品煤装车后，应立即从煤的表面采样。但是如果用户需要核对时，可以挖坑至0.4米以下采样。

每个子样的最小重量，应根据煤的最大粒度，按表 2-3 规定确定。如果一次采出的样品重量不足规定的最小重量时，可以在原处再采取一次，与第一次采取的合并为一个子样。

表 2-3 商品煤粒度与采样量对照表

商品煤最大粒度，毫米	0~25	25~50	50~100	>100或原煤
每个子样最小重量，公斤	1	2	4	5

如果商品煤中，粒度大于 150 毫米的块（包括矸石、硫铁矿）超过5%时。除在该点按表2-3规定采取子样外，还应该将该点内大于 150 毫米的块采出，并破碎后用四分法缩分，取出不少于 5 公斤并入该点子样内。

从汽车、马车或矿车中采样的原则及方法和上述从火车中采样相同。但是，因为汽车等容积较小，每一个分析化验单位的商品煤可装的车数远远比应采取的子样数目为多，所以不能由每个车中采取子样。在这种情况下，一般是将所应采取的子样数目平均分配于一个分析化验单位的商品煤所装的车中，每隔若干车采取一个子样。例如，有商品原煤 900 吨，计划灰分为14%。如果汽车的载运量为 4 吨，应装 225 车，按规定应采子样数目为25个，所以应该是每 $225 \div 25 = 9$ 车，即每隔 8 车采取子样一个。

（五）物料堆中采样

从商品煤堆中采样时，子样数目按表2-4及表2-5规定计算确定。

表 2-4 灰分小于20%

批 量	单 位, 千吨									
	≤1	1~2	2~3	3~4	4~5	5~6	6~7	7~8	8~9	9~10
应采子样数目, 个	40	55	75	80	90	100	105	110	120	130

表 2-5 灰分大于20%

批 量	单 位, 千 吨									
	≤1	1~2	2~3	3~4	4~5	5~6	6~7	7~8	8~9	9~10
应采子样数目, 个	80	110	140	160	180	200	210	230	240	250

然后根据煤堆的不同形状, 将子样数目均匀分布在顶、腰、底的部位上, 底部应距地面 0.5 米。采样时, 先除去表层 0.1 米, 然后, 在每个采样点上挖深度为 0.3 米的坑, 在采样坑的底部, 沿和煤堆表面垂直的方向采取子样。每个子样的最小重量为 5 公斤。

工业生产的固态产品, 一般比较均匀。但是, 在贮存或运输过程中, 可能受外界影响; 有的则可能由于较易分解或潮解, 以致表、里的组成不完全一致。因此, 同样必须严格按照一定的规程采样。

通常工业产品都使用袋(或桶)包装, 每一袋(或桶)称为一件。和前述确定采样点数目的意义一样, 对于工业产品也规定抽取件数。例如, 对于袋装化学肥料, 通常规定

50件以内	抽取 5 件;
51~100件	每增10件, 加取 1 件;
101~500件	每增50件, 加取 2 件;
501~1000件	每增100件, 加取 2 件;