



化工技工学校试用教材

化 工 分 析

兰州化工技工学校

吴维瑜 编

化学工业出版社

内 容 提 要

本书是根据技工学校化工工艺专业“化工分析教学大纲(草案)”编写的,内容符合化工技工学校教学大纲的要求。理论阐述简明扼要、通俗易懂,重点是运用基本理论解决化工分析中的实际问题;突出了各种分析方法在化工分析中的具体应用。体现了技工教育的特点。

书中介绍了化工分析中常用的化学分析和仪器分析方法,全书有十章,包括绪论、滴定分析(中和滴定法、氧化还原滴定法、络合滴定法、沉淀滴定法等)、重量分析、气体分析、比色分析、气相色谱分析等。每章后都有复习题与练习题,有些习题选用了化工生产中的实际分析数据。书中还有实验部分,内容大多选用的是化工生产上中在原料、中间产物和成品检验方面成熟的、具有代表性的分析项目。

本书主要供化工技工学校有机、无机工艺专业教学使用,也可作为化工工人和初级分析工的业余教学用书及从事化工生产、分析及管理人员的参考书。

化工技工学校试用教材

化 工 分 析

兰州化工技工学校

吴维瑜 编

责任编辑:张文虎

封面设计:许立

*

化学工业出版社出版

(北京和平里七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

*

开本 $787 \times 1092^{1/32}$ 印张 $10^{3/4}$ 字数236千字印数1-32,170

1985年12月北京第1版1985年12月北京第1次印刷

统一书号15063·3777(K-290)定价1.35元

前 言

本书是根据一九八二年八月化学工业部技工学校有机专业教材编写会议上制定的化工工艺专业“化工分析教学大纲(草案)”及“化工分析教材编写大纲”编写的。书中所选素材,可供化工技工学校有机工艺和无机工艺专业教学使用;也可作为化工工人及初级分析工的培训教材;同时,还可作为从事化工生产、化工分析及化工管理人员的参考书。

“化工分析”是培养化工操作技术工人的一门必修课。目的是使学生掌握一定的化工分析的基本知识、基本理论和基本技能,为毕业后更好地从事化工操作打下基础。根据教学大纲的要求,教材以定量分析的基本理论为基础,重点介绍化工分析中常用的分析方法。在编写过程中,尽量照顾本学科的系统性、逻辑性和科学性。与同类中专教材相比,分析理论的阐述简明扼要,重点是运用这些基本理论解决化工分析中的具体分析问题。因此,书中结合生产的例子较多,操作方法叙述较详细,注意理论联系实际,尽快使理论知识转化为技能。并且,根据学生的知识水平,叙述力求深入浅出、通俗易懂,以利达到技工教育的目的。

考虑到本书为有机工艺和无机工艺专业的通用教材,在取材上适当地兼顾了两个专业的需要。全书分为十章,分别介绍了化学分析和仪器分析的基本分析方法。由于专业不同,对教学内容上的要求也不同,各校可根据自己的实际情况,酌情取舍。

本书是在化学工业部化工技工学校有机专业教材编审委员会领导下，由兰州化工技工学校吴维瑜编写定稿的。北京化工技工学校张莹主审，四川化工厂技工学校高仕荣、兰州化工技工学校王庶荣、陕西省兴平化工技工学校周士超、天津有机公司技工学校梁士彪、吉林四平联合化工厂技工学校张秀清等同志对本书进行了审议。

书中虽然较多地选用了化工生产中分析的实际例子，但是由于编者水平所限，实践经验不足，不妥和错误之处在所难免，殷切地希望使用此书的同志批评指正。

编者

1984年12月

目 录

第一章 绪论	1
第一节 化工分析在化工生产中的意义	1
第二节 化工分析方法分类	2
一、化学分析法	2
二、仪器分析法	3
第三节 试样的采取及制备	4
一、试样的采取	4
二、试样的制备	10
第四节 分析误差及数据处理	11
一、误差的来源及减免方法	11
二、误差的表示方法	14
三、有效数字及其运算规则	17
复习题	21
练习题	21
第二章 滴定分析法总论	23
第一节 概述	23
一、滴定分析法及其分类	23
二、适合滴定分析法的化学反应应具备的条件	24
三、滴定分析法的滴定方式	24
第二节 物质的克当量	26
一、酸碱反应中物质克当量的确定方法	26
二、氧化还原反应中物质克当量的确定方法	28
三、克当量数和毫克当量数	30

第三节 溶液浓度的表示方法及计算	31
一、溶液的浓度	31
二、溶液浓度的计算	34
第四节 标准溶液	37
一、标准溶液的浓度	37
二、标准溶液的制备	38
第五节 滴定分析结果的表示方法及计算	40
一、被测物质重量百分含量的计算	40
二、单位体积试样中, 被测物质重量含量的计算	42
三、单位体积试样中, 被测物质毫克当量数的计算	43
第六节 滴定分析仪器及其使用	45
一、滴定管	45
二、移液管、吸量管	50
三、容量瓶	52
四、容量器皿的校准	54
复习题	55
练习题	55
第三章 中和滴定法	57
第一节 概述	57
第二节 酸碱指示剂	57
一、指示剂的特性及变色原理	57
二、常用的酸碱指示剂	59
第三节 滴定曲线及指示剂的选择	62
一、强碱滴定强酸 (或强酸滴定强碱)	62
二、强碱滴定弱酸 (或强酸滴定弱碱)	68
第四节 中和滴定法的应用	71
一、混合碱的测定	71
二、工业甲醛中甲醛及游离酸含量的测定	77
复习题	78

练习题	78
第四章 氧化还原滴定法	81
第一节 概述	81
第二节 氧化还原滴定法的基本原理	82
一、电极电位	82
二、氧化还原滴定曲线	83
三、氧化还原滴定指示剂	87
第三节 常用的氧化还原滴定法	89
一、高锰酸钾法	89
二、重铬酸钾法	90
三、碘量法	92
第四节 氧化还原滴定法的应用	97
一、高锰酸钾法的应用	97
二、重铬酸钾法的应用	98
三、碘量法的应用	99
四、物质中微量水分的测定——卡尔·费休尔法	102
复习题	105
练习题	105
第五章 络合滴定法	107
第一节 概述	107
第二节 EDTA 络合滴定法	103
一、EDTA的性质	109
二、酸度对EDTA络合滴定的影响	110
第三节 络合滴定的指示剂	112
一、金属指示剂的性质及作用原理	113
二、金属指示剂必须具备的条件	115
第四节 络合滴定法的应用	115
一、工业硫酸铝中铝含量的测定	115
二、水的总硬度测定	117

复习题	119
练习题	119
第六章 沉淀滴定法	121
第一节 概述	121
第二节 莫尔法	122
一、基本原理	122
二、滴定条件	123
三、应用范围	124
复习题	125
练习题	125
第七章 重量分析法	126
第一节 气化法	126
一、气化失重法	127
二、吸收剂增重法	127
第二节 沉淀法	128
一、沉淀法的计算	129
二、沉淀法的操作技术	132
复习题	138
练习题	138
第八章 气体分析	140
第一节 概述	140
一、气体分析的特点	140
二、气体分析的分类	141
第二节 常量气体分析法	141
一、吸收法	142
二、燃烧法	145
三、气体分析仪器	153
第三节 微量气体分析法	161
一、化学法	162

二、量热法	164
复习题	166
练习题	166
第九章 比色分析法	168
第一节 概述	168
第二节 基本原理	169
一、有色物质对光的吸收	169
二、光吸收定律	173
第三节 显色反应	175
一、显色反应	175
二、显色剂	176
第四节 比色分析的方法	177
一、目视比色法	177
二、光电比色法	180
三、分光光度法	184
四、光电比色法及分光光度法分析结果的计算	187
复习题	188
练习题	189
第十章 气相色谱法	191
第一节 概述	191
一、色谱法	191
二、色谱法的分类	192
三、气相色谱仪的构成	193
四、气相色谱分析的流程和色谱图	194
五、气相色谱法的特点及应用	196
第二节 色谱柱	198
一、色谱柱的分离原理	198
二、气固色谱柱的固定相	201
三、气液色谱柱的固定相	201

第三节 检测器	207
一、热导检测器的基本结构和原理	207
二、测量线路	208
三、工作条件的选择	211
第四节 定性及定量方法	211
一、定性分析方法	212
二、定量分析方法	213
第五节 气相色谱分析的操作	225
一、分离条件的选择	226
二、色谱柱的制备	228
三、色谱仪使用步骤	230
复习题	231
练习题	232
实验部分	234
实验1-1 分析天平	234
实验1-2 分析天平的称量练习	244
实验2-1 滴定分析仪器的洗涤及使用练习	246
实验3-1 酸、碱溶液的标定	251
实验3-2 氢氧化钠、碳酸钠混合碱的测定	253
实验3-3 冰醋酸中总酸含量的测定	256
实验3-4 工业甲醛中甲醛及游离酸含量的测定	257
实验3-5 尿素中氮含量的测定	260
实验4-1 硫代硫酸钠标准溶液的标定	263
实验4-2 苯酚纯度的测定	266
实验4-3 醋酸铜氨液中总铜的测定	269
实验4-4 工业双氧水中过氧化氢含量的测定	271
实验5-1 工业用水中总硬度的测定	273
实验6-1 工业用水中氯含量的测定	275
实验7-1 煤中的分析水分、挥发分、灰分的测定	278

实验8-1 烟道气的分析	282
实验8-2 半水煤气的全分析	288
实验8-3 安全动火分析	295
实验9-1 工业废水中微量酚的测定	299
实验9-2 工业纯碱中铁含量的测定 (磺基水杨酸法)	303
实验9-3 工业用水中铁含量的测定 (邻菲罗啉法)	307
实验10-1 半水煤气的分析 (色谱法)	310
实验10-2 乙醇中少量水分的测定	314
实验10-3 苯、甲苯、乙苯、二甲苯混合物的分析	316
附录	319
一、试剂溶液的制备	319
二、强酸、强碱、氨水的百分浓度与比重及当量浓度 (N) 的对照表	322
三、EDTA与金属离子形成的络合物的稳定常数	325
四、热导检测器的相对响应值和相对校正因子	325
五、化合物的式量表	328
六、国际原子量表 (1979年)	332

第一章 绪 论

第一节 化工分析在化工生产中的意义

化工分析是分析化学在化工生产上的应用。

分析化学是研究物质组成的测定方法及其基本原理的一门学科。根据任务的不同，它可分为定性分析和定量分析。定性分析用来确定物质中含有哪些组分，即鉴定物质是由何种元素、离子或有机官能团所组成。定量分析则是用来确定物质中各组分的相对含量。

一般地说，在化工生产过程中，各种物料的基本组成是已知的，只需要对原料、产品、生产过程的各种中间产物以及常用的其它物料（如燃料、水……）进行及时准确地定量分析。由此可见，化工分析是应用定量分析的基本理论和方法，解决化工生产过程中物料分析问题的一门学科。

化工分析是生产的耳目，起着指导生产的作用，在化工生产中具有十分重要的意义：

a. 通过对原料、中间产物及产品质量的分析，检验工艺过程是否正常，从而减少废品和次品，为优质高产服务。

b. 通过对燃料、原料等物质的分析，可减少物料消耗及动力消耗，从而降低成本，为提高经济效益服务。

c. 通过对化工生产过程中排放的三废物料、泄漏物质的分析及安全动火分析，可有效地保护环境卫生，消除事故隐患，避免着火、爆炸事故的发生，从而保障职工及设备的安全，为文明生产服务。

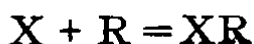
为得到合格的化工产品，化工生产过程中的物料组成及其变化情况是化工操作人员应该关注的问题。现在有些化工操作岗位的控制分析是由工艺操作人员兼任的，随着自动化技术的发展，这种兼管现象将日趋增加。同时，国家对技术工人的知识和技术水平也有一定要求。因此化工操作人员，不但要学好化工生产的基础理论，掌握好化工工艺技术，还应熟悉化工分析等方面的基本知识和基本技能。在学习化工分析时，要注意树立“量”的概念，为生产提供准确的数据。总之，为了成为合格的化工技术工人，促进化工生产迅速发展，认真学好化工分析这门学科是完全必要的。

第二节 化工分析方法分类

在化工生产中常用的定量分析方法，可以分为两大类，即化学分析法和仪器分析法。

一、化学分析法

化学分析法是以能定量地完成某化学反应为基础的分析方法。它是使被测组分在溶液中与试剂作用，由生成物的量或消耗试剂的量来确定组分含量的方法。其化学方程式为



式中 X——被测组分；

R——试剂；

XR——生成物。

根据在化学反应中，反应物或生成物的各种性质，如难溶性、难离解性、挥发性等特点，可采取不同的方法进行测定。因此，化学分析法又分为

a. 滴定分析法 如中和滴定法、氧化还原滴定法、络

合滴定法、沉淀滴定法等。

b. 重量分析法 如气化法、沉淀法等。

化学分析法一般适用于常量分析，不适宜测定含量过低的物质。

二、仪器分析法

仪器分析法是以物质的物理性质或物理化学性质（如颜色、光谱、电导率、溶解度、吸附性、放射性、折光率等）为基础的分析方法。这类方法一般需要较复杂的精密仪器，所以称为仪器分析法。常用的仪器分析法有：

a. 电化学分析法 如电导法、电位法、库仑分析法等。

b. 光学分析法 如比色分析法、光谱分析法等。

c. 色谱分析法 如气相色谱法、高压液相色谱法等。

仪器分析法灵敏度高，分析速度快，适用于微量组分分析，能完成许多化学分析不能解决的分析任务，但仪器设备一般比较精密复杂，价格较高。

随着科学技术和生产水平的迅速发展，对分析方法不断提出更高更新的要求，特别是石油化工的飞跃发展，促进了分析方法的不断改进。有些经典的化学分析法，已被仪器分析所代替。目前化工分析正向着仪器化、自动化的方向发展。尽管如此，仪器分析仍不能完全代替化学分析，因为在仪器分析法中，关于试样的处理，方法准确度的校验等都要用到化学分析法，故化学分析法仍然是其它分析方法的基础。所以，化学分析法和仪器分析法必须互相配合，互相补充，以在分析过程中达到灵敏、准确、简便、快速的分析要求。

第三节 试样的采取及制备

一、试样的采取

化工分析的主要目的是测定化工生产中的原料、中间产物、成品等大量物料中各组分的相对含量。但是，实际进行分析的物料却又只能是其中的很小一部分，这很小一部分物料应具有代表性。否则尽管分析工作怎样精密、准确，但结果不能代表其大量物料，分析是没有意义的，甚至会把生产引入歧途，造成严重的后果。这一小部分有代表性的，用来进行分析的物料，我们称为“平均试样”。正确采取平均试样是得到可靠分析结果的重要环节。由于物料存在的状态不同，所以采样的方法也不同。在国家标准和部颁标准中，对各种物料的采样都有明确规定，分析工作者在采样时，必须严格执行。

1. 固体物料的采样

固体物料可分自然矿物和工业产品两大类。自然矿物的粒度和化学组成不很均匀，采样工作比较困难。而化工产品的粒度和化学组成较为均匀，采样工作比较简单。在采取试样时，应根据被测物料总量和包装、堆积方式的不同，按检验标准确定取样点数目和具体取样点，然后用取样工具在每一取样点采取试样。将全部试样充分混合均匀，就得到原始平均试样。

另外，某些固体物料在贮存或运输过程中，可能受到外界因素的影响而变质，如吸潮、风化、分解、氧化等，使袋（或桶）表面的物料与内部物料的组成不完全一致，在采样时要特别注意这一点。

从袋中采取小颗粒或粉末状物料样品时，通常使用取样钻（图1-1）。取样钻为长约750毫米，外径约18毫米的不锈钢管或铜管。一端有“T”形（或直形）金属（或木）柄。距柄端约50毫米处开始，沿着管长方向至另一端有一宽约12毫米的槽口。尖端是一斜度约30度的角锥，以增强钻入强度并防止抽出时钻内的松散物料流出槽口。采样时，将取样钻由包装袋的一角斜插，进入袋内相对的另一角（或桶中），旋转180度后，抽出，再刮出槽中的物料。

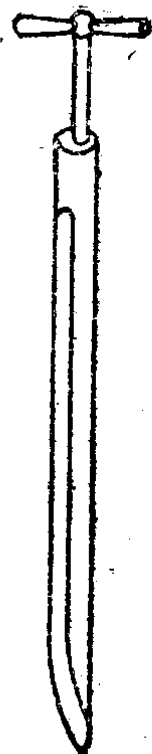


图 1-1 取样钻

2. 液态物料的采样

液态物料一般比较均匀，较易采取平均试样。对于静止的液体，应在不同部位采样；对于流动的液体，则应在不同的时间采样，然后混合而成平均试样。在大贮槽中采样一般使用玻璃瓶，也可以使用特制的金属采样器。对有腐蚀性的物料，应使用不受物料腐蚀的取样工具，可用玻璃瓶或陶瓷器皿。采样时，一般在容器内由液面至容器底部直接采取混合试样。如果自槽车中采样，根据槽车的数量、体积按分析法中的规定可每车采一份试样，也可以抽车采样，但每份试样不能少于500毫升。自小贮存器中采样时，取样工具多用直径约20毫米的长玻璃管或虹吸管采取。采取件数一般规定为总件数的2~5%，件数少时不得少于2件。

对于输送管道中流动的液态物料，用装在输送管道上的取样阀采样。根据规定，每间隔一定时间，打开阀门，先弃

去最初流出的液体，然后采样。

3. 气体物料的采样

气体由于质轻，易流动，易扩散，比较容易混匀，但也容易混入杂质，特别是气体存在的形式不同而使采样复杂化。如：

气体存在的状态	{	静态气体	{	正压气体
		动态气体		常压气体
				负压气体

由于气体存在的状态不同、压力不同，采样的方法也不同。在化工生产中，为了采样方便，并使试样具有代表性，在生产装置上都设有气体取样装置，用一定的方法采样。

(1) 静态气体的采样

从容器中采取气体试样时，可在该容器上安装一取样阀，再用橡皮管将取样阀与取样器相连接。开启取样阀后，气体试样可借助本身压力或抽吸等方法进入取样器或直接进入气体分析器。

(2) 动态气体的采样

从管路中采取气体试样时，可在该管路的取样点处接一取样管，在取样管上安一取样阀，如图1-2甲所示。气体中若含有机机械杂质，在取样管与取样器间应安装过滤器，可取得比较纯净的气体。对高温气体（200℃以上）采样时，应在取样管上安装冷却管（如图1-2乙所示），冷却后的气体用取样器搜集。

① 常压下采样

当气体压力近于大气压力时，常用改变封闭液液面位置的方法进行抽取，或用流水抽气管抽取。用改变封闭液面位