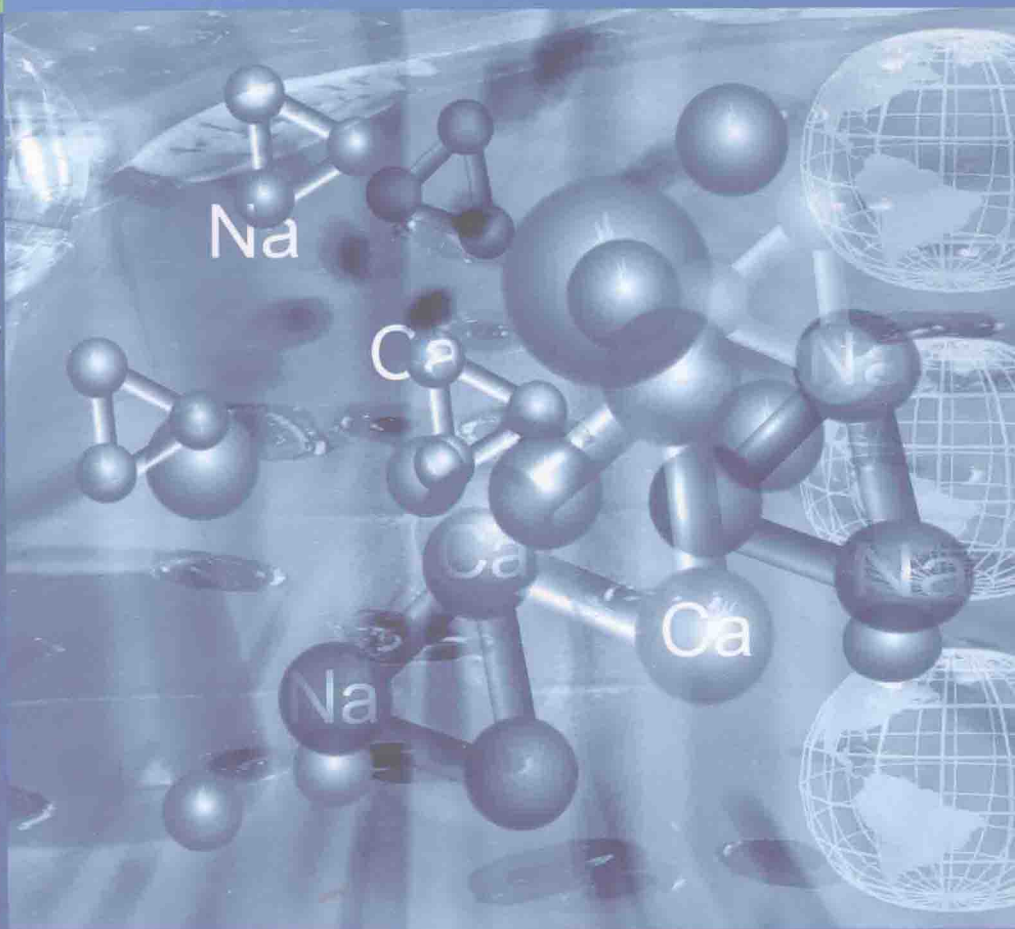




工业分析 检测技术

© 王炳强 主编



中央广播电视大学出版社

工业分析检测技术

王炳强 主编

中央广播电视大学出版社·北京

图书在版编目 (CIP) 数据

工业分析检测技术/王炳强主编. —北京: 中央广播电视大学出版社, 2014. 2

ISBN 978 - 7 - 304 - 06451 - 8

I. ①工… II. ①王… III. ①工业分析 - 检测
IV. ①TB4 - 34

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 022036 号

版权所有, 翻印必究。

工业分析检测技术

GONGYE FENXI JIANCE JISHU

王炳强 主编

出版·发行: 中央广播电视大学出版社

电话: 营销中心 010 - 58840200 总编室 010 - 68182524

网址: <http://www.crtvup.com.cn>

地址: 北京市海淀区西四环中路 45 号 邮编: 100039

经销: 新华书店北京发行所

策划编辑: 李永强 责任校对: 王 亚

责任编辑: 申 敏 责任印制: 赵联生

印刷: 北京市全海印刷厂 印数: 0001 ~ 2000

版本: 2014 年 2 月第 1 版 2014 年 2 月第 1 次印刷

开本: 787 × 1092 1/16 印张: 18.5 字数: 412 千字

书号: ISBN 978 - 7 - 304 - 06451 - 8

定价: 32.00 元

(如有缺页或倒装, 本社负责退换)

Preface

前言

工业分析检测技术是分析化学在工业生产中的具体应用,主要研究工业生产的原料、辅助材料、中间产品、最终产品、副产品及生产过程中各种废弃物组成的分析检验方法,是国民经济的许多生产部门(如化学、化工、冶金、煤炭、石油、环保、建材等)不可缺少的生产检验手段。分析化学被誉为“工业生产的眼睛”,由此可见,工业分析检测技术在工业生产中起的重要作用。工业分析检测技术课程是化工技术类专业和相关专业学生及分析检验人员必修的一门专业技术技能课程。

本书内容主要包括绪论、水质分析、煤和焦炭的分析、气体分析与工业废气的测定、石油产品分析、硅酸盐分析、钢铁分析、化学肥料分析、化工产品质量检验。书中安排8个实验供选做。本书将知识和技能的基础性、先进性、针对性、示范性、应用性和服务性融为一体,可作为开放大学、高职高专院校化工技术类专业及相关专业教材,也可作为中级、高级及技师分析检验技能培训教材,也可供从事化工技术工作人员参考。

本教材由天津渤海职业技术学院王炳强教授主编,并编写绪论、第3章、第7章;天津渤海职业技术学院王志英副教授编写第1章、第5章,天津渤海职业技术学院孙义副教授编写第2章、第8章,天津渤海职业技术学院曾玉香副教授编写第4章、第6章,实训项目由所有参编人员共同编写。全书由王炳强教授统稿,天津科技大学杨志岩教授主审。本书的编写得到了同行及中央广播电视大学出版社的大力支持及帮助,在此谨表谢意!

由于编者水平有限,错误和不当之处在所难免,敬请读者批评指正。

编者
2013年5月

Contents

目 录

0 绪论	1
0.1 工业分析检测的内容、任务和特点	1
0.1.1 工业分析检测的内容	1
0.1.2 工业分析检测的任务	1
0.1.3 工业分析检测的特点	2
0.2 工业分析检测的方法	2
0.2.1 快速分析法	2
0.2.2 标准分析法及标准物质	2
0.3 工业分析检测方法的选择	9
0.3.1 测定的要求	9
0.3.2 待测组分的含量范围	9
0.3.3 待测组分的性质	9
0.3.4 共存组分的影响	10
0.3.5 实验室条件	10
0.4 工业分析检测方案的拟订	10
0.4.1 查阅文献	10
0.4.2 验证性试验	11
0.4.3 优化实验条件、完善分析方法	11
0.4.4 确定分析方案	11
0.5 工业分析检测技术课程的学习要求	11
本章小结	12
思考题	12
1 水质分析	13
1.1 概 述	13
1.1.1 水质分析的重要意义	13
1.1.2 水的分类	13



1.1.3	水质分析标准	14
1.1.4	水样的采集及预处理	16
1.2	水的物理性质测定	19
1.2.1	颜色的测定	19
1.2.2	浊度的测定	20
1.2.3	pH 的测定	22
1.2.4	矿化度的测定	23
1.2.5	电导率的测定	24
1.3	金属化合物的测定	26
1.3.1	总硬度的测定	26
1.3.2	铁的测定	28
1.3.3	铬的测定	29
1.3.4	重金属的测定	30
1.4	非金属无机物的测定	31
1.4.1	悬浮固形物和溶解固形物的测定	32
1.4.2	酸度、碱度的测定	33
1.4.3	氯化物的测定	34
1.4.4	硫酸盐的测定	35
1.4.5	氨氮的测定	36
1.4.6	亚硝酸盐氮的测定	38
1.4.7	溶解氧的测定	39
1.5	有机化合物的测定	41
1.5.1	化学需氧量的测定	41
1.5.2	生化需氧量的测定	45
1.5.3	挥发酚的测定	47
	本章小结	50
	思考题	50
2	煤和焦炭的分析	52
2.1	概述	52
2.1.1	煤和焦炭的组成及各组分的重要性质	52
2.1.2	煤的分析方法的分类	53
2.2	煤试样的采取和制备	53
2.2.1	采样工具	54
2.2.2	试样的采取	55



2.2.3	试样的制备	57
2.3	煤的工业分析	59
2.3.1	水分的测定	59
2.3.2	灰分的测定	62
2.3.3	挥发分的测定	65
2.3.4	固定碳含量的计算	67
2.3.5	不同基准分析结果的换算	68
2.4	煤的元素分析	69
2.4.1	碳和氢的测定	70
2.4.2	氮的测定	75
2.4.3	氧的计算	78
2.5	煤中全硫含量的测定	78
2.5.1	艾氏卡法	78
2.5.2	库仑滴定法	80
2.5.3	高温燃烧—酸碱滴定法	82
2.6	煤的发热量的测定	84
2.6.1	煤的发热量的表示方法	84
2.6.2	煤的发热量的测定方法——氧弹式热量计法	84
	本章小结	87
	思考题	87
3	气体分析与工业废气的测定	89
3.1	概述	89
3.1.1	工业气体的种类、分析意义和特点	89
3.1.2	气体分析方法	91
3.2	气体试样的采取	91
3.2.1	采样方法	91
3.2.2	采样仪器	93
3.3	吸收法	94
3.3.1	吸收体积法	94
3.3.2	吸收滴定法	96
3.3.3	吸收重量法	96
3.3.4	吸收比色法	97
3.4	燃烧法	97
3.4.1	可燃性气体的燃烧方法	97



3.4.2	燃烧法的计算	100
3.5	其他气体分析方法	102
3.5.1	气相色谱法	102
3.5.2	电导法	102
3.5.3	库仑法	103
3.5.4	热导气体分析	103
3.5.5	激光雷达技术	103
3.6	气体分析仪器	103
3.6.1	气体分析仪器的结构	104
3.6.2	气体分析仪器的基本部件	104
3.7	气体分析实例	106
3.7.1	化学分析法	106
3.7.2	气相色谱法	109
3.8	工业废气的测定	110
3.8.1	氯化氢气体的测定	110
3.8.2	氧化氮气体的测定	112
3.8.3	二氧化硫气体的测定	113
3.8.4	硫化氢气体的测定	115
	本章小结	117
	思考题	117
4	石油产品分析	119
4.1	石油的性质、石油产品的分类和测定项目	119
4.1.1	石油的性质及石油产品的分类	119
4.1.2	石油产品分析标准	120
4.1.3	石油产品测定项目	121
4.1.4	液体石油产品试样的脱水	121
4.2	水分的测定	122
4.2.1	有机溶剂蒸馏法	122
4.2.2	卡尔·费休法	123
4.3	馏程的测定	125
4.3.1	馏程测定的意义	126
4.3.2	恩氏蒸馏测定方法	126
4.3.3	恩氏蒸馏测定方法的注意事项	127
4.4	黏度的测定	127



4.4.1	黏度的表示方法	127
4.4.2	测定油品黏度的意义	128
4.4.3	油品运动黏度的测定方法	129
4.5	石油产品闪点和燃点的测定	130
4.5.1	石油产品闪电和燃点的基本概念	130
4.5.2	测定石油产品闪点的意义	130
4.5.3	石油产品闪点和燃点的测定方法	131
	本章小结	133
	思考题	133
5	硅酸盐分析	134
5.1	概述	135
5.1.1	硅酸盐的种类、组成和分析意义	135
5.1.2	硅酸盐的分析项目	136
5.2	硅酸盐试样的准备和分解	137
5.2.1	硅酸盐试样的准备	137
5.2.2	硅酸盐试样的分解	137
5.3	硅酸盐系统分析方法	139
5.3.1	系统分析和分析系统	139
5.3.2	硅酸盐岩石分析系统	140
5.3.3	硅酸盐水泥分析系统	142
5.4	硅酸盐分析	145
5.4.1	二氧化硅的测定	145
5.4.2	氧化铁的测定	149
5.4.3	氧化铝的测定	153
5.4.4	二氧化钛的测定	155
5.4.5	氧化钙和氧化镁的测定	158
5.4.6	五氧化二磷的测定	160
5.4.7	氧化钾和氧化钠的测定	162
	本章小结	165
	思考题	166
6	钢铁分析	167
6.1	概述	167
6.1.1	钢铁的分类	168



6.1.2	钢铁中五大元素对钢铁性能的影响	169
6.1.3	钢铁产品牌号表示方法	170
6.2	钢铁试样的采取、制备和分解	172
6.2.1	钢铁试样的采取和制备	172
6.2.2	钢铁试样的分解	174
6.3	碳的测定	176
6.3.1	燃烧—气体容量法	176
6.3.2	燃烧—库仑法	178
6.3.3	燃烧—非水滴定法	179
6.4	硫的测定	179
6.4.1	重量法(氧化铝色谱分离—硫酸钡重量法) ...	179
6.4.2	燃烧—碘量法	181
6.4.3	燃烧—酸碱滴定法	183
6.5	磷的测定	183
6.5.1	二安替比林甲烷磷钼酸重量法	183
6.5.2	氯化亚锡还原—磷钼蓝光度法	184
6.5.3	乙酸丁酯萃取光度法	185
6.6	锰的测定	186
6.6.1	重量法	186
6.6.2	亚砷酸钠—亚硝酸钠滴定法	186
6.6.3	硝酸铵氧化滴定法	187
6.6.4	高碘酸钠(钾)氧化光度法	188
6.6.5	火焰原子吸收光谱法	189
6.7	硅的测定	190
6.7.1	高氯酸脱水重量法	190
6.7.2	氟硅酸钾滴定法	191
6.7.3	光度法	192
	本章小结	193
	思考题	193
7	化学肥料分析	195
7.1	概述	195
7.1.1	化学肥料的分类方法	195
7.1.2	化学肥料的分析项目	196
7.2	水分的测定	197



7.2.1	真空烘箱法	197
7.2.2	碳化钙法	198
7.2.3	卡尔·费休法	199
7.3	磷肥分析	199
7.3.1	磷肥概述	199
7.3.2	磷肥中的含磷化合物及其提取	200
7.3.3	磷肥中有效磷的测定	202
7.3.4	游离酸含量的测定	207
7.4	氮肥分析	208
7.4.1	氨态氮的测定	208
7.4.2	硝态氮的测定	210
7.4.3	酰胺态氮的测定	213
7.5	钾肥分析	214
7.5.1	钾肥分析概述	214
7.5.2	钾肥中钾含量的测定	214
7.5.3	有机肥料中全钾的测定	217
	本章小结	218
	思考题	219
8	化工产品质量检验	220
8.1	概述	220
8.1.1	原料分析	220
8.1.2	中间控制分析	221
8.1.3	产品质量分析	221
8.2	工业碳酸钠质量分析	221
8.2.1	生产工艺流程(氨碱法)	222
8.2.2	工业碳酸钠的技术要求	222
8.2.3	工业碳酸钠成品分析	223
8.3	工业过氧化氢生产工艺分析	227
8.3.1	蒽醌法生产过氧化氢的生产工艺流程	227
8.3.2	工业过氧化氢的技术要求	228
8.3.3	工业过氧化氢成品分析	229
8.4	硝酸生产工艺分析	233
8.4.1	稀硝酸的工艺流程	233
8.4.2	浓硝酸的技术要求	234



8.4.3 工业浓硝酸成品分析	234
8.5 硫酸生产过程分析	238
8.5.1 矿石或残渣中有效硫的测定	238
8.5.2 矿石或残渣中总硫的测定	239
8.5.3 生产过程中 SO_2 的测定	240
8.5.4 转化气和尾气中 SO_3 的测定	241
8.5.5 工业浓硫酸成品分析	243
8.6 工业烧碱生产及检验	254
8.6.1 生产工艺简介	255
8.6.2 工业烧碱的工艺流程及控制点	255
8.6.3 工业烧碱的技术指标	256
8.6.4 工业烧碱成品分析	256
本章小结	259
思考题	260
实验项目	261
实验项目 1 水体中 Cr(VI) 和 Cr(III) 含量的测定 (分光光度法)	261
实验项目 2 煤中硫的测定(高温燃烧—酸碱滴定法)	263
实验项目 3 烟道气分析——奥氏气体分析仪吸收测定法 ...	267
实验项目 4 石油产品闪点、燃点的测定(开口杯法)	268
实验项目 5 水泥中硅、铁、铝、钙和镁含量的测定	270
实验项目 6 钾肥中钾含量的测定——四苯硼酸钾重量法 ...	276
实验项目 7 钢铁中磷含量的测定(氯化亚锡还原— 磷钼蓝光度法)	277
实验项目 8 钢铁中总碳含量的测定(燃烧—气体容量法) ...	279
参考文献	282

0 绪 论



知识目标

1. 了解工业分析检测的内容、任务及特点。
2. 掌握工业分析检测方法的分类及适用范围。
3. 掌握标准的分类及表示方法，以及标准物质的分类及作用。
4. 掌握工业分析检测方法的选择及工业分析检测方案拟订的方法。
5. 明确工业分析检测技术课程的学习要求。



能力目标

能解读国家和企业的各类标准。

0.1 工业分析检测的内容、任务和特点

0.1.1 工业分析检测的内容

工业分析检测技术是分析化学在工业生产中的具体应用，是一门实践性、实用性较强的课程。在工业生产中，从资源开发利用、原材料的选择、生产过程的控制、产品的质量检验到三废治理和环境监测等一系列分析测定过程，都属于工业分析检测的内容。工业分析检测是依据国家标准和相关法律法规进行的。

0.1.2 工业分析检测的任务

工业分析检测的任务是研究和测定工业生产的原材料、中间产品、产品、副产品以及生产过程中产生的各种废物(包括气体、液体和固体)的化学成分及其含量，对生产环境进行监测，对生产过程的各项指标进行测定，保证生产的工艺过程正常，保证产品的质量。



0.1.3 工业分析检测的特点

工业分析检测的对象统称为工业物料。由于分析检测的工业物料的复杂性、工业产品的多样性和生产的时间性等原因,工业分析检测具有如下特点:

① 工业物料成分往往比较复杂,而且干扰因素较多。工业分析检测方法的选择性及消除杂质干扰的方法必须满足物料分析的要求,选用的分析检测方法要合适。

② 抽取的工业物料样品有充分的典型代表性。工业物料数量很大,而且固体物料往往不均匀。因此,必须正确取样和制备样品,保证所抽取的样品具有典型代表性。

③ 工业物料的分析检测要快速。工业生产需要在保证相对准确的前提下,尽可能地采用快速测定方法,以保证生产过程的控制分析需要。

④ 不同的工业物料分析测定结果的准确度和允许差要求不同。可根据样品的具体情况,采用单一分析方法或系统分析方法进行分析检测,并根据生产实际的要求,确定分析测定结果的准确度和允许差。

⑤ 选定的测定方法,不仅要符合国家有关标准,而且测定时的重复性要好。

0.2 工业分析检测的方法

一个项目的测定往往有多种可供选择的工业分析检测方法,这些方法的灵敏度不同,对仪器和操作的要求不同;而且由于方法的原理不同,干扰因素也不同,故其结果的表示含义也不尽相同。对于工业物料分析检测而言,工业分析检测的方法有快速分析法和标准分析法。

0.2.1 快速分析法

快速分析法用于生产过程控制分析,要求对物料进行快速的分析。快速分析法的操作时间短,能迅速得到分析结果,但是准确度相对较低,相对误差较大。

0.2.2 标准分析法及标准物质

标准分析法是由国务院标准化行政主管部门制定的或有备案的方法,它具有法律效力,是从事科研、生产、经营的单位和个人必须严格执行的。标准分析法的准确度较高,可用于生产原料及产品化学组成的测定,也可用于验证分析和仲裁分析。

1. 标准的分类

根据标准协调统一的范围及适用范围的不同,标准可分为六类。

(1) 国际标准

国际标准是由共同利益国家间的合作与协商制定,为大多数国家所承认的,具有先进水平的标准,如国际标准化组织(International Standards Organization, ISO)所制定的标准及其所公布的其他国际组织(如国际计量局)制定的标准。



我国对国际标准和国外先进标准的方针是认真研究、积极采用、区别对待。

我国采用国际标准应遵循的原则为：要密切结合中国国情，有利于促进生产力发展；有利于完善中国标准体系，促进中国标准水平的不断提高，努力达到和超过世界先进水平；要合理安排采用的顺序，注意国际上的通行需要，还要考虑综合标准化的要求；采用国外先进标准要根据标准的内容区别对待。

(2) 区域性标准

区域性标准是局限在几个国家或地区组成的集团使用的标准，如欧盟制定和使用的标准。

(3) 国家标准

国家标准是指在全国范围内使用的标准。由原国家技术监督局于 1990 年 7 月 23 日发布的《中华人民共和国标准化法条文解释》中，对国家标准的制定有一系列规定。对需要在全国范围内统一的技术要求，应当制定成国家标准。我国的国家标准由国务院标准化行政主管部门编制计划，组织草拟，统一审批、编号和发布，以保证国家标准的科学性、权威性和统一性。其中，药品、兽药的国家标准，分别由国务院卫生主管部门、农业主管部门审批、编号、发布；食品卫生、环境保护国家标准，分别由卫生主管部门、环境保护主管部门审批，由国务院标准化行政主管部门编号、发布；工程建设国家标准，由工程建设主管部门审批，由国务院标准化行政主管部门统一编号，由国务院标准化行政主管部门和工程建设主管部门联合发布。国家标准分为强制性国家标准和推荐性国家标准。强制性国家标准，必须执行。不符合强制性国家标准的产品，禁止生产、销售和进口。推荐性国家标准，国家鼓励企业自愿采用。

强制性国家标准的代号为 GB（“国标”汉语拼音的第一个字母）；推荐性国家标准的代号为 GB/T（T 为“推”的汉语拼音的第一个字母）。

强制性国家标准的编号由强制性国家标准代号、顺序号和年号构成，如图 0-1 所示。审批年号为四位数字，当审批年号后有括号时，括号内的数字为该标准进行重新编写的年号。

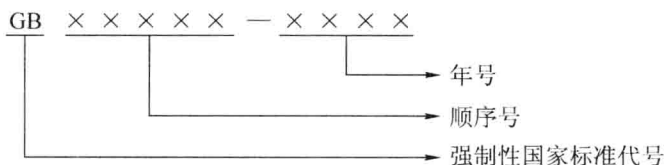


图 0-1 强制性国家标准的编号表示

例如，GB 15063—2009《复混肥料（复合肥料）》为中华人民共和国强制性国家标准第 15063 号，2009 年批准。

推荐性国家标准的编号表示如图 0-2 所示。

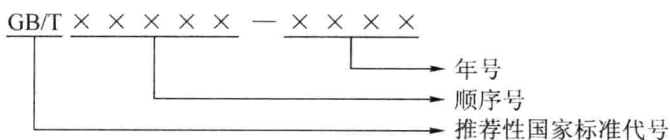


图 0-2 推荐性国家标准的编号表示



例如, GB/T 8574—2010《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》为中华人民共和国推荐性国家标准第 8574 号, 2010 年批准; GB/T 8754—2002(2010)为中华人民共和国推荐性国家标准第 8574 号, 2002 年批准, 2010 年重新编写。

(4) 行业标准

对没有国家标准而又需要在全国某个行业范围内统一的技术要求, 可以制定成行业标准。行业标准由国务院有关行政主管部门制定, 并报国务院标准化行政主管部门备案, 在公布国家标准之后, 该项行业标准即行废止。行业标准可分为强制性行业标准和推荐性行业标准。

国务院标准化行政管理部门规定了 28 个行业标准代号, 其中化工行业标准代号为 HG。

行业标准的编号由行业标准的代号、顺序号和年号组成。

例如, 强制性化工行业标准的编号表示如图 0-3 所示。

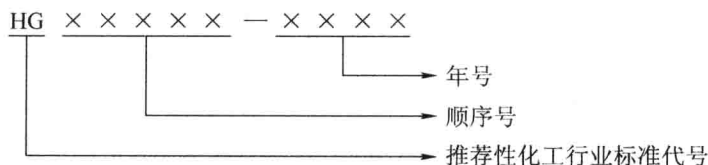


图 0-3 强制性化工行业标准的编号表示

推荐性化工行业标准的编号表示如图 0-4 所示。

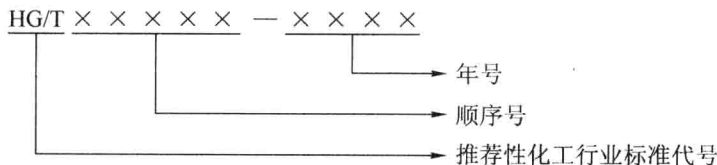


图 0-4 推荐性化工行业标准的编号表示

例如, HG/T 2154—2012《工业硫氰酸铵》, 为化工推荐性行业标准第 2154 号, 于 2012 年批准。

(5) 地方标准

对没有国家标准和行业标准而又需要在省、自治区、直辖市范围内统一的工业产品的安全、卫生要求, 可以制定地方标准。地方标准由省、自治区、直辖市标准化行政主管部门制定, 并报国务院标准化行政主管部门和国务院有关行政主管部门备案, 在公布国家标准或者行业标准之后, 该项地方标准即行废止。

强制性地方标准的代号由 DB(“地标”汉语拼音的第一个字母)加上省、自治区、直辖市行政区划代码前两位数, 再加斜线组成; 强制性地方标准的代号再加 T 后, 则组成推荐性地方标准代号。例如, 天津市行政区划代码为 120000, 天津市强制性地方标准代号为 DB12/, 其推荐性地方标准代号为 DB12/T。

强制性地方标准的编号由强制性地方标准代号、顺序号和年号三部分组成, 如图 0-5

所示。

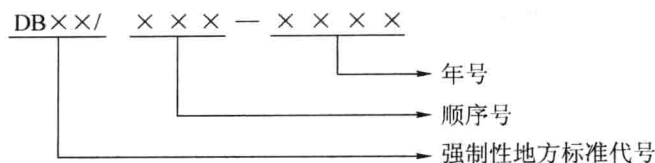


图 0-5 强制性地方标准的编号表示

推荐性地方标准的编号表示如图 0-6 所示。

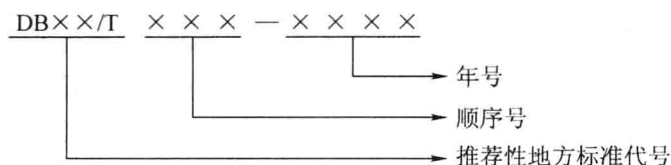


图 0-6 推荐性地方标准的编号表示

例如，DB12/ 356—2008《污水综合排放标准》，为天津市强制性地方标准第 356 号，2008 年批准。

(6) 企业标准

企业生产的产品没有国家标准和行业标准的，应当制定企业标准，作为组织生产的依据。企业的产品标准须报当地政府标准化行政主管部门和有关行政主管部门备案。已有国家标准或者行业标准的，国家鼓励企业制定严于国家标准或者行业标准的企业标准，在企业内部适用。

国家标准、行业标准和地方标准中的强制性标准，企业必须严格执行。推荐性标准企业一经采用，也就具有了强制的性质，应严格执行。

企业标准的代号由企业标准代号 Q 加斜线，再加企业代号组成，如图 0-7 所示。

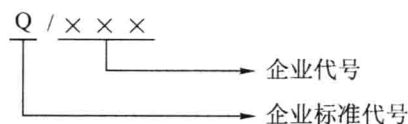


图 0-7 企业标准的代号表示

企业代号可用汉语拼音字母或阿拉伯数字，或两者兼用组成。

企业标准的编号由该企业的企业标准代号、顺序号和年号三部分组成，如图 0-8 所示。

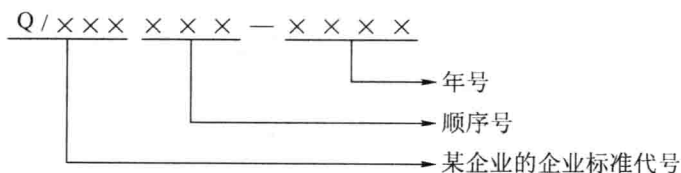


图 0-8 企业标准的编号表示