

“三五”江苏省高等学校重点教材

YINGYONG FENXI HUAXUE SHIYAN

# 应用分析化学实验

李亮 李广超 主编



化学工业出版社



十三五”江苏省高等学校重点教材

(编号: 2016-2-080)

YINGYONG FENXI HUAXUE SHIYAN

# 应用分析化学实验

李亮 李广超 主编



化学工业出版社

·北京·

本书选择了 69 个实验, 涵盖最常开设的工业分析实验、食品分析实验、药物分析实验和环境化学分析实验。实验方法原理包括滴定分析、重量分析、光谱分析、色谱分析和电化学分析等。实验操作包括滴定分析基本操作、重量分析基本操作、紫外/可见分光光度计使用、气相色谱仪基本操作、液相色谱仪基本操作、离子色谱仪基本操作等。实验项目内容有实验目的、方法原理、实验试剂与仪器、实验内容与步骤、实验数据记录与处理等。

本书为普通高等学校相关专业开设相关实验课程的教材, 也可作为与应用分析化学相关行业的从业人员的参考用书。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

应用分析化学实验/李亮, 李广超主编. —北京: 化学工业出版社, 2017. 9

“十三五”江苏省高等学校重点教材

ISBN 978-7-122-30614-2

I. ①应… II. ①李…②李… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 222133 号

---

责任编辑: 王文峡

装帧设计: 韩 飞

责任校对: 王素芹

---

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 装: 三河市延风印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 13 字数 320 千字 2017 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: 39.00 元

版权所有 违者必究

应用分析化学是分析化学在工农业生产及环境保护中的具体应用，其内容十分广泛，涉及《国民经济行业分类》(GB/T 4754)中多个行业大类中有关物质的分析测定。一些普通高等院校的应用化学专业(应用分析方向)一般都开设工业分析实验、食品分析实验、药物分析实验、环境化学分析实验等课程。为方便这些实验课程的顺利开设，满足实验课程的教学需求，提高实验课教学效果和教学质量，特将多门实验课程中最常开设的实验项目编写成《应用分析化学实验》教材。

本教材编写的理念是系统性、科学性和实用性。

1. 系统性主要体现在实验方法原理丰富(涵盖了滴定分析、重量分析、光谱分析、色谱分析和电化学分析等)，实验操作全面(包括了滴定分析基本操作、重量分析基本操作、紫外/可见分光光度计使用、气相色谱仪基本操作、液相色谱仪基本操作、离子色谱仪基本操作等)，实验项目内容编写完整(包含有实验目的、方法原理、实验试剂与仪器、实验内容与步骤、实验数据记录与处理等)。

2. 科学性主要体现在实验内容的合理性、实验操作的规范性和实验过程的严谨性。

3. 实用性主要体现在教材编写的实验项目与各门实验课程平时开设的实验项目是基本一致的，试样与实际工作中经常需要分析的样品是一致的，实验方法原理、实验内容和步骤与国家标准中的规定是一致的。

为了方便教学，本教材中每个实验项目的实验试剂均标明了试剂规格、溶液的浓度及部分溶液的配制方法，特别是一些指示剂溶液、标准溶液和一些常用的缓冲溶液，均给出了具体的配制方法。附录中还列出了实验室常用酸碱的相对密度、质量分数和物质的量浓度，实验室常用基准物质的干燥温度和干燥时间，以及实验室常用指示剂溶液、缓冲溶液的配制方法。另外，附录中还列出了部分常见化合物的分子量。

为了方便学生用书，本教材中的绝大多数实验项目中编写了实验数据记录与处理参考表格、实验注意事项和思考题等。

本教材由李亮、李广超任主编，孟庆华、卢菊生、杨伟华、贾文林参编。在编写过程中得到了屠树江、王香善、石枫、田久英、袁兴程、王海

营、赵爽、赵文峰等同行的帮助，王心乐、何秀玲、张智玮、马少杰、黎劼、成佐、谢峻铭、方丹彤、黄华、邓康、李豪、赵淑楠、陈泽宏、柯钊跃、李慧、章佩丽、刘莎、何永裕、赖妙莲在查找资料和整理文本等工作中提供了帮助，化学工业出版社在本书的编写方面给予了大力支持，在此一并表示感谢。

由于编者水平有限，再加上时间仓促，不妥之处在所难免，请广大读者批评指正。

编者

2017年8月

## 第一章 石油产品检验

实验一	石油产品密度的测定 (韦氏天平法)	1
实验二	石油产品密度的测定 (电子密度计法)	3
实验三	石油产品闪点和燃点的测定	6
实验四	石油产品动力黏度的测定	9
实验五	石油产品恩氏黏度的测定	11
实验六	石油产品运动黏度的测定	13

## 第二章 水泥分析

实验一	水泥中二氧化硅的测定 (氯化铵重量法)	17
实验二	水泥中 $\text{SiO}_2$ 的测定 (氟硅酸钾容量法)	22
实验三	水泥中 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 的测定 (EDTA 配位 滴定法)	25

## 第三章 冶金工业分析

实验一	铁矿石中全铁的测定 ( $\text{SnCl}_2$ - $\text{TiCl}_3$ - $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法)	33
实验二	钢铁中碳的测定 (燃烧后气体容量法)	35
实验三	钢铁中磷含量的测定 (磷钼蓝分光光度法)	38
实验四	铝合金中微量元素测定 (原子吸收分光光度法)	41

## 第四章 肥料分析

实验一	尿素中水分的测定 (卡尔·费休法)	45
实验二	磷肥中有效磷含量的测定 (磷钼酸喹啉重量法)	50
实验三	磷肥中有效磷含量的测定 (磷钼酸喹啉容量法)	52
实验四	复混肥中水溶性磷和有效磷含量的测定 (磷钼酸喹啉 重量法)	56

## 第五章 煤质分析

实验一	煤中全水分的测定 (两步法和一步法)	59
-----	--------------------	----

实验二	煤的灰分的测定(缓慢灰化法)	62
实验三	煤的挥发分的测定	63
实验四	煤中全硫的测定(艾士卡法)	66
实验五	煤中全硫的测定(库仑滴定法)	68

## 第六章 化工产品分析

实验一	发烟硫酸中游离三氧化硫的测定(酸碱滴定法)	70
实验二	工业碳酸钠总碱量的测定(酸碱滴定法)	72
实验三	工业乙醇中醛含量的测定(碘量法)	74
实验四	工业乙醇中醛酮含量的测定(羟胺肟化法)	76

## 第七章 食品分析

实验一	苹果中维生素C的测定(2,4-二硝基苯肼分光光度法)	79
实验二	婴幼儿食品和乳品中维生素C的测定(荧光光度法)	82
实验三	水果硬糖中可溶性糖的测定(碱性铜盐直接滴定法)	84
实验四	酱油中氨基酸态氮的测定(酸度计法)	88
实验五	奶粉中水分含量的测定(卡尔·费休法)	90
实验六	大豆中脂类的测定(索氏提取法)	92
实验七	牛奶中蛋白质含量的测定(凯氏定氮法)	95
实验八	牛奶中蛋白质含量的测定(双缩脲分光光度法)	98
实验九	食品中钙的测定(火焰原子吸收光谱法)	100
实验十	食品中有机氯农药残留量的测定(气相色谱法)	103
实验十一	蜂蜜中有机磷农药残留量的测定(气相色谱法)	105

## 第八章 药物分析

实验一	葡萄糖的性状、鉴别和检查	109
实验二	药物水杨酸钠的含量测定(非水滴定法)	115
实验三	原料药盐酸普鲁卡因的含量分析(永停滴定法)	117
实验四	盐酸黄酮哌酯中有关物质检查(薄层色谱法)	119
实验五	维生素C中的铁和铜检查(原子吸收光谱法)	122
实验六	原料药扑尔敏吸收系数的测定(紫外分光光度法)	123
实验七	维生素B <sub>1</sub> 片剂含量的测定(差示分光光度法)	125
实验八	维生素E中残留溶剂的测定(气相色谱法)	127
实验九	酞剂中乙醇含量的测定(气相色谱法)	128
实验十	苯丙酸诺龙注射液含量的测定(高效液相色谱法)	131
实验十一	布洛芬的紫外光谱和红外光谱鉴别	133

## 第九章 工业用水分析

实验一	工业循环冷却水中钙、镁离子的测定 (EDTA 配位滴定法) .....	135
实验二	锅炉用水和冷却水中铁含量的测定 (邻菲罗啉分光光度法) .....	138
实验三	工业循环冷却水中钼酸盐含量的测定 (硫氰酸盐分光光度法) .....	140
实验四	锅炉用水和冷却水中亚硝酸盐的测定 (盐酸萘乙二胺分光光度法) .....	142
实验五	锅炉用水和冷却水中氯离子的测定 (莫尔法) .....	144
实验六	锅炉用水和冷却水中氯离子的测定 (电位滴定法) .....	145

## 第十章 环境分析

实验一	实验基本操作练习 .....	148
实验二	水中酸度的测定 .....	152
实验三	水中总碱度的测定 .....	154
实验四	水硬度的测定 (EDTA 配位滴定法) .....	156
实验五	水中溶解氧含量的测定 (碘量法) .....	159
实验六	水中氨氮的测定 (水杨酸分光光度法) .....	162
实验七	水中总氮的测定 (碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法) .....	164
实验八	水中总氮的测定 (流动注射-盐酸萘乙二胺分光光度法) .....	167
实验九	水中总磷的测定 (钼酸铵分光光度法) .....	170
实验十	水中常见八种阴离子的测定 (离子色谱法) .....	172
实验十一	水中六价铬、三价铬和总铬的测定 (二苯碳酰二肼分光光度法) .....	177
实验十二	环境空气中氮氧化物的测定 (盐酸萘乙二胺分光光度法) .....	180
实验十三	环境空气中二氧化硫的测定 (甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法) .....	184
实验十四	室内环境空气中甲醛的测定 (甲醛测定仪快速测定法) .....	187
实验十五	土壤阳离子交换量的测定 (钡盐交换-酸碱滴定法) .....	189

## 附录

附录一	实验室常用酸碱的密度、质量分数和物质的量浓度 .....	192
附录二	实验室常用基准物质的化学式和干燥方法 .....	192



附录三	实验室常用指示液（剂）·····	193
附录四	实验室常用缓冲溶液·····	195
附录五	常见化合物的分子量·····	197

## 参考文献

# 第一章 石油产品检验

## 实验一

### 石油产品密度的测定 (韦氏天平法)

#### 一、实验目的

学习测定液体密度的原理和方法,掌握韦氏天平法测定石油产品密度的基本操作。

#### 二、测定原理

韦氏天平法测定密度的基本依据是阿基米德定律,即当物体完全浸入液体时,它所受到的浮力大小,等于其排开的液体的重量。采用韦氏天平在相同条件下分别测定玻璃浮锤在水和样品中所受浮力的大小,在水中浮力大小  $F_w = m_w g = V_w \rho_w$ , 在样品中浮力大小  $F_s = m_s g = V_s \rho_s$ 。由于浮锤所排开的水的体积与排开试样的体积相同 ( $V_w = V_s$ ), 试样的密度可用下式计算:

$$\rho_s^{20} = \frac{m_s \rho_w^{20}}{m_w}$$

式中  $\rho_s^{20}$ ——试样在 20℃ 时的密度, g/mL;

$m_s$ ——浮锤浸于 20℃ 试样中时的浮力 (骑码读数), g;

$m_w$ ——浮锤浸于 20℃ 水中时的浮力 (骑码读数), g;

$\rho_w^{20}$ ——水在 20℃ 时的密度 (可查表得到, 也可现场测定), g/mL。

根据水的密度及浮锤在水及试样中的浮力大小即可计算出样品的密度。

每台天平有两组骑码, 每组有大小不同的四个骑码, 与天平配套使用。最大骑码的质量等于玻璃浮锤在 20℃ 水中所排开水的质量, 其他骑码各为最大骑码的 1/10、1/100、1/1000, 四个骑码在各个位置的读数见表 1-1。

表 1-1 不同骑码在各个位置的读数

骑码位置	一号骑码	二号骑码	三号骑码	四号骑码
放在第十位	1	0.1	0.01	0.001
放在第九位	0.9	0.09	0.009	0.0009
放在第八位	0.8	0.08	0.008	0.0008
...	...	...	...	...
放在第一位	0.1	0.01	0.001	0.0001

### 三、试剂、试样与仪器

#### 1. 试剂

乙醇 [ $C_2H_5OH$ , 95% (体积分数)]。

#### 2. 试样

汽油或其他石油产品。

#### 3. 仪器

- (1) 韦氏天平。
- (2) 恒温培养箱。
- (3) 电子分析天平。

### 四、实验内容与步骤

#### 1. 韦氏天平的安装

按如图 1-1 所示安装好天平，并调节好水平。

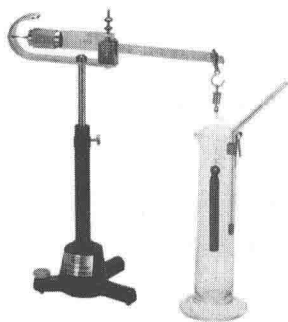


图 1-1 韦氏天平

#### 2. 样品密度的测定

向玻璃筒内缓慢注入预先煮沸并冷却至  $(20.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  的水，将浮锤全部浸入水中，不得带入气泡，浮锤不得与筒壁或筒底接触，玻璃筒置于  $(20.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  的恒温浴中，恒温 20min 以上，然后由大到小把骑码加在横梁上，使指针水平对齐，记录读数。

将玻璃浮锤取出，倒出筒内的水，玻璃筒及浮锤用乙醇洗涤后，并干燥。

用试样代替水测定，记录读数，计算试样的密度。平行测定三次，取其平均值。

#### 3. 水密度的测定

将洁净的 50mL 具塞锥形瓶放入恒温干燥箱中干燥至恒重，放入干燥器中，然后将干燥器在  $(20.0 \pm 0.5)^\circ\text{C}$  的恒温培养箱中恒温。

准确移取 25.00mL 水 [在  $(20.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  的恒温浴中恒温过] 于具塞锥形瓶中，加塞后立即用电子分析天平称量其质量。根据具塞锥形瓶空瓶和加入水后的质量，以及水的体积计算出水在  $20^\circ\text{C}$  时的密度  $\rho_w^{20}$ ，平行测定三次，取其平均值。

#### 注意事项

- (1) 测定过程中必须严格控制温度。
- (2) 取用玻璃浮锤时必须十分小心，轻取轻放，最好是右手用镊子夹住吊钩，左手垫绸布或清洁滤纸托住玻璃浮锤，以防损坏。
- (3) 当要移动天平位置时，应把易于分离的零件、部件及横梁等拆卸分离，以免损坏刀口。
- (4) 根据使用的频繁程度，要定期进行清洁工作和计量性能检定。当发现天平失真或有疑问时，在未清除故障前，应停止使用，待检修合格后方可使用。

## 五、数据记录与处理

### 1. 水密度测定

项目	1	2	3
$m_1$ (具塞锥形瓶的质量)/g			
$m_2$ (具塞锥形瓶+水的质量)/g			
$m_3$ (水的质量)/g			
$\rho_w^{20}$ /(g/mL)			
$\rho_w^{20}$ 平均值/(g/mL)			
相对平均偏差			

### 2. 样品密度测定

样品名称 \_\_\_\_\_

测量温度 \_\_\_\_\_

项目	1	2	3
$m_w$ (骑码读数)/g			
$m_s$ (骑码读数)/g			
$\rho_w^{20}$ /(g/mL)			
$\rho_w^{20}$ 平均值/(g/mL)			
相对平均偏差			

## 六、思考题

1. 测定液体密度的方法有哪些?
2. 比较韦氏天平法与电子密度计法测量液体密度原理的异同。

## 实验二

### 石油产品密度的测定 (电子密度计法)

#### 一、实验目的

学习测定液体密度的原理和方法,掌握电子密度计法测定石油产品密度的基本操作。

#### 二、测定原理

根据阿基米德定律,浸没液体中的物体所受浮力的大小,等于物体排开液体的重量。采用电子密度计测定标准砝码在空气中的质量  $m_1$ ,在水和样品中的质量分别为  $m_w$  和  $m_s$ ,则标准砝码在水和样品中所受浮力大小分别为  $F_w = (m_1 - m_w)g = V_w \rho_w$  和  $F_s = (m_1 - m_s)g = V_s \rho_s$ 。在相同温度下,由于标准砝码排开的水的体积与排开试样的体积相同,因此  $V_w = V_s$ ,于是,试样的密度可用下式计算:

$$\rho_s^t = \frac{(m_1 - m_s)\rho_w^t}{m_1 - m_w}$$

式中  $\rho_s^t$ ——试样在温度  $t^\circ\text{C}$  时的密度,  $\text{g/mL}$ ;

$m_1$ ——标准砝码在空气中的测得的质量,  $\text{g}$ ;

$m_s$ ——标准砝码在  $t^\circ\text{C}$  的试样中测得的质量,  $\text{g}$ ;

$m_w$ ——标准砝码在  $t^\circ\text{C}$  的水中测得的质量,  $\text{g}$ ;

$\rho_w^t$ ——水在  $t^\circ\text{C}$  时的密度,  $\text{g/mL}$ 。

根据水的密度  $\rho_w^t$  即可计算出样品的密度。一般来说, 直读式电子密度计会将不同温度时水的密度存储在仪器中, 测定时只要输入水的温度, 仪器便可根据嵌入的公式自动给出样品的密度值。

### 三、试剂、试样与仪器

#### 1. 试剂

乙醇 [ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , 95% (体积分数)]。

#### 2. 试样

汽油或其他石油产品。

#### 3. 仪器

电子密度计。

### 四、实验内容与步骤

#### 1. 仪器安装

利用水平调整脚座, 将水平仪中的气泡调整到黑色圆圈的中央位置, 使整个机器处于水平状态。将测量架放在测量板中间。将烧杯放置板放置在主机上的固定槽中 (如图 1-2 所示)。

#### 2. 仪器的校正

插上电源, 预热 5~10min; 开机后, 在显示 “0.00” 状态下, 长按 “ZERO” 键, 显示 “CAL”。待显示 “0100.00” 并不停闪动时, 在放置好测量架而未放置烧杯放置板的情况下, 将 100g 砝码放置于测量台正中, 此时机器会自动进行校正, 当屏幕上显示 “END” 时屏幕显示 “100.00” 则校正完成。取下 100g 砝码, 自动回到待测模式并显示 “0.00”。

#### 3. 标准砝码参数设定

安装好测量架和烧杯放置板, 将挂钩置于测量架中央, 按 “ZERO” 键归零。将标准砝码置于挂钩上, 显示砝码数值, 待稳定符号 “0” 显示后, 同时按 “ENTER” 键 + “A” 键, 使砝码数值处于修改状态下, 按 “A” 键修改数值, 再按 “ENTER” 键存储。

将蒸馏水注入烧杯至 50mL 刻度线, 置于烧杯放置板上, 并使其位于测量架中央正下方, 将挂钩一端置于测量架中央, 将挂钩末端部位浸没在蒸馏水中, 按 “ZERO” 键归零。

将标准砝码挂在挂钩末端, 并将其完全浸没在蒸馏水中 (如图 1-3 所示), 显示标准砝

码在水中的值，待稳定符号“0”显示后，同时按“ENTER”键和“B”键，使砝码数值处于修改状态下，按“A”键修改数值，再按“ENTER”键存储。

取下挂钩与烧杯，测量蒸馏水温度，在零点状态下，按“A”键设定水的实际温度值，按“ENTER”存储。

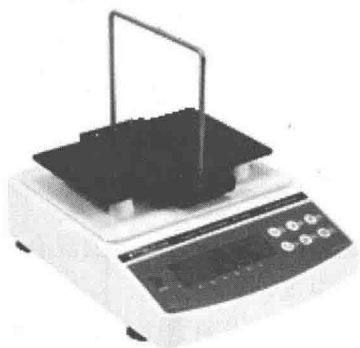


图 1-2 电子密度计的安装



图 1-3 电子密度计测定样品

#### 4. 样品测定

按“ENTER”键进入密度测量状态，此时密度代表符号指向 SG。在烧杯内注入待测样品至 50mL 刻度线，置于烧杯放置板上，并使其位于测量架中央的正下方，将挂钩置于测量架中央，挂钩末端部位需浸没在待测样品中，按“ZERO”键归零。

将标准砝码挂于挂钩末端上，使其完全浸没在待测样品中，此时显示数值即为样品的密度值。

取下标准砝码，按“ENTER”键返回至零点待测状态。



#### 注意事项

- (1) 在进行标准砝码参数设定和样品测定时，标准砝码不得碰触烧杯，表面不得有气泡，水和待测样品不得外溢。
- (2) 在使用前及移动位置后，需对仪器行校正。
- (3) 为避免风的影响，在进行测定时使用防风罩。

### 五、数据记录与处理

样品名称 \_\_\_\_\_

测量温度 \_\_\_\_\_

项目	1	2	3
$\rho_s^t / (\text{g/mL})$			
$\rho_s^t$ 平均值 / (g/mL)			
相对平均偏差			

### 六、思考题

1. 电子密度计测定液体密度的原理是什么？
2. 比较韦氏天平法与电子密度计法测量液体密度的优缺点。

## 实验三

# 石油产品闪点和燃点的测定

### 一、实验目的

掌握闪点测定仪测定石油产品闪点和燃点的基本操作。

### 二、测定原理

在规定条件下，易燃性物质被加热后所产生的气体组分与周围空气形成的混合气体，试验火焰引起混合气体发生瞬间燃烧（闪燃现象）时的最低温度，称为闪点。

由于使用石油产品时有封闭状态和暴露状态的区别，测定闪点的方法也有闭口杯法和开口杯法两种。闭口杯法多用于轻质油品的测定，开口杯法多用于润滑油及重质油品的测定。轻质油品选用闭口杯闪点是由于它与轻质油品的实际贮存和使用条件相似，可以作为安全防火控制指标的依据。重质油品及多数润滑油，一般在非密闭机件或温度不高的条件下使用，它们含轻质组分较少，在使用过程中又易蒸发扩散，因此采用开口杯法测定。对于在密闭、高温条件下使用的内燃机润滑油、特种润滑油、电器用油则要求采用闭口杯闪点。

常见的开口杯法有克利夫兰（Cleveland）开口杯法和泰格开口杯法，闭口杯法有宾斯基-马丁（Pensky-Martens）闭口法和泰格闭口杯法。GB/T 3536 规定，克利夫兰（Cleveland）开口杯试验仪适用于开口闪点高于 79℃ 的石油产品（燃料油除外）闪点和燃点的测定。GB/T 21929 规定，泰格闭口杯试验器适用于 40℃ 时黏度小于 5.5mm<sup>2</sup>/s，或 25℃ 时黏度小于 9.5mm<sup>2</sup>/s，且闪点低于 93℃ 的液体闪点的测定。对于 40℃ 时黏度不小于 5.5mm<sup>2</sup>/s，或 25℃ 时黏度不小于 9.5mm<sup>2</sup>/s，或闪点不低于 93℃ 的液体闪点的测定应采用宾斯基-马丁（Pensky-Martens）闭口杯试验器测定。GB/T 261 规定，宾斯基-马丁（Pensky-Martens）闭口杯试验仪适用于可燃液体、带悬浮颗粒的液体以及在试验条件下表面趋于成膜的液体，其闭口杯闪点高于 40℃ 样品的测定。

### 三、试剂、试样与仪器

#### 1. 试剂

石油醚或汽油。

#### 2. 试样

机油或其他石油产品。

#### 3. 仪器

(1) 克利夫兰（Cleveland）开口杯测定仪（见图 1-4、图 1-5）。

(2) 宾斯基-马丁（Pensky-Martens）闭口杯闪点测定仪（见图 1-6、图 1-7）。

### 四、实验内容与步骤

#### 1. 克利夫兰（Cleveland）开口杯法

采用自动开口杯测定仪进行测定时，按仪器说明书要求进行。采用手动开口杯测定仪进

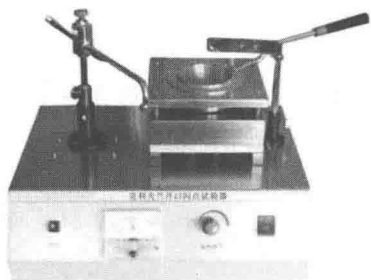


图 1-4 手动开口杯测定仪



图 1-5 自动开口杯测定仪



图 1-6 手动闭口杯闪点测定仪

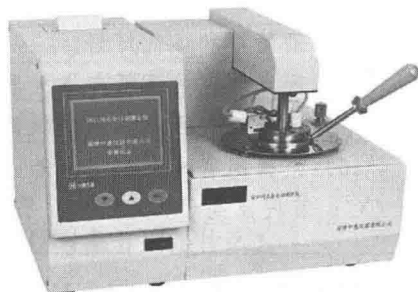


图 1-7 自动闭口杯闪点测定仪

行测定时按如下操作进行。

将试样倒入试验杯至刻度线，点燃试验火焰，并调节火焰直径为 3.2~4.8mm。先迅速升温，控制升温速度为 15℃/min 左右；当试样温度达到预期闪点前 56℃ 时减慢升温速度，在试样温度达到闪点前 25℃ 左右时，控制升温速度为 5~6℃/min。同时，开始用试验火焰划扫并通过试验杯的中心，温度每升高 2℃ 划扫一次，每次通过试验杯所需时间约为 1s。当在试样液面上出现闪火时，立即记录温度计的读数。测定闪点后，以升温速度 5~6℃/min 继续升温，每升高 2℃ 划扫一次，直到试样能持续燃烧不小于 5s，用带手柄的金属盖熄灭火焰，记录此温度作为试样的观察燃点。

测定时，观察气压计，记录试验期间的大气压。

将观察的闪点或燃点按下式修正为标准大气压 (101.3kPa) 下温度值。

$$T_f = T_0 + 0.25 \times (101.3 - p)$$

式中  $T_f$ ——标准压力下的闪点或燃点，℃；

$T_0$ ——观察的闪点或燃点，℃；

$p$ ——测定时记录的大气压力，kPa。

### 注意事项

(1) 对于室温下为液体的样品，取样前应先轻轻摇动，混匀后再小心取样，应尽可能避免挥发性组分损失。对于闪点在 210℃ 以下的试样，加样至上标线；对于闪点在 210℃ 以上的试样加样至下标线。如果加入的试样过多，可用移液管或其他工具取出。对于室温下为固体或半固体的样品，将装有试样的容器放入加热浴或烘箱中，在低于预



期闪点 56℃ 的温度下缓慢加热, 轻轻混匀样品, 然后按试验步骤进行操作。测试时还要除去试样表面的气泡。

(2) 若试样中水分超过 0.1% 时, 必须对试样进行脱水处理。脱水的方法是在试样中加入新煅烧并冷却的氯化钠、硫酸钠或无水氯化钙。闪点低于 100℃ 的试样不能加热, 闪点高于 100℃ 的试样可加热至 50~80℃。

(3) 将温度计垂直放置, 使感温泡距离试验杯底部 6mm, 位于点火器的对面, 试验杯中心与试验杯边之间的中点上。

(4) 闪点测定的高低与加热条件有关。加热速度过快时, 样品蒸发快, 使空气中油蒸气浓度提前到达闪燃条件, 造成测定结果偏低; 加热速度过慢时, 样品蒸发慢, 造成测定结果偏高。一般来说, 用电炉空气浴加热不仅使试验杯受热均匀, 而且温度易于控制, 比用酒精灯和煤气灯好。

(5) 闪点测定的高低与点火器有关。点火火焰越大, 离液面越低, 停留时间越长, 测定结果就越低。因此, 测定仪的点火器必须严格符合标准中的规定。

(6) 根据国家规定, 若闪点低于 150℃, 则平行测定两次结果的最大允许误差为 4℃; 若闪点高于 150℃, 则平行测定两次结果的最大允许误差为 8℃。

## 2. 宾斯基-马丁 (Pensky-Martens) 闭口杯法

采用自动闭口杯闪点测定仪进行测定时, 按仪器说明书要求进行。采用手动闭口杯闪点测定仪进行测定时按如下操作进行。

将试样注入试验杯中至标线处, 盖上清洁干燥的杯盖, 并将试验杯放入浴套中, 确保试验杯就位后插入温度计。点燃点火器, 调整火焰为球形, 直径为 3~4mm。开启加热器, 控制升温速度每分钟 1.0~1.5℃, 搅拌速度约为 250r/min。对于闪点低于 110℃ 的试样, 当温度达到预计闪点前约 20℃ 时开始点火, 试样每升高 1℃ 点火一次; 对于闪点超过 110℃ 的试样, 当温度达到预计闪点前约 20℃ 时开始点火, 试样每升高 2℃ 点火一次。当第一次在试样面上方出现明显的蓝色火焰时, 记录温度。

测定时, 观察气压计, 记录试验期间的大气压力。

将观察的闭口闪点按下式修正为标准大气压 (101.3kPa) 下的温度值。

$$T_c = T_0 + 0.25 \times (101.3 - p)$$

式中  $T_c$ ——标准压力下的闪点, ℃;

$T_0$ ——观察的闪点, ℃;

$p$ ——测定时记录的大气压力, kPa。

### 注意事项

(1) 对于室温下为固体或半固体的样品, 将装有试样的容器放入加热浴或烘箱中, 在低于预期闪点 28℃ 的温度下加热, 使样品全部成为液体, 然后按试验步骤进行操作。

(2) 在试验期间, 若控制升温速度每分钟 1.0~1.5℃, 搅拌速度为 250r/min 时, 适用于残渣燃料油、稀释沥青、用过的润滑油、表面趋于成膜的液体、带悬浮颗粒的液体及高黏稠材料的测定; 若控制升温速度每分钟 5~6℃, 搅拌速度为 90~120r/min 时, 适用于表面不成膜的油漆和清漆、未用过的润滑油及其他石油产品。