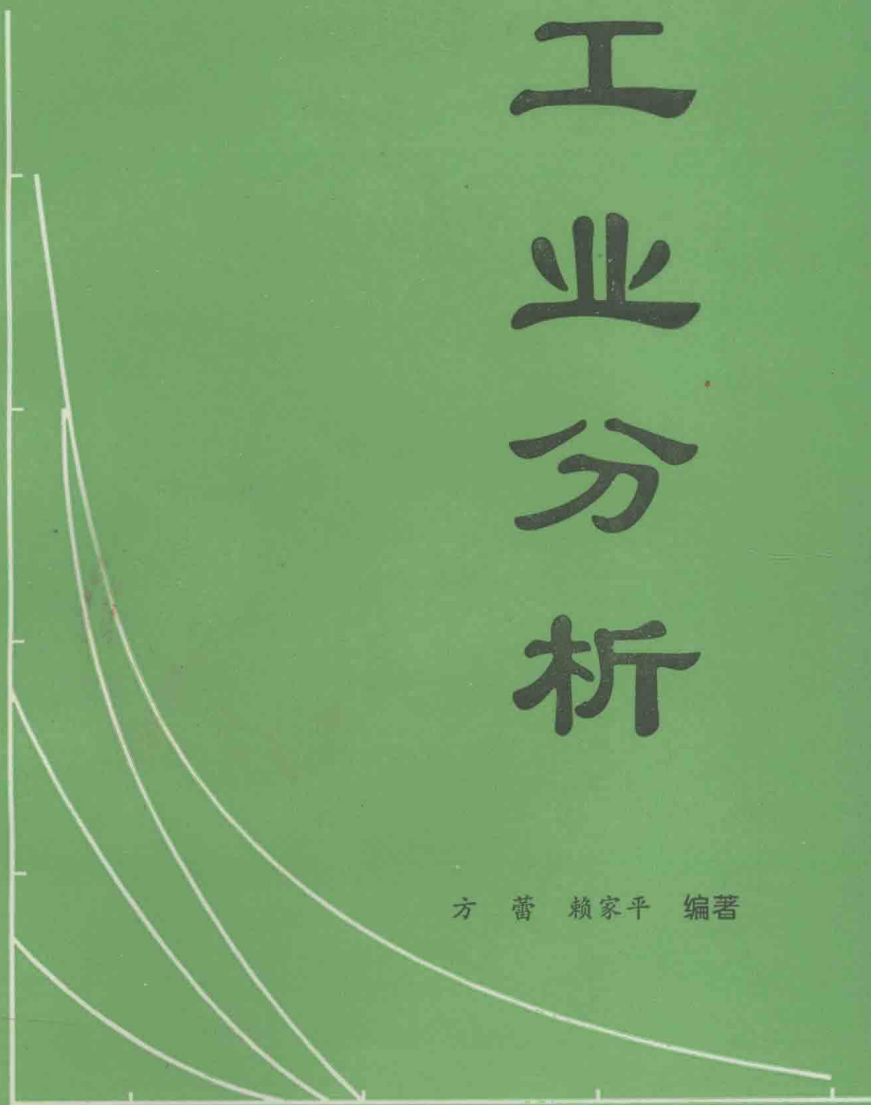


工业分析

方 蕾 赖家平 编著



新疆大学出版社

工 业 分 析

方 蕾 赖家平 编著

新疆大学出版社

工 业 分 析

方 蕾 赖家平 编著

新疆大学出版社出版

(乌鲁木齐市胜利路14号 邮编 830046)

广东省湛江教育印刷厂印刷

新华书店经销

开本 850×1168毫米 1/32 印张 10 字数 230千字

1996年6月第1版 1996年6月第一次印刷

印数 1—1500册

定价:18.00元

统一书号:ISBN7-5631-0748-7/G·423

内 容 提 要

全书包括工业分析的任务、特点及分类、试样的采取、制备和分解、提高定量分析的准确度、金属与合金分析、非金属及其它物料分析、制糖工业分析简介、几种常见食品的分析检验、化工检验简介及工业分析实验等八章内容,涉及面广。

本书可供高等学校应用化学专业作试用教材,也可作为高等学校与中专的分析专业选修课教学参考书,还可供培训从事工业分析人员参考用。

说 明

本书是参照湛江师范学院应用化学专业教学大纲的教学基本要求编写的。

工业分析是本专业一门重要课程。开设此课程的目的在于使学生在分析化学课程的基础上,学习和掌握应用定量分析、仪器分析的基本理论与基本方法来进行工业生产中原料、中间产品和成品的分析。

本课程是一门实践性更强的课程。工业分析是分析化学在工业生产上的具体应用,通过检验原材料、中间产品和成品的规格与纯度,并确定他们是否符合有关工业方面的要求,使学生不仅能掌握它的基本原理、基本知识和基本操作技能,更重要是通过每一个分析项目的学习,对其分析特性、分析原理、分析条件、干扰因素及其消除措施等有深一步的认识,特别是通过典型分析方法的介绍和选做提高性实验,可求达到举一反三,加快提高分析问题、解决问题和对分析方法的判别、选择的研究能力。本书在内容选择上着力于教学性,使之有利于培养和提高学生的思维能力和动手解决问题的能力。本书选材时参考了一些国内外书刊资料,恕不全部列出,仅在篇末列出主要参考书目,请原著者谅解。

工业分析种类繁多,内容丰厚复杂,分析技术日新月异,难以一一阐述,特别是编者水平有限,成稿时间仓促,教材中难免有许多缺点错误,恳请读者批评、指正。

在编写和出版过程中得到各方面的大力支持,谨此表示感谢!

目 录

绪 论	(1)
第一章 试样的采取、制备和分解	(4)
§ 1-1 试样的采取与制备	(4)
§ 1-2 试样的分解	(8)
第二章 提高定量分析的准确度	(22)
§ 2-1 分析结果的允许差	(22)
§ 2-2 常量分析中提高分析结果准确度的途径	(28)
§ 2-3 痕量组分测定中污染的防止	(32)
§ 2-4 标准物质的制备及其正确使用	(34)
§ 2-5 分析结果的表示	(35)
§ 2-6 方法试验的过程及总结的写法	(39)
第三章 金属与合金分析	(41)
§ 3-1 铜的分析	(41)
§ 3-2 铁的分析	(45)
§ 3-3 铝的分析	(50)
§ 3-4 钛的分析	(54)
§ 3-5 稀土金属的分析	(57)

第四章 非金属及其它物料分析	(60)
§ 4-1 水的分析	(60)
§ 4-2 煤的分析	(65)
§ 4-3 耐火材料的分析	(73)
§ 4-4 水泥及水泥原料的化学分析	(76)
第五章 制糖工业分析简介	(83)
§ 5-1 概述	(83)
§ 5-2 水分的测定	(92)
§ 5-3 视干固物(固形物)的测定	(94)
§ 5-4 糖度(转光度)及蔗糖分的测定	(98)
§ 5-5 还原糖分的测定	(103)
§ 5-6 非糖物测定简介及灰分的测定	(109)
第六章 几种常见食品的分析检验	(112)
§ 6-1 概述	(112)
§ 6-2 样品的采集、制备、保存及前处理方法	(113)
§ 6-3 食品的一般成分分析	(117)
§ 6-4 调味品分析简介	(123)
§ 6-5 饮料理化检验	(127)
第七章 化工商品检验简介	(136)
§ 7-1 概述	(136)
§ 7-2 简述几种常用无机化工商品分析	(137)
第八章 工业分析实验	(159)
§ 8-1 工业分析仪器和基本操作	(159)

§ 8-2 工业分析实验部分	(165)
实验一 试样的分解	(165)
实验二 铜矿、铜合金中铜含量测定	(167)
实验三 钛铁矿中钛的测定	(170)
实验四 工业用水分析	(172)
实验五 煤的半工业分析	(175)
实验六 瓷土中 SiO_2 测定和 Fe、Al 的连续配 位滴定	(178)
实验七 水泥熟料中 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、CaO 和 MgO 含 量的测定	(182)
实验八 白砂糖干燥失重和糖液锤度的测定	(188)
实验九 白砂糖还原糖分的测定	(190)
实验十 白砂糖糖度(转光度)和电导灰分的测定	(192)
实验十一 白砂糖色值的测定	(194)
实验十二 果糖还原糖分的测定	(196)
实验十三 酱油、酱料中氨基酸氮和盐分的测定 ..	(198)
实验十四 食品中蛋白质的测定	(200)
实验十五 蒸馏酒中乙醇浓度的测定	(203)
实验十六 蒸馏酒及配制酒中甲醇及高级醇类的 GC 法测定	(204)
实验十七 酸漂副品红比色法测定食品中的二氧 化硫	(206)
实验十八 汽水酸度和啤酒总酸测定	(210)
实验十九 紫外分光光度法测定食品添加剂中的 山梨酸	(211)
实验二十 食品中维生素 B_1 和 B_2 的测定	(213)
实验二十一 食品中黄曲霉毒素 B_1 的测定	(216)

实验二十二	熏烤动物性食品中苯并(a)芘的测定	(221)
实验二十三	保健饮料中硒的测定	(225)
实验二十四	铝制食炊具容器中铅的测定	(227)
实验二十五	有机磷农药残留量的测定	(229)
实验二十六	颗粒饲料中镉的测定	(233)
实验二十七	工业烧碱指标含量的测定	(235)
实验二十八	工业盐酸中总酸度和铁含量的测定	(238)
实验二十九	工业产品中铜、锌、铅的测定	(240)
实验三十	冷原子吸收光谱法测定工业产品(食品) 中的汞	(242)
主要参考书目		(245)
附 录		
表 1	观测锤度温度改正表(0~80℃)	(247)
表 2	糖液波美度温度改正表	(248)
表 3	糖液折光锤度温度改正表(10~30℃)	(249)
表 4	糖度(转光度)(或蔗糖分)因数检索表	(250)
表 5	糖液锤度对每毫升含蔗糖克数表(在空 气中)(40.0-44.9Bx)	(257)
表 6	蔗汁克来杰除数检索表(20℃)	(257)
表 7	1 规定量、1/2 规定量、1/3 规定量糖液 克来杰除数检索表(20℃)	(258)
表 8	克来杰除数温度改正表(4~35℃)	(260)
表 9	有石英楔旋光仪白砂糖蔗糖分温度 改正表	(261)

表 10	没有石英楔检糖仪白砂糖蔗糖分温度 改正表	(261)
表 11	还原糖因数表	(262)
表 12	兰—艾农恒容法测定还原糖校正系数表 ...	(263)
表 13	奥夫纳尔法还原糖改正数表	(263)
表 14	蔗糖溶液真密度 20°/4℃表	(264)
表 15	糖液锤度、视密度、视比重、每 100 毫升含 蔗糖克数及波美度对照表	(268)
表 16	酒精计温度浓度换算表	(281)
表 17	二氧化碳气含量倍数表	(295)
表 18	折光计读数之温度修正表(补充件)	(301)
表 19	化合物的摩尔质量表	(303)
表 20	国际原子量表(1985)	(306)

绪 论

一、工业分析的任务和作用

工业分析是分析化学在工业生产上的具体应用,也是分析化学的重要组成部分。它研究工业生产中涉及的原材料、辅助材料及其它常用的物料(如水、燃料……)等组成的分析方法和开展对各类材料组成的分析测定,并对生产过程中的中间产品、成品及工艺实行监测,以确保生产所用各类材料的质量,为生产中的工艺过程提供正确的分析结果,为产品质量提供质量依据,对企业提高产品质量,提高经济效益起着重要的作用。所以长期以来人们把工业分析誉为工业生产中的“耳目”。它为工业生产起着“把关”的作用。

随着科学技术和工业生产的不断发展,新材料、新工艺、新技术的不断涌现,在这些新领域的开发和发展中,更离不开工业分析工作,它有时甚至起着举足轻重的作用。

二、工业分析的特点及分类

工业分析的对象是多种多样的。由于分析的对象不同,对分析的要求也各不相同。但一般来说,在符合生产所需要的准确度的前提下,分析快速、测定简便、易于重复,这是对工业分析的普遍要求。

在工业分析中应注意下述四个方面的问题:

(1)正确采样和制样,是工业分析中的重要步骤。所采制的试样要能够代表全部被分析物料的平均成分;

(2)选择适当的试样分解方法,是工业分析的重要环节。试样分解方法的选择与被测物质的组成、被测元素和测定的方法

有着密切的关系,对提高分析速度也具有决定意义;

(3)选择能满足准确度要求的分析方法,并应考虑被测分析物料所含杂质的影响;

(4)在保证一定的准确度下,尽可能快速化。

工业分析中所用的分析方法与定量分析分类原则相同,一般分为三类:化学分析法;物理化学分析法;物理分析法。

按其在工业生产中所起的作用,工业分析又可分为两类:标类法与快速法。标类法多用来测定生产中原料及成品的化学组成,由所得结果来作为评定原料及产品质量的依据,也用于验证分析和仲裁分析,所以此种方法必须准确度高,此项分析工作通常在中心化验室进行。快速法主要用以控制生产工艺过程中的重要工序,要求迅速报出分析结果,以指导工艺过程的顺利进行和工艺质量的提高,而对准确度则允许在符合生产要求的限度内可以适当降低一些,此类方法最适用于车间分析。但就目前分析方法的发展来看,标类法也向快速化发展,而快速法也向较高的准确度发展,这两类方法的差别已逐渐不明显。有些分析方法能保证准确度,操作又非常迅速,既可作标类法,亦可作为快速法。

验证分析是以专为验证某项分析结果为目的,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准确度高。仲裁分析是当甲、乙两方对分析结果有分歧时,以解决争议为目的的分析,所用方法通常是采用原用的方法,但由技术更高的分析人员进行,必要时可用标准分析方法或经典分析法。

一种试样的某个组分测定可以用不同的方法进行,但各种方法的准确度是不同的,即使采用同一种方法,如用同样试剂,不同精度的仪器,分析结果也不尽相同。为使同一试样中的同一组分,不论是由何单位或何人员来分析,所得分析结果都应在允许误差范围以内,统一分析方法是必要的。这样的标准方法

世界各国都是由国家选定和批准加以公布的。我国的标准分析方法,是由国家标准局或各有关主管部门审核批准的。随着科学的发展,实验技术的进步,旧标准会不断被新标准代替。

三、学习工业分析的要求

工业分析是应用化学专业的一门重要课程。开设此课的目的,在于使学生在分析化学课程的基础上,学习和掌握应用定量分析、仪器分析的基本理论和方法来进行工业生产中原料、中间产品、成品的分析。

工业分析是一门实践性更强的学科,它是分析化学在工业生产上的具体应用,主要用以检验原料和成品的规格和纯度,并确定它们是否符合有关工业方面的要求。学习此课程不只局限于掌握它的基本原理、基本知识和基本操作技能,更重要的是通过每一个分析项目的学习,了解并掌握其分析特性、分析原理、分析条件、干扰因素及其消除措施等;通过典型分析方法的介绍和选做提高性实验,可以更多地获得分析基础知识和实验技能。以求做到举一反三,提高分析问题、解决问题和对分析方法的判别、选择的研究能力。

思考题

1. 工业分析在工业生产中有何重要意义?
2. 怎样才能学好工业分析这门课程?

第一章 试样的采取、制备和分解

§ 1—1 试样的采取与制备

试样的采取和制备是化学分析中一项十分重要的工作。在工业分析中,每次测定所称取的分析试样最多不过数克(包括重复测定),但分析结果却要代表大量物料的平均组分。如何取这样少的试样使所得的分析结果能正确全面地反映大批物料的情况,这就必须要求正确地采取具有足够代表性的“平均试样”,并将其制备成分析试样。否则,分析结果再准确也是毫无意义的。

在分析工作进行之前,必须了解物料的来源、运输方式和存放情况的不同,它们的组成分布有比较均匀的、也有很不均匀的。因此,应根据物料的性质、均匀程度、数量大小确定采样的方法和采样量,做好试样的采取和制备工作。所谓试样的采取和制备,是指先从大批物料中采取最初试样(原始试样),然后再制备成供分析用的最终试样(分析试样)。对比较均匀的物料,可直接取适量样品作分析试样。

分析的试样是多种多样的,从其形态来分,有气体、液体和固体三类,对于不同的形态和不同的物料,应采取不同的取样方法。采样及制备样品的具体步骤在有关产品的国家标准、部颁标准上都有详细规定。例如石油产品取样法(SYB2001—59),化

学试剂取样及验收规则(GB619—65)等等,各种工业分析专著上也都有专门章节。本节只介绍采样与制备的一般原则。

一、组成比较均匀物料的采样

1. 液态物料的采样

水样的采取,若为江、河、池水,应用带塞的干净瓶(瓶外底部应系一重物,塞子系一条绳子),沉于离水面不同深度的地方,分别取几份不同深度的水样,混合后作分析试样用;若分析水管或有泵水井中的水样时,取样前需将水龙头或水泵打开,放水 5 ~ 10min 后,用干净瓶收集满瓶水样作分析用。

大容器(如贮槽等),盛装的液体物料,可用玻璃管(内径 10mm)在不同深度取样混合均匀后作为分析试样。对大批分装于小容器里的液体物料可按预先确定的百分比,从每个容器内取样,混合均匀后作分析试样用。

对于不均匀的某些产品如浓硫酸、无水液态样品等,由于它们具有强烈的吸水性,表层和内部的成分就会有所不同,故应搅拌均匀后再按大容器取样办法进行取样,混匀后作为分析试样。取样和混匀过程应尽量减少与空气接触。

2. 气态物料的取样

大气样品通常选择距地面 50—180cm 的高度进行采样(此高度的大气样品与人的呼吸空气相同);烟道气、废气等可将气体样品采入空瓶或大型注射器中。

大气污染物的测定,是使空气通过适当吸收剂,由吸收剂吸收浓缩之后再进行分析。

在液体或气体的采样前,必须把容器或通路洗干净,再用所采的液体或气体冲洗数次或干燥之,然后再进行采样,以免混入杂质。

3. 固体物料的采取

(1)化工产品、化肥、食盐、粮食等组成比较均匀的,可按产

品的批量大小、包装、存放方式,定出抽样的百分比,各取一部分(取量不必太多),混匀作为分析试样。

(2)金属材料取样,应取合格产品,且注意取用便于称量和分解,粒度细小的试样,若须切削或钻取试样不宜高温,以免影响分析结果。

二、组成不均匀物料的采样

大块物料样品的采取,如矿石、铁合金、煤炭、焦炭、石灰石等,不但组成不均匀,而且外形大小悬殊。为了所采取的试样具有代表性,在取样时必须按照一定的程序,根据物料的堆放情况,物料总样的大小,从不同的部位和深度选取多个取样点采集一定数量不同粒度的小样。取出的份数越多,试样的组成与被分析物料的平均组分越接近。小样进行混和、破碎、缩分(一般用四分法)等加工后,才能得到比较均匀的代表性的试样。必要时还要进行过筛,不通过筛孔的部分颗粒,必须反复研磨,直到使所有细粒都能通过筛孔为止。

原始样品一般按全部物料的千分之一至万分之三采集小样,对极不均匀的物料有时取五百分之一。

一般筛子用铜合金丝制成,有一定孔径,用筛号(又称网目)表示,各种筛号规格见表 1—1。

表 1—1 筛孔(网目)和筛孔直径对照表

筛号① (网目)	3	6	10	20	40	60	80	100	120	140	200	230	270	325
筛孔直径 ②(mm)	6.72	3.26	2.00	0.83	0.42	0.25	0.18	0.15	0.125	0.105	0.074	0.063	0.053	0.042

①筛孔(网目)指 1 英寸筛底长度内的筛孔数。②筛孔直径,按美国标准。

为确保制成的分析试样具有足够的代表性,还必须注意制样的一般规则:

(1)收集到试样和送检时,应认真检验分析项目和试样状

态。若有疑问应立即向送检人员提出,明确后才收样登记,及时取样或妥善保管,以防试样搞混。

(2)制样所用的工具,如破碎研磨机械、钢钵、研杵等,事先要清洗干净,使用前用待处理的试样“洗”2—3次。

(3)制样时要防止带入水、油、污物、灰尘及其它杂质;制样场所要保持清洁。

(4)制备金属试样时,应先除去表面的锈、垢、涂层、氧化层、油污等,然后风干。试样内部应无气孔、夹渣等。钻取或切削试样速度不能太快,以防止金属材料的氧化。若制取的金属试样呈蓝黑色,则应重新制取。制取的试样应为细屑,不能制成大块薄片或长卷屑。

(5)捣碎试样用的钢钵、钢杆,一定要用硬质高锰钢制成。制取铁矿石、炉渣、金属试样后,应用磁铁将钢钵、钢杆上附着的残余试样吸净。钢钵、钢杆用完后,用扫帚彻底扫干净。在用玛瑙、玻璃和陶瓷乳钵研磨试样后,如发现有痕迹时,应采用少许浓盐酸洗净。

(6)研磨、搀合及试样装袋时,应防止试料飞失。研磨、搀合跳出的颗粒,必须回收。在研磨、搀合一种试样的现场中,不能同时进行另一种试样的研磨、搀合工作。

(7)潮湿的样品应先风干、烘干。这样既便于破碎,又可防止其堵塞筛孔。

(8)过筛时,应在正常摇动下使样品自然通过筛孔,不得压、拍,以免损坏筛孔;

凡不过筛的颗粒,决不能丢弃,必须反复研磨,使所有颗粒都能通过筛孔,以保证所得样品能真实地反映出被测物料的平均组分。

(9)如用纸袋装试样,则试袋用纸必须细密、光滑,不许带绒毛、纤维。