

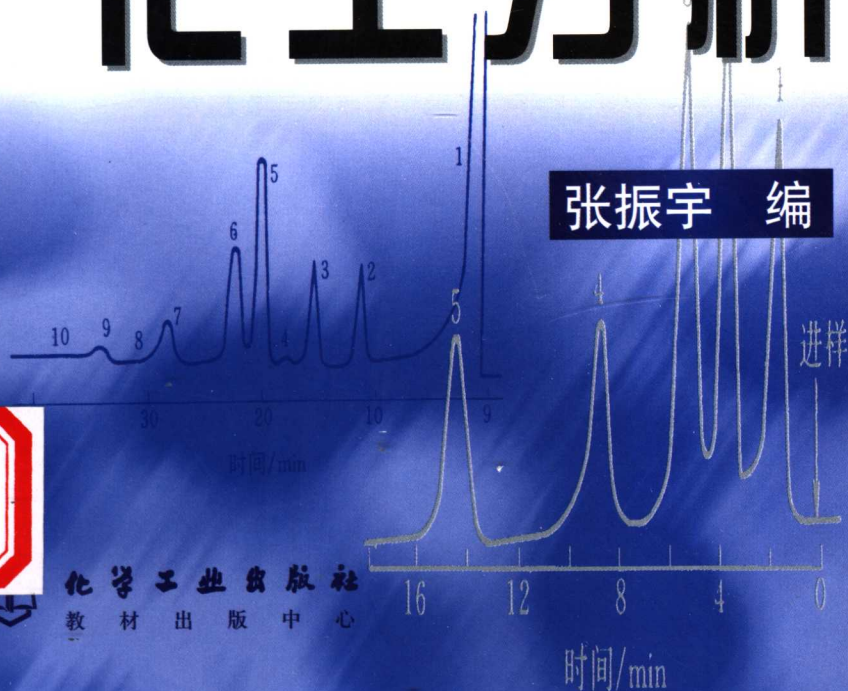


中等职业学校教材

第二版

化工分析

张振宇 编



4-43
02

化学工业出版社
教材出版中心

中等职业学校教材

化 工 分 析

第 二 版

张振宇 编

化学工业出版社
教材出版中心
·北 京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

化工分析/张振宇编. —2版. —北京:化学工业出版社, 2001.10

中等职业学校教材

ISBN 7-5025-3332-X

I. 化… II. 张… III. 化学工业-分析方法-专业学校-教材 IV. TQ014

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2001) 第 065002 号

中等职业学校教材

化 工 分 析

第 二 版

张振宇 编

责任编辑: 陈有华

责任校对: 蒋 宇

封面设计: 蒋艳君

*

化学工业出版社
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010)64982530 (010)64918013

购书传真: (010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

大厂聚鑫印刷有限责任公司

三河市延风装订厂

开本 850mm × 1168mm 1/32 印张 9½ 字数 252 千字

2001 年 12 月第 2 版 2005 年 9 月北京第 15 次印刷

ISBN 7-5025-3332-X/G · 885

定 价: 14.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

第二版编写说明

《化工分析》作为化工中专教材，曾于1980年、1989年两次编写出版，并经多次重印，受到各校师生和广大读者的青睐。十多年来科学技术的发展和体制的变革对职业教育提出了新的要求。为适应中等职业学校培养高素质的劳动者和中初级专门人材的需要，笔者在1989年版的基础上重新编写了这本《化工分析》教材，作为化工中等职业学校工艺类专业教学用书，也可以供与分析化验有关的其他专业或在职分析化验人员学习参考。

第二版《化工分析》与1989年版相比，具有以下特点。

1. 保留原教材的基本内容框架，吸取了原教材的精华。删去了气体分析一章，增加了电位分析和电导分析、化工产品质量检验等章。讲授内容与教学实验合编为一册，有利于理论教学与实验的融合，使用本书更为方便。

2. 适当降低教学起点，删去了活度、条件稳定常数、条件电极电位等偏深内容。涉及到理论问题以“必须”和“够用”为度，尽量简明扼要地说明分析方法的基本原理，重点立足于应用，加强学生实践技能的培养。

3. 采用我国法定单位制和现行国家标准。按照“等物质的量反应规则”进行滴定分析的计算；采用GB/T 14666—93推荐的分析化学术语和符号。例如，定量分析结果以质量分数、体积分数或质量浓度表示等等。

4. 教学实验的编写兼顾到基本操作训练和按标准进行产品质量检验。删去了一些陈旧的实验，补充了国家标准中规定的一些通用分析方法，实验规程可靠、实用。书中提供的实验项目多于给定的学时，各校可结合专业需要决定取舍。

5. 教材注重对学生职业能力的培养。在每个实验项目中都编

有“思考与讨论”；各章编有“本章要点”，指出教学重点、必须掌握的基本问题和基本技能；每章最后列出了“复习与练习”，以利于学生巩固所学知识和技能，培养分析问题和解决问题的能力。

本教材承河北化工学校朱永泰高级讲师审稿，并提出宝贵意见，对此表示衷心感谢。

限于笔者的水平，书中不足之处在所难免，恳请同行与读者提出批评指正。

张振宇

2001年6月于吉林化工学校

第一版编写说明

本书系根据化工部化工中专基础化学教材编审委员会 1987 年 3 月审定的化工分析教学大纲编写的,适用于四年制化工中专工艺类专业。与 1980 年出版的化工分析试用教材相比,本书具有以下特点。

按照教学大纲的规定,本书只编写化工分析课程的讲授内容。关于实验内容,单独编成实验教材,另册出版。根据化工工艺专业对分析课程的要求和少而精的原则,本书以滴定分析、吸光光度分析和气相色谱分析为重点,删去了称量分析和非水滴定等章,保留了气体分析一章。

根据中专教育的培养目标,本着“理论降调,加强实践”的精神,简明扼要地说明分析方法原理,应用部分力求结合化工生产实际。例如,以电离理论为起点,不讲酸碱质子理论;提出光吸收定律,但不推导公式;不讲气相色谱塔板理论和速率理论等。另一方面,充实了化工分析中比较适用的内容,如以中位值报告分析结果;汞量法测定氯化物;费休法测水;紫外光度法测定某些有机物等。

根据我国推行法定计量单位制的要求,本书主要采用物质的量浓度进行滴定分析的计算,采用了符号法定计量单位制的一些术语,并贯穿全书。考虑到学生可能查找文献资料的需要,在注释中简单介绍了当量浓度的概念以及和物质的量浓度之间的换算关系。

为了扩大学生视野,在阐述课程基本内容的同时,适当介绍一点近年来国内外分析技术的进展。例如,新的基准物质;滴定碳酸钠用混合指示剂;三元络合物在光度分析中的应用;气相色谱中的化学键合固定相等。书中一些专用名词术语,第一次出现时加注了英文。

书中在各章正文之后编写了“本章小结”，指出教学重点和必须掌握的基本问题，以利于学生复习巩固所学知识。每章最后都列出了较多的问题和习题，供学生思考和练习，以培养分析问题和解决问题的能力。

参加本书编写工作的有吉林化工学校张振宇（第一、二、三、七、八、九章），河北化工学校靳东来（第四、五、六章），并由张振宇统一修改定稿。

河北化工学校朱永泰担任主审。参加审稿的还有湖南化工学校柳明现，北京化工学校王芝，兰州化工学校毕务贤，徐州化工学校顾明华，常州化工学校黄一石、沈吕星。他们对初稿提出了宝贵的意见，特此一并致谢。

由于编者业务水平、教学经验有限，加之时间仓促，书中错误在所难免。特别是采用法定计量单位制以后一些计算公式的处理，理论教材与实验教材的衔接等方面可能有欠妥之处，欢迎读者提出批评和指正，不胜感谢。

编 者

1988年2月

目 录

第一章 绪论	1
第一节 化工分析的任务和方法	1
一、化工分析的任务与作用	1
二、定量分析的方法	2
三、定量分析的一般过程	4
第二节 分析试样的采取与处理	5
一、液体试样的采取	5
二、气体试样的采取	5
三、固体试样的采取、制备及溶解	7
第三节 分析天平 and 称量方法	8
一、天平称量原理	9
二、部分机械加码分析天平的构造	9
三、称量的一般程序和规则	12
四、称量试样的方法	14
第四节 分析数据与误差问题	15
一、定量分析结果的表示	15
二、分析的准确度与精密度	16
三、误差的来源及减免方法	19
四、有效数字及其处理规则	20
实验 1 分析天平的称量练习	22
本章要点	24
复习与练习	25
第二章 滴定分析	27
第一节 滴定分析的条件和方法	27
一、滴定分析的基本条件	27
二、滴定分析的方法	28
第二节 标准溶液	29

一、标准溶液组成的表示方法	29
二、标准溶液的制备	30
第三节 滴定分析的计算	32
一、等物质的量反应规则	32
二、计算示例	34
第四节 滴定分析仪器及操作技术	36
一、滴定管	36
二、容量瓶	41
三、吸管	43
实验 2 滴定分析仪器的准备与操作练习	45
本章要点	48
复习与练习	50
第三章 酸碱滴定法	52
第一节 水溶液中的酸碱平衡	52
一、酸碱水溶液的酸度	52
二、水解性盐溶液	54
三、酸碱缓冲溶液	56
第二节 酸碱指示剂	58
一、指示剂的变色原理	58
二、常用的酸碱指示剂	59
第三节 滴定曲线及指示剂的选择	61
一、强酸或强碱的滴定	61
二、弱酸或弱碱的滴定	63
三、水解性盐的滴定	66
第四节 酸碱滴定方式和应用	67
一、直接滴定	67
二、返滴定	69
三、间接滴定	70
实验 3 氢氧化钠标准溶液的制备	72
实验 4 乙酸溶液含量的分析	74
实验 5 盐酸标准溶液的制备	76
实验 6 烧碱液中 NaOH 与 Na_2CO_3 含量分析	77
实验 7 铵盐纯度的测定	79

实验 8 工业甲醛含量分析	80
实验 9 氨水中氨含量的分析	82
本章要点	83
复习与练习	85
第四章 配位滴定法	88
第一节 EDTA 及其分析特性	88
一、EDTA 与金属离子的配位反应	88
二、酸度对配位滴定的影响	90
第二节 金属指示剂	92
一、金属指示剂的作用原理	93
二、常用的金属指示剂	94
第三节 配位滴定方式和应用	95
一、单组分含量的测定	95
二、多组分含量的测定	97
实验 10 EDTA 标准溶液的制备	98
实验 11 工业用水中钙镁总量的测定	99
实验 12 混合液中铁、铝含量的测定	101
本章要点	103
复习与练习	104
第五章 氧化还原滴定法	106
第一节 氧化还原滴定反应的条件	106
一、反应的自发方向	106
二、反应的完全程度	107
三、反应速率	109
第二节 高锰酸钾法	110
一、滴定反应和条件	110
二、 KMnO_4 标准溶液	111
三、应用实例	112
第三节 碘量法	113
一、滴定方法和条件	113
二、标准溶液	115
三、应用实例	116
第四节 其他氧化还原滴定法	119

一、重铬酸钾法	119
二、溴酸钾法	121
实验 13 高锰酸钾标准溶液的制备	122
实验 14 过氧化氢含量的分析	123
实验 15 硫代硫酸钠标准溶液的制备	124
实验 16 硫酸铜含量的分析	126
实验 17 聚合硫酸铁中全铁的测定	127
实验 18 卡尔·费休法测定化工产品中微量水	129
本章要点	132
复习与练习	133
第六章 沉淀滴定和沉淀称量法	136
第一节 沉淀与溶解平衡	136
一、溶度积规则	136
二、沉淀完全的条件	137
三、分步沉淀	139
四、沉淀的转化	140
五、沉淀剂的选择	140
第二节 沉淀滴定——银量法	141
一、莫尔法——铬酸钾作指示剂	141
二、福尔哈德法——铁铵钒作指示剂	143
三、法扬斯法——吸附指示剂	144
第三节 沉淀称量法	145
一、试样的溶解与沉淀	145
二、沉淀的过滤和洗涤	146
三、沉淀的烘干和灼烧	149
四、分析结果的计算	151
五、应用实例	152
实验 19 硝酸银标准溶液的制备和水中氯化物的测定	153
实验 20 硫酸钠含量的分析	155
本章要点	156
复习与练习	158
第七章 电位分析和电导分析	160
第一节 电位测量用电极和仪器	160

一、工作电池	160
二、参比电极	161
三、指示电极	162
四、测量仪器	165
第二节 直接电位法	166
一、测定水溶液的 pH	166
二、测定其他离子的含量	168
第三节 电位滴定	169
一、仪器装置和操作	169
二、滴定终点的确定方法	170
三、应用实例 无机化工产品中少量氯化物的测定	172
第四节 电导分析法	173
一、电导率和摩尔电导率	173
二、电导的测量	175
三、应用实例	178
实验 21 电位法测定水溶液的 pH	179
实验 22 纯碱中少量氯化物的测定 (银量-电位滴定法)	180
实验 23 电导法检测水的纯度	182
本章要点	184
复习与练习	187
第八章 比色和分光光度分析	189
第一节 物质对光的选择性吸收	189
一、可见光与溶液的颜色	189
二、光吸收曲线	190
三、光吸收定律	191
第二节 显色反应及其应用	193
一、显色剂的选择	193
二、显色反应条件	195
三、应用实例	197
第三节 分光光度计及其操作	200
一、仪器的组成	200
二、721 型分光光度计	200
三、722 型分光光度计	203

四、光度测量条件的选择	204
第四节 定量分析方法	205
一、目视比色法	205
二、标准曲线法	206
三、标准对照法	207
实验 24 纯碱中微量铁的测定	208
实验 25 乙二醇中微量醛的测定	211
实验 26 工业废水中挥发酚的测定	213
本章要点	216
复习与练习	218
第九章 气相色谱分析	220
第一节 气相色谱分离原理及条件	220
一、气固色谱法 (GSC)	220
二、气液色谱法 (GLC)	221
三、分离操作条件的选择	223
第二节 气相色谱仪及其操作	224
一、仪器的组成	224
二、102G 型气相色谱仪	228
第三节 定性和定量分析	232
一、色谱图及有关术语	232
二、定性分析	233
三、定量分析	234
四、色谱数据处理机的使用	239
第四节 应用实例	243
一、常见永久性气体的分析	243
二、烃类的分析	245
三、含氧、含卤有机物的分析	245
四、微量水分的分析	248
实验 27 半水煤气的全分析	249
实验 28 苯系混合物的分析	252
实验 29 乙醇中少量水分的分析	254
本章要点	256
复习与练习	258

第十章 化工产品质量检验	261
第一节 分析检验中的质量保证	261
一、分析检验中的质量控制	261
二、分析检验的质量评定	262
第二节 技术标准和标准分析方法	263
一、标准的内容和种类	263
二、化工技术标准资料	265
三、化工技术标准的检索	266
第三节 产品质量检验与品级鉴定	268
一、技术要求	269
二、试验方法	269
三、品级鉴定	270
实验 30 尿素的质量检验和品级鉴定 (综合实验)	270
本章要点	271
复习与练习	272
附表	273
一、弱酸和弱碱的离解常数 (25℃)	273
二、氧化还原半反应的标准电位	275
三、一些物质在热导检测器上的相对响应值和 相对校正因子	277
四、一些物质在氢焰检测器上的相对质量响应值 和相对质量校正因子	281
五、常见化合物的摩尔质量	284
六、相对原子质量 (1989 年)	287
主要参考资料	289

第一章 绪 论

第一节 化工分析的任务和方法

一、化工分析的任务与作用

化工分析是以分析化学的基本原理和方法为基础，解决化工生产和产品检验中实际分析任务的学科。

分析化学是研究物质组成、含量、结构及其他多种信息的一门科学，主要包括定性分析和定量分析。定性分析的任务是检测物质中原子、原子团、分子等成分的种类；定量分析的任务是测定物质化学成分的含量。

化工生产控制分析和化工商品检验工作，在物料基本组成已知的情况下，主要是对原料、中间产物和产品进行定量分析，以检验原料和产品的质量，监督生产或商品流通过程是否正常。对于产品检验，国家颁布了各种化工产品的质量标准，规定了合格产品的纯度、杂质的允许含量及分析检验方法，分析工作者必须严格遵照执行。另一方面，为了确保产品质量还必须对生产过程进行严格的中间控制分析。例如，用离子膜法生产烧碱的工艺过程中，要求精制食盐水中 NaCl 含量为 $(310 \pm 5) \text{ g/L}$ ，而盐水中杂质 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量 $\leq 20 \times 10^{-9} \text{ g/L}$ 。在分子化学工业中，为了生产高质量的聚乙烯、聚丙烯、乙丙橡胶和顺丁橡胶，需要高纯单体——聚合级乙烯、丙烯和丁二烯等，要求它们仅含有极微量的杂质。这些工艺指标的测定就是靠化工分析来完成的。通过分析检验评定原料和产品的质量，检查工艺过程是否在正常进行，从而使我们在生产上能最经济地使用原料和燃料，减免废品和次品，及时消除生产事故，保护环境。因此，化工技术人员必须掌握化工分析的要点和方法，才能熟悉整个生产过程的全貌，根据各控制点的分析数据进行有效地

调节，以保证优质、高产、低耗和安全地进行生产。

应当指出，分析检验不仅在化学、化工领域起着重要的作用，而且对国民经济和科学技术的发展都具有重大的实际意义。例如，农业生产中土壤性质、农作物生长过程营养和毒物的研究；在工业生产的各个方面，如资源的勘探开发与利用、新产品试制、新工艺的探索、以及三废（废水、废气、废渣）处理和综合利用等，都必须以分析检验的结果为重要依据；在商品流通领域，需要对商品质量及其变化进行监督与评估；在科学技术领域，凡是涉及化学变化的内容，几乎都离不开分析检验。可以说分析检验是人们认识物质世界和指导生产实践的眼睛。

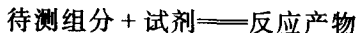
在中等职业学校化工工艺类专业中，化工分析是一门实践性很强的学科，实验占有较大的比例。学生要在实验技能方面取得成功，必须付出艰苦劳动，准确树立量的概念，一丝不苟，正确掌握分析实验的基本操作，养成良好的实验习惯。通过本课程的学习，能够培养学生严格执行国家标准，自觉遵守行业法规和实事求是的科学态度，认真观察、分析和解决问题的能力。为从事化工生产控制、产品分析检验，以及在物质化学组成和结构的信息科学领域的再学习，打下良好基础。

二、定量分析的方法

按照分析原理和操作技术不同，定量分析方法可分为化学分析法和仪器分析法两大类。

1. 化学分析法

化学分析法是以物质的化学计量反应为基础的分析方法，可用通式表示为：



由于采取的具体测定方法不同，又分为滴定分析法和称量分析法。

(1) 滴定分析法 将一种已知准确浓度的试剂溶液滴加到待测物质溶液中，直到所加试剂恰好与待测组分定量反应为止。根据试剂溶液的用量和浓度计算待测组分的含量。这种分析方法称为滴定分析法或称容量分析法。例如，用酸碱滴定法可以测定酸性或碱性

物质的含量；用氧化还原滴定法可以测定还原性或氧化性物质的含量等。

(2) 称量分析法 根据称量反应产物的质量来计算待测组分含量的方法称为称量分析法。例如，测定试样中硫酸盐含量时，在试液中加入稍过量的 BaCl_2 溶液，使 SO_4^{2-} 生成难溶的 BaSO_4 沉淀，经过滤、洗涤、灼烧后，称量 BaSO_4 的质量，便可求出试样中硫酸盐的含量。

化学分析通常用于试样中常量组分（1% 以上）的测定。其中，称量分析准确度较高，但操作繁琐费时，目前应用较少；滴定分析操作简便、快速，准确度亦较高，是广泛应用的一种定量分析技术。

2. 仪器分析法

仪器分析法是以物质的物理或物理化学性质为基础的分析方法。因这类方法需要使用光、电、电磁、热、放射能等测量仪器，故称为仪器分析法。现代仪器分析包括多种检测方法，本书只介绍化工分析中常用的几种。

(1) 电化学分析法 以物质的电学或电化学性质为基础建立起来的分析方法称为电化学分析法。如果一项滴定分析不是靠指示剂变色来指示滴定终点，而是借助于溶液电导或电极电位的变化找出滴定终点，则分别称为电导滴定和电位滴定。属于电化学分析的还有直接电位法、库仑分析法和极谱分析法等。

(2) 光学分析法 以物质的光学性质为基础建立起来的分析方法称为光学分析法。如高锰酸钾溶液，浓度越大，颜色越深，吸光度越大，利用溶液的这种吸光性质可作锰的比色或分光光度分析。属于这类分析法的还有紫外分光光度法、红外分光光度法和原子吸收光谱法等。

(3) 色谱分析法 以物质在不同的两相中吸附或分配特性为基础建立起来的分析方法称为色谱分析法。例如，流动的氢气携带少量空气样品通过一根装有分子筛吸附剂的柱管后，可将空气分离为氧和氮，并能对各组分进行定性、定量分析，这种方法就是气相色谱法。