

高 职 高 专 系 列 教 材

工业分析实训教程

主 编 吴良彪
副主编 冯文成 杨惠伶

GONGYE
FENXI SHIXUN JIAOCHENG

中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

向职高专系列教材

工业分析实训教程

主 编 吴良彪

副主编 冯文成 杨惠伶

中国石化出版社

内 容 提 要

本书内容包括:绪论、水质分析、大气检测分析、催化剂分析、添加剂分析、钢铁分析、煤质分析等七个模块。全书所选编的50个实验,涵盖了质量法、滴定法、分光光度法、红外吸收法、电化学分析法等。这些方法都是在工业上正在使用的方法,通过实训有利于提高学生职业技能水平,为以后工作打好基础。

本书主要适用于高职高专院校工业分析与检验、油品分析、环境保护等专业学生的职业技能培训,也可作为石油化工、煤化工等行业的相关学习的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

工业分析实训教程 / 吴良彪主编;冯文成,杨惠伶
副主编. —北京:中国石化出版社,2012.4
ISBN 978-7-5114-1508-0

I. ①工… II. ①吴…②冯…③杨… III. ①工业分
析-高等职业教育-教材 IV. ①TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 052014 号

未经本社书面授权,本书任何部分不得被复制、抄袭,或者以任何
形式或任何方式传播。版权所有,侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址:北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编:100011 电话:(010)84271850

读者服务部电话:(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail:press@sinopec.com

河北天普润印刷厂印刷

全国各地新华书店经销

*

787×1092 毫米 16 开本 9.5 印张 231 千字

2012 年 4 月第 1 版 2012 年 4 月第 1 次印刷

定价:24.00 元

前 言

《工业分析实训教程》是专业课《工业分析》的配套实验教材，也是工业分析专业的石油化工工业分析方向的必修课(专业实验)教材。

本书的编写原则：(1)作为实验课教材，要有其科学性、系统性和实际可操作性；(2)既要考虑实验内容的广泛性、实际操作能力的训练多样性，循序渐进，做好素质教育和技能培养，又要考虑设计、开发能力的训练。重点放在化学分析技能训练和分析与解决问题能力的培养。

本书内容选择与编排主要以石油化工行业工业分析为主，全书分成七部分内容。其中，绪论部分介绍专业实验的目的要求及与本专业开设的其他课程的关系；工业分析实验的基础知识和安全知识。第一部分水质分析，选择天然水、分析实验室用水与污水中主要常见组分测定方法，计17个实验。第二部分大气检测分析，选编了大气中常见的污染物质的分析实验9个。第三部分催化剂分析，选编了催化剂密度、磨损度、担体的分析，共8个实验。第四部分添加剂分析，选编添加剂中碱值、水分、金属含量项目的5个实验。第五部分钢铁分析，选编了碳、硅、硫、磷、锰等项目7个实验。第六部分煤质分析，选编了水分、灰分、挥发分、固定碳项目4个实验。全书所选编的50个实验，涵盖了重量法、滴定法、分光光度法、红外吸收法、电化学分析法等内容。本书主要供石油化工、煤化工、环境保护方面的工业检测人员使用。

由于编者水平所限，书中不妥之处，望读者批评指正。

目 录

绪论	(1)
第一节 导言	(1)
第二节 工业分析实验室基础知识	(2)
第三节 工业分析实验室安全知识	(10)
第一部分 水质检测分析	(17)
实验一 废水色度测定	(18)
实验二 水中化学需氧量(COD)的测定及高锰酸盐指数	(20)
实验三 水中生化需氧量的(BOD)测定	(25)
实验四 水样溶解氧(DO)的测定	(27)
实验五 废水中酚类的测定	(29)
实验六 水样中总氮的测定	(31)
实验七 水样中磷的测定	(34)
实验八 废水悬浮固体和浊度的测定	(36)
实验九 锅炉水溶解固形物的测定	(38)
实验十 水样 pH 值的测定	(40)
实验十一 水样残渣的测定	(41)
实验十二 水样碱度的测定	(43)
实验十三 水样中氟化物的测定	(45)
实验十四 水样中镁的测定	(48)
实验十五 水样中钙的测定	(50)
实验十六 亚硫酸盐的测定	(52)
实验十七 水中六价铬的测定	(53)
第二部分 大气检测分析	(55)
实验一 大气中总悬浮颗粒物的测定	(57)
实验二 大气中二氧化硫的测定(方法 A)	(60)
大气中二氧化硫的测定(方法 B)	(63)
实验三 大气中一氧化碳的测定	(67)
实验四 大气中氯气的测定	(69)

实验五	大气中氟化物的测定	(71)
实验六	甲醛的测定	(73)
实验七	酚的测定	(76)
实验八	大气中氮氧化物的测定	(78)
第三部分	催化剂分析	(82)
实验一	微球裂化催化剂试样溶液制备法(盐酸抽提法)	(82)
实验二	微球裂化催化剂试样溶液制备法(氯化铵抽提法)	(83)
实验三	小球裂化催化剂堆积密度测定法	(84)
实验四	小球裂化催化剂机械磨损测定法	(85)
实验五	微球裂化催化剂骨架密度测定法	(89)
实验六	微球裂化催化剂磨损指数测定法	(91)
实验七	氧化铝测定法(EDTA 容量法)	(94)
实验八	氧化稀土测定法(EDTA 容量法)	(95)
第四部分	石油产品添加剂类分析	(97)
实验一	石油产品碱值测定法(高氯酸滴定法)	(100)
实验二	添加剂中有效组分的测定方法	(106)
实验三	含添加剂润滑油的钙、钡、锌含量测定法(络合滴定法)	(108)
实验四	添加剂和含添加剂润滑油水分测定法(电量法)	(113)
实验五	抗氧抗腐添加剂热分解温度测定法(毛细管法)	(115)
第五部分	钢铁的分析	(117)
实验一	钢铁中碳的测定——燃烧—气体体积法	(117)
实验二	钢铁中硫的测定——燃烧—碘酸钾滴定法	(120)
实验三	钢铁中碳、硫的联合测定——高频引燃—红外吸收法	(123)
实验四	钢铁中磷的测定——磷钼蓝光度法	(125)
实验五	钢铁中硅的测定——硅钼蓝光度法	(127)
实验六	钢铁中锰的测定——高碘酸钠(钾)氧化光度法	(129)
实验七	钢铁中硅、锰、磷的连续测定——分光光度法	(131)
第六部分	煤质分析	(133)
实验一	煤中水分的测定	(134)
实验二	工业分析中煤的灰分的测定	(138)
实验三	煤的挥发分的测定	(140)
实验四	煤的固定碳的计算	(143)
参考文献		(146)

绪 论

第一节 导 言

《工业分析实训教程》是一门实践性专业课程,是和专业理论课密切联系(加深对理论课的理解和掌握),完成专业培养计划,对学生的素质教育和专业技能训练必不可少的课程之一。为此,每一位学生都必须明确专业实验的目的和要求,了解本课程与其他课程之间的联系,认真按要求做好每一次实验。

一、专业实验与本专业开设的其他课程的关系

工业分析实训实验作为一门实践性强的专业课程,首先与专业理论课《工业分析》、《环境监测》有着十分密切的联系。专业理论课是专业实验的理论基础。因此在学习专业实验课的过程中一定要不断学习专业理论课知识,并用它来指导实验,分析与解决实验过程中遇到的各种现象与问题。

专业实验是建立在无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、仪器分析实验等基础课和专业基础课实验基础上。要充分运用基础化学和仪器分析实验中学到的知识和技能来解决专业实验中的问题。

专业实验是本专业实验课教学中最后一门综合性的实验课,其内容包括指定实验和选做实验,要通过实验综合培养学生各种操作技能和严谨的实事求是作风,学会应用理论知识解决实际问题的方法,提高分析与解决问题的能力,为生产实习、毕业实习、毕业论文及将来工作打下良好的基础。

因此,专业实验在本专业实践性教学环节和专业能力培养中具有承前启后的作用。

二、专业实验的目的和要求

工业分析的专业实验内容包括水质分析、气体分析、催化剂分析、添加剂分析、钢铁材料分析和煤质分析等。要求学生通过本课程的学习,了解工业分析的全过程及其特点,熟悉样品的采集、制备和预处理的主要方法,熟练掌握干法和湿法分解样品方法,沉淀分离、溶剂萃取、柱色谱分离等分离富集方法以及有关项目测定方法的原理和实验技术;培养熟练的分析操作技能和严谨的工作作风;学习分析问题和解决问题的方法。

为了上好每一堂实验课,使实验达到预期目的,要求每个学生必须做到以下几点:

(1)实验前,必须认真预习实验教材,理解实验原理,理解并熟悉操作步骤,找出实验关键,了解每种试剂与操作的作用,熟悉仪器原理和操作方法,了解所用器皿的性质及其使用注意事项,写出预习报告。预习报告内容包括实验原理、简要操作步骤、主要试剂及其配制方法,并完成教师布置的预习作业题。

对于设计性实验，学生必须按教师提出的要求，广泛查阅资料，并将资料加以整理分析，提出自己的实验方案提纲，经教师审查批准后，写出具体实验操作方案作为预习报告。

(2)实验过程中，要做好实验工作安排，尽可能使分析流程设计及工作安排合理化，做到紧张而不忙乱、快速而准确；要细心操作、仔细观察，善于发现和解决实验中出现的各种现象和问题，并及时作出必要的记录(注意：必须有专门的原始记录本，或与预习报告合为了一本，不能使用零星纸张)；要正确操作仪器，如实地、正确地读取和记录实验数据(实验过程中对已记下的实验数据进行纠正、修改时，应在原数据上划一道线，将改正数据写在旁边)；要尊重指导教师的指导，遵守实验操作规程和实验室规章制度；注意做好器皿清洗工作和保持台面整洁；注意节约试剂和用水；保持实验室整洁、安静；切实注意安全。

(3)实验后要及时处理实验数据，认真总结实验成果并按要求撰写出实验报告。

在数据处理中，要按规范取舍实验数据和对数字进行运算及修约；需要用图或表直观表述的，既要写出原始数据，又要按要求制作出规范化的图或表。

实验报告的内容及要求：简明扼要地写出实验方法提要，写出实验数据处理方法及结果，大胆讨论实验中的问题，解释实验过程中遇到的重要的正常与异常现象，并对实验课教学提出意见和建议。

第二节 工业分析实验室基础知识

一、玻璃仪器

(一)仪器玻璃

实验室中大量使用玻璃仪器，是因为玻璃具有一系列优良的性质，如它有很高的化学稳定性、热稳定性，有很好的透明度、一定的机械强度和良好的绝缘性能等。玻璃原料来源方便，并可以用多种方法按需要制成各种不同形状的产品。用于制作玻璃仪器的玻璃称为“仪器玻璃”，用改变玻璃化学组成的方法可以制作出适应各种不同要求的仪器玻璃。

玻璃的化学成分主要是 SiO_2 、 CaO 、 Na_2O 、 K_2O ，加 B_2O_3 、 Al_2O_3 、 ZnO 、 BaO 等成分可使玻璃具有不同的性质和用途。表 1 列出了各种仪器玻璃的化学组成、性质及用途。

从表 1 中可以看出，特硬玻璃和硬质玻璃含 SiO_2 和 B_2O_3 较高，均属于高硼硅酸盐玻璃一类，它们具有较高的热稳定性，在化学稳定性方面耐酸、耐水性能好，耐碱性能稍差。一般仪器玻璃和量器玻璃为软质玻璃，其热稳定性及耐腐蚀性稍差。

表 1 仪器玻璃的化学组成、性质及用途

玻璃名称	通称	化学组成/%(质量)						线胀系数	耐热(急变) 温差/℃	软化 点/℃	主要用途
		SiO_2	Al_2O_3	B_2O_3	$\text{R}_2\text{O}(\text{Na}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O})$	CaO	ZnO				
特硬玻璃	特硬料	80.7	2.1	12.8	3.8	0.6	—	32×10^{-7}	≥ 270	820	制作烧器 类耐热 产品

续表

玻璃名称	通称	化学组成/% (质量)						线胀系数	耐热(急变) 温差/℃	软化 点/℃	主要用途
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	R ₂ O(Na ₂ O, K ₂ O)	CaO	ZnO				
硬质玻璃	九五料	79.1	2.1	12.5	5.7	0.6	—	(41~42) $\times 10^{-7}$	≥ 220	770	制作烧器 类及各种 玻璃器皿
一般仪器 玻璃	管料	74	4.5	4.5	12	3.3	1.7	71×10^{-7}	≥ 140	750	制作滴管 吸管及培 养皿等
量器玻璃	白料	73	5	4.5	13.2	3.8	0.5	73×10^{-7}	≥ 120	740	制 作 量 器等

玻璃的化学稳定性较好,但并不是绝对不受侵蚀,而是其受侵蚀的程度符合一定的标准。因玻璃被侵蚀而有痕量离子进入溶液中,与玻璃表面吸附溶液中的待测离子反应,是微量分析时要注意的问题。氢氟酸能很强烈地腐蚀玻璃,故不能用玻璃仪器进行含有氢氟酸的实验。碱液特别是浓的或热的碱液对玻璃明显地腐蚀。储存碱液的玻璃仪器如果是磨口仪器,还会使磨口粘在一起无法打开。因此,玻璃容器不能长时间存放碱液。

石英玻璃属于特种仪器玻璃,其理化性能与玻璃有同有异,它具有极其优良的化学稳定性和热稳定性,但价格较贵。

(二) 玻璃仪器的洗涤方法

在分析工作中,洗净玻璃器皿不仅是实验前必须做的准备工作,也是一项技术性的工作。仪器洗涤是否符合要求,对分析结果的准确度和精密度均有影响,不同分析工作(如工业分析、一般化学分析、微量分析等)有不同的仪器洗净的要求。

1. 洗涤仪器的一般步骤

(1)水刷洗:准备一些用于洗涤各种形状仪器的毛刷,如试管刷、烧杯刷、瓶刷等。首先用毛刷蘸水刷洗仪器,用水冲去可溶性物质及刷去表面黏附的灰尘。

(2)用低泡沫洗涤液刷洗:用低泡沫洗涤液和水摇动,必要时可加入滤纸碎块,或用毛刷刷洗,温热的洗涤液去油能力更强,必要时可短时间浸泡。去污粉因含有细砂等固体摩擦物有损于玻璃,一般不使用,冲净洗涤剂,再用自来水洗3遍。

将滴管、吸量管、小试管等仪器浸于温热的洗涤剂水溶液中,在超声波清洗机液槽中洗数分钟,洗涤效果更佳。

洗净的仪器倒置时,水流出后器壁应不挂水珠。至此再用少量纯水涮洗仪器3次,洗去自来水带来的杂质,即可使用。

2. 各种洗涤液的使用

针对仪器沾污物的性质,采用不同洗涤液通过化学或物理作用能有效地洗净仪器。几种常用的洗涤液见表2。要注意在使用各种性质不同的洗液时,一定要把上一种洗涤液除净后再用另一种,以免相互作用,生成的产物更难洗净。

表2 几种常用的洗涤液

洗涤液及其配方	使用方法
(1) 铬酸洗涤(尽量不用) 研细的重铬酸钾 20g 溶于 40mL 水中, 慢慢加入 360mL 浓硫酸	用于除去器壁上残留的油污, 用少量洗液涮洗或浸泡一夜, 洗液可重复使用 洗涤废液经处理解毒后方可排放
(2) 工业盐酸[浓或(1+1)]	用于洗去碱性物质及大多数无机物残渣
(3) 纯酸洗液 (1+1) 盐酸、(1+2) 盐酸或(1+9) 的盐酸或硝酸(除去 Hg、Pb 等重金属杂质)	用于除去微量的离子 常法洗净的仪器浸于纯酸洗液中 24h
(4) 碱性洗液 氢氧化钠 10% 溶液	水溶液加热(可煮沸)使用, 其去油效果较好; 注意, 煮的时间太长会腐蚀玻璃
(5) 氢氧化钠-乙醇(或异丙醇)洗液 120g NaOH 溶于 150mL 水中, 用 95% 乙醇稀释至 1L	用于洗去油污及某些有机物
(6) 碱性高锰酸钾洗液 30g/L 的高锰酸钾溶液和 1mol/L 的氢氧化钠的混合溶液	清洗油污或其他有机物质, 洗后容器沾污处有褐色二氧化锰析出, 再用浓盐酸或草酸洗液、硫酸亚铁、亚硫酸钠等还原剂去除
(7) 酸性草酸或酸性羟胺洗液 称取 10g 草酸或 1g 盐酸羟胺溶于 100mL 盐酸(1+4) 溶液中	洗涤氧化性物质, 如洗涤高锰酸钾洗液后产生的二氧化锰, 必要时加热使用
(8) 硝酸-氢氟酸洗液 50mL 氢氟酸、100mLHNO ₃ 、350mL 水混合, 储于塑料瓶中盖紧	利用氢氟酸对玻璃的腐蚀作用有效地去除玻璃、石英器皿表面的金属离子
(9) 碘-碘化钾溶液 1g 碘和 2g 碘化钾溶于水中, 用水稀释至 100mL	洗涤用过硝酸银滴定液后留下的黑褐色沾污物, 也可用于清洗沾过硝酸银的白瓷水槽
(10) 有机溶剂 汽油、二甲苯、乙醚、丙酮、二氯乙烷等	可洗去油污或可溶于该溶剂的有机物质, 用时要注意其毒性及可燃性 用乙醇配制的指示剂溶液的干渣可用盐酸-乙醇(1+2) 洗液洗涤
(11) 乙醇、浓硝酸 不可事先混合	用一般方法很难洗净的少量残留有机物可用此法: 于容器内加入不多于 2mL 的乙醇, 加入 4mL 浓硝酸, 静置片刻, 立即发生激烈反应, 放出大量热及二氧化氮, 反应停止后再用水冲洗, 操作应在通风橱中进行, 不可塞住容器, 做好防护

洗涤液的使用要考虑能有效地除去污染物, 不引进新的干扰物质(特别是微量分析), 又不应腐蚀器皿。强碱性洗液不应在玻璃器皿中停留超过 20min, 以免腐蚀玻璃。

铬酸洗液因毒性较大尽可能不用, 近年来多以合成洗涤剂、有机溶剂等去除油污, 但有时仍要用到铬酸洗液, 故也列入表内。

3. 砂芯玻璃滤器的洗涤

(1) 新的滤器使用前应以热的盐酸或铬酸洗液边抽滤边清洗, 再用蒸馏水洗净。可正置或倒置用水反复抽洗。

(2) 针对不同的沉淀物采用适当的洗涤剂先溶解沉淀, 或反置用水抽洗沉淀物, 再用蒸馏水冲洗干净, 在 110°C 烘干, 升温 and 冷却过程都要缓慢进行, 以防裂损。然后保存在无尘的柜或有盖的容器中, 否则积累的灰尘和沉淀堵塞滤孔很难洗净。表 3 列出了洗涤砂芯滤板的洗涤液, 可供选用。

表 3 洗涤砂芯玻璃滤器常用的洗涤液

沉淀物	洗 涤 液
AgCl	氨水(1+1)或 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 水溶液
BaSO_4	100℃ 浓硫酸或用 EDTA- NH_3 水溶液 (3% EDTA 二钠盐 500mL 与浓氨水 100mL 混合)加热近沸腾
汞渣	热浓 HNO_3
有机物质	铬酸洗液浸泡或温热洗液抽洗
脂肪	CCl_4 或其他适当的有机溶剂
细菌	化学纯浓 H_2SO_4 5.7mL、化学纯 NaNO_3 2g、纯水 94mL 充分混匀, 抽气并浸泡 48h 后以热蒸馏水洗 净

4. 吸收池(比色皿)的洗涤

吸收池(比色皿)是光度分析中最常用的器件, 要注意保护好透光面, 拿取时手指应捏住毛玻璃面, 不要接触透光面。

玻璃或石英吸收池在使用前要充分洗净, 根据污染情况, 可以用冷的或温热的($40 \sim 50^{\circ}\text{C}$)含阴离子表面活性剂的碳酸钠溶液(2%)浸泡, 可加热 10min 左右。也可用硝酸、重铬酸钾洗液(测铬和紫外区测定时不用)、磷酸三钠、有机溶剂等洗涤。对于有色物质的污染可用 HCl (2mol/L) - 乙醇(1+1)溶液洗涤。用自来水、实验室用纯水充分洗净后倒立在纱布或滤纸上控去水, 如急用, 可用乙醇、乙醚润洗后用吹风机吹干。

光度测定前可用柔软的棉织物或纸吸去光学窗面的液珠, 将擦镜纸折叠为四层, 轻轻擦拭至透明。

5. 特殊的洗涤方法

(1) 水蒸气洗涤法。有的玻璃仪器, 主要是成套的组合仪器, 可安装起来, 用水蒸气蒸馏法洗涤一定时间。如凯氏微量定氮仪, 使用前用装置本身发生的蒸汽处理 5min。

(2) 测定微量元素用的玻璃器皿用 10% HNO_3 溶液浸泡 8h 以上, 然后用纯水冲净。测磷用的仪器不可用含磷酸盐的商品洗涤剂清洗; 测铬、锰的仪器不可用铬酸洗液、 KMnO_4 洗液洗涤; 测铁用的玻璃仪器不能用铁丝柄毛刷刷洗; 测锌、铁用的玻璃仪器酸洗后不能再用水冲洗, 必须直接用纯水洗涤。

(3) 测定分析水中微量有机物的仪器可用铬酸洗液浸泡 15min 以上, 然后用水、蒸馏水洗净。

(4) 用于环境样品中痕量物质提取的索氏提取器, 在分析样品前, 先用乙烷和乙醚分别回流 3~4h。

(5) 有细菌的器皿, 可在 170°C 用热空气灭菌 2h。

(6)严重沾污的器皿可置于高温炉中于400℃加热15~30min。

二、工业分析实验室用水

在分析工作中经常要用到水，自来水是将天然水经过初步净化处理制得的，它仍然含有各种杂质，主要有各种盐类、有机物、颗粒物质和微生物等，因此只能用于初步洗涤仪器，作冷却或加热浴用水等，不能用于配制溶液及分析工作。将自来水纯化，制备能满足分析实验室工作要求的纯水，这种纯水称为“分析实验室用水”，为了叙述方便，本章中也简称为“纯水”。

“分析实验室用水”有相应的国家标准，规定了其质量，具有一定的级别，可视为用量最大的试剂。不同的分析方法，如化学分析和仪器分析、常量分析和痕量分析等，要求使用不同级别的“分析实验室用水”。

(一) 分析实验室用水的规格

我国国家标准 GB 6682—1992《分析实验室用水规格和试验方法》将适用于化学分析和无机痕量分析等试验用水分为三个级别：一级水、二级水和三级水。表4列出了各级分析实验室用水的规格。

(二) 分析实验室用水的检验方法

1. pH 值范围

量取100mL水样，用pH计测定pH值(详见GB 9724—1988)。

2. 电导率

用电导仪测定电导率。一级水、二级水测定时，配备电极常数为0.01~0.1cm⁻¹的“在线”电导池，使用温度自动补偿。三级水测定时，配备电极常数为0.1~1cm⁻¹的电导池。

表4 分析实验室用水的规格

项 目	一级水	二级水	三级水
外观(目视观察)	无色透明液体		
pH 值范围(25℃)	①	①	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS/m) ≤	0.01 ^②	0.10 ^②	0.50
可氧化物质[以(O)计]/(mg/L) ≤	③	0.08	0.4
吸光度(254nm, 1cm 光程) ≤	0.001	0.01	
蒸发残渣(105℃ ± 2℃)/(mg/L) ≤	③	1.0	2.0
可溶性硅[以SiO ₂]计]/(mg/L) <	0.01	0.02	

①由于在一级水、二级水的纯度下，难于测定其真实的pH值，因此，对一级水、二级水的pH值范围不做规定。

②一级水、二级水的电导率需用新制备的水“在线”测定。

③由于在一级水的纯度下，难于测定可氧化物质和蒸发残渣，对其限量不做规定，可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

3. 可氧化物质

量取1000mL二级水(或200mL三级水)置于烧杯中，加入5.0mL(20%)硫酸(三级水加入1.0mL硫酸)混匀，加入1.00mL高锰酸钾标准滴定溶液[C_{1/5KMnO₄} = 0.01mol/L]混匀，盖上表面皿，加热至沸腾并保持5min，溶液粉红色不完全消失。

4. 吸光度

将水样分别注入 1cm 和 2cm 比色皿中, 于 254nm 波长处, 以 1cm 比色皿中的水样为参比, 测定 2cm 比色皿中水样的吸光度。若仪器灵敏度不够, 可适当增加测量比色皿的厚度。

5. 蒸发残渣

量取 1000mL 二级水(三级水取 500mL), 分几次加入到旋转蒸发器的 500mL 蒸馏瓶中, 于水浴上减压蒸发至剩约 50mL 时转移至一个已于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘至质量恒定的玻璃蒸发皿中, 用 5~10mL 水样分 2~3 次冲洗蒸馏瓶, 洗液合并入蒸发皿, 于水浴上蒸干, 并在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒重。残渣质量不得大于 1.0mg。

6. 可溶性硅

所用试剂:

①二氧化硅标准溶液: 0.01mg/mL SiO_2 。

②仲钼酸铵溶液: $5\text{g}(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 加水溶解, 加入 $20\text{mL H}_2\text{SO}_4(20\%)$ 稀释至 100mL。

③50g/L 草酸。

④对甲氨基酚硫酸盐(米吐尔)溶液: 取 0.020g 对甲氨基酚硫酸盐, 加入 20.0g 焦亚硫酸钠, 溶解并稀释至 100mL。有效期为 2 周。

以上 4 种溶液均储于聚乙烯瓶中。

测定: 量取 520mL 一级水(二级水取 270mL), 注入铂皿中, 在防尘条件下亚沸蒸发至约 20mL, 加 1.0mL 钼酸铵溶液, 摇匀, 放置 5min 后, 加 1.0mL 草酸溶液, 摇匀, 再放置 1min 后, 加 1.0mL 对甲氨基酚硫酸盐溶液, 摇匀, 转移至 25mL 比色管中, 定容。于 60°C 水浴中保温 10min, 目视比色, 溶液所呈蓝色不得深于 0.50mL 的 0.01mg/mL SiO_2 标准溶液用水稀释至 20mL 经同样处理的标准比对溶液。

7. 简易检验方法

上述标准检验方法严格但很费时, 一般化验工作用的纯水可以只用电导率法或以下的化学方法检验:

(1) 阳离子的检验: 取水样 10mL 于试管中, 加入 2~3 滴氨缓冲液($\text{pH} = 10$)、2~3 滴铬黑 T 指示剂, 如水呈现蓝色, 表明无金属阳离子(含有阳离子的水呈现紫红色)。

(2) 氯离子的检验: 取水样 10mL 于试管中, 加入数滴硝酸银水溶液(1.7g 硝酸银溶于水中, 加浓硝酸 4mL, 用水稀释至 100mL), 摇匀, 在黑色背景下看溶液是否变为白色浑浊, 如无氯离子应为无色透明(注意: 如硝酸银溶液未经硝酸酸化, 加入水中可能出现白色或变为棕色沉淀, 这是氢氧化银或碳酸银造成的)。

(3) 指示剂法检验 pH 值: 取水样 10mL, 加甲基红 pH 指示剂 2 滴不显红色。另取水样 10mL, 加溴麝香草酚蓝 pH 指示剂 5 滴, 不显蓝色即符合要求。

用于测定微量硅、磷等的纯水, 应该先对水进行空白试验, 才可应用于配制试剂。

(三) 分析实验室用水的储存和选用

经过各种方法制得的各种级别的分析实验室用水, 纯度越高要求储存的条件越严格, 成本也越高, 应根据不同分析方法的要求合理选用。表 5 列出了国家标准中规定的各级水的制备方法、储存条件及使用范围。

表 5 分析实验室用水的制备、储存及使用

级 别	制备与储存 ^①	使 用
一级水	可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后，再经 0.2μm 微孔滤膜过滤制取 不可储存，使用前制备	有严格要求的分析实验，包括对颗粒有要求的试验，如高压液相色谱分析用水
二级水	可用多次蒸馏或离子交换等方法制取储存于密闭的、专用聚乙烯容器中	无机痕量分析等试验，如原子吸收光谱分析用水
三级水	可用蒸馏或离子交换等方法制取，储存于密闭的、专用聚乙烯容器中，也可使用密闭的、专用玻璃容器储存	一般化学分析试验

①储存水的新容器在使用前需用盐酸溶液(20%)浸泡 2~3 天，再用待储存的水反复冲洗，然后注满，浸泡 6h 以上方可使用。

三、化学试剂

化验室的分析测试工作经常要使用化学试剂，因此，了解化学试剂的分类、规格、性质及使用知识是非常必要的。

(一) 化学试剂的分类和规格

1. 化学试剂的分类

化学试剂品种繁多，目前还没有统一的分类方法，表 6 按试剂的化学组成或用途进行分类，可分为 10 类。

表 6 化学试剂的分类

序号	名 称	说 明
1	无机试剂	无机化学品。可细分为金属、非金属、氧化物、酸、碱、盐等
2	有机试剂	有机化学品。可细分为烃、醇、醚、醛、酮、酸、酯、胺等
3	基准试剂	我国将滴定分析用标准试剂称为基准试剂。pH 基准试剂用于 pH 计的校准(定位)。基准试剂是化学试剂中的标准物质，其主成分含量高，化学组成恒定
4	特效试剂	在无机分析中用于测定、分离被测组分的专用有机试剂。如沉淀剂、显色剂、螯合剂、萃取剂等
5	仪器分析试剂	用于仪器分析的试剂，如色谱试剂和制剂、核磁共振分析试剂等
6	生化试剂	用于生命科学研究的试剂
7	指示剂和试纸	滴定分析中用于指示滴定终点，或用于检验气体或溶液中某些物质存在的试剂 试纸是用指示剂或试剂溶液处理过的滤纸条
8	高纯物质	用于某些特殊需要的材料，如半导体和集成电路的化学品、单晶，痕量分析用试剂，其纯度一般在 4 个“9”(99.99%)以上，杂质总量在 0.01% 以下
9	标准物质	用于分析或校准仪器用的有定值的化学标准品
10	液晶	既具有流动性、表面张力等液体的特征，又具有光学各向异性、双折射等固态晶体的特征

2. 化学试剂的规格

化学试剂的规格反映试剂的质量,试剂规格一般按试剂的纯度及杂质含量划分为若干级别。为了保证和控制试剂产品的质量,国家或有关部门制订和颁布了国家标准(代号 GB)、原化学工业部部颁标准(代号 HG)和原化学工业部部颁暂行标准(代号 QB)。为了促进技术进步,增强产品竞争能力,我国化学试剂国家标准的修订逐步采用了国际标准或国外先进标准。

我国的化学试剂规格按纯度和使用要求分为高纯(也叫超纯、特纯)、光谱纯、分光纯、基准、优级纯、分析纯和化学纯 7 种。国家和主管部门颁布质量指标的主要是后 3 种,即优级纯、分析纯、化学纯。

国际纯粹化学和应用化学联合会(IUPAC)对化学标准物质分级的规定见表 7。

表 7 IUPAC 对化学标准物质的分级

A 级	相对原子质量标准
B 级	和 A 级最接近的基准物质
C 级	含量为 $(100 \pm 0.02)\%$ 的标准试剂
D 级	含量为 $(100 \pm 0.05)\%$ 的标准试剂
E 级	以 C 级或 D 级试剂为标准进行的对比测定所得的纯度或相当于这种纯度的试剂,比 D 级的纯度低

我国试剂标准的基准试剂(纯度标准物质)相当于 C 级和 D 级。

为了满足各种分析检验的需要,我国已生产了很多种属于标准物质的标准试剂,见表 8。

表 8 主要的国产标准试剂

类 别	相当于 IUPAC 的分级	主要用途
容量分析第一基准	C	工作基准试剂的定值
容量分析工作基准	D	容量分析标准溶液的定值
杂质分析标准溶液		仪器及化学分析中作为微量杂质分析的标准
容量分析标准溶液	E	容量分析法测定物质的含量
一级 pH 基准试剂	D	pH 计的校准(定位)
热值分析标准		热值分析仪的标定
气相色谱标准		气相色谱法进行定性和定量分析的标准
临床分析标准溶液		临床化验
农药分析标准		农药分析
有机元素分析标准	E	有机物元素分析

下面介绍各种规格试剂的应用范围。

基准试剂(容量)是一类用于标定滴定分析标准溶液的标准物质,可作为滴定分析中的基准物用,也可精确称量后用直接法配制标准溶液。基准试剂主成分含量一般为 $99.95\% \sim 100.05\%$,杂质含量略低于优级纯或与优级纯相当。

优级纯主成分含量高,杂质含量低,主要用于精密的科学研究和测定工作。

分析纯主成分含量略低于优级纯,杂质含量略高,用于一般的科学研究和重要的测定工作。

化学纯品质较分析纯差，但高于实验试剂，用于工厂、教学实验的一般分析工作。

实验试剂杂质含量更多，但比工业品纯度高。主要用于普通的实验或研究。

高纯、光谱纯及纯度 99.99% (4 个 9 也用 4N 表示) 以上的试剂，主要成分含量高，杂质含量比优级纯低，且规定的检验项目多。主要用于微量及痕量分析中试样的分解及试液的制备。

分光纯试剂要求在一定波长范围内干扰物质的吸收小于规定值。

(二) 化学试剂的合理选用

应根据不同的工作要求合理地选用相应级别的试剂。因为试剂的价格与其级别及纯度关系很大，在满足实验要求的前提下，选用试剂的级别应就低不就高。痕量分析要选用高纯或优级纯试剂，以降低空白值和避免杂质干扰，同时，对所用纯水的制取方法和仪器的洗涤方法也应有特殊的要求。化学分析可使用分析纯试剂。有些教学实验，如酸碱滴定也可用化学纯试剂代替。但配位滴定最好选用分析纯试剂，因试剂中有些杂质金属离子会封闭指示剂，使终点难以观察。

对分析结果准确度要求高的工作，如仲裁分析、进出口商品检验、试剂检验等，可选用优级纯、分析纯试剂。车间控制分析可选用分析纯、化学纯试剂。制备实验、冷却浴或加热浴用的药品可选用工业品。

表 9 汇集了我国国家标准中提到的部分仪器分析方法要求使用的试剂规格，供选用试剂时参考。

表 9 部分仪器分析方法应选用的试剂规格

分析方法	试剂规格	引用标准
气相色谱法	标准样品主体含量不得低于 99.9%	GB 9722—1988
分子吸收分光光度法(紫外可见)	规定了有机溶剂在使用波长下的吸光度	GB 9721—1988
无火焰(石墨炉)原子吸收光谱法	用亚沸蒸馏法纯化分析纯盐酸、硝酸	GB10724—1989
电感耦合高频等离子体原子发射光谱法	用亚沸蒸馏法纯化分析纯盐酸、硝酸	GB10725—1989
阳极溶出伏安法	汞及用量较大的试剂用高纯试剂	GB3914—1983

化学试剂虽然都按国家标准检验，但不同制造厂或不同产地的化学试剂在性能上有时表现出某种差异。有时因原料不同，非控制项目的杂质会造成干扰或使实验出现异常现象，故在做科学实验时要注意产品厂家。另外，在标签上都印有“批号”，不同批号的产品因其制备条件不同，性能也有不同，在某些工作中，不同批号的试剂应作对照试验。在选用紫外光谱用溶剂、液相色谱流动相、色谱载体、吸附剂、指示剂、有机显色剂及试纸时，应注意试剂的生产厂及批号并做好记录，必要时应作专项检验和对照试验。

应该指出，未经药理检验的化学试剂是不能作为医药使用的。

第三节 工业分析实验室安全知识

我国一贯重视安全与劳动保护工作。保护实验人员的健康和生命，防止环境污染，保证实验室工作安全有效地进行是实验室管理工作的重要内容。根据化学分析化验工作的特点，

实验室安全包括防火、防爆、防毒、防腐蚀、保证压力窗口和气瓶的安全、电气安全和防止环境污染等方面。

一、防止中毒、化学灼伤、割伤

(1) 一切药品和试剂要有与其内容相符的标签。剧毒药品严格遵守保管、领用制度。发生撒落时,应立即收起并做解毒处理。

(2) 严禁试剂入口及以鼻直接接近瓶口进行鉴别。如需鉴别,应将试剂瓶口远离鼻子,以手轻轻煽动,稍闻即止。

(3) 处理有毒的气体、产生蒸气的药品及有毒有机溶剂(如氮氧化物、溴、氯、硫化物、汞、砷化物、甲醇、乙腈、吡啶等),必须在通风橱内进行。取有毒试样时必须站在上风口。

(4) 取用腐蚀性药品,如强酸、强碱、浓氨水、浓过氧化氢、氢氟酸、冰乙酸和溴水等,尽可能戴上防护眼镜和手套,操作后立即洗手。如瓶子较大应一手托住底部,一手拿住瓶颈。

(5) 稀释硫酸时,必须在烧杯等耐热容器中进行,必须在玻璃棒不断搅拌下,缓慢地将酸加入到水中。溶解氢氧化钠、氢氧化钾等时,大量放热,也必须在耐热的容器中进行。浓酸和浓碱必须在各自稀释后再进行中和。

(6) 取下沸腾的水或溶液时,需先用烧杯夹夹住摇动后再取下,以防使用时液体突然剧烈沸腾溅出伤人。

(7) 切割玻璃管(棒)及将玻璃管、温度计插入橡皮塞时易受割伤,应按规程操作,垫以厚布。向玻璃管上套橡皮管时,应选择合适直径的橡皮管,玻璃管口先烧圆滑并以水、肥皂水润湿。把玻璃管插入橡皮塞时,应握住塞子的侧面进行。

二、防火、防爆

(1) 实验室内应备有灭火用具、急救箱和个人防护器材。实验人员要熟知这些器材的使用方法。

(2) 燃气灯及燃气管道要经常检查是否漏气。如果在实验室已闻到燃气的气味,应立即关闭阀门,打开门窗,不要接通任何电器开关(以免发生火花),禁止用火焰在燃气管道上寻找漏气的地方,应该用家用洗涤剂水或肥皂水来检查漏气。

(3) 操作、倾倒易燃液体时应远离火源,瓶塞打不开时,切忌用火加热或贸然敲打。倾倒易燃液体时要有防静电措施。

(4) 加热易燃溶剂必须在水浴或严密的电热板上缓慢进行,严禁用火焰或电炉直接加热。

(5) 点燃燃气灯时,必须先关闭风门,划着火柴,再开燃气,最后调节风量。停用时要先闭风门。不依次序,就有发生爆炸和火灾的危险。还要防止燃气灯内燃。

(6) 使用酒精灯时,注意切勿将酒精装满,应不超过容量的 $\frac{2}{3}$,灯内酒精不足 $\frac{1}{4}$ 容量时,应灭火后添加酒精。要熄灭燃着的灯焰时应用灯帽盖灭,不可用嘴吹灭,以防引起灯内酒精起燃。酒精灯应用火柴点燃,不应用另一正燃的酒精灯来点,以防失火。

(7) 易爆炸类药品,如苦味酸、高氯酸、高氯酸盐、过氧化氢等应放在低温处保管,不