

山东省中等职业教育课程改革教材

化学工艺专业

分析化学

王久华 李 霞 主编



山东科学技术出版社
www.lkj.com.cn

山东省中等职业教育课程改革教材

专业课组合4 石油化工类

化学工艺专业
分析化学

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学 / 王久华, 李毅主编. — 济南: 山东科学技术出版社, 2019.9

ISBN 978-7-5331-9572-4

I . ①分… II . ①王… ②李… III . ①分析化学 – 高等职业教育 – 教材 IV . ① O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 167867 号

分析化学

FENXIHUAXUE

责任编辑: 邱赛琳

装帧设计: 孙 佳

主管单位: 山东出版传媒股份有限公司

出 版 者: 山东科学技术出版社

地址: 济南市市中区英雄山路 189 号

邮编: 250002 电话: (0531) 82098088

网址: www.lkj.com.cn

电子邮件: sdkj@sdcbcm.com

发 行 者: 山东科学技术出版社

地址: 济南市市中区英雄山路 189 号

邮编: 250002 电话: (0531) 82098071

印 刷 者: 日照梓名印务有限公司

地址: 山东省日照市莒县城区潍徐南路西侧

邮编: 276500 电话: (0633) 6826211

规格: 16 开 (184mm × 260mm)

印张: 16.5 字数: 368 千

版次: 2019 年 9 月第 1 版 2019 年 9 月第 1 次印刷

定价: 38.00 元

主 编 王久华 李 毅

编 者 吕玉楼 蔡红芝 赵汝波 朱瑞娟

郭慧敏 潘淑臻 崔丽莎

序

在全国职业院校学生技能竞赛这个竞技平台上，我结识了很多省市高等职业院校和中等职业学校的老师。全国职业院校“工业分析检验”赛项比赛，各个学校的老师在教学改革、教学方法、技能竞赛培训方面，交流沟通，以赛促教，以赛促学。通过几年的相互学习，比赛的规模和竞技水平得到不断提升，同时，院校化工类、分析类专业的教学水平也得到了长足的进步，对此我感到由衷的欣慰。

本书的主编王久华和李毅二位老师多次参与国家、省、市比赛。作为指导老师，他们认真研究竞赛规程和技术方案，组织学生参加培训和比赛。二位老师的技术技能水平较高，多次被聘为全国和省、市中职组和高职组比赛的裁判员。比赛中，二位老师文明严格执裁，确保比赛正常进行。比赛后，他们积极把赛项的内容融入到日常教学中，按照比赛的要求组织教学，提高教学质量。

本次编写化学工艺专业山东省中等职业教育课程改革教材——《分析化学》，二位主编大胆尝试，将原有课程体系按照一体化教学的思路进行重新编排，凸显出以项目为知识载体的模式。在编排的内容上，将一名合格的化验员所应具备的化学分析知识、操作技能以一种全新的形式展现出来。尤其是在内容上，将国赛的高标准、严要求融入教材中去，提高了对学生的理论和操作技能要求。

本教材在体系设计、逻辑架构以及内容表现形式上力求科学与务实并重、规范和创新兼备，显示着编写者宽阔的视野和开阔的思路。教材内容力求紧扣职业标准与企业职工岗位需求，使教材具有通用性，为教学活动提供了更广阔自由的空间。相信广大师生通过使用本教材，一定会感觉到内容的个性化魅力，以提高专业知识和技能水平，更好地培养更多的高技能人才。希望大家在教材使用中及时反馈意见、提出建议，使本教材日臻完善。



2019年8月于美国旧金山

前言

本教材是根据2014年4月发布的《山东省中等职业学校化学工艺专业教学指导方案（试行）》编写而成的。

为了培养化工企业需要的中等应用型技能人才，满足现代化工行业的迅速发展需要，化学工艺专业学生学习分析化学课程适宜采取实验教学和理论教学一体化的模式。这既符合该门课程的特点，又符合化工企业的需要。分析化学是一门实验性学科，课程的特点是实验多，技能操作多；同时中等职业学校学生作为生产操作工，企业需要学生掌握操作技能，如使用一般的分析检测仪器、滴定分析操作等，对比较难理解的纯、深理论要求较低。这就需要打破传统教材编写模式，采用理实一体化的教学模式编写教材，编写结构合理，内容通俗易懂。

本教材以八个实用的项目作为引线，将每个项目所需的分析化学基本理论分解到各个任务中，学生带着实验任务参与理论学习，能激发学生学习的主动性。每个项目都设有项目目标和结果评价，便于学生检查自己对本项目学习和掌握的情况。每个项目后还设有问题和习题，便于学生及时复习和巩固。

本书由山东省无棣县职业中等专业学校王久华和青岛市化工职业中等专业学校（青岛市石化高级技工学校）李毅主编，并由王久华统稿，无棣县职业中等专业学校吕玉楼、蔡红芝，东营市化工学校赵汝波，寿光市职业教育中心学校朱瑞娟，青岛市化工职业中等专业学校（青岛市石化高级技工学校）郭慧敏、潘淑臻、崔丽莎参加了编写。

由于编者水平有限，书中难免有疏漏和欠妥之处，恳请读者批评指正，不胜感激！

编者

目 录

CONTENTS

绪 论

项目一 采样、制样与数据处理

任务一 试样的采集与制备	5
任务二 误差的来源和消除	10
任务三 有效数字的修约和计算	16

项目二 滴定分析基本操作

任务一 滴定分析仪器简介及洗涤	22
任务二 滴定分析仪器规范操作	29
任务三 滴定分析仪器校准	37

项目三 酸碱滴定法

任务一 认知和配制缓冲溶液	45
任务二 氢氧化钠标准滴定溶液的配制和标定	53
任务三 HCl标准溶液的配制和标定	69
任务四 工业用氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	74

项目四 配位滴定法

任务一 配制和标定EDTA标准滴定溶液	86
任务二 水中硬度的测定	105

项目五 氧化还原滴定法

- 任务一 KMnO_4 标准滴定溶液的配制和标定及 H_2O_2 含量的测定 119
- 任务二 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定 134
- 任务三 碘标准溶液的配制和维生素C含量的测定 139

项目六 沉淀滴定法

- 任务 AgNO_3 标准滴定溶液的配制和水中氯含量的测定 160

项目七 电位滴定法

- 任务一 电位滴定法的基本知识 177
- 任务二 电位滴定法的分析原理 179
- 任务三 电位滴定仪的结构组成 183
- 任务四 电位滴定仪的使用和维护 188
- 任务五 盐酸浓度的测定 191
- 任务六 盐酸标准溶液的标定 200

项目八 称量分析法

- 任务一 普通烘箱称量分析法测定水分 206
- 任务二 红外快速水分测定仪测定种子水分 214

附 录 230

参考文献 255

绪 论

一、分析化学的任务和作用

1. 分析化学的任务

分析化学是化学学科的一个重要分支，它产生于生产实践，是研究物质组成的测定方法及有关理论的一门科学，其主要任务是研究物质的化学组成、测定有关成分的含量及确定物质的化学结构等。

分析化学的主要任务分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中各组分的含量。

2. 分析化学的作用

作为化学的重要分支学科，分析化学发挥着重要作用。它不仅对化学各学科的发展起了重要作用，还具有极高的实用价值，对人类的物质文明做出了重要贡献，广泛地应用于地质普查、矿产勘探、冶金、化学工业、能源、农业、医药、临床化验、环境保护、商品检验、考古分析、法医刑侦鉴定等领域。分析化学具有极高的实用价值，可以毫不夸张地说，几乎任何科学研究，只要涉及化学现象，分析检验就要作为一种手段而被运用到研究工作中去。

环境科学由于专业本身的特点，与分析化学紧密相关。分析化学为环境分析提供了一系列技术手段。人们为了认识、评价、改造和控制环境，必须了解引起环境质量变化的原因，这就要对环境（包括原生环境和次生环境）的各组成部分，特别是对某些危害大的污染物的性质、来源、含量及其分布状态，运用分析化学的方法进行细致的监测和分析。例如 20 世纪 50 年代日本发生的公害病——痛痛病和水俣病，曾惊动了全世界。为了寻找痛痛病的病因，经历了 11 年之久，后来环境分析化学工作者用光谱检查出了病因。

环境分析方法是在应用现代分析化学各个领域的测试技术和手段的基础上发展起来的，可测定环境污染物的性质、来源、含量和分布状态以及环境背景值，具有灵敏、准确、精密、简便、快速和连续自动等特点。

随着技术手段的不断更新，分析化学将更加深入地渗透到生活的方方面面。从分析化学的历程来看，经历了 50 年代仪器化、60 年代电子化、70 年代计算机化、80 年代智能化、90 年代信息化，21 世纪必将是仿生化 and 进一步智能化的时代。

二、分析方法的分类

分析化学的分类方法除根据分析任务分为定性分析和定量分析外，还可以根据分析对象、试样用量、被测组分含量、测定原理和操作方法等类别，分为以下几种方法。

1. 无机分析和有机分析

按分析对象不同，分析方法可分为无机分析和有机分析。无机分析的对象是无机物，它们大多数都可制成水溶液，所以无机物的分析多在水溶液中进行。由于无机物所含元素种类较多，通常要求鉴定试样是由哪些元素、离子、原子团或化合物组成，以及各种成分的质量分数。

有机分析的对象是有机物，组成有机物的元素不多，但有机物结构复杂，因而不仅要求鉴定物质的组成，更重要的是对物质的官能团和结构分析。

2. 常量、半微量和微量分析

按试样用量多少，分为常量分析、半微量分析和微量分析，其固体试样用量及试液体积列于表 1 中。

表 1 各种分析方法的试样用量

方法	样品用量 /g	试液体积 /mL
常量分析	>0.1	>10
半微量分析	$0.01\sim0.1$	$1\sim10$
微量分析	$0.001\sim0.01$	$0.01\sim1$

3. 常量组分、微量组分和痕量组分分析

按被测组分含量的多少，可分为常量组分分析、微量组分分析和痕量组分分析：

常量组分分析样品用量 $>1\%$ ；微量组分分析样品用量 $0.01\%\sim1\%$ ；痕量组分分析样品用量 $<0.01\%$ 。

4. 化学分析和仪器分析

按分析原理和操作方法不同，分析方法可分为化学分析和仪器分析。

(1) 化学分析

化学分析法是以物质的化学计量反应为基础的分析方法。化学分析是分析化学的基础，又称经典化学分析法。在定性分析中，许多分离和鉴定反应，就是根据组分在化学反应中生成沉淀、气体或有色物质而进行的。在定量分析中，主要有称量分析、滴定分析和气体分析。称量分析是用测定物质的质量来确定被测组分含量的方法；滴定分析是根据化学反应中消耗滴定试液的体积来确定被测组分含量的方法；气体分析是测定气体组成的分析方法。

(2) 仪器分析

仪器分析是以物质的物理性质、物理化学性质为基础的分析方法，这类方法需要借助

特殊的仪器进行测量。仪器分析法包括光化学分析、电化学分析、色谱分析、质谱分析等。近年来,一些新的仪器分析法得到发展,如核磁共振波谱分析、放射化学分析、电子探针和离子探针微区分析等。

5. 例行分析和仲裁分析

按分析目的不同,分析方法又可分为例行分析和仲裁分析。

(1) 例行分析

例行分析是指一般化学实验室对日常生产中原材料或产品的分析,又称为常规分析。为掌握生产情况,例行分析要求短时间内报出结果,一般允许分析误差大一些。

(2) 仲裁分析

仲裁分析又叫裁判分析,不同单位对同一物质的分析结果有争执时,由仲裁单位按指定方法进行裁决,要求较高的准确度。

三、学习分析化学的要求

分析化学是在生产实践中产生和发展起来的,生产的发展和科学技术的进步,给分析化学提出了更高要求。同时,许多科学技术向分析化学的渗透,产生了新的分析方法或手段,从而不断丰富和发展了分析化学。

随着现代科学技术的发展,分析化学朝着仪器化、自动化的方向发展,分析仪器与电子计算机的联用,为自动连续分析和控制生产流程创造了条件。尽管如此,化学分析仍然是分析化学的基础,许多仪器分析的分析方法都是采用化学方法对样品进行预处理,有些仪器分析也用化学分析方法进行校正;在研究改进一种新的仪器分析方法时,还需要化学分析的理论为基础。一个不了解分析化学基础理论和基本知识的分析工作者,不可能仅仅依靠现代分析仪器就能正确解决日益复杂的分析问题。因此,分析化学作为一门基础课,要从化学分析学起,而且化学分析也是本专业教学的基本内容,只有在学习好化学分析的基础上才能进一步学好仪器分析。

分析化学是一门实践性很强的学科,也是中职学校化工专业的一门专业基础课。学生通过分析化学的学习,一方面将所学的无机化学、有机化学等基础理论知识,应用到分析方法中,另一方面可掌握物质的基本分析方法和基本操作技能,以培养严肃认真的工作作风和实事求是的科学态度。因此,在学习时,应当有明确的学习目的和正确的学习态度,系统地掌握分析化学的基础知识、基本理论,为今后从事分析工作打好理论基础,同时在分析化学理论的指导下,充分重视实践的重要性,要认真做好实验,只有经过实践操作的反复训练,才能掌握基本操作技能,培养独立工作能力;在分析工作中,要认真操作,一丝不苟,为今后学习其他专业课程打下坚实基础。

项目一

采样、制样与数据处理



项目概述

试样的采集和制备是分析工作的首要环节，它们直接影响试样的代表性和分析结果的可靠性。由于待分析物料的形态和性质多种多样，试样的采集、处理等方法也各不相同。定量分析的目的是通过一系列分析步骤来准确测定试样中待测组分的含量，但即使是技术很熟练的分析人员，在相同的条件下用同一方法对同一试样仔细进行多次测量，也不能得到完全一致的分析结果，这表明存在误差，我们需要了解误差的来源和消除方法。我们还要对实验测得的数据进行处理，根据实验仪器的精度确定有效数字的位数，对实验数据进行修约和计算。



项目目标

1. 能根据物料的聚集形态等特征，选择合理采取试样的方法，进行试样的采集。
2. 能根据试样的特性，选择合适的方法和试剂，对样品进行制备和分解。
3. 能分析实验过程中可能引入的误差，并消除误差。
4. 能准确地记录实验数据，并对实验数据进行有效数字的修约和计算。

任务一

试样的采集与制备



任务描述

小李初入公司，单位安排小李跟随师傅外出，对样品进行采集和制备。请根据采集样品的不同聚集形态，合理选择采样器进行采集。对采集的样品进行制备、分解，将不同聚集形态的样品，制成能直接进行分析的液体。



任务目标

- 了解样品采集的基本原则。
- 了解常见固体采样器、液体采样器和气体采样器。
- 会使用采样器对固体、液体和气体样品进行采集。
- 会制备固体样品，完成破碎、过筛、混匀和缩分等工作。
- 能选择合适的方法将固体样品进行分解，将固体试样处理成溶液。



任务分析

试样的采集与制备是分析样品的最初步骤，如果样品采集得不具备代表性，会使后续的分析工作变得毫无意义。更为严重的是，无代表性样品的分析结果可能会给生产工作造成混乱，甚至带来巨大的损失，因此必须按照标准及规范进行操作。



任务实施

采集土壤、河流和空气样品。

一、任务准备

1. 全班分为四组，每组采集一份土壤样品、一份河流样品和一份空气样品。
2. 器材：铲子、采样瓶、大气采样器、样品袋、样品瓶。

二、任务过程

每组组长合理安排本组人员，分别编制土壤样品采集方案、河流样品采集方案和空气样品采样方案。

领取采样工具进行采样，并记录、标记好样品。

将样品带回实验室，对样品进行制备和分解，制得可以直接分析的试样。

相关知识

一、试样的采集

试样的采集指从大批物料中采集少量的样本作为原始试样，原始试样再经过加工处理后制备成用于分析的样品。试样采集的基本原则是具有代表性，即试样的组成要与原始物料的组成基本保持一致。不同物料取样的具体操作方法相差较大，这些可参阅相关的国家标准和各行业制定的标准。按照样品聚集程度划分，主要有固体样品的采集、液体样品的采集和气体样品的采集。

1. 固体样品的采集

固体物料种类繁多、形态各异，试样的性质和均匀程度差别比较大，像矿石、土壤等物料，其颗粒大小不等，硬度也不等，而农作物、金属材料、水泥、化肥等组成相对比较均匀。

由于固体物料的成分分布不均，因此应按一定的方法选取不同点进行采样，以保证试样样本的代表性。采样点的选择方法有多种，如随机地选取采样点的随机采样法、根据一定规则选取采样点的系统采样法等。

采集固体样品所用的常见工具为铲子、采样探子、采样钻以及气动探针和真空探针。

如图 1-1-1 所示采样探子，长 750 mm，外径 18 mm，槽口宽 12 mm，下端呈 30°角锥的不锈钢管或铜管。

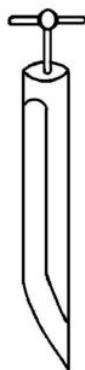


图 1-1-1 采样探子

取样时，将采样探子由袋（罐、桶）口的一角沿对角线插入袋（罐、桶）内的 1/3 至 3/4 处，旋转 180°后抽出，刮出槽槽中物料作为一个子样。

采样探子适用于粉末、小颗粒、小晶体等固体化工产品采样。采样钻适用于采集较坚硬的固体样品。气动探针和真空探针适用于粉末和细小颗粒等松散物料的采样。

2. 液体样品的采集

液体样品组成比较均匀，容易采得均匀样品。液体物料包括输送管道中的物料和储罐器中的物料。

液体样品所用的采样工具是用不与物料发生反应的金属或塑料



图 1-1-2 采样杯

制成的采样勺和采样杯。此外还有采样管和采样瓶。采样管是由玻璃、金属或塑料制成的管子，能插入桶、罐、槽车中所需要的液面上。采样瓶一般为 500 mL 的具塞玻璃瓶，套上加重铅锤。

3. 气体样品的采取

气体样品组成也比较均匀。常见气体样品有汽车尾气、工业废气、大气、压缩气体以及气溶物等。需按具体情况，采用相应的方法。

最简单的气体样品采集方法为用泵将气体充入取样容器中，一定时间后将其封好即可。但由于气体储存困难，大多数气体样品采用装有固体吸附剂或过滤器的装置收集（图 1-2-3）。



图 1-1-3 大气采样器

二、试样的制备

原始的试样一般不能直接用于分析，必须经过制备过程处理。液态和气态样品，易于混合均匀，且采样量较少，将多组样品混匀后可直接进行分析。固态样品一般要经过破碎、过筛、混匀和缩分 4 个程序。

1. 固体样品的破碎

通过机械或人工的方法将大块的物料分散成一定细度的物料。破碎可分为粗碎、中碎、细碎和粉碎 4 个阶段。破碎工具有破碎机（图 1-1-4）、辊式破碎机、球磨机、铁锤、研钵等。

2. 固体样品的过筛

物料在破碎过程中，每次磨碎后均需过筛，未通过筛孔的粗粒再磨碎，直至样品全部通过指定的筛子（图 1-1-5）为止（通常易分解的试样过 170 目筛，难分解的试样过 200 目筛）。



图 1-1-4 破碎机



图 1-1-5 样品筛

3. 固体样品的混匀

混匀法通常有人工混匀和机械混匀两种。

人工混匀法是将实验室样品置于光滑而干净的混凝土或木制平台上，用堆锥法进行混匀。堆锥法是用铁铲将物料堆积成一圆锥，然后从锥底一铲一铲将物料铲起，在距圆锥一定距离的地方重新堆成另一个圆锥，每一铲的物料必须从锥顶自然洒落。来回反复操作 3

次，即可认为样品混合均匀。

机械混匀法是将物料倒入机械搅拌器中，启动机器，经一段时间的运作，即可将物料混匀。

4. 固体样品的缩分

缩分是在不改变物料的平均组成的情况下，逐步缩小试样量的过程。常用的缩分方法有分样器缩分法、锥形四分法和棋盘缩分法。

(1) 分样器缩分法

分样器（图 1-1-6）下面的两侧有承接样槽。将样品倒入后，即从两侧流入两边的样槽内，把样品均匀地分成两份，其中的一份弃去，另一份再进一步磨碎、过筛和缩分。

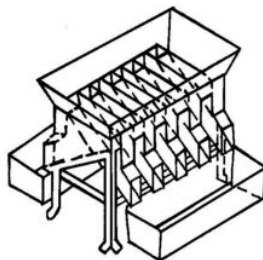


图 1-1-6 分样器

(2) 锥形四分法（图 1-1-7）

将混合均匀的样品堆成圆锥形，用铲子将锥顶压平成截锥体，通过截面圆心将锥体分成四等份，弃去任意相对两等份。重复操作，直到取用的物料量符合要求为止。

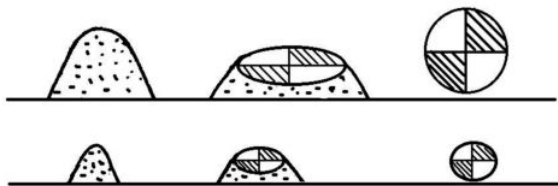


图 1-1-7 四分法

(3) 棋盘缩分法（图 1-1-8）

将混匀的样品铺成正方形的均匀薄层，用直尺或特制的木格架划分成若干个小正方形。将每一定间隔内的小正方形中的样品全部取出，放在一起混合均匀，其余部分弃去或留作副样保管。

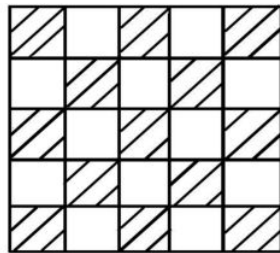


图 1-1-8 棋盘缩分法

三、分解试样

分解试样的目的是将固体试样处理成溶液，或将组成复杂的试样处理成简单、便于分离和测定的形式。

在分解试样时必须注意以下问题：①试样分解必须完全，处理后的溶液中不得残留原试样的细屑或粉末；②试样分解过程中待测组分不应挥发，也不应引入被测组分和干扰物质。

具体可根据试样的组成和特性、待测组分性质和分析目的选择合适的分解方法。

1. 湿法分解法

湿法分解法是将试样与溶剂作用,使待测组分转变为可供分析测定的离子或分子的溶液。湿法分解所用的溶剂主要有水、有机溶剂、酸、碱等;应用最广泛的酸有 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 、 H_3PO_4 、 HF 、 HClO_4 等,其适用范围见表 1-1-1。

表 1-1-1 几种常用酸的适用范围

酸	适用范围
HCl	铁、铝、镁、锰、锌、锡、钛、铬、稀土等金属及合金 大多数的碳酸盐、氧化物、磷酸盐、硼酸盐、硫化物等化合物;软锰矿、褐铁矿、硅酸盐矿;水泥
HNO_3	铁、铜、镍、钨等金属及合金 碳酸盐、磷酸盐、硫化物、氧化物等
H_2SO_4	稀硫酸可溶解氧化物、氢氧化物、碳酸盐、硫化物及砷化物矿石等;热的浓硫酸可以分解锑、氧化砷、锡、铅的合金及冶金工业产品;几乎所有的有机物都能被热的浓硫酸氧化
H_3PO_4	合金钢;铬矿、氧化铁矿和炉渣
HF	难分解的硅酸盐,与硝酸、高氯酸、磷酸或硫酸混合使用,可以分解硅酸盐、磷矿石、银矿石、石英、富铝矿石、铌矿石等
HClO_4	硫化物、氟化物、氧化物、碳酸盐等 铀、钍、稀土的磷酸盐等矿物

实际工作中,常常将两种或两种以上的酸按比例混合使用,混合比例见表 1-1-2。

表 1-1-2 几种混合酸及比例

样品及质量	混合酸及比例
钢, 0.5 g	2.5 mL 浓硝酸+5 mL 浓盐酸+3 mL H_2O
铜合金, 0.25 g	2.5 mL 浓硝酸+2.5 mL 浓盐酸+5 mL H_2O
黄铁矿, 0.5 g	10~20 mL 混合酸(浓硝酸:浓盐酸=3:1)
钨钢, 1 g	30 mL 王水+6 mL HF (40%)

2. 干法分解法

干法分解法是将不能完全被溶剂所分解的试样与熔剂混匀,在高温下发生复分解反应,使其转变为易被水或酸溶解的物质,然后用水或酸浸取。干法分解分为熔融和烧结两种。

(1) 熔融法

熔融法也称全熔法。最早在高于熔剂熔点的温度下熔融分解,熔剂与样品之间反应在液相或固-液之间进行,完全反应生成均一的熔融体。熔融法使用的熔剂按酸碱性可分为酸性熔剂和碱性熔剂。