

高等职业化学检验技能操作与实训

# 试剂与溶剂检验技术

陈淑刚 杨 迅 编



Chemical Industry Press



化学工业出版社  
教材出版中心

(京)新登字 039 号

**图书在版编目 (CIP) 数据**

试剂与溶剂检验技术 / 陈淑刚, 杨迅编. —北京: 化学工业出版社, 2005. 2  
高等职业化学检验技能操作与实训  
ISBN 7-5025-6601-5

I. 试… II. ①陈… ②杨… III. ①化学试剂-检验  
②溶剂-检验 IV. ①TQ420. 7②TQ410. 7

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 005798 号

---

高等职业化学检验技能操作与实训

试剂与溶剂检验技术

陈淑刚 杨 迅 编

责任编辑: 陈有华 蔡洪伟

文字编辑: 刘志茹

责任校对: 李 军

封面设计: 潘 峰

\*

化学工业出版社 出版发行

教材出版中心

(北京市朝阳区惠新甲 3 号 邮政编码 100029)

发行电话 (010)64982530

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

新华书店北京发行所经销

化学工业出版社印刷厂印装

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 9 1/4 字数 247 千字

2005 年 3 月第 1 版 2005 年 3 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-6601-5/TB · 111

· 定 价 19.00 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

## 前　　言

《试剂与溶剂检验技术》一书是根据《化学检验工国家职业标准》和我国现行的《职业技能鉴定规范（中、高级分析工考核大纲）》编写的，可供从事试剂与溶剂检验工作的人员考取化学检验工中、高级国家职业资格（三、四级）证书或中、高级分析工等级证书的复习或培训之用，也可作为中等职业学校和高等职业技术学院化学、化工、工业分析及相关专业的选用教材或参考书。在编写过程中，重点突出了以下几点。

1. 紧扣《化学检验工国家职业标准》和《职业技能鉴定规范（中、高级分析工考核大纲）》中规定中、高级化学检验工和分析工的工作内容、知识与技能要求及知识与技能的鉴定范围、具体内容构建教材的主线和框架。
2. 选材多为现行国家标准，在试剂与溶剂检验工作中实用性强。
3. 注意了知识与技能由浅入深、由简到繁，且层次分明，利于掌握。
4. 突出了实际操作技能和技术的训练，全书实训比例较大。
5. 全书选用的试剂与溶剂检验方法较多，贯穿了与考级之间的内在联系。

本教材第一、二、三、五章由陈淑刚编写；第四、六、七章由杨迅编写。全书由陈淑刚统稿。

本书在编写过程中得到了化学工业出版社和四川化工职业技术学院领导及同行的支持与帮助，同时还得到了中科院成都分院分析测试中心、泸州市质量技术监督局等单位及专业人士

的积极相助，在此一并表示诚挚的谢意。

由于编者水平有限，加之编写时间仓促，书中难免有错误或疏漏之处，恳请同行和读者批评指正。

编 者

2005 年 1 月

# 目 录

<b>第一章 绪论</b> .....	1
一、试剂与溶剂检验的作用 .....	1
二、试剂与溶剂检验的任务 .....	2
三、试剂与溶剂检验的方法和特点 .....	2
四、试剂与溶剂检验技术课程的教学目标 .....	4
<b>第二章 试剂与溶剂的基本知识</b> .....	5
第一节 化学试剂 .....	5
一、化学试剂的分类 .....	5
二、通用化学试剂 .....	9
三、标准物质 .....	13
四、常用化学试剂 .....	15
五、常见化学试剂的危险性 .....	19
第二节 溶 剂 .....	19
一、无机溶剂 .....	19
二、有机溶剂 .....	21
三、特殊溶剂 .....	22
第三节 试剂与溶剂的分离提纯 .....	23
一、试剂与溶剂的常用分离提纯方法和原理 .....	23
二、无机试剂的提纯与制备实例 .....	27
三、有机试剂的提纯与制备实例 .....	28
四、有机溶剂的脱水干燥、纯化和回收 .....	29
第四节 化学试剂与溶剂样品的采集技术 .....	32
一、采样的一般规则 .....	32
二、液体样品的采集技术 .....	35
三、固体样品的采集技术 .....	37
思考和练习题 .....	37
<b>第三章 无机化学试剂与溶剂检验技术</b> .....	41
第一节 无机化学试剂检验技术 .....	41

一、化学试剂酸与碱的检验 .....	41
二、化学试剂盐的检验 .....	45
三、化学试剂氧化物的检验 .....	49
四、化学试剂单质的检验 .....	50
<b>第二节 分析检验用水的检验技术 .....</b>	<b>50</b>
一、分析检验用水的质量要求 .....	50
二、分析检验用水的制备技术 .....	51
三、分析检验用水的质量检验 .....	58
<b>思考和练习题 .....</b>	<b>60</b>
实训 3-1 离子交换法制备分析检验用水 .....	64
实训 3-2 硫酸中 $H_2SO_4$ 含量的测定 .....	66
实训 3-3 氢氟酸中 HF 含量的测定 .....	68
实训 3-4 工作基准试剂(容量)无水碳酸钠中 $Na_2CO_3$ 含量的测定 .....	70
实训 3-5 七水合硫酸锌中 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ 含量的测定 .....	74
实训 3-6 氯化钾中 KCl 含量的测定 .....	76
实训 3-7 氧化铜中 CuO 含量的测定 .....	79
实训 3-8 pH 基准试剂氢氧化钙的测定 .....	81
实训 3-9 碘中 I <sub>2</sub> 含量的测定 .....	88
实训 3-10 第一基准试剂(容量)重铬酸钾中 $K_2Cr_2O_7$ 含量的测定 .....	90
<b>第四章 有机试剂检验技术 .....</b>	<b>100</b>
<b>第一节 概述 .....</b>	<b>100</b>
一、有机试剂的分类 .....	100
二、有机试剂的分析方法和特点 .....	101
<b>第二节 烯基的测定 .....</b>	<b>102</b>
一、概述 .....	102
二、卤素加成法 .....	103
<b>第三节 醇类的测定 .....</b>	<b>106</b>
一、概述 .....	106
二、乙酰化法 .....	107
三、高碘酸氧化法 .....	110
<b>第四节 醛和酮的测定 .....</b>	<b>113</b>
一、概述 .....	113
二、羟胺肟化法 .....	114
三、亚硫酸氢钠法 .....	116

第五节 羧酸和酯的测定 .....	119
一、概述 .....	119
二、碱滴定法测定羧酸 .....	121
三、皂化法测定酯 .....	123
第六节 氨基的测定 .....	125
一、概述 .....	125
二、酸滴定法 .....	127
思考和练习题 .....	127
实训 4-1 乙酸酐-乙酸钠-乙酰化法测定工业用季戊四醇羟值 .....	132
实训 4-2 高碘酸氧化法测定丙三醇含量 .....	135
实训 4-3 亚硫酸钠法测定甲醛含量 .....	137
实训 4-4 盐酸羟胺法测定丙酮含量 .....	139
实训 4-5 皂化-离子交换法测定乙酸乙酯含量 .....	142
实训 4-6 皂化-回滴法测定工业用邻苯二甲酸酯类的含量 .....	145
实训 4-7 工业用丙烯腈中乙腈、丙酮和丙烯醛含量的测定 .....	148
<b>第五章 化学试剂与溶剂中杂质的限量测定 .....</b>	<b>153</b>
第一节 半定量测定方法 .....	153
一、重金属的限量测定 (GB 9735—88) .....	153
二、铵的限量测定 (GB 9732—88) .....	154
三、硫酸盐的限量测定 (GB 9728—88) .....	154
四、氯化物的限量测定 (GB 9729—88) .....	154
五、硫化合物的限量测定 (GB 9731—88) .....	155
六、易碳化物测定通则 (GB 9737—88) .....	155
第二节 定量测定方法 .....	156
一、水不溶物测定通用方法 (GB 9738—88) .....	156
二、蒸发残渣测定通用方法 (GB 9740—88) .....	156
三、灼烧残渣的测定 (GB 9741—88) .....	157
四、水分的测定 (GB 606—88) .....	157
第三节 半定量和定量测定方法 .....	158
一、还原高锰酸钾物质的测定 (GB 9726—88) .....	158
二、铁的测定 (GB 9739—88) .....	158
三、硅酸盐的测定 (GB 9742—88) .....	159
四、草酸盐的测定 (GB 9730—88) .....	159
五、氮的测定 (GB 608—88) .....	160

六、砷的测定 (GB 610.1—88) .....	161
七、铝的限量测定 (GB 9734—88) .....	162
八、磷酸盐的限量测定 (GB 9727—88) .....	162
九、羰基化合物的测定 (GB 9733—88) .....	163
思考和练习题 .....	163
实训 5-1 碘酸钾中重金属的限量测定 .....	164
实训 5-2 六亚甲基四胺中铵的限量测定 .....	165
实训 5-3 丙酮中还原高锰酸钾物质的测定 .....	166
实训 5-4 硫氰酸钾中硫酸盐的限量测定 .....	167
实训 5-5 四水合酒石酸钾钠中氯化物的限量测定 .....	168
实训 5-6 氯化钾中水不溶物的测定 .....	169
实训 5-7 盐酸灼烧残渣的测定 .....	171
实训 5-8 四氯化碳中水分的测定 .....	172
实训 5-9 硝酸钠中铁的测定 .....	176
实训 5-10 高氯酸中硅酸盐的限量测定 .....	177
实训 5-11 硼酸中砷的测定 .....	179
实训 5-12 七水合硫酸亚铁中磷酸盐的限量测定 .....	181
实训 5-13 工作基准试剂无水碳酸钠中杂质镁的测定 .....	183
<b>第六章 化学试剂与溶剂的通常项目测定 .....</b>	<b>187</b>
<b>第一节 密度的测定 .....</b>	<b>187</b>
一、密度计法 .....	188
二、密度瓶法 .....	190
三、韦氏天平法 .....	192
<b>第二节 熔点和凝固点的测定 .....</b>	<b>196</b>
一、熔点的测定 .....	196
二、凝固点的测定 .....	202
<b>第三节 结晶点的测定 .....</b>	<b>203</b>
一、仪器 .....	203
二、操作步骤 .....	203
<b>第四节 沸点和沸程的测定 .....</b>	<b>204</b>
一、沸点的测定 .....	205
二、沸程的测定 .....	208
<b>第五节 折射率的测定 .....</b>	<b>213</b>
一、原理及仪器 .....	214

二、操作步骤 .....	216
三、注意事项 .....	218
第六节 比旋光度的测定 .....	218
一、仪器 .....	219
二、操作步骤 .....	222
三、结果计算 .....	223
四、注意事项 .....	223
第七节 水分的测定 .....	224
一、烘干法 .....	225
二、蒸馏法 .....	225
三、卡尔·费休法 .....	225
四、气相色谱法 .....	225
第八节 色度的测定 .....	226
一、铂-钴色度标准法 .....	226
二、加德纳色度标准法 .....	228
思考和练习题 .....	228
实训 6-1 密度瓶法测定三氯甲烷的密度 .....	233
实训 6-2 韦氏天平法测定四氯化碳的密度 .....	234
实训 6-3 毛细管法测定 8-羟基喹啉的熔点 .....	235
实训 6-4 毛细管法测定丙酮的沸点 .....	236
实训 6-5 乙酸乙酯折射率的测定 .....	237
实训 6-6 L-胱氨酸比旋光度的测定 .....	238
实训 6-7 苯色度的测定 .....	239
<b>第七章 生化试剂检验技术 .....</b>	<b>241</b>
第一节 概述 .....	241
一、生化试剂的分类 .....	241
二、生化试剂的来源 .....	242
三、几类重要的生化试剂 .....	244
第二节 平面色谱 .....	248
一、纸色谱法 .....	249
二、薄层色谱法 .....	257
思考和练习题 .....	267
实训 7-1 羟基乙酸比移值 $R_f$ 的测定 .....	271
实训 7-2 DL-丙氨酸的检验 .....	272

实训 7-3 无水 L-半胱氨酸盐酸盐的检验	276
<b>附录</b>	<b>281</b>
附表一 常用无机溶剂	281
附表二 常用有机溶剂	286
附表三 气压计读数的校正值	292
附表四 气压计读数的纬度校正值	293
附表五 沸程温度随气压变化的校正值	293
<b>主要参考文献</b>	<b>294</b>

# 第一章 绪 论

试剂与溶剂检验对生产、教学、科研等各个方面都有着非常重要的作用。不管是在试剂与溶剂生产企业还是在质量监督检验部门，凡是试剂与溶剂的检验，都有明确的目标和任务。同时也应熟悉试剂与溶剂检验的方法和特点。学习试剂与溶剂检验技术课程，必须明确其教学目标。

## 一、试剂与溶剂检验的作用

试剂与溶剂检验是一门实践性非常强的专门课程，是分析化学的相关理论、原理、方法及操作技能或技术在试剂与溶剂的生产控制分析和产品质量检验等方面的应用。试剂与溶剂检验的作用如下。

### 1. 指导试剂与溶剂的生产

在试剂与溶剂的生产企业，通过生产过程中原材料、半成品、成品副产品及产生“三废”的检验结果，检查生产工艺是否正常、评价原材料和成品的质量，检查对环境的污染情况。做到及时发现问题，合理组织生产、合理选择和使用原材料，使生产工艺条件随时处于正常的状态，保证生产的顺利进行和产品的质量。

### 2. 广泛的影响

试剂与溶剂有着很多的种类和非常广泛的用途。如：无机分析试剂，主要用于无机物的化学定性和定量分析；有机分析试剂，主要用于有机物的化学定性和定量分析；基准试剂主要用于标定标准滴定溶液的浓度等；标准物质，主要用作化学分析或仪器分析的对比标准或用于仪器校准；指示剂，用于容量分析滴定终点的指示、检验气体或溶液中某些物质；生化试剂，用于生命科学研究等。凡用到化学或物理化学分析检验方法，都离不开试剂与溶剂。试剂与

溶剂的应用比比皆是，如常用化学试剂酸碱、容量工作基准试剂、pH 工作基准试剂、制备标准滴定溶液用试剂、制备标准溶液用试剂、制备试剂溶液、制剂用试剂、指示剂等在化工、轻工、石油、冶金、电子、建材、纺织等生产控制分析和产品检验，环境监测，药物检验，食品检验，各个领域的教学、科学的研究中，就有非常广泛的应用。所以，试剂与溶剂的质量，直接影响到各行各业的生产工艺能否得到正常控制、产品质量能否得到有效保证。

## 二、试剂与溶剂检验的任务

### 1. 研究任务

研究试剂与溶剂生产的原材料、半成品、成品及产生的“三废”的分析检验方法和相关的理论；协助标准管理部门制定或修改试剂或溶剂的标准（包括技术要求和试验方法等）；制定或修改试剂与溶剂生产控制分析操作规程等。

### 2. 提供检验结果报告的任务

为了指导和组织试剂与溶剂的生产，中控分析室、中心化验室等承担分析检验任务的单位，将组织人员，完成从采样、制样、检验、数据处理、检验结果报告及审核、出具检验结果报告等一系列工作。中控分析检验结果报告反馈到生产部门，可用于指导和组织生产；产品质量检验报告反馈到质量管理部门，可用于确认产品质量等级。

## 三、试剂与溶剂检验的方法和特点

### 1. 试剂与溶剂检验的方法

试剂与溶剂一般都具有固定的化学和物理化学性质，且主含量较高，杂质含量很低。所以，对试剂与溶剂检验的方法，主要从方法的原理来考虑，有化学分析法和仪器分析法；从待测组分的含量来考虑，涉及常量分析法、微量分析法和痕量分析法。物理常数的测定可认为是专门的一类方法，主要测定有机试剂或溶剂的熔点、沸点、密度、折射率、旋光度等。生化试剂的检验，如：生物碱、氨基酸、核苷酸、抗生素、酶、培养基等，多数运用的是生化检验

方法。

在试剂与溶剂主含量测定中，多为化学分析法，有酸碱滴定法、氧化还原滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法和称量分析法等，如：氢氟酸中 HF 含量的测定、七水合硫酸锌中  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$  含量的测定分别为酸碱滴定法和配位滴定法。有部分为仪器分析法，如：光学分析法，包括比色法（目视比色法和光电比色法）、分光光度法（可见紫外分光光度法、红外光谱法、原子吸收光谱法和原子发射光谱法）；电化学分析法，具体分为电位分析法（直接电位法和电位滴定法）、电导分析法（直接电导法和电导滴定法）、库仑分析法（恒电流库仑滴定法和控制电位库仑法）、极谱分析法（经典极谱法和示波极谱法）；色谱分析法，含气相色谱分析法、高效液相色谱分析法、薄层色谱法和纸色谱等；其他分析法（质谱分析法、差热分析法、放射分析法、核磁共振波谱法、X 射线荧光分析法以及色谱-质谱联用分析法等）。第一基准试剂（容量）重铬酸钾中  $K_2Cr_2O_7$  含量的测定为恒电流库仑滴定法。

在试剂与溶剂杂质含量测定中，国家标准规定了许多通用方法，多为微量或痕量仪器分析法，如：工作基准试剂无水碳酸钠中杂质镁的测定、高氯酸中硅酸盐的测定分别为原子吸收光谱法和可见分光光度法；也有相当部分是与杂质标准进行对比试验的半定量分析方法（限量分析法），碘酸钾中重金属的限量测定、硫氰酸钾中硫酸盐的限量测定便是如此。

## 2. 试剂与溶剂检验的特点

试剂与溶剂的数量特别多，共计上万种，有无机试剂、有机试剂、特效试剂、基准试剂、标准物质、仪器分析试剂、指示剂、生化试剂、高纯试剂和液晶等，且化学性质、物理性质、物理化学性质各异，所以，涉及的分析检验方法特别多，原理和操作技能或技术不同。

大多数试剂与溶剂纯度高，杂质含量很低。所以，测定主含量的方法，要求系统误差小，重现性好；测定杂质含量的方法，灵敏

度和准确度要求特别高。

对一些要求特别高的试剂，如基准试剂（工作基准试剂、pH 基准试剂、一级 pH 基准试剂、第一基准试剂等）检验方法原理和操作复杂，操作技术要求高。

要求化学的、物理的、物理化学的分析检验方法取长补短，配合使用，因此，试剂与溶剂检验人员必须具备广泛的分析化学理论知识和分析检验操作技能与技术。

#### 四、试剂与溶剂检验技术课程的教学目标

##### 1. 课程教学任务

本课程主要介绍试剂与溶剂检验的意义、任务、方法和特点，试剂与溶剂的分类、特点、标准号、等级、标志、包装和用途，分离提纯等基本知识；试剂与溶剂主含量测定、通常项目测定和杂质限量测定的基本原理、操作技术、检验结果计算、结果判断及注意事项。

##### 2. 课程教学目标

通过本课程的教学，使学生了解试剂与溶剂的常见分类情况，通用化学试剂的标准号、等级、标志、包装单位，常用化学试剂的选择、使用和管理，典型试剂与溶剂的分离提纯原理与设备及其作用等基本知识；掌握试剂与溶剂主含量测定、通常项目测定和杂质限量测定的基本原理、结果判断及注意事项，学会检验操作技术和检验结果计算。使学生明确并达到试剂与溶剂检验中、高级化学检验工的知识和技能要求。

##### 3. 课程教学建议

在教学过程中，本着由简到难、由浅入深的一般规律，可先完成理论知识教学和部分相对较简的实训内容教学，然后，在各章中选择相对较难、综合性较强且具有代表性的实训内容组成综合实训内容进行集中的综合实训教学。

## 第二章 试剂与溶剂的基本知识

试剂与溶剂的基本知识主要包括化学试剂的分类情况、化学试剂的门类、等级、标志及各国化学试剂规格、标志对照；通用化学试剂的标准号、包装单位及化学试剂的选择、使用和管理；标准物质种类、用途及常用的化学试剂；溶剂的分类情况、常用的无机与有机溶剂及其溶解作用原理；试剂与溶剂的常用分离提纯方法和原理；化学试剂与溶剂样品的采集方法等。本章将主要就这些基本知识进行详细的介绍。

### 第一节 化学试剂

#### 一、化学试剂的分类

##### 1. 按试剂组成和用途分类

化学试剂的种类繁多，并且还没有分类方法的统一规定。在不同的分类方法中，使用较多的是按化学组成和用途的分类方法。这种分类方法是将化学试剂先分成大类，在每一大类中又分成若干小类。

按化学组成和用途的分类情况见表 2-1。

表 2-1 化学试剂的分类

类 别	用 途	示 例	备 注
1. 无机分析试剂	用于化学分析的一般无机化学试剂	金属单质、氧化物、酸、碱、盐	纯 度 一 般 大于 99%
2. 有 机 分 析 试 剂	用于化学分析的一般有机化学试剂	烃、醛、醇、醚、羧酸、酯及其衍生物	纯 度 较 高、杂 质 较 少
3. 特 效 试 剂	专门用于无机分析中测定、分离或富集元素	沉淀剂、萃取剂、显色剂、螯合剂、指示剂	

续表

类 别	用 途	示 例	备 注
4. 基准试剂	标定标准滴定溶液的浓度等。 又分为:容量工作基准试剂;pH工作基准试剂;热值测定用基准试剂	基准试剂,即化学试剂中的标准物质.一级有15种;二级有7种	一级纯度,99.98%~100.02%;二级纯度,99.95%~100.05%
5. 标准物质	用作化学分析或仪器分析的对比标准或用于仪器校准。分为一级标准物质;二级标准物质	纯净的或混合的气体、液体或固体	我国自己生产的由原国家技术监督局公布的(1993年)一级标准物质683种;二级432种
6. 仪 器 分 析 试 剂	原子吸收光谱标准品;色谱试剂(固定液、固定相填料)标准品;电子显微镜用试剂;核磁共振用试剂;极谱用试剂;光谱纯试剂;分光纯试剂;闪烁试剂		
7. 指 示 剂	用于容量分析滴定终点的指示、检验气体或溶液中某些物质。分为酸碱指示剂;氧化还原指示剂;吸附指示剂;金属指示剂等		
8. 生化试剂	用于生命科学的研究。分为生化试剂;生物染色剂;生物缓冲物质;分离工具试剂等	生物碱、氨基酸、核苷酸、抗生素、酶、培养基	也包括临床诊断和医学研究用试剂
9. 高纯试剂	纯度在99.99%以上,杂质控制在 $\mu\text{g/g}$ 级或更低		
10. 液晶	在一定温度范围内具有流动性和表面张力的,并具有各向异性的有机化合物		

## 2. 按试剂纯度分类

按化学试剂的纯度进行分类,我国的情况是共分为七种,分别为高纯(又称超纯或特纯);光谱纯;分光纯;基准纯;优级纯;

分析纯；化学纯。高纯试剂，纯度要求在 99.99% 以上，杂质总含量低于 0.01%。优级纯、分析纯、化学纯试剂统称为通用化学试剂。

国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）将作为标准物质的化学试剂按纯度分为五级。

A 级，相对原子质量标准物质；

B 级，和 A 级最接近的标准物质；

C 级， $w = (100 \pm 0.02)\%$  的标准试剂；

D 级， $w = (100 \pm 0.05)\%$  的标准试剂；

E 级，以 C 级或 D 级试剂为标准进行对比测定所得的纯度相当于它们的试剂，但实际纯度低于 C 级、D 级的试剂。

按照这种纯度等级分类，表 2-1 中基准试剂的一级、二级基准试剂，仅相当于 C 级和 D 级的纯度。

### 3. 按试剂危险特性分类

从安全的角度将易燃、易爆和易使人中毒的化学试剂列为化学危险品。现在大约有 2000 多种化学试剂被列为化学危险品运输和公安部门按照其发生危险事故的特性，将化学危险品分为 8 类（见表 2-2）。

表 2-2 化学危险品的分类

类别	特性	示例	备注
1. 爆炸性试剂	受到环境因素的引发，产生剧烈化学反应，大量放热和产生气体，迅速膨胀，爆速大于声速	苦味酸、硝酸铵	氧化剂、还原剂；氧化剂还原剂的混合物
2. 液化气体和压缩气体	临界温度高于常温的气体，加压后液化——液化气体；临界温度低于常温的，常温下压入容器内——压缩气体 膨胀力随温度升高而加大危险性，分剧毒、易燃和助燃	液化气体：液氯、液氨等 压缩气体： $H_2$ 、 $O_2$ 、 $N_2$ 等	置阴凉、通风处，避日光直晒、远离热源，防止剧振