

高职高专“十二五”规划教材



HUAXUE WULIAO SHIYONG

YU FENXI

ZONGHE SHIXUN

化学物料识用与分析

综合实训

■ 李淑丽 束 影 王元有 主编

■ 秦建华 沈发治 主审



化学工业出版社

高等职业教育“十二五”规划教材



HIGHER VOCATIONAL EDUCATION

PLANNED TEXTBOOK

2015年12月第1版

化学物料识用与分析 综合实训

主 编 曹 颖 副 编 王 芳 编 王 颖

审 稿 王 芳 主 审 王 芳



中国石化出版社

高职高专“十二五”规划教材

化学物料识用与分析 综合实训

李淑丽 束 影 王元有 主编

秦建华 沈发治 主审



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是《化学物料识用与分析》的配套实训教材,包含5个学习情境、24个实验项目,涵盖了实训守则与安全常识、物质含量测定、物质分离提纯、物质提取制备、实验方案设计等方面的实训内容。

本书既可作为应用化工技术、石油化工技术、有机化工生产技术、高分子材料应用技术、化学制药技术、精细化学品生产技术、生物化工工艺、工业分析与检验、环境监测与治理技术专业的实验实训教材,也可作为高职院校相关专业的实验实训教材和参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

化学物料识用与分析综合实训/李淑丽,束影,王元有主编.
北京:化学工业出版社,2012.8
高职高专“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-14984-8

I. ①化… II. ①李…②束…③王… III. ①化学工业-原料-
高等职业教育-教学参考资料 IV. ①TQ042

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第171888号

责任编辑:陈有华 高钰

文字编辑:刘志茹

责任校对:宋玮

装帧设计:刘丽华

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:北京云浩印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张5½ 字数127千字 2012年10月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:13.00元

版权所有 违者必究

前言

《化学物料识用与分析综合实训》立足于高职院校化工类专业学生的特点,结合工作过程系统化的专业课程改革方向,按照专业课程技能培养目标,遵循技能学练由浅入深、循序渐进的认知规律,选编了5个学习情境,24个实验项目。加强了学生对化学物料识用与分析的基本操作技能和创新能力的培养,集知识性、趣味性和实用性于一体,使技能学练更贴近生产与生活实际,为专业课程技能的提升奠定了基础。

全书分为实训守则与安全常识、物质含量测定、物质分离提纯、物质提取制备、实验方案设计5个学习情境,24个实验项目,能满足化工类应用化工技术、石油化工技术、有机化工生产技术、高分子材料应用技术、化学制药技术、精细化学品生产技术、生物化工工艺、工业分析与检验、环境监测与治理技术专业以及化工类其他专业对化学物料识用与分析基本技能学练操作的教学需要。

本书在编排方面,详细列出了所用仪器和设备的规格与数量,试剂的种类与数量,为实验准备工作带来了方便。

在内容设计方面,注重技能训练的综合化,避免内容的重复,强化多种技能的学习与训练。

本书由扬州工业职业技术学院化工系基础化学教研室全体教师共同完成。李淑丽、束影和王元有担任主编,并由李淑丽统稿。学习情境一和二由李淑丽、王元有编写,学习情境三和四由束影、周培、陈丽萍、李淑丽编写,学习情境五由徐斌、赵敏、张杰、朱权、王元有编写。

扬州工业职业技术学院教学院长秦建华和化学工程系主任沈发治担任主审。对本书编写中参考并采用了所列参考书目的部分内容的作者,在此一并表示感谢。

限于编者的水平,书中难免有不足之处,恳请读者批评指正。

编者

2012年7月

目录

学习情境一 实训守则与安全常识

1

学习情境二 物质含量测定

5

- 项目 1 分析天平基本操作 6
- 项目 2 盐酸标准溶液的标定和工业纯碱溶液总碱度的测定 11
- 项目 3 NaOH 标准溶液的标定和食醋总酸度的测定 14
- 项目 4 酸碱中和法测定石灰总钙含量 18
- 项目 5 配位滴定法测定石灰中总钙的含量 22
- 项目 6 氧化还原滴定法测定石灰中总钙的含量 25
- 项目 7 混合碱成分与含量分析(双指示剂法) 29

学习情境三 物质分离与提纯

33

- 项目 8 氯化钠的提纯 34
- 项目 9 八角茴香的水蒸气蒸馏 37
- 项目 10 丙酮和 1,2-二氯乙烷的简单分馏及含量测定 41
- 项目 11 纸色谱法分离氨基酸 45

学习情境四 物质提取与制备

49

- 项目 12 从废旧干电池中提取 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 50
- 项目 13 硫酸亚铁铵的制备 54
- 项目 14 正丁醚的制备 57
- 项目 15 正溴丁烷的制备 59
- 项目 16 三苯甲醇的制备 63

项目 17	乙酸乙酯的制备	66
项目 18	酪蛋白的制备和等电点测定 (pH 法)	69
项目 19	肥皂的制备	72
项目 20	升华法从海带中提取碘	74

学习情境五	实验方案设计	77
-------	--------	----

项目 21	鸡蛋壳中钙含量的测定	78
项目 22	饼干中 Na_2CO_3 、 NaHCO_3 含量的测定	79
项目 23	校园自来水中氯离子含量的测定	80
项目 24	醇、酚、醛、酮未知液的分析	81

参考文献	82
------	----

学习情境一

实训守则与安全常识

一、学生实训守则

1. 认真预习，明确综合实训的目的和基本要求

综合实训前必须认真预习综合实训项目要求，掌握综合实训项目的基本原理、操作步骤；了解有关仪器的性能、配置；熟悉其操作规程及安全注意事项。

2. 严格遵守操作规程，科学进行综合实训

综合实训过程中必须听从指导教师的安排，切实做到独立思考、科学操作、细致观察、如实记录。自觉培养严谨、求实的科学作风。综合实训完毕后及时整理实验数据记录，不准任意修改原始实验数据，理论联系实际，认真分析问题，按要求写出综合实训报告，按时送交指导教师。

3. 遵守纪律，不迟到早退，不无故缺席

不在实验室内进行与本综合实训无关的活动，未经批准不得动用与本综合实训无关的设备器材。综合实训仪器设备、工具、用具等应妥善保管，综合实训结束后，必须如数清点归还。

4. 确保安全，注意卫生

严格遵守实验室安全卫生制度和仪器设备操作规程，保持实验室安全、整洁、科学、规范、文明、有序的工作环境。综合实训结束后，值日生要做卫生清理和安全检查工作。

二、综合实训室安全卫生制度

综合实训室是教学科研的重要基地，其安全卫生是综合实训工作正常进行的基本保证。凡进入综合实训室工作、学习的人员必须遵守综合实训室安全卫生制度。

(1) 综合实训室的剧毒、易燃、易爆、放射性等物品及贵重物资器材、大型精密仪器设备等须由专人保管，定点定位存放和使用，并按有关规定及时做好使用记录。

(2) 综合实训操作前要进行消防安全设施、设备的检查，严禁在实验过程中违章搭、截用电。

(3) 进入综合实训室的人员，必须遵守综合实训室规章制度；未经综合实训室或设备管理教师同意，不得擅自启用综合实训室的设备、设施；综合实训操作时要服从指导，遵守相关综合实训和设备操作规程，不得擅自职守。

(4) 综合实训室设备的设置和器材的存放必须遵循安全、整洁、科学、规范、文明、有序的原则。每次综合实训结束后必须安排值班学生打扫卫生，并定期进行大扫除。进入综合实训室的所有人员要爱护室内公共卫生，不得在实训室内饮食和吸烟；学生综合实训结束后应在综合实训室管理人员的指导下做好综合实训场所及仪器用具的清洁，并有序地存放好所用的设备器材，使之处于待用的正常状态。

(5) 综合实训室人员离开综合实训室前要检查门窗、水、电、煤气等设施的关闭情况，确认安全无误后，方可离室。

(6) 对发现的违反综合实训室安全卫生制度的各种情况，要及时向综合实训室教师报告。

三、综合实训室安全事故的预防与处理

1. 安全事故的预防

(1) 火灾预防

- ① 火柴用后要立即熄灭, 不得乱扔。
- ② 综合实训项目完毕立即关闭煤气(液化气)和电气开关。
- ③ 注意一些能在空气中自燃的试剂的使用与保存(如煤油中的钾、钠和水中的白磷)。
- ④ 使用易燃溶剂时必须远离明火, 用毕立即盖紧盛放溶剂的瓶塞。
- ⑤ 尽量不用明火直接加热盛有有机溶剂的反应装置。
- ⑥ 不得在综合实训室内存放大量易燃化学试剂。

(2) 爆炸预防

- ① 不允许随意混合各种化学药品。
- ② 混有空气的不纯氢气、CO等遇火易爆炸; 有些有机化合物遇氧化剂时亦发生猛烈爆炸或燃烧; 在室温时就具有较大蒸气压的某些易燃溶剂的蒸气达到某一极限时, 遇有明火即发生燃烧爆炸。在使用时一定要小心。
- ③ 开启贮有挥发性液体的瓶塞时, 必须先充分冷却, 开启时瓶口必须指向无人处。
- ④ 不能研磨某些强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或其混合物。
- ⑤ 为防止暴沸危险, 常压蒸馏或回流要加沸石或搅拌; 减压蒸馏要装毛细管或搅拌。
- ⑥ 常压操作时, 不可造成密闭体系; 减压操作时, 不可用平底烧瓶; 加压操作时, 要有一定的防护措施。

- ⑦ 存放药品时, 应将强氧化剂和一般化学试剂分开存放。

(3) 中毒与触电预防

- ① 严禁在综合实训室内饮水、进食与吸烟。
- ② 可能生成有毒或有腐蚀性气体的操作应在通风橱内进行(不要将头伸入橱内)。使用后的器皿应及时清洗。
- ③ 不要俯视综合实训时所用容器, 不要直接嗅闻操作过程放出的气味。
- ④ 接触固体或液体有毒物质时, 必须戴橡皮手套, 操作后立即洗手。
- ⑤ 不要用湿的手、物接触电源。所有操作电器装置都应连接地线。

2. 意外事故处理

综合实训过程中, 若出现了意外事故, 不必惊慌, 应学会应急处理。

(1) 玻璃仪器炸裂割伤手后, 伤口内的玻璃碎片应及时取出, 然后抹上红药水进行包扎。

(2) 小面积烫伤, 应立即用冷水冲洗降温, 然后在伤处抹上烫伤膏、万花油即可。大面积烫伤应及时找医生治疗。

(3) 眼睛里溅入了药液, 特别是有腐蚀性或有毒的药液, 要立即用水冲洗, 切不可用手揉眼睛。必要时请医生治疗。

(4) 酸或碱溶液沾在皮肤或衣服上

① 酸沾到皮肤或衣服上, 立即用较多的水冲洗(如果是浓硫酸, 必须迅速用干且洁净抹布擦拭, 然后用水冲洗), 再用3%~5%的碳酸氢钠溶液或肥皂水冲洗。

② 碱溶液沾到皮肤或衣服上, 应用较多的水冲洗, 再涂上2%~4%醋酸或1%~2%的硼酸溶液。

(5) 酸或碱溶液流到实验桌上应立即用适量的碳酸氢钠溶液或稀醋酸冲洗, 然后用水冲

洗,再用抹布擦干。如果酸、碱溶液量少,则立即用湿抹布擦净,再用水冲洗抹布。但如果是强酸性物质如 H_2SO_4 、 HNO_3 、 HCl ,则应该先用干布擦净,然后再用 NaHCO_3 洗涤,最后用水冲洗。

(6) 一些常用的盐沾到皮肤上应采取不同的措施

- ① AgNO_3 应用 KI 擦洗。
- ② KMnO_4 应用 NaHSO_4 或 NaHSO_3 的水溶液清洗。
- ③ 重铬酸钾(铵)先用水洗后,再用 3% 的 Na_2SO_3 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤。
- ④ 甲醛沾到皮肤上应立即用 2% NaHCO_3 或肥皂水洗涤。
- ⑤ 苯酚沾到皮肤上应先用温水洗涤,然后用乙醇清洗。
- ⑥ 苯胺应用 75% 的乙醇或者 5% 的乙酸进行洗涤,然后再用水清洗。

(7) 使用水银温度计时,若不慎使水银球破裂,水银渗出,则可用硫黄粉覆盖吸收,再进行处理。

(8) 如果发生火灾应采取的措施

- ① 组织灭火,防止火势蔓延。
- ② 火势小,如洒在桌面的乙醇燃烧,应立即用湿抹布盖灭。
- ③ 火势稍大,应选用灭火器灭火,若有必要,拨打 119 火警电话求救。
- ④ 与水易发生剧烈反应的物质不能用水灭火。
- ⑤ 由电引起的火灾,应先切断电源,再进行灭火。

常用灭火器的种类及其适用范围见表 1-1。

表 1-1 常用灭火器种类及其适用范围

名 称	药液成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	用于一般失火及油类着火。因为泡沫能导电,所以不能用于扑灭电器设备着火。火后现场清理较麻烦
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	用于电器设备及汽油、丙酮等着火。四氯化碳在高温下生成剧毒的光气,不能在狭小和通风不良的实验室使用 注意四氯化碳与金属钠接触将发生爆炸
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	用于电器设备失火及忌水的物质及有机物着火。注意喷出的二氧化碳使温度骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类与适宜的润滑剂和防潮剂	用于油类、电器设备、可燃气体及遇水燃烧等物质着火

学习情境二

物质含量测定

- 项目 1 分析天平基本操作 / 6
- 项目 2 盐酸标准溶液的标定和工业纯碱溶液总碱度的测定 / 11
- 项目 3 NaOH 标准溶液的标定和食醋总酸度的测定 / 14
- 项目 4 酸碱中和法测定石灰总钙含量 / 18
- 项目 5 配位滴定法测定石灰中总钙的含量 / 22
- 项目 6 氧化还原滴定法测定石灰中总钙的含量 / 25
- 项目 7 混合碱成分与含量分析 (双指示剂法) / 29

项目 1

分析天平基本操作

一、目的要求

1. 学会正确使用天平。
2. 能进行直接称量和间接称量。

二、基本原理

分析天平是具有较高灵敏度、最大称样量在 200g 以下的精密天平。常见的一类精密天平是无光学读数装置的空气阻尼天平，也称普通标牌天平；另一类是具有光学读数装置的等臂、不等臂电光天平，也称为微分标牌天平。其称量加砝码方式又分为全自动机械加码和半自动机械加码两种。现以实验室常用的半自动机械加码等臂天平为例，介绍分析天平的原理、结构和使用方法。

1. 天平的称量原理和分级

半自动机械加码天平是根据杠杆原理设计制造的。

我国通常以天平的标牌分度值（或称名义分度值）与其最大载荷的比值划分天平的精度（标牌分度值与最大载荷之比）等级。共分为十级，见表 2-1。

表 2-1 天平的精度与级别

天平级别	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
精度	1×10^{-7}	2×10^{-7}	5×10^{-7}	1×10^{-6}	2×10^{-6}	5×10^{-6}	1×10^{-5}	2×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-4}

2. 天平的构造

半自动机械加码等臂电光天平是实验室常用天平。如图 2-1 所示。

（1）横梁 由铝合金制成，梁上装有三块三棱形玛瑙刀，其中一块在梁中间，刀口向下，称支点刀。在梁两边，距支点刀等距离处各装一块，刀口向上，称承重刀。三刀口须处同一水平线上。梁两边对称孔内各装有调节天平平衡用的螺母一个。梁中部（或上部）有重心螺母一个，用于调节天平重心。

（2）立柱 空心立柱是横梁的起落架。柱顶嵌有玛瑙平板一块，配合横梁支点刀形成杠杆支点，柱上装有可升降的托梁架，天平不用时托起天平梁，使三刀口脱离接触。

（3）悬挂系统

① 吊耳。吊耳位于天平梁两端，其下面中心处嵌有玛瑙平板。称量时，该平板与横梁两侧承重刀接触。悬吊起秤盘。圈码承重片附加于右侧吊耳之上。

② 秤盘。供放置砝码或称量物用，称量时悬挂于吊耳钩上，不称量时由盘托托起。

③ 阻尼器。由内、外筒组成，外筒固定于支架上，内筒悬挂于吊耳钩上，置于外筒之

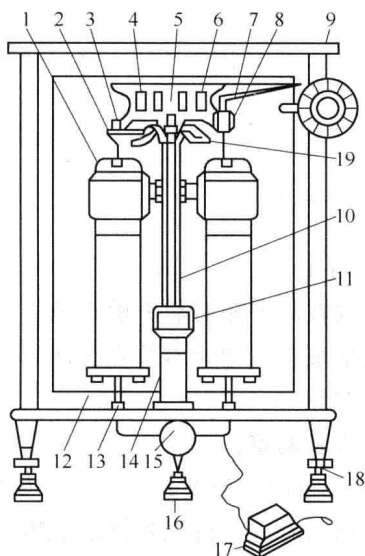


图 2-1 半自动电光天平构造示意图

- 1—阻尼筒；2—挂钩；3—吊耳；4、6—平衡螺丝；5—天平横梁；7—环码钩；8—环码；9—加码指数盘；10—指针；11—光屏；12—托盘；13—盘托；14—光源；15—旋钮；16—减震脚垫；17—变压器；18—螺旋脚；19—托叶

中。天平开启时，内筒与吊耳、秤盘同步移动。由于两筒内空气阻尼作用，使天平很快达平衡状态。

(4) 天平升降枢 天平升降枢是天平的制动系统，位于天平地板正中，与托梁架、盘托和光路电源相连接，由天平启动旋钮控制调节。顺时针开启时，托梁下降，三刀口与相应平板接触，光电源接通，天平处于工作状态。反之天平处于停运状态。

(5) 光学读数系统 横梁的指针下端装有缩微标尺，工作时，光源通过光学系统将此缩微标尺放大，再反射投影于光屏上。若标尺投影零刻度线与光屏上中垂线重合，则天平处于平衡位置。

(6) 自动加码装置 半自动天平的此装置一般位于天平的右上部，转动加码指数盘，即可直接向天平梁上加 10~990mg 的圈码。

(7) 天平箱 天平箱用于保护天平不受环境条件影响。箱两侧玻璃拉门，供取放砝码和称量物质用。箱底部有三只支承脚，前边两脚可调动，供调节天平水平用，天平立柱上端固定有水平泡一只，供观察天平的水平状态。

(8) 砝码 半自动天平配备有一盒砝码。砝码是衡量质量的标准，应定期检查标定。

三、试剂仪器

1. 试剂

样品（如 $K_2Cr_2O_7$ 粉末，5g）。

2. 仪器

(1) 半自动机械加码等臂电光天平（1台）；

- (2) 托盘天平 (1 台);
- (3) 称量瓶 (1 套);
- (4) 瓷坩埚 (1 套);
- (5) 表面皿 (1 只)。

四、操作步骤

1. 使用分析天平称量前的准备工作

- (1) 取下天平罩, 叠好后平放在天平箱右后方的台面上或天平箱的顶上。
- (2) 称量时, 操作者面对天平端坐, 记录本放在胸前的台面上, 存放和接收称量物的器皿放在天平箱左侧, 砝码盒放在右侧。
- (3) 称量开始前应作如下检查和调整。

① 了解待称物体的温度与天平箱内的温度是否相同。如果待称物体曾经加热或冷却过, 必须将该物体放置在天平箱近旁相当时间, 待该物体的温度与天平箱内的温度相同后再进行称量。盛放称量物的器皿应保持清洁干燥。

② 查看天平秤盘和底板是否清洁。秤盘上如有粉尘, 可用软毛刷轻轻扫净, 底板如不干净, 可用毛笔拂扫或用细布擦拭。

③ 检查天平是否处于水平位置。若气泡式水准器的气泡不在圆圈的中心, 用手旋转天平底板下的两个垫脚螺丝, 以调节天平两侧的高度直至达到水平为止。使用时不得随意挪动天平的位置。

④ 检查天平的各个部件是否处于正常位置 (主要查看的部件是横梁、吊耳、秤盘、环码等), 如发现异常情况, 应报告老师处理。

⑤ 砝码是否齐全, 配件是否齐全 (如毛刷、手套、天平档案等)。

2. 天平零点的测定

每次测量时必须先测零点。天平零点就是不载重天平平衡时指针在读数标尺上所指的

位置。
接通电源, 慢慢开动天平, 在不载重的情况下, 检查投影屏上标尺的位置, 若零点与投影屏上的标线不重合, 可拨动升降枢下面的扳手, 移动一下投影屏的位置, 使其重合, 若相差太大, 可借调节平衡螺丝使其重合, 此时即为电光天平的零点。

3. 称量物品

(1) 直接称量法

- ① 将欲称量的坩埚先在托盘天平上粗称量。
- ② 将坩埚放在分析天平左盘中央 (如: 粗称坩埚的质量为 17g), 则用镊子取砝码 17g ($10\text{g}+5\text{g}+2\text{g}$) 放在右盘中央。
- ③ 慢慢开动升降枢。
- ④ 观察指针偏转情况。若指针迅速向左倾斜, 表示右盘砝码太重 (反之表示右边砝码太轻), 关上升降枢, 根据情况加、减砝码。直至确定坩埚在某质量范围内 (如 16~17g)。
- ⑤ 用环码继续试称。先用大环码, 后用小环码, 方法同上。若坩埚质量在 16.65~16.66g 之间, 再用投影屏直接读出小数点后第三、四位数, 记录坩埚质量。实验数据记录表 2-2。

称量过程加、减砝码应注意：

- a. 关闭天平后才能取放砝码。
- b. 加、减砝码后试重时要半开天平。
- c. 使用砝码要由大到小，中间截取（降一个量级时由 5 试用）逐级试验。

(2) 减量称量法

如用减量法称取 0.2~0.3g 试样。

① 称量瓶在托盘天平上粗称试样约 0.8g。

② 在分析天平上准确称量，得其质量（试样+称量瓶）为 W_1 。按要求将试样小心转移到坩埚中（0.2~0.3g），再称其质量（剩余量+称量瓶）为 W_2 ，两次质量之差即为所要称取的试样质量，这叫减量称量法。若需要，可继续用相同的方法取第二份、第三份……试样。

(3) 称量的检查

将装入试样的坩埚再称量，得试样加坩埚的质量为 W_3 ，检查其总质量与计算值（列出试样加空坩埚的质量）是否相同，若不同，分析偏差的原因。

4. 实验完毕的整理工作

- (1) 检查天平是否关好。
- (2) 砝码放回原位置，称量物取出放好。
- (3) 罩好天平罩，并在天平登记本上登记。

五、注意事项

1. 使用分析天平称量时，必须用洁净的纸条或配戴细纱手套。不准用手直接接触及天平部件及砝码。

2. 使用天平动作要轻。避免损坏天平刀口。

3. 不要将试样落在秤盘上。

4. 称量完毕后的整理工作一定要做。

六、实验数据的记录格式（见表 2-2）

表 2-2 实验数据记录

记录项目	样品号	
	I	II
称量瓶+试样的质量(倒出前)		
称量瓶+试样的质量(倒出后)		
称出试样的质量		
坩埚+称出试样的质量		
空坩埚的质量		
称出试样的质量		
试样的质量绝对误差值		

七、思考题

1. 用电光分析天平称量时，若微缩标尺的投影向左偏移，天平指针向何方向偏移？此时称量物体比砝码重还是轻？
2. 称量时下列操作是否正确，为什么？
 - (1) 猛烈开关天平升降枢？
 - (2) 未关升降枢就加减砝码或取放物体？
 - (3) 称量时，边门打开？
 - (4) 称量前，未调节零点？