

《《 示范性职业教育重点规划教材

化学综合 训

主 编 ● 刘春叶 张 放 刘裕红



西南交通大学出版社

图书在版编目 (C I P) 数据

化学综合实训 / 刘春叶, 张放, 刘裕红主编. —成都: 西南交通大学出版社, 2020.11
ISBN 978-7-5643-7710-6

I. ①化… II. ①刘… ②张… ③刘… III. ①化学实验—高等职业教育—教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2020) 第 188188 号

Huaxue Zonghe Shixun

化学综合实训

主编 刘春叶 张放 刘裕红

责任编辑 牛君

封面设计 何东琳设计工作室

出版发行 西南交通大学出版社
(四川省成都市二环路北一段 111 号
西南交通大学创新大厦 21 楼)

邮政编码 610031

发行部电话 028-87600564 028-87600533

网址 <http://www.xnjdcbs.com>

印刷 四川森林印务有限责任公司

成品尺寸 185 mm × 260 mm

印张 13

字数 290 千

版次 2020 年 11 月第 1 版

印次 2020 年 11 月第 1 次

定价 39.00 元

书号 ISBN 978-7-5643-7710-6

课件咨询电话: 028-81435775

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

贵阳职业技术学院教材建设委员会

主 任：刘 雁

常务副主任：代 琼

副 主 任：陈开明 张正保 杨 鹏 陈 刚

委 员：熊光奎 马 骏 杨竹君 邓 涛 王德义

徐 敏 王絮飞 邓军琳 凌泽生 张书凤

吴 焱 郁盛梅 胡 然 余 萍 陈 健

彭再兴 刘裕红 童永坤 郑全才 董作军

吴仕萍 田小刚

为了适应我国高职院校医药和食品教育事业的发展,结合当前职业院校化学实训实际教学工作的需要,贵阳职业技术学院根据化学实验基本操作、食品药品化工类的基本检测、分析化学的基本理论和方法,结合我国食品药品检验机构的岗位需求,以培养学生化学实践能力、化学技能应用能力和创新能力为主线,参考国内外化学实践技能教学最新成果,广泛征求行业和高职高专院校的专家意见,按“工学结合”要求和基于职业岗位分析的课程设计理念精心编写而成本书,本书具有较强的实用性和前瞻性。

本书具有以下特点:

(1) 鉴于高职高专学生操作能力的差异性,在编写中精选实训内容和项目,有难有易,由浅入深,可满足不同层次学生的需要。本书不但体现化学实训的基础性、实用性、科学性和综合性,而且强调与职业岗位结合,注重化学技能在专业领域中的综合应用。

(2) 实训内容和项目覆盖食品分析(5个)、药品分析(4个)、化工(5个)等常见的领域和项目,同时编写了基础实训项目(6个)、进阶训练(6个),可供相关专业选用。

(3) 编写了贵州省以往的工业分析技能大赛项目(5个),可为参赛学生提供参考。

由于编者水平有限,且编写时间仓促,书中错误和不当之处在所难免,恳请广大读者批评指正。

编者

2020年5月

学习须知

一、参加学习的人员未着实验服不得进入实验室，且头发过肩者根据要求必须将头发束起后才可以进入实验室。

二、课前认真预习，明确本次实验的目的、要求、内容、方法及步骤。

三、提前 5 ~ 10 min 进入实验室，检查实验所需物品是否齐全，做好实验准备工作。

四、实验时严肃认真，根据实验指导要求进行操作，仔细观察和记录，并进行独立思考，按时完成实验内容和实验报告。

五、保持实验室安静，实验时不得随意走动和谈笑。室内严禁吸烟，不允许在实验室内接听手机。

六、实验结束后，值日生打扫实验室卫生，由任课教师检查合格后方可离开。

七、考核办法注意事项：

1. 本门课程的成绩由四部分内容组成：考勤、实验报告、实验操作、期末考试，各占 20%、20%、20%、40%。不着实验服上课将扣除本次成绩。

2. 实验报告填写在《基础化学实验手册》的相应位置，不可用其他本子或者纸质品代替，否则无成绩。

上篇 实训项目

第一章 实验常用试剂及仪器	002
项目一 分析化学实验常用试剂	002
项目二 常用仪器介绍	014
第二章 基础实训	024
项目一 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	024
项目二 天平的使用	032
项目三 容量瓶的使用及溶液的配制练习	041
项目四 移液管、滴定管的使用	046
项目五 酸碱标准溶液的配制及标定	059
项目六 常用玻璃仪器的校正	075
第三章 食品专业项目实训	084
项目一 食醋中总酸含量的测定	084
项目二 茶叶中咖啡因的提取	088
项目三 酸奶中总酸度的测定	094
项目四 鸡蛋壳中钙含量的测定	097
项目五 饼干中碳酸钠和碳酸氢钠含量的测定	106
第四章 药品专业项目实训	113
项目一 高锰酸钾标准溶液的配制及标定	113
项目二 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	120
项目三 阿司匹林(乙酰水杨酸)的合成	126
项目四 胃舒平药片中铝镁含量的测定	129

第五章 化工专业项目实训	133
项目一 粗盐的提纯	133
项目二 EDTA 溶液的配制及标定与水硬度的测定	137
项目三 铵盐中氮含量的测定 (甲醛法)	145
项目四 实验室制取肥皂	149
项目五 混合碱的分析	152

第六章 进阶训练	157
项目一 高锰酸钾吸收曲线的绘制和含量测定	157
项目二 紫外分光光度法测定水杨酸含量	160
项目三 水中氯离子含量的测定 (沉淀滴定法)	164
项目四 乙酸乙酯的制备与其折光率的测定	172

下篇 竞赛项目

第七章 贵州省工业分析技能大赛项目	182
项目一 配位滴定法测定硫酸镍试样中镍含量	182
项目二 紫外-可见分光光度法测定铁离子浓度	185
项目三 氧化还原法测定过氧化氢试样中过氧化氢的含量	189
项目四 紫外-可见分光光度法测定未知物	192
项目五 未知试样中铁含量的测定	195
参考文献	198

上篇

PART ONE

实训项目

第一章

实验常用试剂及仪器

项目一 分析化学实验常用试剂

知识链接

化学试剂又叫化学药品，简称试剂，是指具有一定纯度标准的各种单质和化合物（也可以是混合物）。它是工农业生产、文教卫生、科学研究以及国防建设等多领域进行化验分析的重要药剂。试剂有各种存在状态，而且不同的试剂其理化性质差异很大，有的比较稳定，有的常温下就很活泼，有的受高温也不变质，有的却易燃易爆，有的香气浓烈，有的则有剧毒……在实验室，要将化学试剂按照相关规范储存及使用，才能安全、顺利地进行各项实验，消除安全隐患及对环境的污染。

一、化学试剂的分类

化学试剂按状态分为固体试剂、液体试剂；按性能分为危险试剂、非危险试剂；按性质分为无机试剂、有机试剂；按用途分为标准试剂、一般试剂、高纯度试剂、专用试剂、生化试剂等。

无机试剂和有机试剂：无机试剂按单质、氧化物、碱、酸、盐分出大类后，再考虑性质进行分类；有机试剂则按烃类、烃的衍生物、糖类、蛋白质、高分子化合物、指示剂等进行分类。

危险试剂和非危险试剂：这种分类法是根据试剂的特性及实用性，在实验及管理过程中既便于安全存放，也便于实验工作者在使用时遵守安全操作规则。

1. 危险试剂的分类

(1) 易燃试剂

易燃试剂是指在空气中能够自燃或遇其他物质容易引起燃烧的化学物质（图 1-1）。

① 易自燃试剂，如黄磷等。

② 遇水燃烧试剂，如钾、钠、碳化钙等。

③ 易燃液体试剂，如苯、汽油、乙醚等。

④ 易燃固体试剂，如硫、红磷、铝粉等。

(2) 易爆试剂

易爆试剂是指受外力作用发生剧烈化学反应而引起燃烧、爆炸，同时放出大量有害气体的化学物质，如氯酸钾等（图 1-2）。

(3) 毒害性试剂

毒害性试剂是指对人或生物以及环境有强烈毒害性的化学物质，如溴、甲醇、汞、三氧化二砷等（图 1-3）。



图 1-1 易燃物



图 1-2 易爆物



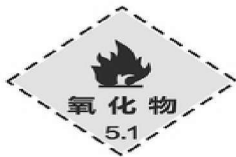
图 1-3 毒害物

(4) 氧化性试剂

氧化性试剂是指对其他物质能起氧化作用而自身被还原的物质，如过氧化钠、高锰酸钾、重铬酸铵、硝酸铵等（图 1-4）。

(5) 腐蚀性试剂

腐蚀性试剂是指具有强烈腐蚀性，对人体和其他物品能起腐蚀作用，发生破坏现象，甚至引起燃烧、爆炸或伤亡的化学物质，如强酸、强碱、无水氯化铝、甲醛、苯酚、过氧化氢等（图 1-5）。



氧化剂
Oxidizer

图 1-4 氧化剂



图 1-5 腐蚀品

2. 非危险试剂的分类

(1) 遇光易变质的试剂

遇光易变质的试剂是指受紫外光线的影响，易引起试剂本身分解变质，或促使试剂与空气中的成分发生化学变化的物质，如硝酸、硝酸银、硫化铵、硫酸亚铁等。

(2) 遇热易变质的试剂

这类试剂多为生物制品及不稳定的物质，在高温下可发生分解、发霉、发酵作用，有的常温也如此，如硝酸铵、碳酸铵、琼脂等。

(3) 易冻结试剂

这类试剂的熔点或凝固点都在气温变化范围以内，当气温高于其熔点，或下降到其凝固点以下时，则试剂由于融化或凝固而发生体积的膨胀或收缩，易造成试剂瓶炸裂，如冰醋酸、晶体硫酸钠、晶体碘酸钠以及溴的水溶液等。

(4) 易风化试剂

这类试剂本身含有一定比例的结晶水，通常为晶体。常温时在干燥的空气中（一般相对湿度在 70% 以下）可逐渐失去部分或全部结晶水，有的变成粉末，使用时不易掌握其含量，如结晶碳酸钠、结晶硫酸铝、结晶硫酸镁、胆矾、明矾等。

(5) 易潮解试剂

这类试剂易吸收空气中的水分产生潮解、变质，外形改变，含量降低甚至发生霉变等，如氯化铁、无水乙酸钠、甲基橙、琼脂、还原铁粉、铝银粉等。

二、化学试剂的规格

1. 实验室用水规格

分析化学实验应使用纯水，一般是蒸馏水或去离子水。有的实验要求用二次蒸馏水或更高规格的纯水（如电分析化学、液相色谱等实验）。纯水并非绝对不含杂质，只是杂质含量极微而已。

(1) 蒸馏水

通过蒸馏方法，除去水中非挥发性杂质而得到的纯水称为蒸馏水。同是蒸馏所得纯水，其中含有的杂质种类和含量也不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水含有 Na^+ 和 SiO_3^{2-} 等离子；而用铜蒸馏器所制得的纯水则可能含有 Cu^{2+} 。

(2) 去离子水

利用离子交换剂去除水中的阳离子和阴离子杂质所得的纯水，称为离子交换水或“去离子水”。未进行处理的去离子水可能含有微生物和有机物杂质，使用时应注意。

2. 化学试剂规格

化学试剂根据不同的用途，有不同的等级划分方法。

我国的试剂规格基本上按纯度（杂质含量的多少）划分，国家和主管部门颁布质量指标的主要是优级纯、分级纯和化学纯 3 种（表 1-1）。

世界各国对化学试剂的规格等级的标准不尽一致，国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）对化学标准物质的分类为：

表 1-1 我国化学试剂规格划分

级别	一级品	二级品	三级品	四级品
名称	优级纯 (保证试	分析纯	化学纯	实验试剂
符号	GR	AR	CP	LR
瓶签颜	绿色	红色	蓝色	棕色或其他颜
纯度	99.8%, 纯度最高, 杂质含量最低	99.7%, 纯度很高, 略次于优级纯	≥99.5%, 纯度与分析纯相差较大	纯度较差, 杂质含量不做要求
适用范围	精密的分析和科研工作, 有的可作为基准物质	工业分析及化学实验	化学实验、合成制备	一般的实验和要求不高的合成制备

A 级: 原子量标准。

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 级为标准, 对比测定得到的纯度的试剂。

目前, 国外试剂厂生产的化学试剂的规格趋向于按用途划分, 根据不同用途的要求, 可分为很多特定的等级。

基准试剂 (Primary reagent, PT): 可直接配制标准溶液, 专门作为基准物用。实验室暂无储备时, 一般可由优级纯试剂替代使用。一般常用的基准试剂有: 三氧化二砷、金属铜、氨基磺酸、重铬酸钾、邻苯二甲酸氢钾、碘酸钾、氯化钠、碳酸钠、草酸钠、氟化钠、金属锌、草酸、硝酸银等。

光谱纯试剂 (Spectrum pure, SP): 用于光谱分析。分别适用于分光光度计标准品、原子吸收光谱标准品、原子发射光谱标准品。但由于有机物在光谱上显示不出, 所以有时主成分达不到 99.9% 以上, 使用时必须注意, 特别是做基准物时, 必须进行标定。

色谱纯 (GC、LC): 气相色谱、液相色谱分析专用。进行色谱分析时使用的标准试剂, 在色谱条件下只出现指定化合物的峰, 不出现杂质峰。

指示剂 (ID): 配制指示溶液用, 质量指标为变色范围和变色敏感程度。可替代 CP, 也适用于有机合成用。

生物试剂 (BR): 配制生物化学检验试液和用于生化合成。质量指标注重生物活性杂质。可替代指示剂, 可用于有机合成。

生物染色剂 (BS): 配制微生物标本染色液。质量指标注重生物活性杂质。可替代指示剂, 可用于有机合成。

三、化学试剂的储存

用于盛放化学试剂的试剂瓶，按材质分为玻璃瓶和塑料瓶，有透明的和棕色的；按瓶口大小可分为广口瓶和细口瓶；按盛放的物质可以分为固体和液体试剂瓶。广口瓶主要存放取用不便而且不易潮解的固体药品，细口瓶主要存放易于潮解的药品和液体试剂；棕色试剂瓶用于存放见光易分解的药品。瓶口内部为磨砂设计的磨口塞瓶能防止试剂吸潮和浓度变化，保持密封，防止试剂外漏。有机液体试剂常储存于棕色细口试剂瓶中。各种试剂瓶如图 1-6 所示。



(a) 棕色塑料瓶、广口瓶
(存放需避光、固体药品)



(b) 白色塑料瓶、广口瓶
(存放固体药品)



(c) 白色塑料瓶、细口瓶
(存放液体药品)



(d) 棕色玻璃瓶、细口瓶
(存放避光液体药品)



(e) 广口瓶和细口瓶



图 1-6 各种试剂瓶

(1) 易燃易爆试剂应储存于铁柜中，柜的顶部有通风口。严禁在化实验室存放 20 L 及以上的瓶装易燃液体。易燃易爆药品不要放在冰箱内（防爆冰箱除外）。

(2) 相互混合或接触后可以产生剧烈反应、燃烧、爆炸、放出有毒气体的两种以上的化合物称为不相容化合物，不能混放。这类化合物多为强氧化性物质与还原性物质。

(3) 腐蚀性试剂宜放在塑料或搪瓷的盘或桶中，以防瓶子破裂造成事故。

(4) 要注意化学药品的存放期限，一些试剂在存放过程中会逐渐变质，甚至形成危害物。醚类、烯烃、液体石蜡等在见光条件下若接触空气可形成过氧化物，放置越久越危险。乙醚、异丙醚等若未加阻化剂（对苯二酚、苯三酚、硫酸亚铁等）存放期不得超过一年。

(5) 药品柜和试剂均应避免阳光直晒及靠近暖气等热源。要求避光的试剂应装于棕色瓶中或用黑纸或黑布包好存于柜中。

(6) 发现试剂瓶上的标签掉落或将要模糊时应立即贴好标签。无标签或标签无法辨认的试剂都要当成危险物品重新鉴别后小心处理，不可随便乱扔，以免引起严重后果。

(7) 剧毒品应锁在专门的毒品柜中，建立双人登记签字领用制度。

四、化学试剂的取用

实验室中一般只储存固体试剂和液体试剂，气体物质都是需用时临时制备。在取用和使用任何化学试剂时，首先要做到“三不”，即不用手拿、不直接闻气味、不尝味道。此外还应注意试剂瓶塞或瓶盖打开后要倒放在桌上，取用试剂后立即还原塞紧。否则会污染试剂，使之变质而不能使用，甚至可能引起意外事故。

试剂取出（或配制成相应浓度的溶液）后，装入合适的试剂瓶中，贴上标签，注明试剂名称、浓度、配制日期等，如图 1-7 所示。



图 1-7 试剂瓶标签

取用试剂常用的仪器有药匙、镊子、胶头滴管、量筒、移液管等，如图 1-8 至图 1-10 所示。

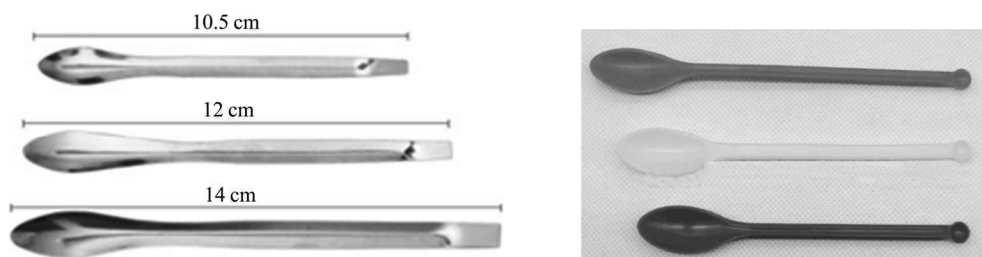


图 1-8 药匙



图 1-9 镊子



图 1-10 胶头滴管

1. 固体试剂的取用

粉末状试剂或粒状试剂一般用药匙取用。药匙有动物角匙，也有塑料药匙，且有大小之分。用量较多且容器口径大者，可选大号药匙；用量较少或容器口

径小者，可选用小号药匙，并尽量送入容器底部。特别是粉状试剂容易散落，或沾在容器口和壁上，可将其倒在折成的槽形纸条上，再将容器平置，将纸槽沿器壁伸入底部，竖起容器并轻抖纸槽，使试剂落入器底。

块状固体用镊子夹取，送入容器时务必先使容器倾斜，使之沿器壁慢慢滑入器底。

若实验中无规定剂量，所取试剂量以刚能盖满试管底部为宜。取多了的试剂不能放回原瓶，也不能丢弃，应放在指定容器中供他人或下次使用。

取用试剂的镊子或药匙务必擦拭干净，不能一匙多用。用后也应擦拭干净，不留残物。

2. 液体试剂的取用

用少量液体试剂时，常使用胶头滴管吸取。用量较多时则采用倾泻法。从细口瓶中将液体倾入容器时，把试剂瓶上贴有标签的一面朝向手心，另一手将容器斜持，并使瓶口与容器口相接触，逐渐倾斜试剂瓶，倒出试剂。试剂应该沿着容器壁流入容器，或沿着洁净的玻璃棒将液体试剂引流入细口或平底容器内。取出所需量后，逐渐竖起试剂瓶，把瓶口剩余的液滴碰入容器，以免液滴沿着试剂瓶外壁流下。

若实验中无规定剂量，一般取用 $1 \sim 2 \text{ mL}$ 。定量使用时，可根据要求选用量筒、滴定管或移液管。取多的试剂不能倒回原瓶，更不能随意丢弃。应倒入指定容器内。

取用有毒试剂时，必须在教师指导下进行，或严格遵照规则取用。

3. 指示剂的取用

指示剂一般都是有机弱酸或弱碱，它们在一定的 pH 范围内，变色灵敏，易于观察。故其用量很小，一般为每 10 mL 溶液加入 1 滴指示剂。

使用试液时，一般用胶头滴管滴入 $1 \sim 2$ 滴试液于待检溶液中，振荡后观察颜色的变化。

使用试纸时，任何情况都不能将试纸投入或伸入待检溶液中。只能用洁净的玻璃棒蘸取待检液，滴在放于玻片上的试纸条中间，观察变化稳定后的颜色（图 1-11）。

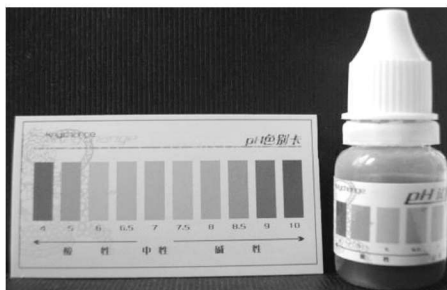


图 1-11 试纸的使用

4. 部分特殊试剂的存放和使用

(1) 易挥发出有腐蚀性气体的试剂。

① 液溴。

液溴密度较大, 极易挥发, 蒸气极毒, 皮肤溅上液溴后会造成灼伤。故应将液溴储存在密封的棕色磨口细口瓶内。为防止其扩散, 一般要在溴的液面上加水(起到封闭作用), 且再将液溴的试剂瓶盖紧, 放于塑料筒中, 置于阴凉不易碰翻处。

取用时, 要用胶头滴管伸入水面下液溴中迅速吸取少量后, 密封放回原处。

② 浓氨水。

浓氨水极易挥发, 要用塑料塞和螺旋盖的棕色细口瓶, 存放于阴凉处(图 1-12)。使用时, 开启浓氨水的瓶盖要十分小心。因瓶内气体压强较大, 有可能冲出瓶口使氨液外溅。所以要用塑料薄膜等遮住瓶口, 使瓶口不要对着任何人, 再开启瓶塞。特别是气温较高的夏天, 可先用冷水降温后再启用。



图 1-12 浓氨水

③ 浓盐酸。

浓盐酸极易放出氯化氢气体, 具有强烈刺激性气味。所以应盛放于磨口细口瓶中, 置于阴凉处, 远离浓氨水存放。

取用或配制这类试剂的溶液时, 应该在通风橱中进行。若量较大, 接触时间又较长, 还应戴上防毒口罩。

(2) 易燃液体试剂。

甲醇、乙醇、乙醚、二硫化碳、苯、丙醇等沸点很低, 极易挥发又易着火, 故应盛于既有塑料塞又有螺旋盖的棕色细口瓶里, 置于阴凉处。取用时勿接近火种。

(3) 易升华的试剂。

易升华的物质有多种, 如碘、干冰、萘、蒽、苯甲酸等。碘升华后, 其蒸气有腐蚀性, 且有毒。所以这类固体物质均应存放于棕色广口瓶中, 密封放置于阴凉处。