



普通高等教育“十二五”规划教材

专业基础课教材系列



分析化学实验

张荣泉◎主 编



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

专业基础课教材系列

分析化学实验

张荣泉 主编

司友琳 张 晖 副主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书共 15 章, 内容包括分析化学实验基础知识、化学分析基本操作、化学分析实验、仪器分析实验。实验内容以基础化学分析和仪器分析实验为主。实验后有思考题, 引导学生思考, 加深对实验的理解。

本书可供高等医学院校医学检验、输血、药学、预防等专业开设分析化学课程的学生使用, 也可供其他院校相关专业学生和从事相关工作的人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/张荣泉主编. —北京: 科学出版社, 2012
(普通高等教育“十二五”规划教材·专业基础课教材系列)
ISBN 978-7-03-034706-0

I. ①分… II. ①张… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教材
IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 121932 号

责任编辑: 张 斌 / 责任校对: 王万红
责任印制: 吕春珉 / 封面设计: 东方人华平面设计部

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

铭浩彩色印装有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2012 年 7 月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2012 年 7 月第一次印刷 印张: 8 1/2

字数: 201 000

定价: 15.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换〈俊杰〉)

销售部电话 010-62134988 编辑部电话 010-62135235 (HP04)

版权所有, 侵权必究

举报电话: 010-64030229; 010-64034315; 13501151303

本书编写人员

主 编 张荣泉

副主编 司友琳 张 晖

编 者 (以姓氏笔画为序)

司友琳 陈少永 张 晖

张 翊 张荣泉 殷朝林

前 言

本书为高等院校医学检验、药学、生物医学专业《分析化学》和《仪器分析》，以及预防医学和营养专业《卫生化学》的配套实验教材。

分析化学是一门实践性很强的学科，实验教学在分析化学教学中占有十分重要的地位。本书是在编者多年实验教学基础上，参照有关专业分析化学实验教材编写而成，供医学检验、药学等相关专业分析化学实验教学使用。

本书共 15 章、38 个实验，内容包括分析化学实验基础知识（第一章）、化学分析实验基本操作（第二章），化学分析法实验（第三章至第八章）及仪器分析实验（第九章至第十五章）。本书编写遵循打好基础、与时俱进、拓宽知识面、加强学生动手能力培养的原则，引导学生掌握正确实验操作技能，培养学生严谨求实的科学态度，提高学生分析问题和解决问题的能力。

本书在编写过程中，得到校领导和相关部门的大力支持和帮助，同时参考了国内外作者大量相关著作和文献，在此一并致谢。

书中难免存在疏漏和错误之处，恳请专家和读者给予批评指正，以便再版时完善。

目 录

前言

第一章 分析化学实验基础知识	1
第一节 纯水的制备及检验	1
一、纯水.....	1
二、实验室常用的纯水制备方法.....	1
三、检验方法.....	2
第二节 玻璃器皿的洗涤	2
一、洗涤方法.....	2
二、常用的洗涤剂.....	2
三、超声波清洗器的使用.....	3
第三节 常用坩埚和研钵的使用	4
一、各种坩埚使用简介.....	4
二、研钵的使用.....	7
第四节 滤纸及滤器	7
一、滤纸.....	7
二、玻璃滤器.....	7
三、滤膜.....	8
第五节 常用干燥剂	9
一、常用无机干燥剂.....	9
二、分子筛干燥剂.....	9
第六节 化学试剂及其使用规则	10
一、化学试剂级别.....	10
二、化学试剂的选用.....	10
第七节 气体钢瓶及使用注意事项	10
第八节 实验室安全知识	11
第九节 实验数据的记录、处理和实验报告	12
第二章 化学分析基本操作	14
第一节 电子天平和称量技术	14
一、电子天平简介.....	14
二、注意事项.....	16



三、称量方法	16
第二节 容量器皿的使用	17
一、移液管的使用	18
二、吸量管的使用	18
三、滴定管的使用	19
四、容量瓶的使用	22
五、容量仪器的校正	23
六、滴定分析仪器使用注意事项	24
第三节 重量分析基本操作	24
一、样品的溶解	24
二、制备沉淀	25
三、过滤和洗涤	25
四、沉淀的干燥和灼烧	27
第三章 重量分析法	29
实验一 分析天平称量练习	29
一、实验目的	29
二、实验原理	29
三、仪器与试剂	29
四、实验步骤	29
五、数据处理	30
实验二 结晶氯化钡中结晶水含量测定(挥发法)	30
一、实验目的	30
二、实验原理	30
三、仪器与试剂	30
四、实验步骤	31
五、数据处理	31
六、注意事项	31
实验三 乳粉中脂肪含量的测定(萃取重量法)	32
一、实验目的	32
二、实验原理	32
三、仪器与试剂	32
四、实验步骤	32
五、数据处理	33
六、注意事项	33
实验四 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量测定(硫酸钡重量法)	33



一、实验目的	33
二、实验原理	33
三、仪器与试剂	34
四、实验步骤	34
五、数据记录与处理	35
第四章 滴定分析基本操作实验	36
实验一 容量仪器的洗涤和基本操作	36
一、实验目的	36
二、仪器与试剂	36
三、实验步骤	36
实验二 滴定分析基本操作练习	37
一、实验目的	37
二、实验原理	37
三、仪器与试剂	37
四、实验步骤	38
五、数据记录与处理	38
第五章 酸碱滴定法	40
实验一 NaOH 标准溶液浓度的标定及食醋中总酸度的测定	40
一、实验目的	40
二、实验原理	40
三、仪器与试剂	40
四、实验步骤	40
五、数据记录与处理	41
实验二 HCl 标准溶液浓度的标定及双指示剂法测定混合碱	42
一、实验目的	42
二、实验原理	42
三、仪器与试剂	43
四、实验步骤	43
五、注意事项	44
实验三 铵盐中含氮量的测定	44
一、实验目的	44
二、实验原理	44
三、仪器与试剂	45
四、实验步骤	45
五、注意事项	45



六、数据记录与处理	45
第六章 沉淀滴定法	47
实验一 AgNO_3 标准溶液的配制与标定 (莫尔法)	47
一、实验目的	47
二、实验原理	47
三、仪器与试剂	47
四、实验步骤	47
五、注意事项	48
六、数据记录与处理	48
实验二 生理盐水中 NaCl 含量的测定 (法扬司法)	49
一、实验目的	49
二、实验原理	49
三、仪器与试剂	49
四、实验步骤	49
五、数据记录与处理	50
第七章 配位滴定法	51
实验一 EDTA 标准溶液的配制与标定	51
一、实验目的	51
二、实验原理	51
三、仪器与试剂	52
四、实验步骤	52
五、数据记录与处理	53
实验二 水的总硬度测定和水中钙镁离子的分别测定	53
一、实验目的	53
二、实验原理	53
三、仪器与试剂	54
四、实验步骤	54
五、数据记录与处理	55
实验三 铅铋样品中铅、铋含量的连续测定	55
一、实验目的	55
二、实验原理	55
三、仪器与试剂	56
四、实验步骤	56
五、数据记录与处理	56
实验四 胃舒平药片中铝和镁的测定	56



一、实验目的	56
二、实验原理	57
三、仪器与试剂	57
四、实验步骤	57
五、数据处理	58
六、注意事项	58
第八章 氧化还原滴定法	59
实验一 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	59
一、实验目的	59
二、实验原理	59
三、仪器与试剂	60
四、实验步骤	60
五、数据处理	61
六、注意事项	61
实验二 医用双氧水中过氧化氢含量的测定	61
一、实验目的	61
二、实验原理	62
三、仪器与试剂	62
四、实验步骤	62
五、数据处理	62
实验三 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	63
一、实验目的	63
二、实验原理	63
三、仪器与试剂	64
四、实验步骤	64
五、数据处理	65
六、注意事项	65
实验四 维生素 C 药片中维生素 C 含量的测定	65
一、实验目的	65
二、实验原理	66
三、仪器与试剂	66
四、实验步骤	66
五、数据处理	67
六、注意事项	67
实验五 结晶硫酸铜中铜含量的测定	68



一、实验目的	68
二、实验原理	68
三、仪器与试剂	68
四、实验步骤	68
五、数据处理	69
第九章 电位分析法	70
实验一 氯离子选择性电极性能的测试	70
一、实验目的	70
二、实验原理	70
三、仪器与试剂	70
四、实验步骤	71
五、数据处理	71
实验二 氟离子选择性电极测定水中 F 含量	72
一、实验目的	72
二、实验原理	72
三、仪器与试剂	72
四、实验步骤	72
五、数据处理	73
实验三 磷酸的分步滴定	73
一、目的要求	73
二、基本原理	73
三、仪器与试剂	74
四、实验步骤	74
五、数据处理	74
第十章 紫外可见分光光度法	76
实验一 邻二氮菲分光光度法测定水中微量铁	76
一、实验目的	76
二、实验原理	76
三、仪器与试剂	76
四、实验步骤	76
五、数据记录与处理	77
实验二 维生素 B₁₂ 注射液中 B₁₂ 定性与含量测定	78
一、实验目的	78
二、实验原理	78
三、仪器与试剂	78



四、实验步骤	78
五、数据记录与处理	78
实验三 紫外分光光度法测定苯甲酸电离常数	79
一、实验目的	79
二、实验原理	79
三、仪器与试剂	80
四、实验步骤	80
五、数据记录与处理	80
实验四 亚硝酸盐含量测定	81
一、实验目的	81
二、实验原理	81
三、仪器与试剂	82
四、实验步骤	82
五、数据记录与处理	82
第十一章 分子荧光分光光度法	84
实验一 荧光光度法测定牛乳中维生素 B ₂ 含量	84
一、实验目的	84
二、实验原理	84
三、仪器与试剂	86
四、仪器使用步骤	86
五、实验步骤	86
六、数据处理	87
七、注意事项	87
实验二 荧光光度法测定尿中维生素 B ₁	88
一、实验目的	88
二、实验原理	88
三、仪器与试剂	88
四、实验步骤	89
五、数据处理	90
六、注意事项	90
第十二章 原子吸收分光光度法	91
实验一 火焰原子吸收分光光度法测定水中锰含量	91
一、实验目的	91
二、实验原理	91
三、仪器与试剂	91



四、实验步骤	91
五、数据记录与处理	92
实验二 火焰原子吸收法测定人发中铜锌元素的含量	93
一、实验目的	93
二、实验原理	93
三、仪器与试剂	94
四、实验步骤	94
五、数据记录与处理	95
第十三章 红外光谱法	96
实验一 常见有机化合物红外吸收光谱的测定与波谱解析	96
一、实验目的	96
二、方法提要	96
三、仪器与试剂	96
四、操作步骤	96
五、注意事项	97
实验二 正己胺的红外光谱分析	98
一、实验目的	98
二、基本原理	99
三、仪器与试剂	99
四、实验步骤	99
五、数据处理	100
第十四章 气相色谱法	101
实验一 气相色谱定性分析	101
一、实验目的	101
二、实验原理	101
三、仪器与试剂	103
四、实验步骤	103
五、数据处理	104
实验二 组分相对定量校正因子的测定及样品归一化定量	104
一、实验目的	104
二、实验原理	104
三、仪器与试剂	105
四、实验步骤	105
五、结果处理	105
实验三 内标法测定酒中乙酸乙酯含量	106



一、实验目的	106
二、实验原理	106
三、仪器与试剂	106
四、实验步骤	106
五、数据处理	107
第十五章 液相色谱法	108
实验一 高效液相色谱法测定食品中维生素 C 的含量	108
一、实验目的	108
二、实验原理	108
三、仪器与试剂	108
四、实验步骤	108
五、注意事项	109
六、数据记录与处理	109
实验二 液体饮料中咖啡因的测定	110
一、实验目的	110
二、实验原理	110
三、仪器与试剂	110
四、实验步骤	110
五、注意事项	111
六、数据记录与处理	111
附录	112
附录一 分析化学实验常用式量表	112
附录二 标准缓冲溶液的 pH (0~95℃)	113
附录三 常见缓冲溶液的配制	114
附录四 常用基准试剂	115
附录五 常用指示剂	116
附录六 原子吸收分光光度法中常见元素的分析线	119
主要参考文献	120

第一章 分析化学实验基础知识

第一节 纯水的制备及检验

一、纯水

在分析化学试验中,根据分析任务和要求不同,对水的纯度要求也有所不同。对于一般分析工作,常采用蒸馏水或去离子水,而对于微量组分,特别是痕量组分分析,则要求使用纯度较高的高纯水。

由于空气中二氧化碳可溶于水,故纯水显弱酸性,其 pH 一般为 5.0~6.0。

纯水中所含杂质情况因纯水的制备方法不同有所差别。采用铜蒸馏器制备的水,会含有微量的铜离子;玻璃蒸馏器制备的水,常含有钠离子、硅酸根离子等;离子交换法和电渗析制备的水,常含有少量的微生物和某些有机物质。

高纯水系指以纯水为水源,再经离子交换、膜分离[反渗透(RO)、超滤(UF)、膜过滤(MF)、电渗析(ED)]除去盐及非电解质,使纯水中电解质几乎完全除去,又将不溶解的胶体物质、有机物、细菌、SiO₂等去除到最低程度。

二、实验室常用的纯水制备方法

1. 蒸馏法

目前广泛使用的蒸馏器有玻璃、铜和石英等材质。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质,溶解在水中的气体和挥发性的有机物并不能除去。蒸馏水中无机杂质含量如表 1-1 所示。

表 1-1 常见蒸馏水中的杂质

蒸馏器材质	杂质含量/($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)				
	Mn ²⁺	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Fe ³⁺	Mo(VI)
铜	1	10	2	2	2
石英	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

2. 离子交换法

离子交换法制备的纯水称去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备,此方法的优点是:制备的水量大、成本低、除去离子的能力强;缺点是设备及操作较蒸馏法复杂,不能除去非电解质(如有机物)杂质,伴有微量树脂溶在水中。去离子水中杂质含量如表 1-2 所示。



表 1-2 去离子水中杂质含量

杂质项目	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Mn ²⁺	Fe ³⁺	Mo (V)	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Sr ²⁺
含量/($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	<0.002	0.05	<0.02	0.02	<0.02	2	0.2	<0.06
杂质项目	Ba ²⁺	Pb ²⁺	Cr ³⁺	Co ²⁺	Ni ²⁺	B, Sn, Si, Ag		
含量/($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	0.006	0.02	0.02	<0.002	0.002	可检出		

三、检验方法

超纯水水质国家标准《分析实验室用水规格和试验方法》(GB 6682—1992)中规定了分析实验室用水的技术指标,主要有 pH 范围、电导率、电阻率、吸光度、可氧化物质、可溶性硅酸盐及蒸发残渣等,其检验方法有物理方法和化学方法。由于电导率是纯水质量的综合指标,所以一般分析实验是通过用电导仪测定纯水的电导率来评价水的质量。25℃时,纯水的理论电导率为 $5.48 \times 10^{-6} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$,分析实验用的蒸馏水或去离子水的电导率要求小于 $1 \times 10^{-4} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

第二节 玻璃器皿的洗涤

一、洗涤方法

分析化学实验中所使用的玻璃器皿应保持洁净,洁净的器皿内壁应能被水均匀润湿而无水的条纹,且不挂水珠,否则就需要清洗。

分析实验中应根据器皿的不同用途选择洗涤方法。实验中常用的烧杯、锥形瓶、量杯等一般的玻璃器皿,可用软毛刷蘸去污粉或合成洗衣粉刷洗,再用自来水冲洗,然后用蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次。

对于滴定管、移液管、容量瓶等具有精确刻度的仪器,视其污染的状况,选择合适的洗涤剂洗涤。因铬酸洗液有毒,易造成环境污染,近年来较少使用,已被合成洗涤剂或洗衣粉代替。洗涤的方法:将少量浓度 0.1%~0.5% 的洗涤液倒入容器中,摇动几分钟后,倒入原瓶,然后用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水或去离子水润洗几次。

分光光度分析中所用的比色皿,是光学玻璃制成的,不能用毛刷刷洗,通常用 HCl-乙醇、合成洗涤剂、铬酸洗液等洗涤后,再用自来水冲洗,然后用蒸馏水润洗几次。

二、常用的洗涤剂

1. 合成洗涤剂或洗衣粉

市售的洗衣粉是以十二烷基苯磺酸钠为主,另含有少量十二烷基硫酸钠和十二烷基磺酸钠,属于阴离子表面活性剂。它适合洗涤被油脂或某脂溶性的有机物沾污的容器。

2. NaOH-KMnO₄ 水溶液

称取 10g KMnO₄ 于 250mL 烧杯中,加少量水使之溶解,向该溶液中缓慢加入



100mL 10% NaOH 溶液，混匀后倒入带有橡皮塞的玻璃瓶中备用。此洗涤液适用于洗涤油污及有机物沾污的器皿。用此洗涤液洗涤后的器皿上如残留有 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀物，可用 $\text{HCl} + \text{NaNO}_2$ 混合物溶液洗涤。

3. KOH-乙醇溶液

适合于洗涤油脂或有机物沾污的器皿。一般配制成 5~10g KOH/100mL 的溶液。

4. HNO_3 -乙醇溶液

适合于洗涤油脂或有机物沾污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3mL 乙醇，再沿管壁加入 4mL 浓硝酸，用小表面皿或小滴帽盖住滴定管，让溶液在滴定管中保留一段时间，即可除去污垢。

5. HCl -乙醇 (1+2) 洗涤液

适合于洗涤染上有色有机物的比色皿。

6. 铬酸洗液

称取 10g 工业 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ 置于 400mL 烧杯中，加少量水溶解后，慢慢加入 200mL 粗硫酸（工业纯），边加边搅。配制好的溶液应呈深红色，待溶液冷却后加入具塞玻璃瓶中备用。铬酸洗液为强氧化剂，腐蚀性很强，易烧伤皮肤，烧坏衣物；铬有毒，使用时要注意安全，吸取时要用洗耳球。具体操作如下：

(1) 使用洗液前，先用自来水和毛刷洗刷仪器，倾尽水，避免洗液稀释降低洗涤效率。

(2) 用过的洗液不能随意乱倒，应倒回原瓶中，以备下次再用。当洗液变为绿色而失效时，严禁倒入下水道，只能倒入废液缸内，另行处理。经洗液洗涤后的仪器，应先用自来水冲洗干净，再用蒸馏水润洗 2~3 次。

铬酸洗液适合于洗涤用以上洗涤液无法洗净受油脂或有机物沾污的滴定管、移液管和吸量管等玻璃器皿。

需要注意的是，玻璃器皿的洗涤应根据污垢状况和污物种类有针对性地选择洗涤剂，以获得最佳洗涤效果，确保器皿洗涤干净，达到分析实验要求。

三、超声波清洗器的使用

1. 工作原理

超声波在液体中传播时的声压剧变使液体发生剧烈的空化和乳化现象，每秒钟产生数百万计的微小空化气泡，这些气泡在声压作用下急速大量产生，并不断剧烈爆破，产生强大的冲击力和负压吸力，使器皿上顽固的污垢剥离，并可将细菌、病毒杀死，具有清洗、提取、脱气、混匀、细胞破碎等用途。

2. 基本组成

超声波清洗器由超声波发生器、换能器和清洗水槽组成。目前市场上供应的超声波