

高等学校教材

分析化学实验

(供医学检验及药学专业用)

主 编 祁玉成



高等教育出版社

高等学校教材

分析化学实验

Fenxi Huaxue Shiyan

(供医学检验及药学专业用)

主 编 祁玉成

副主编 刘 坤 滕文锋 杨小凤

倪 蕾 孙 静 徐 科

高等教育出版社·北京

内容提要

本书是高等医学院校医学检验专业和药学专业用《分析化学》第二版(祁玉成主编,高等教育出版社,2013)的配套教材,全书分为基本知识和操作、分析化学实验两部分。基本知识和操作部分包括分析化学实验基本知识、化学分析仪器及基本操作;分析化学实验部分汇总了参编院校近年来开设的分析化学实验,共计26个实验。

本书也可供预防医学、营养学、法医学和卫生检验等专业参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/祁玉成主编. —北京:高等教育出版社, 2014.7

供医学检验及药学专业用

ISBN 978 - 7 - 04 - 040140 - 0

I. ①分… II. ①祁… III. ①分析化学 - 化学实验 - 医学院校 - 教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 154452 号

策划编辑 郭新华 责任编辑 沈晚晴 封面设计 张 志 版式设计 童 丹
插图绘制 杜晓丹 责任校对 胡美萍 责任印制 毛斯璐

出版发行	高等教育出版社	咨询电话	400 - 810 - 0598
社 址	北京市西城区德外大街 4 号	网 址	http://www.hep.edu.cn
邮政编码	100120		http://www.hep.com.cn
印 刷	北京北苑印刷有限责任公司	网上订购	http://www.landracom.com
开 本	787mm × 1092mm 1/32		http://www.landracom.com.cn
印 张	5.75	版 次	2014 年 7 月第 1 版
字 数	120 千字	印 次	2014 年 7 月第 1 次印刷
购书热线	010 - 58581118	定 价	9.20 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换

版权所有 侵权必究

物 料 号 40140 - 00

前 言

分析化学是一门实践性很强的学科,其实验课是教学中的一个重要环节。通过分析化学实验课,学生需要学习和掌握分析测试的基本操作技能,同时可以巩固理论课堂所学的基本知识。因此,分析化学实验课是高等医学院校医学检验和药学等专业的基础,在相关学科的教学发挥着重要作用,是不可缺少的教学环节。本书是高等医学院校医学检验专业和药学专业用《分析化学》第二版(祁玉成主编,高等教育出版社,2013)的配套教材。

本书是在《分析化学实验》(祁玉成、王屹主编,中国海洋大学出版社,2003)的基础上修改而成。内容汇总了各参编院校近年来开设的分析化学实验,其中有些内容根据最新的国家标准作了适当修改。分析化学中常用的量和单位及各种计算,均按照国家标准进行了统一。

参加本书编写的有:青岛大学祁玉成(第一章,附录)、刘坤(实验二十五和二十六),温州医学院杨小凤(第二章第一节,实验一、二、十五、十六),贵阳医学院徐科(第二章第二节、第六节,实验三、十一、二十三和二十四),北华大学倪蕾(第二章第三节,实验十三、十四、十七和十八)、朱国巍(实验七)、于辉(实验八)、王春梅(实验十二)、赵吉丽(实验十九),大连医科大学李红岩(第二章第四节,实验四、五)、滕文锋(实验六和二十),广东医学院孙静(第二章第五节,实验九、十、

二十一和二十二)等。全书由祁玉成通读整理。

本书虽经集体编写和多次校阅,欠妥之处仍恐难免,希望读者批评指正。

编者

2014年2月

目 录

第一部分 基本知识和操作	1
第一章 分析化学实验基本知识	2
第一节 分析化学实验的任务和要求	2
第二节 实验室安全	3
第三节 分析化学实验的一般知识	4
一、分析实验用纯水	4
二、化学试剂	6
三、定量分析常用器皿	8
四、玻璃器皿的洗涤	11
第二章 化学分析仪器及基本操作	14
第一节 电子天平	14
一、电子天平的分类	14
二、电子天平工作原理	16
三、电子天平的构造	16
四、称量的一般程序和方法	18
五、使用电子天平时的事项	22
第二节 玻璃量器的使用	23
一、滴定管	23
二、移液管和吸量管	29
三、容量瓶	32
第三节 重量分析基本操作	34
一、试样的溶解	34

二、沉淀	35
三、过滤和洗涤	36
四、沉淀的干燥和灼烧	42
第四节 酸度计简介	45
一、pH _s -2 型酸度计	47
二、pH _{DZ} 型笔式酸度计	50
三、自动电位滴定仪	51
第五节 分光光度分析的常用仪器和 基本操作	54
一、721 型分光光度计	54
二、722S 型分光光度计	57
第六节 定性分析基本操作	60

第二部分 分析化学实验 63

实验一 电子天平称量练习	64
实验二 葡萄糖干燥失重的测定	67
实验三 容量器皿的准备、使用和校准	70
实验四 酸碱标准溶液的配制、比较和标定	75
实验五 乙酰水杨酸含量的测定	81
实验六 混合碱的分析	84
实验七 苯甲酸含量的测定	88
实验八 氨水中氨含量的测定	90
实验九 EDTA 标准溶液的配制及标定	92
实验十 水的总硬度的测定及水中钙、镁含量的 分别测定	97
实验十一 胃舒平药片中铝和镁的测定	101
实验十二 铅、铋混合液中 Pb ²⁺ 、Bi ³⁺ 的连续 滴定	104

实验十三	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	107
实验十四	过氧化氢含量的测定	111
实验十五	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	113
实验十六	维生素 C 含量的测定	116
实验十七	医用碘酊中碘含量的测定	119
实验十八	硝酸银标准溶液的配制和标定 (莫尔法)	121
实验十九	生理盐水中氯化钠含量的测定 (法扬司法)	124
实验二十	磷酸的电位滴定	127
实验二十一	分光光度法测定铁的条件实验	130
实验二十二	水样中微量铁的含量测定	134
实验二十三	常见阳离子鉴定及硫化氢系统 分析法	136
实验二十四	阳离子未知液分析	145
实验二十五	纸色谱法分离 Hg^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Bi^{3+} 、 Cu^{2+} 混合离子	146
实验二十六	综合设计实验	149
附录		153
附录一	滴定分析中常用的指示剂	154
附录二	常用缓冲溶液的配制	161
附录三	常用基准试剂及其干燥条件与应用	162
附录四	市售酸碱的密度和浓度	163
附录五	化合物的相对分子质量表	164
附录六	相对原子质量表(IUPAC2007 年公布)	169
主要参考文献		171

第一部分



基本知识和操作

第一章 分析化学实验基本知识

第一节 分析化学实验的任务和要求

分析化学是一门实践性很强的科学。分析化学实验课的任务是:使学生加深对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学实验的基本操作技能,提高观察、分析和解决问题的能力,养成严谨、认真和实事求是的科学作风,为学习后继课程和将来从事实际工作打下良好的基础。

实验前,学生应认真预习,领会实验的目的、基本原理、各个主要步骤的作用、测定结果的计算以及注意事项,了解实验中所使用的仪器和操作方法,并写好实验报告中的部分内容,以便实验时及时进行记录。一般地,仅仅靠简单的阅读难以完全掌握一个实验的全部内容,但是通过预习,可对实验有完整的了解,做到心中有数。

在实验过程中,学生要严格按实验规范进行操作,要积极思考、仔细观察,学会运用所学的理论知识来解释实验现象。

实验完毕后,学生要认真写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验目的、简单原理、仪器和试剂、测量数据、计算方法、结果和讨论。有些内容,如原理、表格、计算公式等,要求在实验前预习时准备好,其他内容则可在实验过程中以及实验结束后完成。实验报告的繁简取舍,应根据各个实验的具体情况而定,以清楚、简明、整齐为原则。

学生应养成良好的实验习惯。实验数据和计算结果的有效数字的位数应与分析的准确度相适应,不得随意涂改数据,

若有错误应划掉重写,不要随便将数据写在草稿纸上。要保持实验室整齐安静和实验台面整洁有序,实验完毕,及时洗涤、收放好仪器。

第二节 实验室安全

在分析化学实验中,经常会使用易燃、易爆、有毒的化学试剂,大量接触和使用易破碎的玻璃仪器、精密仪器和燃气、水、电等,为确保实验的正常进行和人身安全,进入实验室必须遵守实验室安全规则。

(1) 安全操作是实验的第一要求。实验前,应熟悉各种实验室安全事故的处置方式。如果不知道如何安全地进行实验操作,应向老师咨询。发现有安全隐患,应立刻向老师报告。

(2) 任何形式的嬉戏打闹都是危险的和不允许的。不要在实验区域内跑动。如果见到学生有危险举动,应予以制止或提醒。

(3) 绝不能在无人看管的情况下进行化学反应或实验,若需离开,应告知其他学生。

(4) 实验室内严禁饮食、吸烟,切勿用实验器具作为餐具。实验结束后应洗手。

(5) 切不可用湿润的手开启电源。水、电使用完毕后,应立即关闭。离开实验室时,应检查水、电、门、窗是否均已关好。

(6) 如果不慎打碎玻璃器皿,应及时报告老师,登记后补领。应谨慎小心将碎玻璃从水盆中清理出去,以免其进入下水道,堵塞管路。清洗水盆、打扫台面,应采用毛刷、抹布等,

不要用手直接擦抹,以免碎玻璃伤及手指。

(7) 实验中如有危险化学品,在有充分的防护措施时才能使用。产生有毒有害气体的实验必须在通风橱中进行,例如,使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 和氨水时,均应在通风橱中操作。浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。热、浓的 HClO_4 与有机物易发生爆炸,使用时,应特别谨慎小心;使用苯、乙醚、丙酮、 CCl_4 和 CHCl_3 等易燃或有毒的有机溶剂时应远离明火或热源。低沸点的有机溶剂不能直接用明火加热,而应采用水浴加热;使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒试剂时应特别小心不得进入口内或接触伤口。氰化物与酸作用会放出剧毒的 HCN ,切勿将氰化物倒入酸性废液中。

(8) 实验室如发生火灾,应根据起火原因进行针对性灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,应用沙土扑灭,用水反而会扩大燃烧面;导线或电器着火时,不能用水及二氧化碳灭火器,而应切断电源,用四氯化碳灭火器灭火。

第三节 分析化学实验的一般知识

一、分析实验用纯水

分析实验中用水较多,用途不同对水的纯度要求也不同。自来水中含有少量离子、有机物、颗粒物和微生物等,只能用于器皿初步洗涤、冷却或水浴等,配制溶液等分析工作则需要用纯水。常用的制备纯水方法有以下几种。

1. 蒸馏法

用蒸馏器蒸馏自来水可以制得蒸馏水。蒸馏器有多种类型,出水量较大的蒸馏器通常用铜材制成。采用这种方法得

到的蒸馏水仍含有少量杂质,原因是:二氧化碳等一些易挥发性物质也被收集;少量液态水呈雾状蒸出,同时会携带出杂质;微量的冷凝管材质成分会带入蒸馏水中。为了获得更纯净的蒸馏水,可采用二次蒸馏。实验室二次蒸馏通常采用硬质玻璃或石英蒸馏器。如果在二次蒸馏时加入适当的试剂,也可以抑制某些杂质的挥发。比如,加入碱性高锰酸钾破坏有机物并防止二氧化碳蒸出。用石英制成的亚沸蒸馏器采用红外线加热,在液体未沸腾的条件下蒸馏,可以有效防止沸腾以及液体沿器壁爬行所带来的玷污。

2. 离子交换法

离子交换法是利用阴、阳离子交换树脂中的 OH^- 和 H^+ 与水中的杂质离子进行交换,置换出的 OH^- 和 H^+ 结合成水,从而除去杂质,以达到纯化水的目的。因此,用此法制备的纯水通常称为“去离子水”。其优点是制备的水量大、成本低,缺点是设备及操作较复杂,需要对树脂进行洗涤、装柱及再生等过程,且不能除去非电解质(如有机物等)杂质。

3. 电渗析法

电渗析法是利用离子交换膜对水中阴、阳离子的选择性透过的性质来除去杂质。在外电场作用下,杂质离子从一室透过交换膜迁移到另一室,从而使得一部分水淡化,另一部分水浓缩,收集淡水即为所需要的纯化水。电渗析过程中除去的杂质只是电解质,且对弱电解质去除效率低,优点是仅消耗少量电能,而不像离子交换法那样需要消耗酸碱。

无论用什么方法制备的纯水都不可能绝对不含杂质,只是杂质的含量极少而已。纯水的质量可以通过测定电导率、pH、吸光度以及某些离子(如 Cl^-) 等来进行检验。表 1-1 为国家标准 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方

法》给出的实验室用水级别及主要指标。

表 1-1 实验室用水的级别及主要指标

项目	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0 ~ 7.5
电导率(25℃)/(mS · m ⁻¹)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质含量(以 O 计)/(mg · L ⁻¹)	—	≤0.08	≤0.4
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣(105℃ ± 2℃)含量/(mg · L ⁻¹)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)含量/(mg · L ⁻¹)	≤0.01	≤0.02	—

蒸馏水或去离子水通常能达到三级标准,可以满足一般化学分析的要求。痕量分析或其他特殊项目的分析对水的纯度要求更高,有时需要多次或多种方法联用来制备纯水。

二、化学试剂

化学试剂品种繁多,目前还没有统一的分类方法,通常按用途大致分为一般试剂、基准试剂、高纯试剂、特效试剂、专用试剂、指示剂、生化试剂、临床试剂等。不同的用途对化学试剂的纯度和杂质含量要求也不一样。国家标准 GB 15346—2012《化学试剂 包装及标志》中对一般试剂包装要求见表 1-2,主要国产基准试剂的等级及适用范围见表 1-3。

表 1-2 一般试剂级别和包装

序号	试剂级别		颜色	用途
1	通用试剂	优级纯	深绿色	精密分析
		分析纯	金光红色	一般分析
		化学纯	中蓝色	化学实验
2	基准试剂		深绿色	配制标准溶液
3	生物染色剂		玫红色	生物实验

表 1-3 主要的国产基准试剂

基准试剂类别(级别)	主要用途
第一基准试剂(滴定分析用)	工作基准试剂的定值
工作基准试剂(滴定分析用)	滴定分析标准溶液的定值
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和精密 pH 计的校准
pH 基准试剂	pH 计的校准定位

滴定分析中常用的标准溶液,可用工作基准试剂直接配制,但多数情况是选用分析纯试剂配制后,再用工作基准试剂进行标定。化学分析中所用的其他试剂一般也要求分析纯。仪器分析通常使用优级纯或专用试剂,测定微量或超微量成分时应选用高纯试剂。分析工作者应当做到科学合理地使用化学试剂,既不超规格造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

实验中,取用试剂则应注意以下几点:

(1) 瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好瓶盖,以防试剂被其他物质玷污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。

(3) 用吸量管或移液管吸取试剂溶液时,绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 所有盛放试剂的瓶上都应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格及配制日期。

(5) 在分析工作中,试剂的浓度及用量应按实际情况正确使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到正确的结果。

三、定量分析常用器皿

化学分析的器皿中大部分属于玻璃制品。玻璃器皿按性能可分为能加热的(如烧杯、烧瓶、试管等)和不宜加热的(如试剂瓶、容量瓶、量筒等);按用途可分为容器类(如烧杯、试剂瓶等)、量器类(如吸量管、容量瓶等)和特殊用途类(如干燥器、漏斗等)。这里简要介绍几种常用器皿(滴定用的量器将在第二章详细讨论)和用途。

1. 干燥器

干燥器[图 1-1(a)]主要用来存放装有被称物的称量瓶和坩埚等,可保持固态、液态物品的干燥。干燥器盖上带有磨口旋塞的真空干燥器[图 1-1(b)]可供抽真空干燥样品时使用。使用时应沿着边口均匀涂抹一层凡士林,以免漏气。

干燥器的底部装有干燥剂,干燥剂上面有一带孔白瓷板,被干燥物品放在白瓷板上。常用的干燥剂有变色硅胶、无水 CaCl_2 , 其他还有 CaSO_4 、浓 H_2SO_4 、 P_2O_5 等,其中 P_2O_5 干燥能力最强。干燥剂失效后应及时再生或更换。

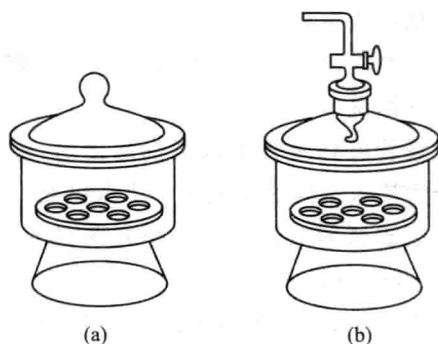


图 1-1 干燥器(a)和真空干燥器(b)

开启干燥器时,用一只手按住干燥器的下半部分,另一只手握住盖子的圆顶,两只手向相反方向用力,将盖子推开,见图1-2,切不可用力向上拔起盖子。打开后,将盖子反放在工作台上。加盖时,也应当拿住盖子圆顶,推着盖好。搬动或挪动干燥器时,应该用两手的拇指同时按住盖子,防止滑落打破,见图1-3。



图1-2 开启干燥器的操作



图1-3 搬动干燥器的操作

2. 称量瓶

称量瓶(见图1-4)主要在称量试剂和试样时使用。称量瓶有高型和扁型之分,有10~70mL多种规格。称量瓶不能用火直接加热,瓶盖不能互换。称量时手不可直接接触,应戴手套或用纸带拿取。

3. 坩埚

坩埚(见图1-5)有瓷制和金属制多个品种。瓷坩埚最为常用,能耐1200℃的高温,可用于重量分析中沉淀的灼烧和称量。湿坩埚或放有湿试样的坩埚,灼烧前,应先将其慢慢烘干,逐渐升温,急火容易使其爆裂。

4. 研钵

研钵(见图1-6)主要用于粉碎少量固体试剂或试样,材