



普通高等教育“十五”国家级规划教材

分析化学实验

孙毓庆 主编

严拯宇 范国荣 赵怀清 副主编



科学出版社

www.sciencep.com

普通高等教育“十五”国家级规划教材

分析化学实验

孙毓庆 主编

严拯宇 范国荣 赵怀清 副主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是《普通高等教育“十五”国家级规划教材》之一。

本书由上篇(化学定量分析)、下篇(仪器分析)、附篇(常用分析仪器等)及附录4部分组成。本书共含各种实验101个,其中上篇化学定量分析实验32个(含英文实验2个);下篇仪器分析实验69个(含英文实验2个);附篇包括分析天平、常用分光光度计、常用色谱分析仪器及萨特勒标准光谱的查阅方法等内容。

本书贯彻“三基”、“五性”的精神,符合分析化学的教学需要,系统性强,内容全面、新颖、简洁明了。

本书与《分析化学》、《仪器分析选论》、《分析化学简明教程》、《分析化学习题集》及《分析化学多媒体教学软件》等构成分析化学立体化系列教材。

本书可作为高等院校药学、制药工程、中药学、药物制剂、生物化工、化学及化工等专业本科生分析化学实验教材,也可作为分析工作者的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 孙毓庆主编. —北京:科学出版社,2004

(普通高等教育“十五”国家级规划教材)

ISBN 7-03-013742-6

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

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 073998 号

责任编辑:杨向萍 / 责任校对:包志虹

责任印制:安春生 / 封面设计:陈 敬

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>

新蕾印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2004年9月第 一 版 开本:85(720×1000)

2004年9月第一次印刷 印张:24 3/4

印数:1—3 000 字数:479 000

定价:30.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈环伟〉)

《分析化学实验》编委会

主 编 孙毓庆

副主编 严拯宇 范国荣 赵怀清

编 委(以姓氏笔画为序)

孙秀燕(烟台大学)

孙国祥(沈阳药科大学)

孙毓庆(沈阳药科大学)

严拯宇(中国药科大学)

何 华(中国药科大学)

汪学昭(第二军医大学)

张 丹(四川大学)

范国荣(第二军医大学)

赵怀清(沈阳药科大学)

郝小燕(贵州医科大学)

胡育筑(中国药科大学)

富 戈(北京大学)

前 言

本书是《普通高等教育“十五”国家级规划教材》分析化学立体化系列教材之一。本系列教材由《分析化学》、《仪器分析选论》、《分析化学简明教程》、《分析化学习题集》、《分析化学实验》及《分析化学多媒体教学软件》六部分组成。

分析化学是一门实践性很强的科学。实验教学是分析化学教学中居重要地位的环节。为了配合分析化学教学,我们编写了与《普通高等教育“十五”国家级规划教材》《分析化学》(孙毓庆,2004,科学出版社)配套的《分析化学实验》教材。

本书是在第2版《分析化学实验》(孙毓庆,2002,人民卫生出版社)的基础上修编而成。在修编中,遵循与时俱进、扩大知识面、增加选择性,有利于培养学生的动手能力与自学能力,有利于双语教学等原则,在部分章节中增加了英文实验;根据复杂体系分析及扩大学生的知识面的需要,适当增加了CG-MS联用法示教实验及GC-MS仪器简介;还增加了测定化合物纯度常用的热分析法实验(简介)等。

为了适应较多院校的实验条件与药学、制药工程、中药学、药物制剂、生物化工、化学及化工等各专业的教学需求,修订后的《分析化学实验》由上篇(化学定量分析)、下篇(仪器分析)、附篇(常用分析仪器等)及附录4部分组成。其中上篇化学定量分析实验32个(含英文实验2个);下篇仪器分析实验69个(含英文实验2个),共19章,101个实验。附篇包括分析天平、常用分光光度计、常用色谱分析仪器及及萨特勒标准光谱的查阅方法等4部分内容。常用分光光度计包括:紫外-可见分光光度计、荧光分光光度计、原子吸收分光光度计及红外分光光度计等。常用色谱分析仪器包括:薄层扫描仪、气相色谱仪、高效液相色谱仪、毛细管电泳仪及GC-MS联用仪等。为了保持本书的相对独立性和使用的方便,《分析化学》(孙毓庆,2004,科学出版社)教材中的某些附表也在本书的附录中出现。

本书由孙毓庆(主编)、严拯宇(副主编)、范国荣(副主编)、赵怀清(副主编)、孙国祥、孙秀燕、何华、汪学昭、张丹、胡育筑、郝小燕及富戈共12位同志,通力协作编写而成。

在本书修定过程中得到《分析化学实验》原编写组成员王东援教授、张阿慧教授及张强等同志的大力支持,以及孙毓庆教授研究生们的支持,一并致谢。

书中错误与不当之处,欢迎读者批评指正。

编 者

2004.5

目 录

前言

上篇 化学定量分析

第 1 章 分析化学基本操作.....	3
实验 1.1 滴定分析基本操作	3
实验 1.2 重量分析基本操作	12
第 2 章 分析天平与称量	19
实验 2.1 称量练习	19
实验 2.2 天平性能的检查	21
第 3 章 酸碱滴定法及非水滴定法	23
实验 3.1 滴定分析操作练习	23
实验 3.2 容量仪器的检定	24
实验 3.3 HCl 标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	28
实验 3.4 药用硼砂的含量测定	30
实验 3.5 药用 NaOH 的含量测定	31
实验 3.6 NaOH 标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	33
Experiment 3.7 Preparation and Standardization of Sodium Hydroxide Solution	35
实验 3.8 乙酸的含量测定	37
实验 3.9 苯甲酸的含量测定	38
实验 3.10 混合酸(HCl + H ₃ PO ₄)的含量测定	39
实验 3.11 高氯酸标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	40
Experiment 3.12 Preparation and Standardization of Perchloric Acid	42
实验 3.13 水杨酸钠的含量测定	44
实验 3.14 盐酸苯海拉明含量测定	46
实验 3.15 盐酸麻黄碱的含量测定	47
第 4 章 络合滴定法	49
实验 4.1 0.05mol/L EDTA 标准溶液的配制与标定	49
实验 4.2 水硬度的测定	50

第5章 氧化还原滴定法	53
实验 5.1 I_2 标准溶液(0.05mol/L)的配制与标定	53
实验 5.2 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	55
实验 5.3 维生素 C 含量的测定(直接碘量法)	57
实验 5.4 铜盐的含量测定(置换碘量法)	58
实验 5.5 葡萄糖的含量测定(间接碘量法)	60
实验 5.6 $KMnO_4$ 标准溶液(0.02mol/L)的配制与标定	61
实验 5.7 过氧化氢的含量测定	63
第6章 沉淀滴定法与重量分析法	65
实验 6.1 氯化物中氯含量的测定(K_2CrO_4 指示剂法)	65
实验 6.2 氯化物中氯含量的测定(铁铵矾指示剂法)	66
实验 6.3 氯化钡结晶水的测定	68
实验 6.4 硫酸钠的含量测定	69

下篇 仪器分析

第7章 电位法与伏安法	75
实验 7.1 用 pH 计测定溶液的 pH	75
【附一】 pHS-2C 型酸度计测定溶液 pH 方法	79
【附二】 25 型 pH 计测定溶液 pH 的方法	80
【附三】 PXSJ-216 型离子分析仪测定溶液 pH 的方法	81
实验 7.2 用氯离子选择性电极测定氯离子浓度	82
【附一】 氯离子选择性电极的制备方法	86
【附二】 25 型 pH 计测量电动势的使用方法	87
实验 7.3 氟离子选择性电极的性能检验及水样中氟离子的含量测定 ..	88
实验 7.4 磷酸的电位滴定	90
实验 7.5 永停滴定法标定 I_2 标准溶液(0.005mol/L)	91
实验 7.6 磺胺嘧啶的重氮化滴定(永停滴定法)	93
实验 7.7 卡尔费休法测定水分(永停滴定法)	95
实验 7.8 Fe^{3+}/Fe^{2+} 电对条件电位的测定(作图法)	98
第8章 紫外-可见分光光度法	102
实验 8.1 吸收曲线的测绘	102
【附】 721 型分光光度计的使用方法	104
实验 8.2 邻二氮菲吸光光度法测定水中铁含量(标准曲线法和标准比较 法)	106

实验 8.3 紫外-可见分光光度计的性能检定及使用方法	108
实验 8.4 维生素 B ₁₂ 注射液的含量测定	114
实验 8.5 原料药品的吸光系数测定	116
实验 8.6 双波长分光光度法测定复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑及甲氧苄啶含量	118
实验 8.7 双波长计算分光光度法测定银黄注射液中黄芩苷和绿原酸的含量	121
实验 8.8 导数光谱法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	123
Experiment 8.9 Determination of Quinine and Sodium Benzoate in Tonic Water by UV Absorbance Spectroscopy	124
第 9 章 荧光分析法	127
实验 9.1 荧光法测定维生素 B ₂ 的含量	127
实验 9.2 荧光法测定硫酸奎宁的含量	129
【附】 930 型荧光光度计及其操作方法	130
第 10 章 红外分光光度法	132
实验 10.1 红外分光光度计的性能检查	132
实验 10.2 样品的红外吸收光谱的测绘	133
第 11 章 原子吸收分光光度法	137
实验 11.1 肝素钠中杂质钾盐的限量检查	137
实验 11.2 原子吸收分光光度法测定饮用水中镁的含量	139
实验 11.3 头发中锌的含量测定	141
实验 11.4 火焰原子吸收光谱法测定水中的钙——标准加入法	143
第 12 章 核磁共振波谱法(示教)	145
实验 12.1 核磁共振波谱仪的性能检查	145
实验 12.2 薄荷醇核磁共振氢谱的测绘	147
实验 12.3 核磁共振法测定乙酰乙酸乙酯互变异构及含量	149
实验 12.4 薄荷醇的核磁共振碳谱(COM 与 DEPT 谱)的测绘	150
第 13 章 质谱法(示教)	153
实验 13.1 质谱仪的性能检查	153
实验 13.2 非那西汀的质谱测绘	154
实验 13.3 有机未知物的质谱测绘	157
实验 13.4 甲苯、氯苯和溴苯混合物的 GC-MS 分析	158
实验 13.5 川芎挥发油的 GC-MS 分析	161
第 14 章 经典液相色谱法	163
实验 14.1 氧化铝的活度测定法(柱色谱法)	163

实验 14.2	离子交换色谱法测定枸橼酸钠的含量(柱色谱法)	165
实验 14.3	氧化铝的活度测定(薄层色谱法)	167
实验 14.4	硅胶(黏合板)的活度测定	168
实验 14.5	乙酸曲安奈德的杂质检查(薄层色谱法)	169
实验 14.6	纸色谱法测定肌苷注射液的含量(上行展开法)	171
实验 14.7	盐酸苯乙双胍杂质限度检测(纸色谱下行展开法)	172
实验 14.8	脯氨酸与羟脯氨酸的分离与鉴定	173
实验 14.9	薄层扫描法测定六味地黄丸中熊果酸的含量	175
第 15 章	气相色谱法	177
实验 15.1	气-液填充色谱柱的制备	177
实验 15.2	气相色谱仪的性能检查	179
实验 15.3	常用色谱定性参数的测定和归一化法含量测定	186
实验 15.4	苯、甲苯、二甲苯的分离与鉴别及色谱系统适用性试验	188
实验 15.5	内标法测定酒或酊剂中乙醇含量	190
实验 15.6	微量水分测定	192
实验 15.7	两种丁醇异构体相对含量的测定	195
实验 15.8	最佳载气流速的测定	197
实验 15.9	毛细管气相色谱法测定羌活挥发油	200
第 16 章	高效液相色谱法	203
实验 16.1	高效液相色谱仪的性能检查与色谱参数的测定	203
实验 16.2	用内标对比法测定泼尼松龙的含量	206
实验 16.3	用内标对比法测定扑热息痛的含量	208
实验 16.4	用校正因子法测定复方炔诺酮片中炔诺酮和炔雌醇的含量	210
实验 16.5	用外标法测定头孢克洛的含量	213
实验 16.6	归一化法检查盐酸环丙沙星的杂质限量	215
Experiment 16.7	HPLC Separation of Caffeine and Benzoate Mixtures	216
实验 16.8	流动相的四面体优化法	220
第 17 章	毛细管电泳法(示教)	224
概述		224
实验 17.1	毛细管电泳仪的性能检查	225
实验 17.2	靛裂平酊剂的定性分析	229
实验 17.3	冬虫夏草主要成分的定性分析	231
实验 17.4	复方降压片中三组分的定量分析	232
第 18 章	流动注射分析法	235
实验 18.1	流动注射分析仪的性能检查	235

实验 18.2 自来水中的铁含量测定	237
实验 18.3 盐酸肾上腺素注射液的含量测定	238
实验 18.4 磺胺嘧啶的含量测定	240
第 19 章 热分析法	243
实验 19.1 用 DSC 热分析技术测定药物硝本地平的纯度	243

附篇 常用分析仪器及萨特勒标准光谱查阅方法

第 20 章 分析天平	249
20.1 分析天平的称量原理	249
20.2 分析天平的分类	249
20.3 分析天平的结构	252
20.4 光电分析天平的安装和调整	257
20.5 分析天平的计量性能	259
20.6 分析天平的使用规则和称量方法	261
20.7 砝码的校正	263
20.8 微量天平	268
20.9 电子天平	269
20.10 天平室规则	272
第 21 章 常用分光光度计	273
21.1 722 型可见分光光度计	273
21.2 751G 型紫外-可见分光光度计	275
21.3 752 型紫外-可见光栅分光光度计	277
21.4 756MC 型紫外-可见分光光度计	279
21.5 UV-9100 型紫外-可见分光光度计	280
21.6 WFZ 800-D ₂ 型紫外-可见分光光度计	282
21.7 MPF-4 型荧光分光光度计	284
21.8 960 型荧光分光光度计的使用方法	287
21.9 7650 型红外分光光度计	289
21.10 1703 型傅里叶变换红外分光光度计	292
21.11 WFX-1D 型原子吸收分光光度计	294
21.12 P-E 2100 型原子吸收分光光度计	296
21.13 岛津 AAS-670 型原子吸收分光光度计	297
第 22 章 常用色谱仪器	299
22.1 CS-930 型薄层扫描仪	299

22.2	CS-9301PC 型薄层扫描仪简介	302
22.3	通用型气相色谱仪的使用方法	303
22.4	天美 7890 型气相色谱仪	306
22.5	102G 型气相色谱仪	308
22.6	Agilent 6890N 型气相色谱仪	312
22.7	通用型高效液相色谱仪的使用方法	315
22.8	日立 L-7100 型液相色谱仪的使用方法	316
22.9	Agilent 1100 型高效液相色谱仪	320
22.10	简易毛细管电泳仪简介	324
22.11	GCMS-QP 5050A 型气相色谱-质谱联用仪简介	326
第 23 章	萨特勒标准光谱的查阅方法	332
23.1	萨特勒标准光谱与索引的分类	332
23.2	名称字顺索引	335
23.3	分子式索引	336
23.4	化学分类索引	336
23.5	谱线索引	343
23.6	化学位移索引	346
23.7	C-13 核磁共振波谱峰位索引	351
附录		354
附录 I	国际相对原子质量表(1999)	354
附录 II	常用相对分子质量表	357
附录 III	常用指示剂	359
附录 IV	常用缓冲溶液的配制	363
附录 V	标准缓冲溶液的 pH	364
附录 VI	常用酸碱的密度和浓度	364
附录 VII	常用基准物的干燥及应用	365
附录 VIII	难溶化合物的溶度积(K_{sp})	365
附录 IX	标准电极电位及氧化还原电对条件电位表	367
附录 X	常用溶剂的截止波长	370
附录 XI	原子吸收分光光度法中常用的分析线	371
附录 XII	常用氘代溶剂的残留氢的化学位移	371
附录 XIII	薄层色谱固定相	372
附录 XIV	气相色谱常用固定液	373
附录 XV	气相色谱相对质量校正因子(f)	375
附录 XVI	高效液相色谱固定相与应用	377
附录 XVII	高效液相色谱法常用流动相的性质	380

上 篇

化学定量分析

第 1 章 分析化学基本操作

实验 1.1 滴定分析基本操作

滴定分析又称容量分析。规范地使用容量器皿及准确测量溶液的体积,是保证良好分析结果的重要因素。现将滴定分析常用器皿(滴定管、容量瓶、移液管等)及其基本操作分述如下。

1.1.1 滴定管

滴定管是用来进行滴定操作的器皿,用于测量滴定中所用标准溶液的体积。

1. 形状及分类

滴定管是一种细长、内径大小比较均匀而具有刻度的玻璃管,管的下端有玻璃尖嘴。有 25mL、50mL 等不同的容积。如 50mL 滴定管就是把滴定管分成 50 等分,每一等分为 1mL;1mL 中再分 10 等分,每一小格为 0.1mL。读数时,在每一小格间可再估计出 0.01mL。常用滴定管一般分为两种,一种是酸式滴定管,另一种是碱式滴定管(图 1-1)。酸式滴定管的下端有玻璃活塞,可盛放酸液及氧化剂,不能盛放碱液,因为碱液常使活塞与活塞套黏合,难于转动。碱式滴定管的下端连接一橡皮管,内放一玻璃珠,以控制溶液的流出,下面再连一尖嘴玻璃管。这种滴定管可盛放碱液,而不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡皮管的溶液。

2. 滴定管的准备

(1) 涂油及试漏

酸式滴定管在使用前需进行活塞涂油,目的一是防止溶液自活塞漏出,二是活塞可转动自如,便于调节转动角度以控制溶液滴出量。涂油时将已洗净的滴定管活塞拔出,用滤纸将活塞及活塞套擦干,在活塞粗端和活塞套的细端分别涂一薄层凡士林,把活塞插入活塞套内,来回转动数次,直到在外面观察时呈透明即可。亦可在玻璃活塞的两端涂上一薄

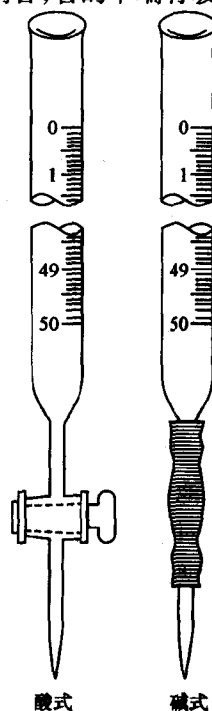


图 1-1 滴定管

层凡士林,注意不要涂在塞孔处以防堵塞孔眼,然后将活塞插入活塞套内,来回旋转活塞数次直至透明为止(图1-2、图1-3)。在活塞末端套一橡皮圈以防止使用时将活塞顶出。然后在滴定管内装入蒸馏水,置滴定管架上直立2min观察有无水滴滴下,缝隙中是否有水渗出。然后将活塞旋转180°再观察一次,放在滴定管架上,不漏水即可使用。

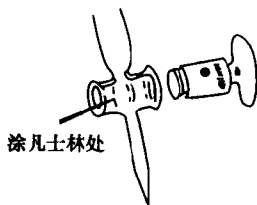


图1-2 活塞涂油

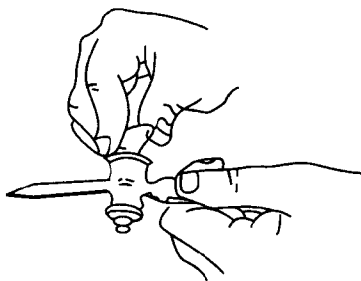


图1-3 插入活塞

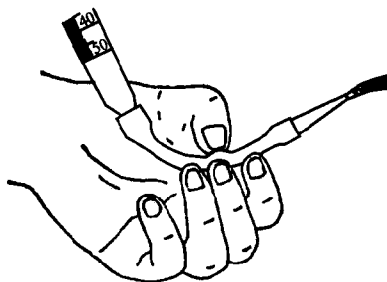
(2) 洗涤、装液、排气

洗涤 无明显油污的滴定管,可直接用自来水冲洗,再用滴定管刷刷洗;若有油污则可倒入温热至40~50℃的5%铬酸洗液(称取10g工业用 $K_2Cr_2O_7$ 粉末于烧杯中,加入30mL热水溶解,冷却,一面搅拌一面缓缓加入170mL工业用浓硫酸,溶液呈暗褐色,储于玻璃瓶中)10mL,把管子横过来,两手平端滴定管转动直至洗液布满全管。碱式滴定管则应先将橡皮管卸下,把橡皮滴头套在滴定管底部,然后再倒入洗液进行洗涤。污染严重的滴定管,可直接倒入铬酸洗液浸泡几小时。**注意:**用过的洗液仍倒入原储存瓶中,可继续使用,直至变绿失效,千万不可直接倒入水池!滴定管中附着的洗液用自来水冲洗干净,最后用少量蒸馏水润洗至少三次。对于50mL滴定管,每次用7~8mL,润洗时必须将管倾斜转动,让水润湿整个管内壁然后由下端管尖放出。碱式滴定管在润洗时,用手指捏玻璃珠上部,使橡皮管与玻璃珠之间形成一条缝隙,让溶液从尖嘴流出。洗净的滴定管内壁应能被水均匀润湿而无条纹,并不挂水珠。

装液 为了保证装入滴定管溶液的浓度不被稀释,要用该溶液洗滴定管3次,每次约用7~8mL。洗法是:注入溶液后,将滴定管横过来,慢慢转动,使溶液流遍全管,然后将溶液自下放出。洗好后即可装入溶液,装溶液时要直接从试剂瓶倒入

滴定管,不要再经过漏斗等其他容器。

排气 将标准溶液充满滴定管后,应检查管下部是否有气泡。若有气泡,如为酸式滴定管可转动活塞,使溶液急速流下驱去气泡;如为碱式滴定管,则可将橡皮管向上弯曲,并在稍高于玻璃珠所在处用两手指挤压,使溶液从尖嘴口喷出,气泡即可除尽(图 1-4)。



(3) 滴定管的读数

读数时,应将滴定管垂直地夹在滴定管夹上,并将管下端悬挂的液滴除去。滴定管内的液面呈弯月形,无色溶液的弯月面比较清晰。读数时,眼睛视线与溶液弯月面下缘最低点应在同一水平线上,眼睛的位置不同会得出不同的读数(图 1-5);为了使读数清晰,亦可在滴定管后面衬一张白纸片作为背景,形成颜色较深的弯月带,读取弯月面的下缘,这样做不受光线的影响,易于观察;也可在滴定管后面衬黑白卡纸,该卡片是在厚白纸上涂黑一长方形,使用时将读数卡紧贴于滴定管后面,并使黑色的上边缘位于弯液面最低点约 1mm 处(图 1-6)。深色溶液的弯月面难以看清,如 KMnO_4 溶液,可观察液面的上缘(图 1-7)。有些滴定管的背后有一条白底蓝线,称“蓝带”滴定管。在这种滴定管中,液面呈现三角交叉点,读取交叉点与刻度相交点即可(图 1-8)。滴定管读数时应估计到 0.01mL。

由于滴定管刻度不可能非常均匀,所以在同一实验的每次滴定中,溶液的体积应该控制在滴定管刻度的同一部位,例如第一次滴定是在 0~30mL 的部位,那么第二次滴定也使用这个部位。这样由于刻度不准确而引起的误差可以抵消。注意:滴定时所用操作溶液的体积不能超过滴定管的容量。

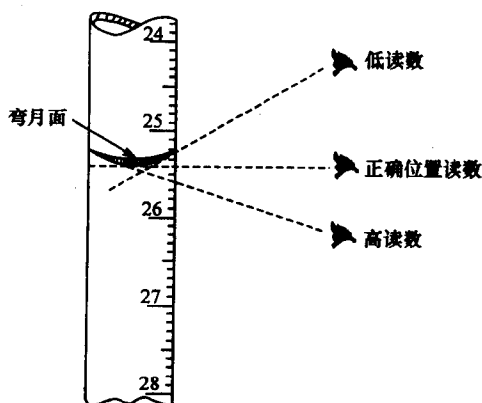


图 1-5 目光在不同位置得到的滴定管读数

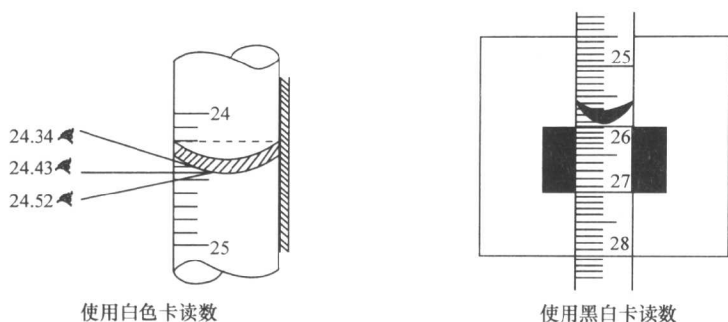


图 1-6 衬托读数

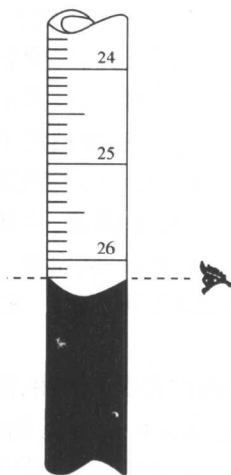


图 1-7 深色溶液的读数

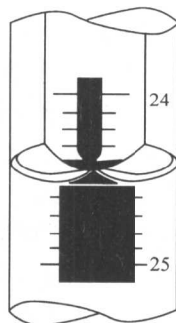


图 1-8 “蓝带”滴定管的读数

正确读数是 24.43mL

(4) 滴定操作

使用酸式滴定管时(图 1-9),左手拇指在前,食指及中指在后,一起控制活塞。转动活塞时,手指微微弯曲,轻轻向里扣住,手心不要顶住活塞小头一端,以免顶出活塞使溶液溅漏。使用碱式滴定管时(图 1-10),用左手的大拇指和食指捏挤玻璃珠所在部位稍上的橡皮管(注意不要捏挤玻璃珠的下部,如捏下部,则放手时管尖就会产生气泡),使之与玻璃珠之间形成一条可控制的缝隙,溶液即可流出。

滴定时,按图 1-11 所示,左手控制溶液流量,右手拿住锥形瓶的瓶颈,并向同一方向作圆周运动旋摇,这样使滴下的溶液能较快地被分散进行化学反应。**注意:**溶液滴出速率不要太快,约 3~4 滴/秒;旋摇时不要使瓶内溶液溅出。在接近终点时,必须用少量蒸馏水吹洗锥形瓶内壁,使溅起的溶液流下,作用完全。同时,滴定