

高等医药院校基础医学实验教学系列规划教材  
供本、专科医学类相关专业学生使用

# 分析化学

## 实验技术

主编：秦子平 杨联敏



中国工信出版集团



电子工业出版社  
PUBLISHING HOUSE OF ELECTRONICS INDUSTRY  
<http://www.phei.com.cn>

高等医药院校基础医学实验教学系列规划教材

供本、专科医学类相关专业学生使用

# 分析化学实验技术

主 编 秦子平 杨联敏

副主编 吕保樱 岑春田 马冬冬 李 森

编 者 (以姓氏笔画为序)

马冬冬 (广西科技大学医学院)

甘琳琳 (广西科技大学医学院)

高 灵 (广西科技大学医学院)

吕保樱 (广西科技大学医学院)

李 森 (哈尔滨医科大学)

李俊波 (长治医学院)

杨 梅 (广西科技大学医学院)

杨联敏 (广西科技大学医学院)

岑春田 (广西科技大学医学院)

张 悦 (河西学院医学院)

秦子平 (广西科技大学医学院)

覃永余 (广西科技大学医学院)

蒙衍强 (广西科技大学医学院)

电子工业出版社

Publishing House of Electronics Industry

北京 · BEIJING

未经许可,不得以任何方式复制或抄袭本书之部分或全部内容。  
版权所有,侵权必究。

### 图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验技术 / 秦子平, 杨联敏主编. —北京: 电子工业出版社, 2016.9

高等医药院校基础医学实验教学系列规划教材

ISBN 978-7-121-29295-8

I. ①分… II. ①秦…②杨 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(2016)第147599号

策划编辑: 崔宝莹

责任编辑: 樊岚岚

印 刷: 三河市华成印务有限公司

装 订: 三河市华成印务有限公司

出版发行: 电子工业出版社

北京市海淀区万寿路173信箱 邮编: 100036

开 本: 787×1092 1/16 印张: 14 字数: 290千字 彩插: 1

版 次: 2016年9月第1版

印 次: 2016年9月第1次印刷

定 价: 38.00元

凡所购买电子工业出版社图书有缺损问题, 请向购买书店调换。若书店售缺, 请与本社发行部联系, 联系及邮购电话: (010) 88254888, 88258888。

质量投诉请发邮件至zltts@phei.com.cn, 盗版侵权举报请发邮件到dbqq@phei.com.cn。

本书咨询联系方式: QQ 250115680。

# 高等医药院校基础医学实验教学系列规划教材

## 建设指导委员会

---

主任委员 姚金光

副主任委员 义家运 秦子平

委员 (按姓氏笔画排序)

文玉萍 伍善广 刘珍莲

张安文 陆 春 陆桂喜

黄水群 廖春玲



# 前言 PREFACE

分析化学是一门实践性很强的学科，分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分。为适应分析化学实验技术和方法的不断发展需要，并结合我校实验条件，我们特此编写了这本《分析化学实验技术》。

本书编写理念注重理论与实验相结合，强化基本操作和技能的训练。通过本课程的学习，有助于学生更好地掌握各种分析测量手段、常用分析仪器的使用，熟练掌握分析化学的实验技能和基本操作，加深对分析化学基本理论、基本知识的认识和理解；提高学生观察、分析和解决实际问题的能力，培养学生良好的实验习惯，严肃认真、实事求是的科学态度和严谨的工作作风，树立“量”的概念，为学习后续专业课程和将来从事专业工作打下良好的基础。

全书内容涵盖了滴定分析、光学分析、电化学分析、色谱分析等内容，详细介绍了分析化学实验的基本要求、基本知识，常用仪器的基本操作方法和技术，并精心编写了 32 个重要的分析化学实验供各专业选用。本书可供高等医药院校本科各相关专业学生使用，也可作为高职高专各相关专业的参考用书。

本书的编写得到了电子工业出版社和各参编院校领导的大力支持，在此表示诚挚的感谢。书中参考并引用了行业专家和学者的相关教材及专著的一些观点，在此特向原作者致谢。由于编者的专业知识、教学经验有限，加之时间仓促，书中存在疏漏在所难免，恳请使用本书的广大师生批评指正。

秦子平 杨联敏

2016 年 6 月

# 目录 CONTENTS

## 上篇 理论和实验

|                  |      |
|------------------|------|
| 第一章 分析化学实验的基本要求  | / 2  |
| 第二章 分析化学实验的基本知识  | / 9  |
| 第三章 电子天平         | / 20 |
| 实验一 电子天平称量练习     | / 24 |
| 第四章 定性分析         | / 27 |
| 第一节 定性分析的方法      | / 27 |
| 第二节 定性分析的反应      | / 27 |
| 第三节 定性分析的一般步骤    | / 28 |
| 第四节 鉴定方法的灵敏度和选择性 | / 30 |
| 第五节 空白试验及对照试验    | / 32 |
| 第六节 分别分析和系统分析    | / 32 |
| 第七节 离子的分离与鉴定     | / 33 |
| 第八节 定性分析的仪器及操作技术 | / 34 |
| 实验二 定性分析基本操作练习   | / 36 |
| 第五章 重量分析法        | / 38 |
| 实验三 重量法测定硫酸钠的含量  | / 50 |

|                              |       |
|------------------------------|-------|
| 第六章 滴定分析法                    | / 53  |
| 第一节 滴定分析法的特点                 | / 53  |
| 第二节 滴定分析法的分类                 | / 53  |
| 第三节 滴定分析的基本操作                | / 53  |
| 实验四 滴定分析仪器的洗涤和使用练习           | / 60  |
| 实验五 盐酸标准溶液的配制与标定             | / 65  |
| 实验六 药用硼砂的含量测定                | / 67  |
| 实验七 氢氧化钠标准溶液的配制与标定           | / 68  |
| 实验八 食醋中总酸量测定                 | / 71  |
| 实验九 乙酰水杨酸含量的测定               | / 73  |
| 实验十 高氯酸标准溶液的配制与标定            | / 74  |
| 实验十一 生理盐水中氯化钠的含量测定           | / 76  |
| 实验十二 直接法配制 EDTA 标准溶液及水的总硬度测定 | / 78  |
| 实验十三 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定       | / 80  |
| 实验十四 高锰酸钾标准溶液的配制和标定          | / 83  |
| 实验十五 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量          | / 85  |
| 实验十六 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定         | / 87  |
| 实验十七 间接碘量法测定胆矾中铜的含量          | / 89  |
| 第七章 物理分析法                    | / 91  |
| 第一节 比重分析法                    | / 91  |
| 第二节 折光分析法                    | / 93  |
| 第三节 旋光分析法                    | / 96  |
| 实验十八 阿贝折光仪测定法                | / 98  |
| 实验十九 旋光仪测量法                  | / 101 |
| 第八章 电化学分析法                   | / 104 |
| 第一节 概述                       | / 104 |

|                                    |       |
|------------------------------------|-------|
| 第二节 电导分析法                          | / 105 |
| 第三节 电位分析法                          | / 107 |
| 实验二十 自来水 pH 的测定                    | / 112 |
| 实验二十一 离子选择性电极法测定水中的氟离子             | / 114 |
| 第九章 光学分析法                          | / 117 |
| 第一节 紫外-可见分光光度法                     | / 117 |
| 第二节 原子发射光谱法                        | / 122 |
| 第三节 原子吸收光谱法                        | / 125 |
| 第四节 荧光分析法                          | / 127 |
| 实验二十二 吸收曲线的测绘                      | / 129 |
| 实验二十三 邻二氮菲分光光度法测定微量铁               | / 131 |
| 实验二十四 磺基水杨酸分光光度法测定铁                | / 133 |
| 实验二十五 荧光分析法测定维生素 B <sub>2</sub> 含量 | / 135 |
| 实验二十六 乙酰水杨酸的红外光谱测定                 | / 137 |
| 实验二十七 火焰原子吸收光谱法测定水中钙含量             | / 139 |
| 第十章 色谱法                            | / 141 |
| 第一节 色谱法概述                          | / 141 |
| 第二节 色谱分离原理                         | / 143 |
| 第三节 色谱技术                           | / 145 |
| 第四节 色谱法的应用                         | / 150 |
| 实验二十八 几种混合磺胺类药物的分离                 | / 151 |
| 实验二十九 氨基酸的纸色谱法分离鉴定                 | / 153 |
| 实验三十 气相色谱法测定白酒中甲醇的含量               | / 155 |
| 实验三十一 外标法测定罗汉果中的甜苷 V               | / 158 |
| 第十一章 综合设计实验                        | / 160 |
| 实验三十二 定量分析综合设计实验                   | / 160 |



## 下篇 练习与拓展

|             |           |
|-------------|-----------|
| 一、绪论        | / 164     |
| 二、分析天平      | / 164     |
| 三、误差和分析数据处理 | / 165     |
| 四、重量分析法     | / 169     |
| 五、滴定分析法概论   | / 171     |
| 六、酸碱滴定法     | / 174     |
| 七、沉淀滴定法     | / 178     |
| 八、配位滴定法     | / 180     |
| 九、氧化还原滴定法   | / 182     |
| 十、电化学分析法    | / 185     |
| 十一、光学分析法    | / 187     |
| 十二、色谱分析法    | / 190     |
| <br>参考答案    | <br>/ 191 |
| 参考文献        | / 207     |
| 附录          | / 208     |

上篇

# 理论和实验

# 第一章 分析化学实验的基本要求

## 一、课程目标

1. 正确、熟练地掌握定量分析实验的基本操作技能,学习并掌握典型的分析方法。
2. 充分运用所学的理论知识指导实验,培养学生提出、观察、分析及解决问题的独立工作能力及统筹安排能力,培养学生的创新意识与创新能力。
3. 确立“量”“误差”和“有效数字”的概念,学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,以保证实验结果的可靠性。
4. 通过实验,培养学生的综合能力,如信息、资料的收集与整理,数据的记录与分析,问题的提出与证明,观点的表达与讨论;树立敢于质疑、勇于探究的意识。
5. 培养严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的工作作风。

## 二、课程要求

1. 课前必须认真预习。弄清实验目的、原理、操作概要、各步操作的意义及注意事项。
2. 认真阅读“实验室使用规则”和“天平室使用规则”等,自觉遵守实验室的各项规章制度。树立环境保护意识,尽量降低化学物质(特别是有毒有害试剂以及洗手液、洗衣粉等)的消耗。
3. 保持室内安静,保持实验台面清洁整齐。爱护仪器和公共设施,树立良好的公德。
4. 认真如实地记录测量的原始数据,必须随时记录在专用实验记录本上。不得涂改原始实验数据。
5. 实验后能够正确分析和处理实验中的相关数据,合理表达和解释实验结果,并能给出合格的实验报告。

## 三、实验记录

1. 实验过程中的各种测量数据及有关现象,应及时准确而清楚地记录下来。不可以用单片纸做记录或草稿。记录实验数据时,要有严谨的科学态度,要实事求是,切忌夹杂主观因素,决不能随意拼凑或伪造数据。

实验过程中,要及时、真实、准确地将实验现象和实验数据记录在专门的实验记录本上。不允许事后凭记忆补写或以零星纸条暂记再转抄,那样容易记错或漏记。

2. 记录的数据应准确、有效。实验过程中测量数据时,应注意其有效数字的位数。

记录的数字应体现出实验所用仪器和实验方法所能达到的精确度。

测量时,一般可估计到测量仪器最小刻度的十分位,在记录测定数据时,只应保留一位不确定数字,其余都应是准确的。任意超出或低于仪器精度的数字都是不恰当的。

用普通分析天平称重时,要求记录到  $0.0001\text{g}$ ; 滴定管及吸量管的读数,应记录至  $0.01\text{ml}$ 。

3. 实验记录上的每一个数据,都是测量结果,所以重复观测时,即使数据完全相同,也都要记录下来。

4. 进行记录时,文字记录应整齐清洁;数据记录应尽量采用一定的表格形式,这样就更为清楚明白。

5. 在实验过程中,如发现数据算错、测错或读错而需要改动时,可将该数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数字,不许用任何方式掩盖错误数据。

6. 如果发现记录的结果有怀疑、遗漏、丢失等,都必须重做实验。将不可靠的结果当作正确的记录,在实际工作中可能造成难以估计的损失。因此,在学习期间就应一丝不苟,努力培养严谨求实的工作作风。

## 四、实验报告

无论是初学者还是熟练分析工作者,实验结束后,都须及时整理和总结实验结果,写出实验报告。

实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验目的、基本原理、主要试剂和仪器、实验简要步骤及现象、实验数据及其处理、结果分析与讨论。上述各项内容的繁简,应根据各个实验的具体情况而定,以清楚、简练为原则。

在实验报告中,原理以及操作步骤部分应简单扼要,但是对于实验条件和操作的关键环节必须写清楚。对于实验结果部分,应将获得的实验数据进行整理、归纳、分析和对比,并尽量总结成各种图表,如原始数据及其处理的表格、标准曲线图以及比较实验组与对照组实验结果的图表等。另外,还应针对实验结果进行必要的说明和分析。

1. 实验基本原理 简要地用文字和化学反应式说明,尽量用自己的语言表达。例如,对于滴定分析,通常应有标定和滴定反应方程式,基准物质和指示剂的选择,标定和滴定的计算公式等。对特殊仪器的实验装置,应画出实验装置图。

2. 主要试剂和仪器 列出实验中所使用的主要试剂和仪器,常见的仪器装置要求画图。

3. 实验简要步骤及现象 应简明扼要地写出实验步骤流程,并记录实验中出现的各种现象。尽量用简图、表格或化学式、符号等表示。

4. 实验数据及其处理 认真做好实验记录,应用文字、表格、图形将数据表示出来。根据实验要求及计算公式计算出分析结果并进行有关数据和误差处理,尽可能地使记录表格化。

对于实验结果的表述,一般有三种方法:

(1) 文字叙述 将原始资料系统化、条理化,用准确的专业术语客观地描述实验现象和结果。

(2) 图表 用表格或坐标图的方式使实验结果突出、清晰,便于相互比较。

列表法是将实验结果以数据表的形式记载于实验报告上。此法简单明了,但制表时应注意以下几点:①表上所列项目应当简明、完整,又要恰当,能说明问题;②表中每一行的开始,应标明变量的名称和计量单位;③每行记录的数据,应正确使用有效数字,即记录的数字应与测量的精度一致,位数过多过少皆不正确,小数点应对齐。

(3) 曲线图 用曲线图方式使指标的变化趋势直观明了。

做图法是指根据实验数据做出应变量随自变量变化的关系曲线图。优点是能直接显示出因变量与自变量的依从关系,并可直接从曲线图求实验内插值、外推值、曲线某点的切线斜率、极值点、拐点及直线的斜率和截距等。要做出与实验数据点位置偏差最小而又光滑的曲线图形,必须遵循以下步骤:

①选择合适的坐标纸与比例尺:首先要选用适宜的坐标纸。普通化学实验最常用的为分度值相同的直角坐标纸(每厘米分10小格),当需将对数关系变换为线性关系时,可采用对数坐标纸等。

坐标选择应遵循三个原则:①一般以横坐标为自变量,纵坐标表示因变量;②图纸中每一小格所对应的数值应便于读数;③纵、横坐标不一定由“0”开始,应视实验具体要求的数据范围而定,要充分利用图纸的全部面积,使全图分布均匀合理。

②画坐标轴:选定比例后,应画上坐标轴,在轴旁标明该轴所表示变量的名称和单位,如 $T/K$ , $t/s$ 。纵坐标每隔一定距离应标出该处变量应有的数值,以便做图和读数;不要把实验值写在坐标轴旁或代表点旁。

③做代表点:将相当于测定数据的各点用●、×、○、▲等符号绘于图上,不要用“·”表示实验点。

④做曲线:曲线尽量采用曲线板绘制,曲线最好能通过尽可能多的实验点,但不必通过所有的点,并使曲线以外的实验点尽可能均匀、对称地分布在曲线两侧。曲线应平滑、均匀、清晰,切忌为了让曲线全部通过实验点而做出“折线”。

目前,随着计算机的日益普及,也可以方便地采用Excel, Origin等计算机软件做图。

5. 结果分析与讨论 根据实验现象或数据进行分析、解释, 得出正确的结论并进行相关的讨论, 或将计算结果与理论值比较, 分析误差的原因。讨论包括: 对实验结果如实验的正常结果和异常现象进行探讨; 对于实验方法、实验设计的认识、体会和建议, 对实验课的改进意见等。对实验现象、产生误差原因等进行讨论和分析, 应尽可能结合分析化学有关理论, 以提高自己分析问题、解决问题的能力。

#### 6. 分析化学实验报告模板

实验项目:

专业班级:                  学号:                  姓名:                  实验日期:

一、实验目的

二、实验原理

三、实验器材: 包括实验仪器、试剂等

四、操作步骤

五、数据记录与处理

六、结果分析与讨论

七、思考题

### 附: 实验报告示例

#### 盐酸标准溶液的配制和标定

专业班级:                  学号:                  姓名:                  实验日期:

##### 一、实验目的

1. 掌握酸式滴定管的滴定操作, HCl 滴定液的配制方法, 碳酸钠作基准物标定盐酸溶液的原理及方法。

2. 学会根据甲基橙示剂的颜色变化, 判断滴定终点的方法。

##### 二、实验原理

用间接法来配制 HCl 标准溶液。

以无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  为基准物, 甲基橙作指示剂来标定 HCl 溶液的浓度, 滴定反应式为:



终点的颜色变化: 黄色  $\rightarrow$  橙色



盐酸标准溶液浓度的计算公式：

$$c_{\text{HCl}} = \frac{m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times \frac{25.00}{250.0} \times 2 \times 1000}{V_{\text{HCl}} \times M_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}$$

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  的摩尔质量  $M$  为  $106.0\text{g/mol}$ 。

### 三、实验器材

#### (一) 主要实验仪器

分析天平、酸式滴定管、250ml 容量瓶、25ml 移液管、锥形瓶、试剂瓶。

#### (二) 实验试剂

浓  $\text{HCl}$ 、基准  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $1\text{g/L}$  甲基橙指示剂。

### 四、操作步骤

1.  $0.1\text{mol/L}$  盐酸标准溶液的配制 量取  $4.5\text{ml}$  浓  $\text{HCl}$ ，倒入具玻璃塞的试剂瓶中，加蒸馏水  $500\text{ml}$ ，摇匀。

2. 盐酸标准溶液的标定 用减重法精密称取  $1.1\sim 1.3\text{g}$  基准  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，置烧杯中，加水溶解后，转移至  $250\text{ml}$  容量瓶中，配成  $250\text{ml}$  溶液。

用  $25\text{ml}$  移液管移取上述配得的溶液  $25\text{ml}$ ，置于锥形瓶中，加甲基橙指示剂  $2\sim 4$  滴，用待标定的  $\text{HCl}$  标准溶液滴至橙色，即为终点。记录消耗  $\text{HCl}$  的体积。平行滴定 3 次。

### 五、数据记录与处理

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  基准物的质量： $1.3250\text{g}$ 。

| 项目 \ 编号                           | 编号     |        |        |
|-----------------------------------|--------|--------|--------|
|                                   | 1      | 2      | 3      |
| HCl 溶液终读数 (ml)                    | 21.35  | 21.32  | 21.23  |
| HCl 溶液初读数 (ml)                    | 0.00   | 0.00   | 0.00   |
| 消耗 HCl 溶液体积 $V_{\text{HCl}}$ (ml) | 21.35  | 21.32  | 21.23  |
| HCl 溶液浓度 $c_{\text{HCl}}$ (mol/L) | 0.1171 | 0.1173 | 0.1178 |
| HCl 溶液浓度平均值                       | 0.1174 |        |        |
| 相对平均偏差 (%)                        | 0.23   |        |        |

## 六、结果分析与讨论

与前两次相比,第三次实验结果偏高,引起相对平均偏差过大( $>0.2\%$ ),原因是指示剂变化不明显,引起终点判断提前,消耗 HCl 的体积偏少,造成较大误差。

## 七、思考题

1. HCl 标准溶液能否用直接法配制?为什么?

答:浓 HCl 不够稳定,易挥发。因此, HCl 标准溶液不能用直接法配制,要用间接法配制,即先配制成近似浓度的溶液,再通过标定,测出其准确浓度。

2. 配制 HCl 标准溶液时,为什么用量筒量取浓 HCl,而不用吸量管?

答:因为采用的是间接配制法,浓度不需要很准确,所以就不需要使用精确度很高的仪器。

3. 除用基准物质标定 HCl 溶液外,还可用什么方法标定 HCl 溶液?

答:还可比较法进行标定,如用已知浓度的 NaOH 标准溶液进行标定。

4. 标准溶液装入滴定管之前,为什么要用该溶液润洗滴定管 2~3 次?为什么?

答:滴定管经过蒸馏水反复清洗之后,会残留少量的蒸馏水,用标准溶液润洗 2~3 次,使滴定管内壁与标准溶液处于相同的浓度状态,防止装入滴定管的标准溶液浓度发生改变。

5. 实验中所用锥形瓶是否需要用操作溶液润洗或烘干,为什么?滴定中时常需加入少许蒸馏水,蒸馏水的量是否需要准确?

答:锥形瓶作为反应的场所,不应含有标准溶液或被测物质,锥形瓶不应该用操作溶液润洗。锥形瓶不需要烘干,加入蒸馏水的量也不需要准确,因为加入锥形瓶中的被测物质其物质的量是一定的,不会因有蒸馏水而发生改变。

6. 滴定至临近终点时加入半滴的操作是怎样进行的?

答:轻轻挤压橡皮管中的玻璃球或轻微旋转活塞,使滴定管中溶液悬于尖嘴口,将锥形瓶轻轻靠上,使尖嘴口溶液沿瓶壁淌下,然后用少许蒸馏水冲洗瓶壁。

## 五、分析化学实验的学习方法

必须有正确的学习态度和良好的学习方法。主要抓好预习、实验和书写实验报告三个环节。

1. 实验前的预习 学生进入实验室前,必须做好预习。实验前的预习,归纳起来是“看”“查”“写”三个字。

看：仔细阅读与本次实验有关的全部内容（实验指导书、理论教学课本）。

查：通过查阅书后附录、有关手册以及与本次实验相关的教程内容，了解实验中要用到的或可能出现的基本原理、化学物质的性质和有关理化常数。

写：在看和查的基础上认真写好预习报告。

预习报告的具体内容及要求是：

（1）实验目的和要求，实验原理和反应方程式，需用的仪器和装置的名称及性能，溶液的浓度及配制方法，主要的试剂和产物的理化常数，主要试剂的规格用量，基准物质和指示剂的选择，标定和滴定的计算公式等都要一一写明。

（2）根据实验内容用自己的语言正确地写出简明的实验步骤（不要照抄），关键之处应加以注明。步骤中的内容可用符号简化。例如，化合物只写分子式；加热用“ $\Delta$ ”，加用“+”，沉淀用“ $\downarrow$ ”，气体逸出用“ $\uparrow$ ”等符号表示，仪器以示意图代之。这样在实验前已形成了一个工作提纲，实验时按此提纲进行。

（3）对实验中的正常反应现象，如滴定过程中指示剂颜色变化等事先一一做好标记，以便在实验中进行对比，甚至发现新的问题。

（4）对于实验中可能会出现的问题（包括安全问题和导致实验失败的因素）要进行预判，并写出防范措施和解决办法。

## 2. 实验

（1）实验时除认真操作、仔细观察、积极思考外，还应及时地将观察到的实验现象及测得的各种数据如实地记录在专用记录本上。记录必须做到简明扼要、字迹整洁。

（2）如果发现实验现象和理论不符合，应认真检查原因，遇到疑难问题而自己难以解释时，可提请教师解答。必要时重做实验。

（3）在实验过程中应保持肃静，严格遵守实验操作规程，独立完成各项实验操作。

（4）实验完毕后，认真整理各种实验数据，并将实验记录交教师审阅。

3. 实验报告 实验完后，应及时完成实验报告，交指导教师批阅，实验报告书写要求如前所述。

（秦子平）