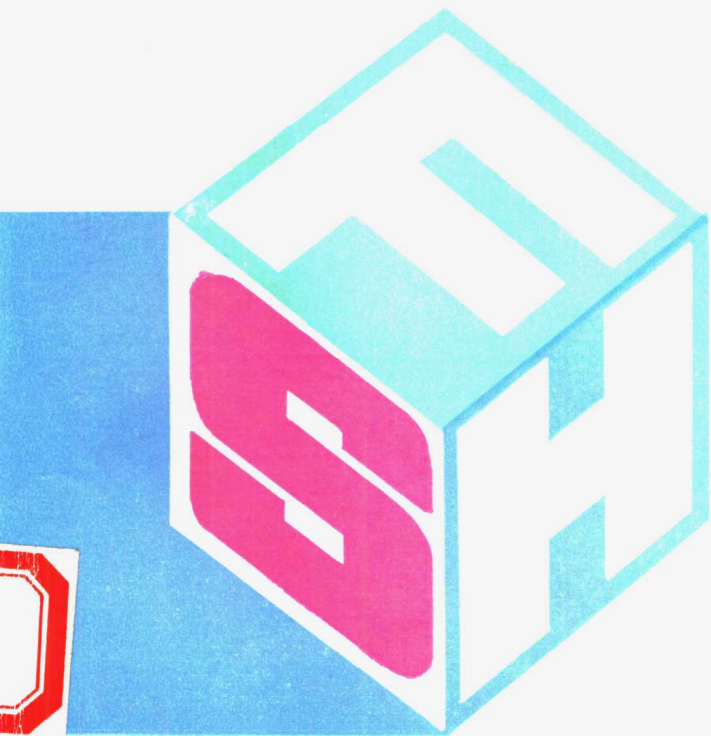


药学类专业实验教学丛书

# 分析化学实验与指导

蓝琪田 主编 程光忻 主审 ● 中国医药科技出版社



药学类专业实验教学丛书

# 分析化学实验与指导

主 编 蓝 琪 田

主 审 程 光 圻

中 国 医 药 科 技 出 版 社

登记证号:(京)075号

### 内 容 提 要

本书系参照高等医药院校药学专业“分析化学及分析化学实验大纲”推荐的实验编写而成。包括化学分析和仪器分析两大篇，共48个实验，每个实验又分为实验及实验指导两部分。实验部分有目的要求、原理、仪器与试剂、实验步骤及数据处理；实验指导部分有预习要求、操作要求、实验注意事项、思考题及讨论等内容。

本书可供大专院校师生使用，也可供广大分析化学工作者参考。

## 分析化学实验与指导

蓝琪田 主编

中国医药科技出版社 出版  
(北京西直门外北礼士路甲38号)

(邮政编码: 100810)

北京市振兴印刷厂 印刷  
新华书店北京发行所 发行

开本787×1092mm<sup>1/32</sup> 印张12

字数256千字 印数1—7000

1993年4月第1版 1993年4月第1次印刷

ISBN 7-5067-0718-7/R·0636

---

定价: 7.50元

中国药科大学  
药学类专业实验教学丛书  
编写委员会

主任委员 郑梁元

编 委 (以姓氏笔划为序)

王 强	王秋娟	王莉华	方醉敏
刘文英	刘成基	刘静涵	宋兴华
陆振达	钱之玉	徐秀兰	高金生
盛以虞	屠树滋	程永宝	蓝琪田

# 序 言

实验教学是培养药学人才的一个重要方面，在整个教学计划中占有很大的比重，也是当前教学中亟需加强的一环。长期以来，我校在抓好理论教学的同时，积累了较为丰富的指导实验的经验，并形成了比较成熟的、完整的实验教材体系。针对目前实验教学资料较少，迫切需要高质量实验教学用书的情况，我校专门组织了一批长期从事教学、实验工作的教师，根据国家教委颁发的《药学专业课程基本要求》的精神，对16门课程的实验教材进行了修订补充，按课程独立成册，每册基本内容包括实验、实验技术和实验指导三部分。

1. 实验部分 根据科学性、先进性和效益性的原则，收载了比较成熟的，基本技能训练效果比较好，又切合课程基本要求的实验若干个，供各校根据自己的特点和条件选用。每一实验都包括目的要求、实验原理、实验步骤、结果处理等内容。

2. 实验技术部分 介绍了与实验有关的技术，包括仪器的基本原理和构造、正确的使用方法、操作要点等，突出强调操作的规范性。

3. 实验指导部分 概述了每一实验的技能训练重点、实验的关键操作、实验注意事项等。为了进一步开拓学生的思路，对实验前的预习工作和实验后应思考的问题，也都有具体要求。

这套实验教学丛书可作为高等医药院校有关课程的本、专科教学参考用书，也可作为本科药学类专业的实验教材。

由于编写出版整套药学教学实验丛书尚属首次，缺乏经验，在内容选择及编写方法上的不妥之处，在所难免。欢迎从事药学教育的同行们批评赐教。

郑梁元  
于南京

# 前 言

本书系参照高等医药院校药学专业《分析化学及分析化学实验大纲》，结合我校多年来分析化学实验教学并吸收兄弟院校实验教学经验编写而成的。其内容包括化学分析和仪器分析两大部分。可用作医药院校药学类各专业的分析化学实验教材，也可供分析工作者及大、专院校的 教师及学生参考。

在内容编排上，为了便于教师及实验室进行教学准备和学生自学，突出了实验指导的内容，每一个实验都有预习要求、操作要求、实验注意事项、思考题及讨论部分。这样可使学生明确要求，也便于教师督促检查。学生还可以通过讨论部分的内容，拓宽自己的知识面，加深对该实验的理解。

为了培养学生分析问题和解决问题的能力，本书除安排一定数量的基本实验外，还安排了分析方案设计一章，这些实验在书中只给出对象和要求，学生应综合运用以往所学，自行设计分析方案。学生可选做其中部分实验。

编写时还考虑到目前仪器分析的进展，在书中适度地反映某些正在发展的新技术和新方法，如流动注射分析等。因此，选编了较多的实验内容，教师和学生可根据具体情况选用。

本书实验内容以中国药科大学分析化学教研室的多年教学实践为基础，教研室全体同志在多年实验教学和实验讲义的编写工作中做了大量工作，谨此致谢。

参加本书编写工作的有蓝琪田（第一、八章，第四章

§ 4-1, § 4-2的实验五至十二,第六章实验三十至三十五及附录)、沈友昌(第二、三、五章)、常丽萍(第四章实验十三至二十四,第七章实验四十一至四十六)、何华(第六章实验三十六至四十,第七章实验四十七和四十八)。最后由蓝琪田通读整理。

本书承程光折同志仔细审阅,提出不少宝贵意见,在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限,加以编写时间仓促,书中难免有不妥和错误之处,敬请读者批评指正。

编 者

1991年12月



# 目 录

## 上篇 化学分析

第一章 分析化学实验的一般知识	1
§ 1-1 分析化学实验中应注意的事项	1
§ 1-2 分析用的纯水	4
§ 1-3 试剂的一般知识	6
§ 1-4 玻璃器皿的洗涤	7
§ 1-5 实验数据的记录、处理和实验报告	8
第二章 分析天平与称量	10
§ 2-1 天平的种类	10
§ 2-2 分析天平的使用规则	12
§ 2-3 分析天平常见故障的排除	15
§ 2-4 实验部分	17
实验一 天平性能的检查	17
实验二 称量练习	21
第三章 重量分析法	27
§ 3-1 重量分析基本操作	27
§ 3-2 实验部分	40
实验三 氯化钡结晶水的测定	40
实验四 硫酸钠的含量测定	48
第四章 滴定分析法	56
§ 4-1 滴定分析基本操作	56
§ 4-2 实验部分	65
实验五 容量仪器的校正	65

实验六	NaOH标准溶液 (0.1mol/L) 的配制 与标定	72
实验七	乙酰水杨酸的含量测定	79
实验八	HCl标准溶液 (0.2mol/L) 的配制与标定	84
实验九	药用硼砂的含量测定	87
实验十	氧化锌的含量测定	90
实验十一	高氯酸标准溶液 (0.1mol/L) 的配制 与标定	94
实验十二	水杨酸钠的含量测定	98
实验十三	银量法标准溶液的配制与标定	102
实验十四	氯化铵的含量测定	108
实验十五	EDTA标准溶液 (0.05mol/L) 的配制 与标定	112
实验十六	水的硬度测定	117
实验十七	$Al^{3+}$ 、 $Zn^{2+}$ 混合液中 $Zn^{2+}$ 的含量测定	122
实验十八	$I_2$ 标准溶液(0.05mol/L)的配制与标定	125
实验十九	$Na_2S_2O_3$ 标准溶液 (0.1mol/L) 的配制 与标定	131
实验二十	维生素C的含量测定(直接碘量法)	137
实验二十一	铜盐的含量测定(置换滴定法)	140
实验二十二	$KMnO_4$ 标准溶液 (0.02mol/L) 的配 制与标定	145
实验二十三	药用硫酸亚铁的含量测定	149
实验二十四	过氧化氢的含量测定	152

## 下篇 仪器分析

第五章 电化学分析法	156
实验二十五 用酸度计测定溶液的pH值	156
〔附一〕 标准缓冲溶液(0~45℃)的pH值	165
〔附二〕 25型酸度计使用说明	165
〔附三〕 PHS-25型酸度计使用说明	167
实验二十六 磷酸的电位滴定	170
实验二十七 氯离子选择电极测定氯离子浓度	177
〔附一〕 NaCl的pM标准值表	188
〔附二〕 国产7601型氯离子选择电极(AgCl-Ag <sub>2</sub> S 混晶固态膜电极)的性能	188
〔附三〕 氯离子选择电极的制备方法	189
〔附四〕 用25型酸度计测量电动势的方法	190
实验二十八 NaNO <sub>2</sub> 标准溶液的配制与标定 (永停滴定法)	191
〔附〕 永停滴定装置电路图	195
实验二十九 磺胺嘧啶的重氮化滴定(永停滴定法)	196
第六章 光学分析法	202
实验三十 吸收曲线的测绘	202
〔附〕 721型分光光度计的使用方法	208
实验三十一 邻二氮菲吸收光度法测定铁(条件试验)	211
实验三十二 邻二氮菲吸收光度法测定水中总铁量	215
实验三十三 紫外可见分光光度计的使用方法与	

性能检查·····	219
〔附一〕 751G型分光光度计·····	227
〔附二〕 752型紫外光栅分光光度计·····	233
实验三十四 原料药品的吸收系数测定·····	235
实验三十五 安钠咖注射液中苯甲酸钠和咖啡因的 含量测定(双波长法)·····	241
实验三十六 固体样品的红外光谱测定·····	250
〔附〕 IR-400红外分光光度计的使用方法·····	254
实验三十七 液体样品的红外光谱测定·····	256
〔附〕 Nicolet 5DX FTIR 光谱仪的操作指令·····	261
实验三十八 硫酸奎宁的激发光谱和发射光谱 的绘制·····	262
〔附〕 MPF-4型荧光分光光度计、数据处理器及 057型记录仪的使用方法·····	267
实验三十九 原子吸收分光光度法测定饮用水中镁的 含量·····	271
〔附〕 岛津AAS-670型分光光度计的使用方法·····	275
实验四十 流动注射-分光光度法测定自来水中 磷的含量·····	277
〔附〕 FIA-TI-721型流动注射分光光度分析仪的 使用方法·····	281
第七章 色谱分析法·····	283
实验四十一 纸色谱法分离鉴定蛋氨酸及甘氨酸·····	283
实验四十二 薄层色谱法分离复方新诺明中TMP 及SMZ·····	290
〔附一〕 铺制粘合薄层板所用各种粘合剂的比例·····	296
〔附二〕 粘合薄层制备方法·····	296

〔附三〕 CS-910型薄层扫描仪简介 .....	297
实验四十三 枸橼酸钠含量的测定(离子交换-酸碱 滴定法) .....	300
实验四十四 气相色谱仪的性能检查、柱性能的 测定 .....	305
〔附一〕 岛津GC-14A操作 .....	312
〔附二〕 载气、TCD温度与桥流上限的关系 .....	315
〔附三〕 102G型气相色谱仪的使用方法 .....	315
实验四十五 酞剂中乙醇含量的测定(已知浓度 样品对照法) .....	323
〔附〕 注射器及进样操作 .....	327
实验四十六 毛细管气相色谱柱的Kovats保留指数 测定 .....	329
实验四十七 高效液相色谱柱的性能考察及分离度 测试 .....	336
〔附一〕 国产YSB-II型高效液相色谱仪操作 步骤 .....	342
〔附二〕 Micromeritics高效液相色谱仪简要操作 步骤 .....	342
实验四十八 反相色谱中影响溶质保留值的主要 因素 .....	343
第八章 分析方案的设计 .....	348
附录 .....	353
表一 常用指示剂 .....	353
表二 常用缓冲溶液的配制 .....	359
表三 常用酸碱的密度和浓度 .....	360
表四 常用基准物的干燥条件和应用 .....	361
表五 常用式量表 .....	362
表六 常用溶剂的折光率与紫外截止吸收 .....	363

# 上篇 化学分析

---

## 第一章 分析化学实验的 一般知识

### § 1-1 分析化学实验中 应注意的事项

由于分析化学是一门实践性很强的学科，所以分析化学实验在整个分析化学中占的比重较大，并单独列为一门课程。学生不仅要学好分析化学基本理论，同时还要通过实验来加深对分析化学基本理论的理解，掌握分析化学的基本操作技能和初步进行科学实验的能力，养成严格、认真和实事求是的科学态度，提高观察、分析和解决问题的能力。为了完成上述任务，在分析化学实验中应注意哪些问题呢？

#### (一) 实验前

实验前要充分做好准备工作。

1. 做好预习工作 学生在做实验之前，应认真阅读与本次实验有关的教材，预习本次实验的原理、内容及注意事项，做到心中有数。

2. 在预习的基础上写好实验提纲 实验提纲是通过自己阅读教材在理解实验教材的基础上写出来的，应是实验内

容的提炼、简化，而不是照抄一遍。一般可用简化的流程图（箭头式）表示，使自己一目了然。还要根据实验的具体内容，预先画好报告格式。

## （二）实验过程中

1. 自觉遵守实验室的有关规章、制度。尊重教师的指导。

2. 进入实验室应穿工作衣，检查常备仪器是否齐全，如缺少应补齐。实验过程中若有仪器损坏，应及时报损补充。

3. 经常保持实验室的整洁、安静。注意实验台面的整洁，仪器放置须有次序。

4. 保持水槽干净，不能将毛刷、抹布扔在水槽中。固体物品、玻璃碎片、废纸等应放入废纸箱，废酸和废碱应小心倒入废液缸（或塑料桶内），切勿倒入水槽，以免腐蚀下水管。

5. 实验时，未经教师许可，不得擅自离开实验室。

6. 严格遵守操作规程及实验时应注意的事项。对不熟悉其性能的仪器和试剂，使用之前不要随意进行实验，以免损坏仪器，浪费试剂，使实验失败，甚至出现意外事故。

7. 实验时，应认真操作，仔细观察实验现象，积极思考，做到手脑并用。

8. 每人都须备有实验报告本，及时地把数据和现象记录下来。

9. 爱护仪器，节约试剂、水、电，注意安全。

## （三）实验后

实验后要做好结束工作。结束工作包括：

1. 洗涤用过的仪器，放回原处，检查常备仪器是否齐全。将试剂放置在原来位置。

2. 分析天平、721 型分光光度计、酸度计等均属分析化学实验中的精密仪器，使用完后应拔去插头，将仪器各旋钮恢复至原来位置（天平室仅需拉下总闸刀即可），在仪器使用记录本上签名并记录仪器状态。

3. 实验台面要擦拭干净。由值日生负责安全卫生工作。包括清扫实验室，检查水、电的开关。关好门窗后离开实验室。

4. 及时送交实验报告。写好实验报告，是科学训练的重要内容之一。对实验所得数据和结果，应及时进行整理、计算，写出实验报告。在讨论部分，可总结实验中的经验教训，写出心得体会，按时交给指导教师。

#### **（四）实验室安全**

1. 实验室内严禁饮食、吸烟。切勿用实验器皿作为餐具。实验结束后应洗手。

2. 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性，切勿溅在皮肤和衣服上。用浓  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HClO}_4$  等溶解样品时，均应在通风橱中操作。

3. 用苯、氯仿、 $\text{CCl}_4$ 、乙醚、丙酮等有毒或易燃的有机溶剂时应远离火焰或热源。低沸点有机溶剂不能直火加热，而应在水浴上加热。用过的此类溶剂应倒入回收瓶，不要倒入水槽。

4. 使用汞盐、 $\text{As}_2\text{O}_3$ 、氰化物等剧毒试剂时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的  $\text{HCN}$  气体，故切忌在酸性介质中加入氰化物。氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中，使其转化为亚铁氰化铁盐，然后作废液处理。

5. 实验室如发生火灾，应根据起火原因采取相应的灭火措施。酒精及其它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,用砂土灭火(此时绝不能用水);导线或电器着火时,不能用水或  $\text{CO}_2$  灭火器,而应首先切断电源,用  $\text{CCl}_4$  灭火器灭火。

6. 使用电器设备时,切不可用潮湿的手去开启电闸和电器开关。

## § 1-2 分析用的纯水

纯水是分析化学实验中常用的溶剂和洗涤剂。根据分析的任务和要求的不同,对水的纯度要求也不同。一般的分析工作,使用蒸馏水或“去离子水”即可,而对超纯物质的分析,则要求纯度较高的“高纯水”。

### 一、纯水的常用制备方法

1. 蒸馏法 蒸馏水能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去溶解于水中的气体。蒸馏法制得的纯水,因所用蒸馏的材料不同,所含杂质也不同。目前使用的蒸馏器有铜、玻璃和石英等材料制成的。近年来,发展了用石英亚沸高纯水蒸馏器来制备高纯水,制得的高纯水的电阻率约  $5.0 \times 10^8$  欧姆·厘米。此法制得的水经电解产生的氢气可用作氢火焰离子化检测器的燃气。其特点是将蒸馏水保持近沸但不沸腾,蒸发的水蒸气冷凝后用石英容器接收。由于不用玻璃容器或铜容器,蒸馏的水不含  $\text{Na}^+$  离子或  $\text{Cu}^{2+}$  离子,电阻率高。

2. 离子交换法 这是应用阳、阴离子交换树脂除去水中杂质的方法。故称用此法制得的水为“去离子水”。此法的优点是制备的水量大、成本低、除去杂质能力强。其缺点是设备及操作较复杂,不能除去非电解质(如有机物)杂质。