

高等医学院校教材

分析化学实验

(供医学检验技术、卫生检验检疫专业用)

主 编 李振中

副主编 黄锁义



广西科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验 / 李振中主编. — 南宁: 广西科学技术出版社, 2015. 2

ISBN 978—7—5551—0390—5

I. ①分… II. ①李… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①0652. 1

中国版本图书馆CIP数据核字 (2015) 第 031941 号

分析化学实验

主 编 李振中

副主编 黄锁义

责任编辑: 陈勇辉 罗煜涛

封面设计: 韦娇林

责任校对: 何燕英

责任印制: 韦文印

出 版 人: 韦鸿学

社 址: 广西南宁市东葛路 66 号

网 址: <http://www.gxkjs.com>

出版发行: 广西科学技术出版社

邮政编码: 530022

经 销: 全国各地新华书店

印 刷: 广西大华印刷有限公司

地 址: 广西南宁市高新区科园路 62 号

开 本: 787 mm×1092 mm 1/16

字 数: 120 千字

版 次: 2015 年 2 月第 1 版

书 号: ISBN 978—7—5551—0390—5

定 价: 20.00 元

邮政编码: 530007

印 张: 6.25

印 次: 2015 年 2 月第 1 次印刷

版权所有 侵权必究

质量服务承诺: 如发现缺页、错页、倒装等印装质量问题, 可直接向本社调换。

《分析化学实验》编写委员会

主 编 李振中

副 主 编 黄锁义

参编人员 钱 力 陆海峰 潘乔丹 李 容

致 谢

本教材的编写出版得到广西重点学科药物化学学科建设项目（桂教科研〔2013〕16号）、广西高等教育教学改革工程项目（2014JGB198、2014JGB202、2014JGB203）等项目的资助，在此表示衷心的感谢！

前 言

分析化学是医学检验技术、卫生检验检疫和药学等相关专业的一门重要的专业基础课，是一门实践性、应用性很强的学科，分析化学实验是分析化学课程教学中不可缺少的重要组成部分。

为适应当前高校高等教育教学改革的需要，提高教学质量，以全国高等医学院校医学检验等专业的分析化学教学大纲的要求为依据，在其内容上做了部分增减，并结合院校的实际教学条件，编写了本教材《分析化学实验》。本教材对多版分析化学实验教材，特别是医学检验类高校所用教材的实验内容进行了精选、调整和充实，从中选出较为典型的实验方案，使其基本内容更为突出、适用。

本教材的主要内容有定量分析仪器的基本操作、滴定分析法及重量分析法的基本应用，力求让学生通过基本的实验操作、综合性及设计性实验的系统性训练，加深对分析化学基本概念和理论的理解，正确和较熟练地掌握分析化学实验基本操作，培养良好的实验习惯，树立严格的“量”的概念，提高观察问题、分析问题和解决问题的能力，为后续课程的学习和将来参加工作打下坚实的基础。同时还尽可能地考虑学科的发展，注意培养以使学生具有初步的科学研究工作能力。编写本教材时，我们在总结多年教学经验的基础上，力求描述的实验操作规范、准确，原理清楚，时间安排合理，文字叙述通俗易懂，便于学生自学。

参加本教材编写的人员有李振中（第一部分和第四部分）、黄锁义（第三部分）、钱力（第二部分）、陆海峰（第四部分）、潘乔丹（第四部分）、李容（附录部分）。

本教材在编写过程中得到右江民族医学院领导的热情指导及教务处领导的大力支持和帮助，同时药学院化学教研室的各位老师对本教材的编写提出了宝贵的意见。在此，我们一并表示感谢！

由于编者水平有限，书中难免存在缺点和错误，恳请同行专家及师生批评指正。

编 者

2015 年 1 月

目 录

第一部分 《分析化学实验》教学大纲	(1)
一、实验内容与课时安排	(1)
二、实验基本要求与教学内容	(2)
第二部分 分析化学实验的一般知识	(10)
一、分析化学实验的目的	(10)
二、分析化学实验的要求	(10)
三、分析化学实验的基本知识	(11)
四、分析化学实验室的安全常识	(15)
五、分析化学定量实验中的常用仪器	(20)
第三部分 化学分析实验的基本操作技术	(28)
一、滴定分析器皿的洗涤与使用	(28)
二、电子天平 (FA1104N) 的操作规程	(36)
三、重量分析的基本操作	(44)
第四部分 定量分析实验	(47)
实验一 分析天平的称量练习	(47)
实验二 容量仪器的校准	(49)
实验三 滴定分析的基本操作练习	(52)
实验四 酸碱标准溶液的配制与标定	(54)
实验五 食醋中总酸量的测定	(56)
实验六 小苏打片中 NaHCO_3 含量的测定	(58)
实验七 EDTA 标准溶液的配制与标定	(60)

实验八 自来水样总硬度的测定	(62)
实验九 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(65)
实验十 双氧水中过氧化氢含量的测定	(67)
实验十一 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	(68)
实验十二 碘标准溶液的配制与标定	(70)
实验十三 维生素 C 含量的测定	(72)
实验十四 AgNO_3 标准溶液的配制与标定	(73)
实验十五 生理盐水中氯化钠含量的测定	(75)
实验十六 葡萄糖干燥失重的测定	(76)
实验十七 综合设计实验	(78)
 附录	 (79)
附录一 相对原子质量表	(79)
附录二 常用化合物的相对分子质量表	(80)
附录三 化学试剂等级对照表	(82)
附录四 常用基准试剂的应用对象及干燥条件	(83)
附录五 常用酸碱试剂的密度、含量和近似浓度	(84)
附录六 常用指示剂	(84)
附录七 常用缓冲溶液的配制	(86)
附录八 难溶化合物的溶度积常数	(87)
附录九 弱电解质在水溶液中的标准电离常数	(91)
 主要参考文献	 (92)

第一部分 《分析化学实验》教学大纲

分析化学是一门实践性很强的学科,《分析化学实验》占有极其重要的地位。本大纲着眼于培养适应 21 世纪社会所需的医学检验及相关专业的人才,力图使学生在接受严格的分析化学实验基本操作训练的基础上,在动手能力、实验技能、探索及开拓意识、独立分析和处理实际问题的能力、踏实有序而又讲求效率的工作作风等诸方面都能得到一定的锻炼。为了注重教学效果,应尽可能地多安排一些综合设计实验并开放实验室,以满足学生自由发挥的强烈愿望。

本课程的教学任务及目标:让学生学习和掌握定量化学分析实验及重量分析与部分仪器分析实验的基本知识、基本操作与典型的分析方法;通过实验加深学生对有关理论的理解,并使其能灵活运用所学的理论知识进行实验设计与操作,确立“量”的概念、“相对误差”的概念和“有效数字”的概念,培养严谨的科学作风和良好的实验素养,激发实验兴趣和探索精神,提高分析和解决实际问题的能力。

期末实验考核在独立设计实验方法的基础上进行,包括方案的设计、试剂的配制、仪器的正确使用、数据的处理、实验结果的准确性以及实验结束后的总结情况等。主要考核内容为滴定分析法的应用。平时实验成绩与实验考核成绩各占期末总评成绩的 10%。

一、实验内容与课时安排

实验内容与课时安排见表 1-1。

表 1-1 实验内容与课时安排表

序 号	实验内容	学时	类 型
实验一	分析天平的称量练习	3	基本操作
实验二	容量仪器的校准	3	综合性实验
实验三	滴定分析的基本操作练习	3	基本操作
实验四	酸碱标准溶液的配制与标定	3	基本操作

续表

序 号	实 验 内 容	学 时	类 型
实验五	食醋中总酸量的测定	3	综合性实验
实验六	小苏打片中 NaHCO_3 含量的测定	3	综合性实验
实验七	EDTA 标准溶液的配制与标定	3	基本操作
实验八	自来水样总硬度的测定	3	综合性实验
实验九	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	3	基本操作
实验十	双氧水中过氧化氢含量的测定	3	综合性实验
实验十一	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	3	基本操作
实验十二	碘标准溶液的配制与标定	3	基本操作
实验十三	维生素 C 含量的测定	3	综合性实验
实验十四	AgNO_3 标准溶液的配制与标定	3	基本操作
实验十五	生理盐水中氯化钠含量的测定	3	综合性实验
实验十六	葡萄糖干燥失重的测定	6	综合性实验
实验十七	综合设计实验	6	设计性实验

二、实验基本要求与教学内容

实验一 分析天平的称量练习

【基本要求】

1. 了解分析天平的构造及其主要部件的名称。
2. 通过称量练习，熟悉分析天平的使用规则。
3. 学会用直接法和差减法称取试样。
4. 培养准确、整齐、简明地记录实验原始数据的习惯。

【教学内容】

1. 电子天平 (FA1104N) 的使用。
2. 称量瓶及干燥器等的使用。

实验二 容量仪器的校准

【基本要求】

1. 了解容量仪器校准的意义和方法。
2. 初步掌握移液管的校准和容量瓶与移液管间相对校准的操作。
3. 掌握滴定管、容量瓶、移液管的使用方法。
4. 进一步熟悉分析天平的称量操作。

【教学内容】

1. 滴定管的校准（称量法）。
2. 移液管和容量瓶的相对校准。

实验三 滴定分析的基本操作练习

【基本要求】

1. 掌握滴定分析常用仪器的洗涤和正确的使用方法。
2. 掌握滴定管的操作方法和学会正确的滴定终点判断。
3. 通过练习滴定操作，初步掌握甲基橙、酚酞等指示剂的终点确定。

【教学内容】

1. 酸式滴定管、碱式滴定管的使用。
2. 酸碱指示剂的应用。
3. 半滴量控制及滴定终点的判断。

实验四 酸碱标准溶液的配制与标定

【基本要求】

1. 掌握酸碱标准溶液的配制与标定过程。
2. 掌握强酸溶液与强碱溶液的滴定过程、突跃范围及指示剂的选择。

3. 掌握定量转移操作的基本要点。

【教学内容】

1. 基准物的准确称取。
2. 标准溶液的比较标定方法。

实验五 食醋中总酸量的测定

【基本要求】

1. 掌握食醋中总酸量的测定原理和方法。
2. 掌握滴定管、容量瓶和移液管的准备和使用方法。
3. 掌握强碱滴定弱酸的滴定过程、突跃范围及指示剂的选择原理。

【教学内容】

1. 食品的准确量取。
2. 容量瓶和吸量管的使用。
3. 酸碱滴定的应用。

实验六 小苏打片中 NaHCO_3 含量的测定

【基本要求】

1. 了解药用小苏打片中 NaHCO_3 含量的测定方法。
2. 继续巩固滴定分析基本操作。

【教学内容】

1. 药品的准确称取。
2. 容量瓶和吸量管的使用。
3. 酸碱滴定的应用。

实验七 EDTA 标准溶液的配制与标定

【基本要求】

1. 了解 EDTA 标准溶液的配制与标定原理。
2. 掌握常用的标定 EDTA 的方法。
3. 学会缓冲溶液的配制。

【教学内容】

1. 直接法配制标准溶液的方法。
2. 金属指示剂的使用。

实验八 自来水样总硬度的测定

【基本要求】

1. 了解水的硬度的测定意义和常用的硬度表示方法。
2. 掌握用 EDTA 测定水硬度的原理和方法。
3. 掌握铬黑 T 和钙指示剂的应用，了解金属指示剂的特点。

【教学内容】

1. 水样的预处理方法。
2. 配位滴定法的应用。

实验九 高锰酸钾标准溶液的配制与标定

【基本要求】

1. 学习高锰酸钾 (KMnO_4) 溶液的配制方法和保存条件。
2. 掌握用 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 标定高锰酸钾溶液的原理、方法及滴定条件。

【教学内容】

1. 高锰酸钾溶液的标定。

2. 自身指示剂的应用。

实验十 双氧水中过氧化氢含量的测定

【基本要求】

1. 学习用高锰酸钾法测定过氧化氢 (H_2O_2) 含量的原理和方法。
2. 掌握液体试样的取样和稀释的方法。

【教学内容】

1. 吸量管的使用。
2. 高锰酸钾法的应用。

实验十一 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定

【基本要求】

1. 掌握硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定方法。
2. 学习碘量瓶的正确使用方法。
3. 了解碘量法的操作过程。

【教学内容】

1. 重铬酸钾的称量。
2. 置换滴定法的应用。
3. 特殊指示剂——淀粉的应用。

实验十二 碘标准溶液的配制与标定

【基本要求】

1. 熟悉碘标准溶液的配制方法和注意事项。
2. 掌握用硫代硫酸钠标准溶液标定碘溶液浓度的方法。

【教学内容】

1. 碘标准溶液的配制。
2. 碘的滴定法。
3. 特殊指示剂——淀粉的应用。

实验十三 维生素 C 含量的测定

【基本要求】

1. 熟悉用直接碘量法测定维生素 C 含量的反应原理和方法。
2. 进一步掌握碘量法的操作技巧。

【教学内容】

1. 维生素 C 的准确称量。
2. 碘量法的应用。

实验十四 AgNO_3 标准溶液的配制与标定

【基本要求】

1. 学习 AgNO_3 标准溶液的配制和标定方法。
2. 掌握铬酸钾指示剂的应用与终点判断。

【教学内容】

1. NaCl 基准物的准确称量。
2. AgNO_3 标准溶液的标定。

实验十五 生理盐水中氯化钠含量的测定

【基本要求】

1. 掌握用莫尔法测定氯离子的方法和原理。

2. 掌握铬酸钾指示剂的正确使用方法。

【教学内容】

1. 生理盐水的测定。
2. 莫尔法终点的正确判断。

实验十六 葡萄糖干燥失重的测定

【基本要求】

1. 掌握干燥失重测定的操作和计算方法。
2. 明白恒重的意义。

【教学内容】

1. 称量瓶的使用。
2. 恒重的操作。

实验十七 综合设计实验

【基本要求】

1. 培养学生查阅有关书刊的能力。
2. 运用所学知识及有关参考资料对实际试样写出试验方案设计。
3. 在老师的指导下对样品体系的组成含量进行分析，培养学生分析问题、解决问题的能力，提高学生素质。

【教学内容】

1. 本地时令水果（如芒果、扁桃、西红柿、龙眼和荔枝等）中维生素 C 含量的测定。
 - (1) 运用所学知识及有关资料写出完整的实验方案设计，内容包括原理、仪器、试剂和简要的实验步骤等。
 - (2) 可设计为分别滴定，也可设计为连续滴定，提倡方案的多样化。
 - (3) 指示剂的选择和滴定终点的判断是设计的关键。
 - (4) 将不同设计方案进行对照和比较。

(5) 此实验可以在实验室开放的时间内完成。

2. 自来水样总硬度的测定。

(1) 此实验为设计实验，学生可在两个配位滴定法设计实验中选做一个。

(2) 实验中样品的处理十分关键。

3. 鸡蛋壳中碳酸钙含量的测定。

酸碱滴定法，EDTA 配位滴定法，高锰酸钾法。

4. 福尔马林中甲醛含量的测定。

加成法—酸碱滴定，氧化法—酸碱滴定（返滴定法）。

5. 漂白粉中有效氯含量的测定。

碘量法。

注：由学生选择其中 2~3 个实验作为方案设计的题目，写出实验方案，待老师指导后，再进行实验。

第二部分 分析化学实验的一般知识

一、分析化学实验的目的

分析化学是一门实践性很强的学科。学生通过分析化学实验的基本操作实验、综合性实验和设计性实验的系统性训练，可以加深对分析化学基本概念和基本理论的理解；正确和熟练地掌握分析化学实验的基本操作，学习分析化学实验的基本知识，掌握典型的化学分析方法；树立“量”的概念，运用误差理论和分析化学理论的知识，找出实验过程中影响分析结果的关键环节，在实验过程中做到心中有数、统筹安排，学会正确合理地选择实验条件和实验仪器，正确处理实验数据，以保证实验结果准确可靠；培养良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和坚韧不拔的科学品质；提高观察问题、分析问题和解决问题的能力，为后续课程的学习和将来参加工作打下坚实的基础。

二、分析化学实验的要求

为完成预定的实验内容，要求如下：

1. 实验前要认真做好预习，明确本次实验的目的、原理，弄清楚实验步骤、方法及注意事项，明确需要记录的数据等，做到心中有数。在实验记录本上，用简洁的语言或符号，设计实验方案及记录的格式。

2. 实验过程中要做到以下几点：

(1) 听从教师指导，遵守操作规程，正确、规范地操作仪器，认真观察现象，积极思考问题。

(2) 及时、完整地在实验记录本上记录实验现象和数据（不能记在零星纸片上），要保持实验数据的原始性与真实性，不能涂改、篡改数据。

(3) 在使用不熟悉的仪器之前，应查阅有关仪器的说明书或请教老师，切忌我行我素。