



分析化学 实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

新世纪高等医药院校教材

祁玉成 王屹 主编
中国海洋大学出版社



新世纪高等医药院校教材

分析化学实验

主 编 祁玉成 王 屹
副主编 刘 坤 滕文锋 甄 攀
徐德选 杨小凤

中国海洋大学出版社
·青岛·

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/祁玉成,王屹主编. —青岛:中国海洋大学出版社,2003.7

ISBN 7-81067-484-6

I.分… II.①祁…②王… 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(2003)第 058017 号

中国海洋大学出版社出版发行

(青岛市鱼山路5号 邮政编码:266003)

出版人:王曙光

日照报业印刷有限公司印刷

新华书店经销

*

开本:850 mm×1 168 mm 1/32 印张:5.25 字数:132 千字

2003年7月第1版 2003年7月第1次印刷

印数:1~3 000 定价:8.00元

前 言

分析化学是一门实践性很强的学科,实验课在分析化学教学中占有重要的地位。为了配合分析化学理论教学,早在1986年组织编写医学检验专业用《分析化学》理论教材第一版时,各兄弟院校就同时协作编写了《分析化学实验》讲义,1989年又对其进行修订和补充。该实验讲义虽然未能正式出版,但编者科学严谨的态度和认真求实的作风,依然体现在精当的内容编排和较好的印刷质量中。这本教材不但给教师带来极大的便利,满足了当时的教学急需,同时对提高教学质量也起到至关重要的作用,有些院校至今仍在使用。

十几年过去了,各院校的教学计划和学时都有不同程度的变化,理论教材已多次修订,实验教材也应为适合当前的教学,做出必要的调整。为此,2002年9月在山东威海召开的检验与药学专业用《分析化学》第五版编写筹备会议上,与会代表商定着手编写本实验教材,与理论教材配套使用。

本实验教材的内容汇总了各参编院校近几年所开的分析化学实验,其中有些内容(如容量器皿的校准等)根据新的国家标准作了较大修改。为适合检验和药学两个专业通用,又补充了一些新的实验。分析化学中常用的

量和单位也按照国家标准进行了统一。

本教材由祁玉成、王屹主编,参加编写的有:青岛大学祁玉成(第一章,实验十七和十八,附录)、刘坤(第二章第四节,实验十九和二十),张家口医学院甄攀(第二章第一节和第三节,实验二、三和二十三)、郭春燕(实验十五和十六),江苏大学徐德选(第二章第二节,实验四、八、九和十),温州医学院杨小凤(第二章第五节,实验二十一和二十二),大连医科大学滕文锋(第二章第六节,实验一、五和七)、李红岩(实验六),北华大学王春梅(实验十一)、王屹(实验十二、十四和二十四)、丁宁(实验十三)等。全书经主编通读整理,徐葆筠教授、应武林教授审阅。

在书稿讨论中,上海第二医科大学顾国耀教授、方含秋副教授提出了许多宝贵意见,本教材的编写得到了贵阳医学院黄亚励教授的支持,在此表示衷心的感谢。

本教材虽经集体讨论和多次校阅,欠妥之处仍恐难免,希望读者批评指正。

编者
2003年5月

目 录

基本知识 with 操作部分	(1)
第一章 分析化学实验基本知识	(3)
第一节 分析化学实验的任务和要求	(3)
第二节 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	(5)
三、定量分析常用器皿	(6)
四、玻璃器皿的洗涤	(9)
五、实验室安全知识	(11)
第二章 分析仪器及基本操作	(12)
第一节 分析天平	(12)
一、分析天平的种类	(12)
二、双盘电光分析天平的构造	(13)
三、天平的性能	(17)
四、称量的一般程序和方法	(21)
五、电子天平简介	(23)
六、使用分析天平时的注意事项	(24)
第二节 玻璃量器的使用	(25)
一、滴定管	(26)
二、移液管和吸量管	(30)
三、容量瓶	(32)
第三节 重量分析基本操作	(34)
一、试样的溶解	(34)

实验十六	生理盐水中氯化钠含量的测定(法扬斯法)	(119)
实验十七	高氯酸溶液的配制和标定(非水滴定)	(121)
实验十八	水杨酸钠含量的测定(非水滴定)	(124)
实验十九	磷酸的电位滴定	(126)
实验二十	磺胺嘧啶的重氮化滴定(永停滴定法)	(130)
实验二十一	分光光度法测定铁的条件实验	(134)
实验二十二	水样中微量铁的含量测定	(138)
实验二十三	实验方案设计——鸡蛋壳中碳酸钙含量的测定	(140)
实验二十四	Hg^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} 离子的纸色谱分离	(142)
附录		(144)
附录一	常用指示剂	(144)
(一)	酸碱指示剂	(144)
(二)	酸碱混合指示剂	(145)
(三)	非水滴定指示剂	(146)
(四)	金属指示剂	(146)
(五)	氧化还原指示剂	(148)
(六)	吸附指示剂	(148)
附录二	常用缓冲溶液的配制	(149)
附录三	常用基准试剂及其干燥条件与应用	(150)
附录四	市售酸碱的密度和浓度	(151)
附录五	常见化合物的摩尔质量表	(151)
附录六	相对原子质量表	(156)
主要参考文献		(159)

基本知识
与
操作部分

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。

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,其他内容则可在试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 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,出水量较大的是用铜制成的。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;少量液态水成雾状蒸出,同时会携带出杂质;微量的冷凝管材质成分会带入到蒸馏水中。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,在液体不沸腾的条件下蒸馏,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

它是利用阴、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)杂质。

3. 电渗析法

这是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法。它是利

用阴、阳离子交换膜选择性透过的原理。阴离子交换膜仅允许阴离子透过,阳离子交换膜仅允许阳离子透过,在外电场作用下,杂质离子迁移,从一室透过交换膜进入到另一室,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 GB6682—92《分析实验室用水规格和实验方法》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 ℃)/ $\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}\leq$	0.01	0.10	0.50
吸光度(254 nm, 1 cm 光程) \leq	0.001	0.01	—
蒸发残渣(105 ℃ \pm 2 ℃)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}\leq$	—	1.0	2.0

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。表 1-2 和表 1-3 列出了一般试剂和主要国产基准试剂的等级及适用范围。

表 1-2 一般试剂规格和包装

级别	中文名称	英文符号	标签颜色	主要用途
一级	优级纯	GR	深绿色	精密分析实验
二级	分析纯	AR	红色	一般分析实验
三级	化学纯	CP	蓝色	一般化学实验
生化试剂	生化试剂、生物染色剂	BR	咖啡色	生物化学实验

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。

三、定量分析常用器皿

化学分析所用器皿大部分属于玻璃制品。玻璃器皿按性能可分为能加热的(如各类烧杯、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(不包括量器,量器在第二章将详细讨论)和用途。

1. 干燥器

干燥器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可供抽真空干燥样品时使用。见图 1-1。使用时应沿着边口均匀涂抹一层凡士林,以免漏气。

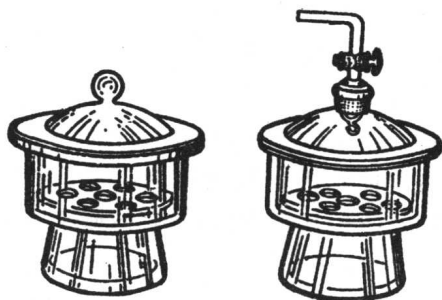


图 1-1 干燥器和真空干燥器

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。

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,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,也应当拿住盖上圆顶,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 1-2、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

称量瓶主要在称量试剂和样品时使用。称量瓶有高型和扁型之分,有10~70 mL多种规格。见图1-4。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。

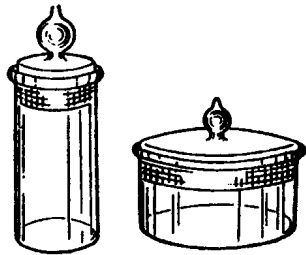


图 1-4 称量瓶

3. 坩埚

坩埚有瓷制和金属制多个品种。见图1-5。瓷坩埚最为常用,能耐1 200 ℃的高温,可用于重量分析中沉淀的灼烧和称量。湿坩埚或放有湿样品的坩埚,灼烧前,应先将其慢慢烘干,逐渐升温,急火容易使其爆裂。

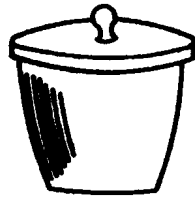


图 1-5 坩埚

4. 研钵

研钵(见图1-6)主要用于粉碎少量固体试剂或试样,材质有玻璃、瓷和玛瑙等3种。玻璃和瓷制研钵最常用。玛瑙研钵硬度很大,且不易与被研物品发生化学反应,可用于破碎高硬度试样及对分析结果有较高要求的试样。研钵使用时不可用力敲击,不可加热。

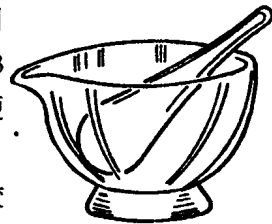


图 1-6 研钵

5. 玻璃砂芯滤器

玻璃砂芯滤器的滤板是用玻璃粉末在高温下熔结而成的,有漏斗式和坩埚式两种,如图1-7所示。按照微孔的孔径,由大至小以前分为六级: $G_1 \sim G_6$ (或称1号至6号)。从1990年起,国家标准(GB11415—89)规定,以每级孔径的上限值前置以字母“P”表示。例如,P16号滤器孔径为10 μm ~16 μm 。在定量分析中,常

用 P40(相当于 G_3)和 P16(相当于 G_4)滤器。玻璃砂芯漏斗常与吸滤瓶配套进行减压过滤。玻璃砂芯坩埚可进行物质的过滤、干燥、称量联合操作,多用于处理一些不稳定的或不能用滤纸过滤的试剂和沉淀。微孔玻璃滤器不能过滤强碱性溶液,因强碱性溶液会损坏玻璃微孔。

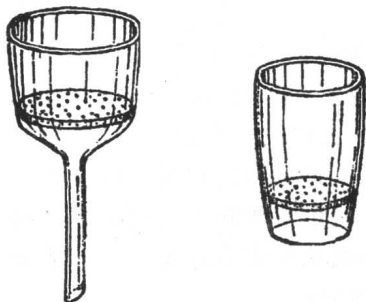


图 1-7 玻璃砂芯漏斗和玻璃砂芯坩埚

6. 比色管

比色管(见图 1-8)主要用于目视比色法(比较溶液颜色的深浅)进行简易快速的定量分析。使用时,不可加热。比色管上有标明容量的刻度线。在要求不很精确时,也用于光度分析来代替小容量瓶配制溶液。



图 1-8 比色管

四、玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中所用的玻璃器皿洗涤后应透明洁净,其内外壁能被水均匀地润湿,且不挂水珠。

一般器皿,如烧杯、锥形瓶、量筒、试剂瓶等可以用毛刷蘸取去污粉或洗涤剂刷洗,再用自来水冲洗干净,然后用少量纯水润洗 3 次。

具有精确刻度的器皿,如滴定管、移液管、容量瓶等,不宜用刷