



普通高等教育“十一五”国家级规划教材



“十二五”江苏省高等学校重点教材

03



全国高等医药院校药学类实验双语教材

(第3版)

分析化学 实验与指导

Experiment and
Guide for Analytical
Chemistry

◎ 主编 严拯宇 杜迎翔

中国医药科技出版社



普通高等教育“十一五”国家级规划教材



“十二五”江苏省高等学校重点教材



全国高等医药院校药学类实验双语教材

分析化学

Experiment and Guide for Analytical Chemistry

实验与指导 (第3版)

主 编 严拯宇 杜迎翔

副主编 季一兵 钟文英

编 者 (按姓氏笔画排序)

朱开梅 (桂林医学院)

严拯宇 (中国药科大学)

杜迎翔 (中国药科大学)

李云兰 (山西医科大学)

肖 莹 (中国药科大学)

陈 蓉 (中国药科大学)

范华均 (广东药学院)

郁 健 (中国药科大学)

季一兵 (中国药科大学)

周大顺 (中国药科大学)

钟文英 (中国药科大学)

中国医药科技出版社

内 容 提 要

《分析化学实验与指导》是根据高等医药院校药学类专业分析化学实验课程的基本要求,结合长期实验教学实践与改革,以及分析化学的发展现状编写而成。全书共分五章,包括分析化学基本知识、分析化学基本操作、基本实验、设计实验和图谱查阅。44个实验全部采用中英文对照,便于双语教学。

本书可供高等学校药学、临床药学、制药工程、中药学、药物制剂、生物化工、环境化学及化工等专业的分析化学实验教学使用,也可作为相关学科实验教学和和分析工作者的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验与指导. 汉英对照/严拯宇,杜迎翔主编.—3版.—北京:中国医药科技出版社,2015.9

全国高等医药院校药学类实验双语教材

ISBN 978-7-5067-7750-6

I. 分… II. ①严… ②杜… III. 分析化学—化学实验—医学院校—教材—汉、英
IV. 0652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第191016号

美术编辑 陈君杞

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编 100082

电话 发行:010-62227427 邮购:010-62236938

网址 www.cspyp.com.cn

规格 787×1092mm¹/₁₆

印张 16³/₄

字数 344千字

初版 2005年9月第1版

版次 2015年9月第3版

印次 2015年9月第1次印刷

印刷 廊坊市广阳区九州印刷厂

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-7750-6

定价 34.00元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

序

教学是学校人才培养的中心环节，实验教学是这一环节的重要组成部分。《教育部、财政部关于“十二五”期间实施“高等学校本科教学质量与教学改革工程”的意见》要求进一步推进高等学校实验教学改革与创新，促进创新人才成长。《全国高等医药院校药学类实验双语教材》是中国药科大学自2005年以来坚持药学实践教学改革，突出提高学生动手能力、创新思维，通过承担教育部“世行贷款——21世纪初高等教育教学改革项目”等多项教改课题，逐步建设完善的一套与药学各专业学科理论课程紧密结合的高水平双语实验教材，也是普通高等教育“十一五”国家级规划教材。

本轮修订，适逢《全国高等医药院校药学类第四轮规划教材》及2015年版《中国药典》出版，整套教材的修订强调了与新版理论教材知识的结合，与2015年版《中国药典》、新版《药品质量管理规范》（GMP）等新颁布法典法规结合，为更好的服务于新时期高等院校药学教育与人才培养的需要，在上一版的基础上，进一步体现了各门实验课程自身独立性、系统性和科学性，又充分考虑到各门实验课程之间的联系与衔接，主要突出了以下特点。

1. 适应医药行业对人才的要求，体现行业特色 契合新时期药学人才需求的变化，使修订后的教材符合2015年版《中国药典》及新版GMP、新版GSP等国家标准、法规和规范以及新版国家执业药师资格考试大纲等行业最新要求。

2. 更新完善内容，打造教材精品 在上一轮教材基础上进一步优化、精炼和充实内容。紧密结合《全国高等医药院校药学类第四轮规划教材》，强调与实际需求相结合，进一步提高教材质量。

3. 坚持双语体系，强调素质培养 教材以实践教学为突破口，采用双语体系编写，有利于加快药学教育国际接轨，提高学生的科技英语水平，进一步提升学生整体素质。

《全国高等医药院校药学类实验双语教材》历经十年三轮建设，在各个时期广大编写教师的努力下，在广大使用教材师生的支持下日臻完善。本轮教材的出版，必将对推动新时期我国高等药学教育的发展产生积极而深远的影响。希望广大师生在教学实践中对本套教材提出宝贵意见，以便今后进一步修订完善，共同打造精品教材。

吴晓明

全国高等医药院校药学类规划教材常务编委会主任委员

二〇一五年八月

前 言

分析化学是一门实践性很强的科学，分析化学实验在分析化学的教学中占有重要的地位，也是培养药学人才不可缺少的环节。

本书在第二版的基础上，参照高等医药院校药学类专业《分析化学及分析化学实验大纲》，在本书修订过程中，强调“三基”（基本理论知识、基本思维方法和基本实验技能）和“五性”（思想性、科学性、先进性、启发性与适用性）。基于实验教学的特点，教材中扼要地介绍了分析化学实验基本知识、分析化学实验仪器及操作；实验包括化学分析和仪器分析两个部分。为了培养学生分析问题和解决问题的能力，本书除了安排一定数量的基本实验外，还安排了设计性试验。在实验老师的指导下，学生通过查阅资料，灵活应用所学的分析方法，拟定实验方案，对培养学生分析问题、解决问题的能力十分有利。

结合目前大学生英语水平的普遍提高，为了适应双语教学的要求，本书编者积极参与双语实验教学实践。本书是多年教学实践的结晶，是集体创作的成果，具有药学分析化学实验教学的特色。

本书在第二版的基础上，充分调研了国内外医药院校相关的实验课程开设情况，结合近年来分析化学实验教学改革以及分析化学发展的现状，适当增加了部分实验内容，使其更加适合国内医药类院校各专业选用。

本书由严拯宇、杜迎翔任主编，季一兵、钟文英任副主编。参加本书编写工作的有严拯宇（第三章实验二~八、第五章、附录），杜迎翔（第一章、第三章的实验三十一、三十三~三十六、三十九），季一兵（第三章的实验四十、四十一），钟文英（第三章的实验二十二~二十六、三十），朱开梅、范华均（第三章的实验九），范华均（第三章的实验二十七、二十八、三十八），李云兰（第三章的实验二十九、三十二、四十二、四十三），周大顺（第三章的实验十四、十五、十七~十九、二十一），肖莹（第三章的实验十~十三、十六、二十、三十七），陈蓉（第三章的实验一、四十三），严拯宇、郁健（第二章）；此外，中国药科大学何华、沈卫阳、王志群、蒋淑敏、骆雪芳、孙美玲、于青峰、陈德英、李书兰、郑朝华等对本书再版提出了宝贵的建议；中国药科大学教务处、理学院对本教材的再版给予了大力的支持与关心，再此表示诚挚的感谢！

本书供医药类院校分析化学实验教学使用，同时也可供从事药物研究与开发的工作人员参考。

书中难免存在错误与不当之处，敬请读者批评指正。

编 者
2015 年夏

Preface

Analytical chemistry is a subject based on experiment. Therefore, experiment plays an important role in the teaching of this subject and is an essential part in cultivating students' pharmaceutical abilities.

Based on the second edition of the book and referring to *The Brief of Analytical Chemistry and Experiment*, we made some revisions to the third edition to emphasize on the 'three basic elements' (basic theoretical knowledge, basic thinking methods and basic experimental skills) and 'five features' (thoughtfulness, scientificity, progressiveness, instructiveness and applicability). Considering the characteristics of teaching experiment, the book introduces the basic knowledge of analytical chemistry experiment, the instruments, the methods and also the experiment content which including two parts, chemical analysis and instrumental analysis. To enhance students' analytical and problem solving abilities, we not only include a large number of basic experiments but a few designing ones as well. With the instruction of teachers, students can use references and the analytical knowledge they've learned to work out the experiment plan.

With the progress of college students Englishability, the teaching crew of analytical chemistry department of China Pharmaceutical University actively practiced bilingual experiment teaching to meet the increasing requirement. This book, a collective work of the department crew, is a fruit of long-term teaching practices, which shows the teaching features of our department.

Based on the second edition of the book, the editors added some new content for the experiment part by referring to the experiment curriculum in domestic and foreign medical and pharmaceutical colleges, and combining with the recent development of analytical chemistry, which makes the book more applicable for domestic pharmaceutical schools.

The chief editor of this book is Yan Zhengyu and Du Yingxiang, and the deputy editor is Ji Yibing and Zheng Wenying. The writers of this book are as below, Yan

Zhengyu (expt 2 – 8 in chapter 3, chapter 5, appendix), Du Yingxiang (chapter 1, expt 31, 33 – 36, 39 in chapter 3), Ji Yibing (expt 40, 41 in chapter 3), Zhong Weinying (expt 22 – 26, 30 in chapter 3), Zhu Kaimei and Fan Huajun (expt 9 in chapter 3), Fan Huajun (expt 27, 28, 38 in chapter 3), Li Yunlan (expt 29, 32, 42, 43 in chapter 3), Zhou Dashun (expt 14, 15, 17 – 19, 21 in chapter 3), Xiao Ying (expt 10 – 13, 16, 20, 37 in chapter 3), Chen Rong (expt 1, 43 in chapter 3), Yan Zhengyu and Yu Jian (chapter 2). He Hua, Shen Weiyang, Wang Zhiqun, Jiang Shumin, Luo Xuefang, Sun Meiling, Yu Qingfeng, Chen Deying, Li Shulan and Zheng Zhaohua also gave suggestions to revisions. Sincere thanks to the teaching bureau and college of science of China Pharmaceutical University for their support and supervision.

This book can be a teaching book of analytical chemistry experiment for pharmaceutical schools as well as a reference book for professionals in medical research and development.

Your suggestions and corrections are greatly appreciated!

Editors

2015. 8

目 录

第一章 分析化学实验基本知识	(1)
第二章 分析化学基本操作	(8)
第三章 实验部分	(43)
实验一、实验室安全常识与基本技能培训	(43)
1 Basic knowledge of laboratory	(45)
实验二 称量练习	(48)
2 Weighing exercise	(49)
实验三 氯化钡结晶水的测定	(50)
3 Determination of the water of crystallization In barium chloride	(53)
实验四 氢氧化钠标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	(56)
4 Preparation and standardization of sodium hydroxide solution	(58)
实验五 药物阿司匹林的含量测定	(60)
5 Determination of purity of salicyclic acetate	(62)
实验六 盐酸标准溶液 (0.2mol/L) 的配制与标定	(64)
6 Preparation and standardization of standardized 0.2mol/L hydrochloride acid solution	(65)
实验七 药用氧化锌的含量测定	(67)
7 Determination of zinc oxide for pharmaceutical use	(68)
实验八 药用硼砂的含量测定	(70)
8 Determination of borax for pharmaceutical use	(71)
实验九 双指示剂测定未知混合碱	(72)
9 Determination of $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3 - \text{NaOH}$ unknown	(74)
实验十 高氯酸标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	(77)
10 Preparation and standardization of perchloric acid solution (0.1mol/L)	(78)
实验十一 药物水杨酸钠的含量测定	(81)
11 Determination of sodium salicylate	(82)
实验十二 EDTA 标准溶液 (0.05mol/L) 的配制与标定	(84)
12 Preparation and standardization of standard EDTA solution	(86)
实验十三 明矾的测定	(89)
13 Determination of aluminium potassium sulfate in Alum	(90)
实验十四 容量仪器校正	(92)

14	Calibration of volumetric glassware	(94)
实验十五	0.05mol/L 碘溶液的配制与标定	(96)
15	Preparation and standardization of 0.05mol/L iodine solution	(98)
实验十六	硫代硫酸钠标准溶液 (0.1mol/L) 的配制和标定	(100)
16	Preparation and standardization of sodium thiosulphate solution (0.1mol/L)	(102)
实验十七	维生素 C 的测定	(104)
17	Determination of the Vitamin C (Ascorbic acid)	(105)
实验十八	高锰酸钾溶液的配制与标定 (0.02mol/L)	(106)
18	Preparation and standardization of the potassium permanganate solution (0.02mol/L)	(108)
实验十九	原料药硫酸亚铁的含量测定	(110)
19	Assay of ferrous sulfate	(111)
实验二十	用酸度计测定药物液体制剂的 pH	(112)
20	pH measurement of liquid drug preparation with pH meter	(115)
实验二十一	磷酸的电位滴定	(118)
21	Potentiometric titration of phosphoric acid	(120)
实验二十二	亚硝酸钠标准溶液的配制与标定	(122)
22	Preparation and standardization of standard NaNO ₂ solution	(124)
实验二十三	永停滴定法测定磺胺类药物	(126)
23	Determination of sulfonamide with dead - stop titration	(128)
实验二十四	邻二氮菲比色法测定铁的条件试验	(131)
24	Condition tests for determination of iron with 1, 10 - phenanthroline	(132)
实验二十五	邻二氮菲比色法测定水中的含铁量	(135)
25	Determination of iron with 1, 10 - phenanthroline	(136)
实验二十六	原料药吸收系数的测定	(138)
26	Determination of the absorption coefficient of chlorpheniramine	(139)
实验二十七	紫外吸收光度法鉴别和测定维生素 B ₁₂ 注射液	(141)
27	Identification and determination of Vitamin B ₁₂ in the injection by UV spectrophotometry	(142)
实验二十八	双波长法测定复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑的含量	(145)
28	Spectrophotometric determination of in the compound tablets with the dual - wavelength method	(146)
实验二十九	原子吸收分光光度法测定自来水中镁的含量	(149)
29	Determination of magnesium in tap water by atomic absorption spectrophotometry	(151)
实验三十	荧光分光光度计测定阿司匹林片中乙酰水杨酸和水杨酸	(154)
30	Determination of salicylic acetate and salicylic acid in aspirin tablet by fluorescence spectrometry	(155)

实验三十一 红外分光光度法测定药物的化学结构	(157)
31 Determination of the drug chemical structure by IR spectrophotometry ...	(159)
实验三十二 傅立叶变换红外光谱仪的性能检查	(161)
32 Evaluation of the performance of fourier transformation infrared spectrophotometer	(164)
实验三十三 纸色谱法分离鉴定蛋氨酸和甘氨酸	(169)
33 Separation and identification of methionine and glycine by paper chromatography	(172)
实验三十四 薄层色谱法分离鉴定复方新诺明片中 SMZ 和 TMP	(175)
34 Separation and identification of SMZ and TMP in sinomin composita by thin layer chromatography	(178)
实验三十五 离子交换色谱法测定枸橼酸钠的含量	(180)
35 Assay of sodium citrate by ion exchange chromatography and acid - base titration	(183)
实验三十六 酊剂中乙醇含量的气相色谱法测定	(186)
36 Determination of alcohol in tincture by gas chromatography	(188)
实验三十七 程序升温毛细管气相色谱法测定药物中有机溶剂残留量	(190)
37 Determination of organic solvent residue by capillary gas chromatography with gradient temperature	(191)
实验三十八 归一化法测定烷烃混合物的含量	(193)
38 Determination of the components in alkanes by generalization method ...	(194)
实验三十九 高效液相色谱柱的性能考察及分离度测试	(196)
39 Evaluation of the performance of HPLC column and determination of resolution	(199)
实验四十 高效液相色谱法测定苯丙酸诺龙的含量	(201)
40 Determination the nandrolone phenylpropionate in bulk drug by HPLC	(202)
实验四十一 高效液相色谱法测定阿司匹林中的水杨酸杂质含量	(204)
41 Determination of salicylic acid impurity in aspirin by HPLC	(205)
实验四十二 高效液相色谱 - 质谱联用鉴定药物体内代谢物	(207)
42 Identification of drug metabolites <i>in vivo</i> by high performance liquid chromatography - mass spectrometry	(210)
实验四十三 毛细管区带电泳法分离手性药物的对映异构体	(215)
43 Chiral separation of chiral drug enantiomer by capillary zone electrophoresis	(217)
实验四十四 GC - MS 联用技术检测染发剂中的对苯二胺类物质	(220)
44 Detection of <i>p</i> - phenylenediamine in hair dye by GC - MS	(221)
第四章 设计实验	(225)
第五章 萨特勒标准光谱的查阅方法	(228)

附录	(242)
附录一	常用指示剂	(243)
附录二	常用缓冲溶液的配制	(246)
附录三	0~95℃时标准缓冲溶液的 pH 值	(247)
附录四	常用酸碱的密度、含量和浓度	(248)
附录五	元素的原子量 (1999)	(249)
附录六	常用式量表	(251)
附录七	气相色谱中常用的固定液	(253)
附录八	一些化合物的相对质量校正因子 (f_m) 和沸点	(255)

第一章

分析化学实验基本知识

一、实验室规则

(1) 实验前应准备一本预习报告本,认真进行预习,并写好预习报告。其内容应包括:实验目的、基本原理、简单的实验步骤、注意事项。对将要进行的实验做到心中有数。

(2) 要爱护仪器设备,对不熟悉的仪器应先仔细阅读仪器的操作规程,听从老师指导。未经允许切不可随意动手,以防损坏。

(3) 实验过程中要保持安静,正确操作,细致观察,认真记录,周密思考。要遵守实验室安全规则、保持室内清洁,特别要保持实验台面干净、整齐。火柴梗、废纸等杂物丢入废物缸内。注意节约水、电、煤气等。

(4) 实验记录应如实反映实验的情况。通常应按一定格式用钢笔或圆珠笔书写。所有原始数据都应边实验边准确地记录在报告本上,不能等到实验结束后再补记,更不能将原始数据记录在草稿本、小纸片或其他地方。记录本应事先编好页码,不应撕毁其中任何一页。必须养成实事求是的科学态度,不凭主观意愿删去自己不喜欢的数据,更不得随意涂改。若记错了,可将错的数据轻轻划一道杠,将正确的数据记在旁边,切不可乱涂乱改或用橡皮擦拭。任何随意拼凑、杜撰原始数据的做法都是不允许的。

(5) 实验结束后,应立即把玻璃器皿洗刷干净,仪器复原,填好使用登记卡,整理好实验台面,把当天的实验报告及时交给老师。

(6) 值日生应认真打扫实验室,待关好水、电、煤气、窗、门后方可离开实验室。

二、实验室安全常识

实验室安全包括人身安全及实验室仪器设备的安全。分析化学实验室主要应预防化学药品的中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等危害人身安全的各种因素和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品可能产生的火灾、爆炸及跑水等事故。

(1) 实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口,实验结束后要洗手。

(2) 使用 KCN、As₂O₃、HgCl₂ 等剧毒品时要特别小心,用过的废物、废液不可乱扔、乱倒,要回收或加以特殊处理。

(3) 使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止溅出腐蚀皮肤、衣物等。易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体和气体,要在通风柜中操作(尤其是用它们热分解试样时)。浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,溅到实验台或地面上要用水稀释后擦掉。

(4) 使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行操作。如在原子吸收光谱实验中使用的各种火焰,其点燃与熄灭的原则是:先开助燃气,再开燃气;先关燃气,再关助燃气(即燃气按迟到早退原则开启)。乙炔钢瓶应存放在远离明火,通风较好,温度低于 35°C 的地方。钢瓶在更换前仍应保持部分压力。

(5) 仪器分析实验中,要在阅读仪器操作规程后或经老师讲解后再动手操作仪器。不要随便搬弄仪器,以免损坏或发生其他事故。

(6) 使用自来水后要及时关闭阀门,遇停水时要立即关闭阀门,以防来水后发生跑水,离开实验室之前应再检查自来水阀门是否完全关闭(使用冷凝器时较易忘记关闭冷却水)。

(7) 如果发生烫伤或割伤,可先利用实验室的小药箱进行简单处理,然后尽快去医院进行医治。

(8) 实验过程中万一发生火灾,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防止火势蔓延。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器进行灭火。着火范围较大时,应立即用灭火器灭火,并根据火情决定是否要报告消防部门。

三、分析化学实验室用水的规格、制备和检验方法

分析化学实验室用于溶解、稀释和配制溶液的水,都必须先经过纯化。分析要求不同,对水质纯度的要求也不同。故应根据不同的要求,采用不同的纯化方法制得纯水。

分析化学实验室用的纯水一般有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。

1. 分析化学实验室用水的规格

根据中华人民共和国国家标准 GB6682-92《分析化学实验室用水规格及试验方法》的规定,分析化学实验室用水分为三个级别:一级水、二级水和三级水。见表 1-1。

表 1-1 分析化学实验室用水规格

项目	一级	二级	三级
pH 范围, 25°C	—*	—	5.0~7.5
电导率, $\text{k}/(\text{ms}\cdot\text{m}^{-1})$, $25^{\circ}\text{C}\leq$	0.01	0.10	0.50
可氧化物以 (o) 计, $\rho(\text{o})/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}) <$	—	0.08	0.4
吸光度, 254nm , 1cm 光程, $A\leq$	0.001	0.01	—
蒸发残渣 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$, $\rho_{\text{B}}/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})\leq$	—	1.0	2.0
可溶性硅, 以 SiO_2 计, $\rho(\text{SiO}_2)/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}) <$	0.01	0.02	—

* 难以测定, 不作规定

一级水用于有严格要求的分析化学实验，包括对颗粒有要求的实验，如高效液相色谱用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后，再经 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。

二级水用于无机痕量分析等实验，如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

三级水用于一般的化学分析实验。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

实验室使用的蒸馏水，为保持纯净，蒸馏水瓶要随时加塞，专用虹吸管内外均应保持干净。蒸馏水瓶附近不要存放浓 HCl 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 等易挥发试剂，以防污染。通常用洗瓶取蒸馏水。用洗瓶取水时，不要取出其塞子和玻管，也不要将蒸馏水瓶上的虹吸管插入洗瓶内。

通常，普通蒸馏水保存在玻璃容器中，去离子水保存在聚乙烯塑料容器中。用于痕量分析的高纯水，如二次石英亚沸蒸馏水，则需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

2. 水纯度的检查

国家标准 GB6682-92 所规定的水纯度检查方法是法定的水质检查方法。根据各实验室分析任务的要求和特点，对实验用水也经常采用如下方法进行一些项目的检查。

(1) 酸度 要求纯水的 pH 在 6~7。检查方法是在两支试管中各加 10ml 待测水，一管中加 2 滴 0.1% 甲基红指示剂，不显红色；另一管中加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂，不显蓝色，即为合格。

(2) 硫酸根 取待测水 2~3ml 放入试管中，加 2~3 滴 2mol/L 盐酸酸化，再加 1 滴 0.1% 氯化钡溶液，放置 15 小时，不应有沉淀析出。

(3) 氯离子 取 2~3ml 待测水，加 1 滴 6mol/L 硝酸酸化，再加 1 滴 0.1% 硝酸银溶液，不应产生混浊。

(4) 钙离子 取 2~3ml 待测水，加数滴 6mol/L 氨水使呈碱性，再加饱和草酸铵溶液 2 滴，放置 12 小时后，无沉淀析出。

(5) 镁离子 取 2~3ml 待测水，加 1 滴 0.1% 鞣酐黄及数滴 6mol/L 氢氧化钠溶液，如有淡红色出现，即有镁离子，如呈橙色即合格。

(6) 铵离子 取 2~3ml 待测水，加 1~2 滴内氏试剂，如呈黄色则有铵离子。

(7) 游离二氧化碳 取 100ml 待测水注入锥形瓶中，加 3~4 滴 0.1% 酚酞溶液，如显淡红色，表明无游离二氧化碳；如为无色，可加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液至淡红色，1 分钟内不消失，即为终点，算出游离二氧化碳的含量。注意，氢氧化钠溶液用量不能超过 0.1ml。

水纯度的分析结果通常用以下几种方法表示。

(1) 毫克/升 (mg/L) 表示每升水中含有某物质的毫克数。

(2) 微克/升 ($\mu\text{g/L}$) 表示每升水中含有某物质的微克数。

(3) 硬度 我国采用 1L 水中含有 10mg 氧化钙作为硬度的 1 度，这和德国标准一致，所以有时也称为 1 德国度。

3. 各种纯度水的制备

(1) 蒸馏水 将自来水在蒸发装置上加热汽化，然后将蒸汽冷凝即得到蒸馏水。由于杂质离子一般不挥发，所以蒸馏水中所含杂质比自来水少得多，比较纯净，可达到三级水的指标，但还有少量金属离子、二氧化碳等杂质。

(2) 二次石英亚沸蒸馏水 为了获得比较纯净的蒸馏水, 可以进行重蒸馏, 并在准备重蒸馏的蒸馏水中加入适当的试剂以抑制某些杂质的挥发。如加入甘露醇能抑制硼的挥发, 加入碱性高锰酸钾可破坏有机物并防止二氧化碳蒸出。二次蒸馏水一般可达到二级标准。第二次蒸馏通常采用石英亚沸蒸馏器, 其特点是在液面上方加热, 使液面始终处于亚沸状态, 可使水蒸气带出的杂质减至最低。

(3) 去离子水 去离子水是使自来水或普通蒸馏水通过离子交换树脂柱后所得的水。制备时, 一般将水依次通过阳离子交换树脂柱、阴离子交换树脂柱和阴阳离子混合交换树脂柱。这样得到的水纯度比蒸馏水纯度高, 质量可达到二级或一级水指标, 但对非电解质及胶体物质无效, 同时会有微量的有机物从树脂溶出, 因此, 根据需要可将去离子水进行重蒸馏以得到高纯水。

市售 70 型离子交换纯水器可用于实验室制备去离子水。

四、常用玻璃仪器的洗涤及洗液的配制

分析化学实验中要求使用洁净的器皿, 因此, 在使用前必须将器皿充分洗净。常用的洗涤方法有 3 种。

(1) 刷洗 用水和毛刷洗涤, 除去器皿上的污渍和其他不溶性和可溶性杂质。

(2) 用去污粉、肥皂、合成洗涤剂洗涤 洗涤时先将器皿用水湿润, 再用毛刷蘸少许去污粉或洗涤剂, 将仪器内外刷洗一遍, 然后用水边冲边刷洗, 直至干净为止。

(3) 用铬酸洗液 (简称洗液) 洗涤 被洗涤器皿尽量保持干燥, 倒少许洗液于器皿中, 转动器皿使其内壁被洗液浸润 (必要时可用洗液浸泡), 然后将洗液倒回原装瓶内以备再用 (若洗液的颜色变绿, 则另作处理)。再用水冲洗器皿内残留的洗液, 直至干净为止。如用热的洗液洗涤, 则去污能力更强。

洗液主要用于洗涤被无机物玷污的器皿, 它对有机物和油污的去除能力也较强。常用来洗涤一些口小、管细等形状特殊的器皿, 如吸管、容量瓶等。

洗液具有强酸、强氧化性, 对衣服、皮肤、桌面、橡皮等有腐蚀作用, 使用时要特别小心。

不论用哪种方法洗涤器皿, 最后都必须先用自来水冲洗, 再用蒸馏水或去离子水荡洗三次。洗涤干净的器皿, 放去水后, 内壁只应留下均匀一薄层水, 如壁上挂着水珠, 说明没有洗干净, 必须重洗。

铬酸洗液的配制方法: 将 5g 重铬酸钾用少量水润湿, 慢慢加入 80ml 工业浓硫酸, 搅拌以加速溶解。冷却后贮存在磨口试剂瓶中, 以防吸水而失效。

五、化学试剂的一般知识

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分的, 一般可分为 4 个等级, 其规格见表 1-2。

在一般分析工作中, 通常使用 A. R 级的试剂。

此外, 还有基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂。可作为滴定分析法的基准物质, 也可用于直接法配制标准溶液。光谱纯试剂是在最高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的。光谱纯试剂专门用于光谱分析, 它是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目及强度来衡量的, 即其杂质含量用光谱

分析法时已测不出或其杂质含量低于某一限度。

表 1-2 化学试剂规格

等级	名称	英文名称	符号	标签标志
一等品	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	G. R	绿色
二等品	分析纯 (分析试剂)	Analytical reagent	A. R	红色
三等品	化学纯	Chemical pure	C. P 或 P	蓝色
四等品	实验试剂	Laboratory reagent	L. R	黄色等
	生物试剂	Biological reagent	B. R 或 C. R	黄色等

选择试剂时, 不要盲目地追求纯度高, 应根据分析工作的具体情况进行选择。例如, 配制铬酸洗液时, 仅需工业用的 $K_2Cr_2O_7$ 及工业硫酸即可, 若用 A. R 级的 $K_2Cr_2O_7$, 必定造成浪费。当然也不能随意降低试剂的规格而影响分析结果的准确度。

六、常用的基准物质

分析化学中常用的基准物质见表 1-3。

表 1-3 常用的基准物质

基准物质		干燥后的组成	干燥条件 (°C)	标定对象
名称	分子式			
碳酸氢钠	$NaHCO_3$	Na_2CO_3	270 ~ 300	酸
碳酸钠	$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$	Na_2CO_3	270 ~ 300	酸
硼砂	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	放在含氯化钠和蔗糖饱和液的干燥器中	酸
碳酸氢钾	$KHCO_3$	K_2CO_3	270 ~ 300	酸
草酸	$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$	$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$	室温空气干燥	碱或 $KMnO_4$
邻苯二甲酸氢钾	$KHC_8H_4O_4$	$KHC_8H_4O_4$	110 ~ 120	碱
重铬酸钾	$K_2Cr_2O_7$	$K_2Cr_2O_7$	140 ~ 150	还原剂
溴酸钾	$KBrO_3$	$KBrO_3$	130	还原剂
碘酸钾	KIO_3	KIO_3	130	还原剂
铜	Cu	Cu	室温干燥器中保存	还原剂
三氧化二砷	As_2O_3	As_2O_3	室温干燥器中保存	氧化剂
草酸钠	$Na_2C_2O_4$	$Na_2C_2O_4$	130	氧化剂
碳酸钙	$CaCO_3$	$CaCO_3$	110	EDTA
锌	Zn	Zn	室温干燥器中保存	EDTA
氧化锌	ZnO	ZnO	900 ~ 1000	EDTA
氯化钾	KCl	KCl	500 ~ 600	$AgNO_3$
氯化钠	NaCl	NaCl	500 ~ 600	$AgNO_3$
硝酸银	$AgNO_3$	$AgNO_3$	220 ~ 250	氯化物
氨基磺酸	$HOSO_2NH_2$	$HOSO_2NH_2$	在真空硫酸干燥器中保存 48 小时	碱

续表

基准物质		干燥后的组成	干燥条件 (°C)	标定对象
名称	分子式			
氟化钠	NaF	NaF	在铂坩锅中 500 ~ 550°C 下保存 40 ~ 50 分钟后, 置于硫酸干燥器中冷却	

七、气体钢瓶的使用及注意事项

1. 常用气体钢瓶的国家标准规定

气体钢瓶是由无缝碳素钢或合成钢制成,适用于装介质压力在 1.520×10^7 Pa 以下的气体。不同类型的气体钢瓶,其外表所漆的颜色、标记的颜色等有统一规定。我国钢瓶常用的标记,见表 1-4。

表 1-4 常用气体钢瓶的标记

气体钢瓶名称	外表颜色	字体颜色	压力 (Pa) 及色环	字样	工作压力 (Pa)	性质	钢瓶内气体状态
氧气	天蓝	黑	$P = 1.520 \times 10^7$, 无环 $P = 2.026 \times 10^7$, 白色一环 $P = 3.040 \times 10^7$, 白色二环	氧	1.471×10^7	助燃	压缩气体
氢气	深绿	红	$P = 1.520 \times 10^7$, 无环 $P = 2.026 \times 10^7$, 红 $P = 3.040 \times 10^7$, 红	氢	1.471×10^7	易燃	压缩气体
乙炔	白	红		乙炔	2.942×10^6	可燃	乙炔溶解在活性丙酮中
氮气	黑	黄	$P = 1.520 \times 10^7$, 无环 $P = 2.026 \times 10^7$, 棕色一环 $P = 3.040 \times 10^7$, 棕色二环	氮气	1.471×10^7	不可燃	压缩气体
氩气	灰	绿		氩	1.471×10^7	不可燃	压缩气体

2. 使用钢瓶时的注意事项

(1) 钢瓶应存放在阴凉、干燥,远离阳光、暖气、炉火等热源的地方。离明火要在 10m 以上,室温不要超过 35°C ,并有必要的通风设备。最好放在室外,用导管通入。

(2) 搬动钢瓶时要稳拿轻放,并旋上安全帽。放置使用时,必须固定好,防止倒下击爆。开启安全帽和阀门时,不能用锤或凿敲打,而要用扳手慢慢开启。

(3) 使用时要用减压阀(二氧化碳和氨气钢瓶可例外),要检查钢瓶气门的螺丝扣是否完好。一般可燃气体的钢瓶气门螺纹是反扣的(如氢气、乙烯等),腐蚀性气体(如氯气等)一般不用减压阀。各种减压阀不能混用。

(4) 氧气钢瓶的气门、减压阀严禁沾染油脂。

(5) 钢瓶附件各连接处都要使用合适的衬垫防漏,如铝垫、薄金属片、石棉垫等均可,不能用棉、麻等织物,以防燃烧。检查接头或管道是否漏气时,对于可燃气体可用肥皂水涂于被检查处进行观察,但氧气和氢气不可用此法。检查钢瓶气门是否漏