



全国中医药行业高等教育“**十二五**”规划教材



全国高等中医药院校规划教材(第九版)

分析化学实验

供中药学类、药学类、制药工程等专业用

主 编 © 王淑美

0652.1-43
23

全国百佳图书出版单位

中国中医药出版社

013061111

0652.1-43
23



全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材
全国高等中医药院校规划教材（第九版）

分析化学实验

（化学分析部分）

（新世纪第二版）

（供中药学类、药学类、制药工程等专业用）

主 编 王淑美（广东药学院）
 副主编 卞金辉（成都中医药大学）
 黄建梅（北京中医药大学）
 吴明侠（河南中医学院）
 邓海山（南京中医药大学）
 吴 萍（湖南中医药大学）
 贺吉香（山东中医药大学）
 翟海云（广东药学院）



中国中医药出版社
· 北 京 ·

0652.1-43



北航 C1667973

33

111100110

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/王淑美主编. —2 版. —北京: 中国中医药出版社, 2013. 8

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5132-1549-7

I. ①分… II. ①王… III. ①分析化学—化学实验—中医院校—教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 144529 号

中国中医药出版社出版
北京市朝阳区北三环东路 28 号易亨大厦 16 层
邮政编码 100013
传真 010 64405750
北京时代华都印刷有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 8 字数 174 千字
2013 年 8 月第 2 版 2013 年 8 月第 1 次印刷
书号 ISBN 978-7-5132-1549-7

*

定价 15.00 元
网址 www.cptcm.com

如有印装质量问题请与本社出版部调换
版权专有 侵权必究

社长热线 010 64405720

购书热线 010 64065415 010 64065413

书店网址 csln.net/qksd/

官方微博 http://e.weibo.com/cptcm

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材

全国高等中医药院校规划教材（第九版）

专家指导委员会

- 名誉主任委员 王国强（卫生部副部长兼国家中医药管理局局长）
邓铁涛（广州中医药大学教授 国医大师）
- 主任委员 李大宁（国家中医药管理局副局长）
- 副主任委员 王永炎（中国中医科学院名誉院长 教授 中国工程院院士）
张伯礼（中国中医科学院院长 天津中医药大学校长 教授
中国工程院院士）
洪 净（国家中医药管理局人事教育司巡视员兼副司长）
- 委 员（以姓氏笔画为序）
- 王 华（湖北中医药大学校长 教授）
王 键（安徽中医药大学校长 教授）
王之虹（长春中医药大学校长 教授）
王北婴（国家中医药管理局中医师资格认证中心主任）
王亚利（河北医科大学副校长 教授）
王国辰（全国中医药高等教育学会教材建设研究会秘书长
中国中医药出版社社长）
王省良（广州中医药大学校长 教授）
车念聪（首都医科大学中医药学院院长 教授）
石学敏（天津中医药大学教授 中国工程院院士）
匡海学（黑龙江中医药大学校长 教授）
刘振民（全国中医药高等教育学会顾问 北京中医药大学教授）
孙秋华（浙江中医药大学党委书记 教授）
严世芸（上海中医药大学教授）
李大鹏（中国工程院院士）
李玛琳（云南中医学院院长 教授）
李连达（中国中医科学院研究员 中国工程院院士）
李金田（甘肃中医学院院长 教授）
杨关林（辽宁中医药大学校长 教授）
吴以岭（中国工程院院士）

吴咸中 (天津中西医结合医院主任医师 中国工程院院士)
吴勉华 (南京中医药大学校长 教授)
肖培根 (中国医学科学院研究员 中国工程院院士)
陈可冀 (中国中医科学院研究员 中国科学院院士)
陈立典 (福建中医药大学校长 教授)
范永升 (浙江中医药大学校长 教授)
范昕建 (成都中医药大学校长 教授)
欧阳兵 (山东中医药大学校长 教授)
周 然 (山西中医学院院长 教授)
周永学 (陕西中医学院院长 教授)
周仲瑛 (南京中医药大学教授 国医大师)
郑玉玲 (河南中医学院院长 教授)
胡之璧 (上海中医药大学教授 中国工程院院士)
耿 直 (新疆医科大学副校长 教授)
徐安龙 (北京中医药大学校长 教授)
唐 农 (广西中医药大学校长 教授)
梁光义 (贵阳中医学院院长 教授)
程莘农 (中国中医科学院研究员 中国工程院院士)
陈明人 (江西中医药大学校长 教授)
谢建群 (上海中医药大学常务副校长 教授)
路志正 (中国中医科学院研究员 国医大师)
廖端芳 (湖南中医药大学校长 教授)
颜德馨 (上海铁路医院主任医师 国医大师)

秘 书 长

王 键 (安徽中医药大学校长 教授)
洪 净 (国家中医药管理局人事教育司巡视员兼副司长)
王国辰 (全国中医药高等教育学会教材建设研究会秘书长
中国中医药出版社社长)

办公室主任

周 杰 (国家中医药管理局人事教育司教育处处长)
林超岱 (中国中医药出版社副社长)
李秀明 (中国中医药出版社副社长)

办公室副主任

王淑珍 (全国中医药高等教育学会教材建设研究会副秘书长
中国中医药出版社教材编辑部主任)
裴 颢 (中国中医药出版社教材编辑部副主任)

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材
全国高等中医药院校规划教材(第九版)

《分析化学实验》编委会

- 主 编 王淑美 (广东药学院)
- 副主编 卞金辉 (成都中医药大学)
黄建梅 (北京中医药大学)
吴明侠 (河南中医学院)
邓海山 (南京中医药大学)
吴 萍 (湖南中医药大学)
贺吉香 (山东中医药大学)
翟海云 (广东药学院)
- 编 委 尹 华 (浙江中医药大学)
王新宏 (上海中医药大学)
李 锦 (天津中医药大学)
谢晓梅 (安徽中医药大学)
陈 丽 (福建中医药大学)
黄荣增 (湖北中医药大学)
徐可进 (长春中医药大学)
王 瑞 (山西中医学院)
王 巍 (辽宁中医药大学)
何翠微 (广西中医药大学)
胡亚楠 (河南中医学院)
曹秀莲 (河北医科大学中医学院)
范卓文 (黑龙江中医药大学)
贺少堂 (陕西中医学院)
张明昶 (贵阳中医学院)
彭晓霞 (甘肃中医学院)
谢一辉 (江西中医药大学)
蒋 亚 (西南交通大学药学院)

前 言

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材是为贯彻落实《国家中长期教育改革和发展规划纲要(2010-2020年)》、《教育部关于“十二五”普通高等教育本科教材建设的若干意见》和《中医药事业发展“十二五”规划》，依据行业人才需求和全国各高等中医药院校教育教学改革新发展，在国家中医药管理局人事教育司的主持下，由国家中医药管理局教材办公室、全国中医药高等教育学会教材建设研究会总结历版中医药行业教材特别是新世纪全国高等中医药院校规划教材建设经验的基础上，进行统一规划建设的。鉴于由中医药行业主管部门主持编写的全国高等中医药院校规划教材目前已出版八版，为便于了解其历史沿革，同时体现其系统性和传承性，故本套教材又可称“全国高等中医药院校规划教材(第九版)”。

本套教材坚持以育人为本，重视发挥教材在人才培养中的基础性作用，充分展现我国中医药教育、医疗、保健、科研、产业、文化等方面取得的新成就，以期成为符合教育规律和人才成长规律，并具有科学性、先进性、适用性的优秀教材。

本套教材具有以下主要特色：

1. 继续采用“政府指导，学会主办，院校联办，出版社协办”的运作机制

在规划、出版全国中医药行业高等教育“十五”、“十一五”规划教材时(原称“新世纪全国高等中医药院校规划教材”新一版、新二版，亦称第七版、第八版，均由中国中医药出版社出版)，国家中医药管理局制定了“政府指导，学会主办，院校联办，出版社协办”的运作机制，经过两版教材的实践，证明该运作机制符合新时期教育部关于高等教育教材建设的精神，同时也是适应新形势下中医药人才培养需求的更高效的教材建设机制，符合中医药事业培养人才的需要。因此，本套教材仍然坚持这个运作机制并有所创新。

2. 整体规划，优化结构，强化特色

此次“十二五”教材建设工作对高等中医药教育3个层次多个专业的必修课程进行了全面规划。本套教材在“十五”、“十一五”优秀教材基础上，进一步优化教材结构，强化特色，重点建设主干基础课程、专业核心课程，加强实验实践类教材建设，推进数字化教材建设。本套教材数量上较第七版、第八版明显增加，专业门类上更加齐全，能完全满足教学需求。

3. 充分发挥高等中医药院校在教材建设中的主体作用

全国高等中医药院校既是教材使用单位，又是教材编写工作的承担单位。我们发出关于启动编写“全国中医药行业高等教育‘十二五’规划教材”的通知后，各院校积极响应，教学名师、优秀学科带头人、一线优秀教师积极参加申报，凡被选中参编的教师都以积极热情、严肃认真、高度负责的态度完成了本套教材的编写任务。

4. 公开招标，专家评议，健全主编遴选制度

本套教材坚持公开招标、公平竞争、公正遴选主编原则。国家中医药管理局教材办公室和全国中医药高等教育学会教材建设研究会制订了主编遴选评分标准,经过专家评审委员会严格评议,遴选出一批教学名师、高水平专家承担本套教材的主编,同时实行主编负责制,为教材质量提供了可靠保证。

5. 继续发挥执业医师和职称考试的标杆作用

自我国实行中医、中西医结合执业医师准入制度以及全国中医药行业职称考试制度以来,第七版、第八版中医药行业规划教材一直作为考试的蓝本教材,在各种考试中发挥了权威标杆作用。作为国家中医药管理局统一规划实施的第九版行业规划教材,将继续在行业的各种考试中发挥其标杆性作用。

6. 分批进行,注重质量

为保证教材质量,本套教材采取分批启动方式。第一批于2011年4月启动中医学、中药学、针灸推拿学、中西医临床医学、护理学、针刀医学6个本科专业112种规划教材。2012年下半年启动其他专业的教材建设工作。

7. 锤炼精品,改革创新

本套教材着力提高教材质量,努力锤炼精品,在继承与发扬、传统与现代、理论与实践的结合上体现了中医药教材的特色;学科定位准确,理论阐述系统,概念表述规范,结构设计更为合理;教材的科学性、继承性、先进性、启发性及教学适应性较前八版有不同程度提高。同时紧密结合学科专业发展和教育教学改革,更新内容,丰富形式,不断完善,将学科、行业的新知识、新技术、新成果写入教材,形成“十二五”期间反映时代特点、与时俱进的教材体系,确保优质教育资源进课堂,为提高中医药高等教育本科教学质量和人才培养质量提供有力保障。同时,注重教材内容在传授知识的同时,传授获取知识和创造知识的方法。

综上所述,本套教材由国家中医药管理局宏观指导,全国中医药高等教育学会教材建设研究会倾力主办,全国各高等中医药院校高水平专家联合编写,中国中医药出版社积极协办,整个运作机制协调有序,环环紧扣,为整套教材质量的提高提供了保障机制,必将成为“十二五”期间全国高等中医药教育的主流教材,成为提高中医药高等教育教学质量和人才培养质量最权威的教材体系。

本套教材在继承的基础上进行了改革与创新,但在探索的过程中,难免有不足之处,敬请各教学单位、教学人员以及广大学生在使用中发现问题及时提出,以便在重印或再版时予以修正,使教材质量不断提升。

国家中医药管理局教材办公室
全国中医药高等教育学会教材建设研究会
中国中医药出版社
2012年6月

编写说明

《分析化学实验》是全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材、全国高等中医药院校规划教材（第九版）《分析化学》的配套教材。是依据《分析化学》教学大纲和各院校的使用实际情况编写而成。全书共十章，四十个实验。章节按照教材内容编排，与教材内容对应，以利于教学和训练学生的基本实验技能。内容包括化学分析中的称量操作、重量分析法、滴定分析基本操作、酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、电位法及双指示电极电流滴定法八个章节内容。根据需要还增加了分析化学实验基本知识、设计性实验和综合性实验两个章节。全书收载实验内容丰富，验证性实验都是成熟的实验题材，重现性好，易于操作，有些是《中国药典》的实际内容，设计性实验和综合性实验也是结合中药分析选取素材，专业特色明显，实用性强，既可得到方法学训练，又可得到专业训练，为将来从事中药类专业工作打下良好的分析实验基础。

本实验教材在原新世纪全国高等中医药院校规划教材《分析化学实验》基础上，结合各兄弟院校实验课程开设情况进行了修订和完善，内容较多，以供各校根据实验情况选用。

由于编者水平有限，错误之处在所难免，请广大读者在使用过程中多提宝贵意见，以便再版时修订提高。

《分析化学实验》编委会
2013年6月

目 录

第一章 分析化学实验基本知识	1
一、分析化学实验的任务和要求	1
二、实验室注意事项	2
三、纯水的制备及检验	3
四、化学试剂的一般知识	4
五、定量分析中常用的玻璃仪器	6
六、滤纸及滤器	12
七、实验数据的记录、处理和实验报告	13
第二章 化学分析中的称量操作	15
一、分析天平	15
二、分析天平的使用	21
实验一 分析天平称量练习	21
第三章 重量分析法	24
一、重量分析基本操作	24
二、重量分析实验	29
实验二 葡萄糖干燥失重的测定	29
实验三 盐酸黄连素的含量测定	30
实验四 生药灰分的测定	32
实验五 芒硝中硫酸钠的含量测定	33
第四章 滴定分析基本操作	36
实验六 滴定分析基本操作练习	36
实验七 容量分析器皿的校准	37
第五章 酸碱滴定法	41
实验八 氢氧化钠标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	41
实验九 苯甲酸的含量测定	42
实验十 白砷砂中氯化铵的含量测定	43
实验十一 食醋中总酸度的测定	45
实验十二 山楂中总有机酸的含量测定	47
实验十三 盐酸标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	48
实验十四 药用硼砂的含量测定	49

实验十五	混合碱溶液各组分含量测定	50
实验十六	高氯酸标准溶液的配制与标定	52
实验十七	枸橼酸钠的含量测定	54
实验十八	α -氨基酸含量测定	55
第六章	沉淀滴定法	57
实验十九	AgNO_3 标准溶液和 NH_4SCN 标准溶液的配制和标定	57
实验二十	溴化钾的含量测定	59
实验二十一	大青盐的含量测定	61
第七章	配位滴定法	63
实验二十二	EDTA 标准溶液的配制与标定	63
实验二十三	水硬度的测定	65
实验二十四	中药明矾的含量测定	67
第八章	氧化还原滴定法	69
实验二十五	KMnO_4 标准溶液的配制与标定	69
实验二十六	过氧化氢的含量测定	70
实验二十七	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	72
实验二十八	I_2 标准溶液的配制与标定	74
实验二十九	胆矾中硫酸铜的含量测定	76
实验三十	维生素 C 的含量测定	78
实验三十一	苯酚的含量测定	79
第九章	电位法及双指示电极电流滴定法	82
实验三十二	溶液 pH 的测定	82
实验三十三	磷酸的电位滴定	85
实验三十四	醋酸的电位滴定	92
实验三十五	饮用水中氟含量的测定	93
实验三十六	永停滴定法	97
第十章	设计性实验和综合性实验	100
实验三十七	中药白矾砂中 NH_4^+ 离子的含量测定	102
实验三十八	NaH_2PO_4 和 Na_2HPO_4 混合物中各组分的含量测定	103
实验三十九	醋酸钠的含量测定	104
实验四十	冰硼散中冰片、朱砂、硼砂和玄明粉的含量测定	105
附录		107
参考文献		114

第一章

分析化学实验基本知识

一、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学科。分析化学实验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,养成严格、认真和实事求是、一丝不苟的科学作风。通过验证性实验(一般性实验)、综合性实验和设计性实验的系统训练,培养学生观察与动手的能力、分析和解决问题的能力、创新思维和创新实践的能力;树立严格“量”的概念,学会实验数据的处理方法,为学习后续课程和将来从事实际工作打下扎实的基础。为了完成上述任务,提出以下要求:

1. 实验前的预习

预习是做好实验的基础,学生在实验之前,一定要认真阅读有关实验教材,明确本实验的目的、任务、有关原理、操作的主要步骤及注意事项,做到心中有数。并写好报告中的部分内容(如实验名称、日期、目的要求、简要原理、实验内容与步骤的简要描述),以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 实验过程中注意事项

(1) 进行每一步操作时,都要积极思考这一步操作的目的和作用,可能出现什么现象等。

(2) 每人都必须备有专用实验记录本和报告本(单),随时把必要的数据和现象清楚地、正确地记录在专用的记录本上。

(3) 应严格地遵守操作规程及注意事项。实验前不应动仪器和试剂,使用不熟悉的仪器和试剂之前,应查阅有关书籍或请教指导教师,不要随意进行实验,以免损坏仪器,浪费试剂,使实验失败,更重要的是预防发生意外事故。

(4) 自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,使实验室环境清洁、卫生,仪器安置有序,节约实验用品,废液应按规定处理排放。

3. 实验完毕后注意事项

对实验所得结果和数据,按实际情况及时进行处理、计算和分析。重视总结实验中的经验教训,用专用实验报告单认真写好实验报告,按时交给指导老师。及时洗涤、清理仪器,切断(或关闭)电源和水阀。

记录和报告注意事项及评分标准:

(1) 实验报告应包括下列内容:实验名称,日期,目的要求,实验原理,实验内容与步骤的简要描述(可用箭头流程式表示),测量所得数据,各种观察现象(包括文字与

图像)与注解,数据处理和实验结果,问题和讨论。

这几项内容的取舍、繁简,应视各个实验的具体需要而定,只要符合实验报告的要求,能简化的应当简化,需保留的必须保留。

(2) 记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)、清楚。

(3) 记录本的篇页都应编号,不要随便撕去。严禁在小片纸上记录实验数据和现象。

(4) 记录和计算若有错误,应划掉重写,不得涂改,绝对不允许凑数据。

(5) 记录或处理分析数据应按有效数字运算规则处理。

(6) 实验结果常以多次测定的平均值表示并计算出相对平均偏差,有时还应计算出测定结果的置信区间或标准偏差。

(7) 成绩的评定包括:预习情况及对实验的态度;实验操作技能;原始记录的真实性及对实验结果的态度;实验报告的撰写是否认真和符合要求;实验结果的精密、准确度及有效数字的表达等。

二、实验室注意事项

1. 遵守实验室各项规章制度。

2. 经常保持实验室整洁和安静,注意桌面和仪器的整洁。

3. 禁止将食物和饮料带入实验室。实验中不用手触摸脸颊、眼等部位。一切化学药品严禁入口。所有药品不得带出实验室,用剩的药品应当归还。

4. 保持水槽清洁,切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内,废酸和废碱应小心倒入废液缸内,切勿倒入水槽,以免腐蚀下水道。

5. 爱护仪器,节约试剂、水和电等。

6. 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。在眼睛受到伤害时,必须立即送医院请眼科医生诊治。如果眼睛被溶于水的化学药品灼伤时,应先用大量的细水流洗涤眼睛,是碱灼伤时再用20%硼酸溶液淋洗,酸灼伤则用3%碳酸氢钠溶液淋洗。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时,应在通风橱中进行操作。稀释浓酸时应把浓酸加入水中,而不要把水加入浓酸中。

7. 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒,使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ,严禁在酸性介质中加入氰化物。

8. 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源,敞口操作应在通风橱中进行,取用试剂后的试剂瓶应及时加盖,置阴凉处存放,低沸点、低闪点有机溶剂不得在明火或电炉上加热,应在水浴、油浴或可调电压热套中加热。用过的溶剂不可倒入水槽中排放,应倒入回收瓶中集中处理。

9. 使用高压钢瓶时,要严格按操作规程操作。高压钢瓶的种类可根据其颜色加以辨认(见表1-1)。

10. 如果在实验过程中发生着火,应尽快切断电源和燃气源,并选择合适的灭火器

材扑灭之。若着火面积较大，在尽力扑救的同时应及时报警。

表 1-1 不同高压钢瓶的辨认

气体名称	瓶体颜色	字 样	字样颜色	横条颜色
氧气	天蓝	氧	黑	
氢气	深绿	氢	红	
氮气	黑	氮	黄	棕
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	
压缩空气	黑	压缩空气	白	
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
石油气	灰	石油气体	红	
氯气	灰	纯氯	绿	

11. 使用各种仪器时，要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后，方可动手操作。实验室电器设备的功率不得超过电源负载能力。电器设备使用前应检查其是否漏电，装置和设备的金属外壳等都应连接地线。使用电器时，人体与电器导电部分不能直接接触。也不能用湿手接触电器插头。

12. 实验结束后，电、水使用完毕应立即关闭，酒精灯使用完毕应立即熄灭。值日生和最后离开实验室的人员应再次检查确保它们已经关闭。

13. 如发生烫伤和割伤应及时处理，严重者应立即送医院救治。

14. 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作餐具。离开实验室时要仔细洗手，如曾使用过毒物，还应漱口。

三、纯水的制备及检验

1. 纯水的制备

根据分析的任务和要求的不同，对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作，采用蒸馏水或去离子水即可；超纯物质的分析，则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析工作中，离子选择电极法、配位滴定法和银量法用水的纯度较高。

(1) 蒸馏法：蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质，但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得的纯水，由于蒸馏器的材料不同，所带的杂质也不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2) 离子交换法：这是应用离子交换树脂分离出水中杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量纯度较高的水而成本较低。

(3) 电渗析法：电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的方法，即是在直流电场的作用下，利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而去除离子型杂质的方法。此法不能去除非离子型杂质，适合于要求不高的分析工作。

2. 纯水的合理选用及检验方法

(1) 纯水的规格: 在分析化学实验中, 应根据所做实验的水质要求, 合理地选用不同规格的纯水。我国已颁布了“分析实验室用水规格和试验方法”的国家标准[GB 6682—92]。标准中规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。表 1-2 为实验室用水的级别及主要指标。

表 1-2 分析实验室用水的级别和主要技术指标(引自 GB 6682—92)

指标名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	—	≤ 0.10	≤ 0.50
电阻率($\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O 计)/(mg/L)	—	0.08	< 0.4
蒸发残渣(105℃ \pm 2℃)/(mg/L)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计)(mg/L)	< 0.01	< 0.02	—

(2) 纯水常用的检验方法: 实验所用纯水的质量, 通常采用物理方法和化学方法检验其纯度来确定。检验项目主要有电导率(或电阻率)、pH、硅酸盐、氯离子及某些金属离子(如镁、铜、锌、铅、铁等)等。

① 电阻率: 25℃时电阻率为 $1.0 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水, $> 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 为超纯水。

② 碱度: 要求水的 pH 值在 6~7 范围内。对存放较长时间的水, 因溶解空气中的 CO_2 pH 值可降至 5.6 左右。取试管两支, 分别加入待检验之水 10mL, 在一试管中加入甲基红指示剂 2 滴, 不应显红色。在另一试管中加入 0.1% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)指示剂 5 滴, 不应显蓝色。

③ 氯离子: 取待检验之水 10mL, 用稀 HNO_3 酸化, 加 2 滴 1% AgNO_3 溶液摇匀后不应有浑浊现象。

④ 钙镁离子: 取待检验之水 10mL, 加氨水-氯化铵缓冲溶液(pH \approx 10)调节溶液 pH 值至 10 左右, 加入铬黑 T 指示剂 1 滴, 不应显红色。

四、化学试剂的一般知识

化学试剂产品很多, 门类也不少, 有无机试剂和有机试剂两大类。按用途分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、特效试剂、仪器分析专用试剂、指示剂、生化试剂、临床试剂、电子工业或食品工业专用试剂等。世界各个国家对化学试剂的分类和分级的标准不尽相同。我国化学试剂产品有国家标准(GB)、行业标准(ZB)和企业标准(QB)等。

1. 常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的, 一般可分为四个等级, 其规格和适用范围见表 1-3。

此外,还有一些特殊用途的“高纯”试剂,如光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。光谱纯试剂(符号 SP)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者其杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要作为光谱分析中的标准物质。

表 1-3 试剂规格和适用范围

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guarantee reagent	GR	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	AR	纯度仅次于一级品,适用于多数分析工作和科学研究工作	红色
三级品	化学纯	chemical pure	CP	纯度较二级品差些,适用于一般分析工作	蓝色
四级品	实验试剂 医用试剂	laboratorial reagent	LR	纯度较低,适合作实验辅助试剂	棕色或其他颜色
	生物试剂	biological reagent	BR 或 CR		黄色或其他颜色

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作滴定分析中的基准物是非常方便的,可用于直接配制标准溶液。

色谱纯试剂是指在仪器最高灵敏度(10^{-10} g)条件下进行分析无杂质峰出现的试剂。

在分析工作中,选用的试剂的纯度要与所用方法相当,实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应。若试剂都选用 GR 级的,则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶解,以免影响测定的准确度。

选用试剂时,要注意节约原则,不要盲目追求纯度高,应根据具体要求取用。优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯品,但有时由于包装或取用不慎而混入杂质,或运输过程中可能发生变化,或贮藏日久而变质,所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在特殊情况下,市售的试剂纯度不能满足要求时,分析者应自己动手精制。

常用化学试剂的检验,除经典的湿法化学分析外,已愈来愈多地使用物理方法和物理化学方法,如原子吸收分光光度法、发射光谱法、电化学分析法和紫外、红外、核磁共振波谱法及色谱分析法等。

2. 试剂取用及保管

分析工作者必须对化学试剂标准和性质有明确的认识,做到科学地存放和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。

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好,以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以

免被腐蚀。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时, 绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签, 写明试剂的名称、规格及配制日期。切不可在试剂瓶中存放不是标签上所写的试剂。没有标签标明名称和规格的试剂, 在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁, 以免日久褪色。

(5) 一般化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的环境中, 防止水分、灰尘和其他物质沾污。

(6) 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的试剂(如氢氟酸、氟化物、苛性碱等)应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。吸水性强的试剂(如碳酸盐、苛性钠、过氧化钠等)应严格用蜡密封。

(7) 见光会分解的试剂(如过氧化氢、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾等)、与空气接触易被氧化的试剂(如氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等)及易挥发的试剂(如溴)应存放在棕色瓶内, 置冷暗处存放。

(8) 相互间易起反应的试剂(如挥发的酸与氨、氧化剂与还原剂等)应分开存放。易燃的试剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等)与易爆炸的试剂(如高氯酸、过氧化物、某些硝基化合物与含氮化合物等)应分开存放在不受阳光直接照射的、阴凉通风的试剂柜中, 以防止挥发出的蒸气聚集而发生危险。

(9) 剧毒试剂(如氰化物、氢氟酸、汞盐、含砷化合物等)应特别妥善保管, 经严格手续取用, 防止发生事故。

(10) 在分析工作中, 试剂的浓度及用量应按要求适当使用, 过浓或过多, 不仅造成浪费, 而且还可能产生副反应, 甚至得不到正确的结果。

五、定量分析中常用的玻璃仪器

定量分析所用的仪器多为玻璃器皿, 根据用途可分为盛装溶液的容器类(如烧杯、试剂瓶等)、量度溶液容积的量器类(如量筒、滴定管、移液管、容量瓶等)及特殊用途类(如干燥器、表面皿、漏斗等)。图 1-1 为定量分析常用的一些仪器。

1. 玻璃仪器的洗涤与干燥

(1) 仪器的洗涤: 分析化学实验所用仪器应洁净, 洗净的仪器的内、外壁应被水均匀地润湿不挂水珠。实验室中常用的玻璃器皿, 如烧杯、锥形瓶、量筒、量杯、表面皿、试剂瓶等可用刷子蘸去污粉或洗涤剂直接刷洗器皿内外壁。再用自来水冲洗干净。

移液管、吸量管、容量瓶、滴定管等具有精确刻度的量器内壁不宜用刷子刷洗也不宜用强碱性洗涤剂洗涤, 以免损坏量器内壁而影响量器的准确性。通常将含 0.5% 左右合成洗涤剂的水溶液浸泡或倒入量器中摇动几分钟后弃去, 再用自来水冲洗干净。如果用这种方法仍未将污物洗净, 可用重铬酸洗液浸泡量器, 用过的洗液应倒回原瓶中, 用