

全国高等医药院校试用教材

(供药学专业用)

分析化学

南京药学院 主编

人民卫生出版社

中05022

全国高等医药院校试用教材

(供药学、中药专业用)

分 析 化 学

主 编 单 位

南 京 药 学 院

编 写 单 位

上海第一医学院 四 川 医 学 院

北 京 医 学 院 沈 阳 药 学 院

南 京 药 学 院

一九七九年五月

人 民 卫 生 出 版 社

分 析 化 学

南京药学院 主编

人 民 卫 生 出 版 社 出 版

人 民 卫 生 出 版 社 印 刷 厂 印 刷

新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行

787×1092 毫米 16 开本 36 $\frac{1}{2}$ 印张 4 插页 842 千字

1979 年 4 月第 1 版第 1 次印刷

印数: 1—73,200

统一书号: 14048·3662 定价: 2.85 元

编写说明

本书系由卫生部组织上海第一医学院、四川医学院、北京医学院、沈阳药学院和南京药学院编写的教材，供全国高等医药院校药学、中药等专业使用。

本书内容包括化学分析与仪器分析。化学分析包括定性分析与定量分析；根据专业需要，化学分析着重介绍容量分析；按方法分类，逐章阐述各种方法的基础理论、基本知识与基本技术，并单列一章讨论误差与数据处理。鉴于近年来本学科的迅猛发展，书中仪器分析部分增添了较多篇幅，对电化学分析、光学分析、色谱分析等方面的常用方法，分别作较深入的讨论；同时，对当前的较新进展，如高效液相层析、质谱、核磁共振谱等，亦作适当的介绍。书中各章大多附有应用实例，以便帮助对基础知识的理解和运用。药学、中药等不同专业对本学科的要求不尽相同，各校在使用本教材时可根据具体情况有所侧重。

本书系试用教材。由于编者水平所限，书中难免有缺点错误，请各院校师生在试用过程中及时提出批评意见，以便改正提高。

参加本书编写工作的有：上海第一医学院药学系陆明廉、刘大椿同志，四川医学院药学系江涛、杨胜华同志，北京医学院药学系刘书田、董善年、王紫薇同志，沈阳药学院罗旭、孙毓庆、高文兰同志，南京药学院于如霞、兰其田、倪青云、葛建华同志。

一九七八年六月

目 录

第一章 绪论	1
第一节 分析化学的任务和作用	1
第二节 分析化学的基本内容	1
一、化学分析	2
二、物理和物理化学分析——仪器分析	2
第三节 分析化学的发展趋势	3
第二章 定性分析	5
第一节 定性分析一般问题	5
一、定性分析的任务和方法	5
二、定性分析反应的特征和进行反应的条件	6
三、反应的灵敏度和选择性	7
四、系统分析与分别分析	10
第二节 阳离子分析	10
一、常见阳离子的一般性质	11
二、常见阳离子的分组方案	14
三、常见阳离子的鉴定反应	18
四、阳离子混合溶液的分析	31
第三节 阴离子分析	35
一、常见阴离子的分组和一般性质	35
二、常见阴离子的初步试验	40
三、常见阴离子的鉴定反应	43
四、阴离子混合溶液分析实例	51
第四节 样品定性分析的一般程序	53
一、初步观察及试样准备	53
二、初步试验	54
三、阴离子的试液制备及分析	55
四、阳离子的试液制备及分析	57
五、分析结果的判断	59
习题	60
第三章 分析天平与称量	62
第一节 天平的称量原理	62
第二节 分析天平的结构	62
第三节 分析天平应具备的条件	65
一、分析天平应具备的条件	65
二、天平的分级	66
第四节 常用分析天平	67
一、摇摆天平	67

二、空气阻尼天平	67
三、电光天平	68
第五节 称量方法	72
一、天平的检查与校正	72
二、称量方法	74
第六节 称量误差及其减免	75
一、被称物本身情况的改变	75
二、空气浮力	75
三、由于天平和砝码不合要求	76
四、由于分析者造成的误差	78
习题	78
第四章 重量法	79
第一节 概述	79
一、沉淀法	79
二、挥发法或称气化法	79
三、萃取法	79
第二节 挥发法	80
一、常压下加热干燥	80
二、减压加热干燥	80
三、干燥剂干燥	80
四、干燥失重测定实例	80
葡萄糖的干燥失重测定(80)	
第三节 萃取法	81
二盐酸奎宁注射液的含量测定(82)	
第四节 沉淀法	82
一、样品的称取及溶解	82
二、沉淀的制备	83
三、沉淀的过滤及洗涤	88
四、沉淀的干燥与灼烧	91
五、结果的计算	91
第五节 其它应用	93
一、炽灼残渣的测定	93
二、中草药灰分的测定	93
三、挥发性物质中不挥发物的测定	94
习题	94
第五章 容量分析的一般问题	95
第一节 容量分析的特点和主要方法	95
第二节 容量分析对化学反应的要求和滴定方式	96
第三节 标准溶液和基准物质	96
一、标准溶液的配制	96
二、标准溶液的标定	98

三、标准溶液浓度的表示法	98
第四节 容量分析的计算	99
一、容量分析计算的基本原则	99
二、容量分析计算实例	100
第五节 容量仪器及其校正	103
一、容量仪器	104
二、容量仪器的校正	107
习题	108
第六章 中和法	109
第一节 概述	109
第二节 酸碱指示剂	109
一、指示剂的变色原理	109
二、指示剂的变色范围	110
三、影响指示剂变色范围的因素	112
四、混合指示剂	114
第三节 强酸强碱的滴定	114
第四节 强碱滴定弱酸	117
一、滴定曲线	117
二、影响突跃范围大小的因素	119
第五节 强酸滴定弱碱	120
第六节 多元酸的滴定	122
第七节 盐的滴定和滴定误差	123
一、盐的滴定	123
二、滴定误差	124
第八节 标准溶液和基准物质	125
第九节 应用与实例	127
一、直接滴定	127
乙酰水杨酸的测定(127) 药用氢氧化钠的测定(128) 水杨酸钠的测定——双相滴 定法(128)	
二、间接滴定	129
硼酸的测定(129) 氮的测定(130) 硫酸苯丙胺的测定——萃取容量法(131) 醛的 测定(131)	
习题	132
第七章 容量沉淀法	134
第一节 概述	134
第二节 银量法	134
一、基本原理	134
二、指示终点的方法	135
三、标准溶液与基准物质	139
第三节 应用与实例	139
一、无机卤化物和有机氢卤酸盐的测定	139

溴化钾的测定(140) 盐酸麻黄硷片的含量测定(140)	
二、有机卤化物的测定	140
溴米那的测定(142) 二氯酚的测定(142)	142
三、形成不溶性银盐的有机化合物的测定	142
巴比妥的测定(143)	
习题	143
第八章 络合滴定法	144
第一节 概述	144
第二节 乙二胺四乙酸的性质及其络合物	145
一、EDTA 的电离平衡	145
二、EDTA 与金属离子的络合物	146
三、EDTA 络合物的稳定性	147
四、酸度对稳定性的影响	147
五、络合物的表观稳定常数	148
第三节 EDTA 滴定的原理	149
一、滴定曲线	149
二、酸度对络合滴定的影响	150
三、其他络合剂对络合滴定的影响	152
四、络合滴定条件的判断	154
第四节 指示剂	155
一、指示剂的原理	155
二、常用的金属指示剂	156
第五节 标准溶液	158
一、标准溶液的配制	158
二、标准溶液的标定	159
第六节 应用与实例	159
镁盐的测定(159) 钙盐的测定(159) 水的硬度测定(160) 铝盐的测定(161) 铋盐的测定(161) 硫酸盐的测定(162)	
习题	162
第九章 氧化还原法	164
第一节 概述	164
一、氧化还原反应的特点	164
二、氧化还原当量	165
三、氧化还原法的分类	166
四、Nernst 方程式	166
第二节 铈量法	170
一、滴定曲线	170
二、氧化还原指示剂	173
三、标准溶液和基准物质	175
四、应用与实例	176
硫酸亚铁糖浆的含量测定(176)	176
第三节 碘量法	177

一、滴定反应	177
二、指示剂	178
三、标准溶液与基准物质	179
四、应用与实例	180
维生素C的测定(181) 葡萄糖的测定(181) 硫酸铜的测定(182) 漂白粉中有效氯 的测定(182)	
第四节 溴酸钾法及溴量法	183
一、溴酸根的反应及终点的确定	183
二、标准溶液和基准物质	184
三、应用与实例	184
卡巴肿的测定(184) 苯酚的测定(185)	
第五节 高锰酸钾法	186
一、滴定反应和条件	186
二、标准溶液和基准物质	186
三、应用与实例	187
过氧化氢的测定(187) 硫酸亚铁的测定(187)	
第六节 高碘酸钾法	188
一、高碘酸钾溶液的性质	188
二、标准溶液	189
三、应用与实例	189
甘油的测定(189) 甘露醇的测定(190)	
第七节 亚硝酸钠法	190
一、重氮化反应及其条件	190
二、亚硝基化反应	191
三、指示终点方法	192
四、标准溶液与基准物质	193
五、应用与实例	194
扑热息痛的测定(194) 磷酸伯氨喹的测定(194) 盐酸普鲁卡因的测定(195)	
习题	195
第十章 非水滴定法	197
第一节 概述	197
第二节 非水滴定的基本原理	197
一、质子论的酸硷概念	197
二、溶剂的性质	199
三、非水介质中的酸碱平衡	206
第三节 硷的滴定	207
一、溶剂	207
二、标准溶液与基准物质	207
三、指示剂	209
四、应用与实例	210
咖啡因的测定(210) 枸橼酸钾的测定(211) 盐酸麻黄硷的测定(211) 咳必清(枸 橼酸维静宁)的测定(212)	

第四节 酸的滴定	212
一、溶剂	212
二、标准溶液与基准物质	212
三、指示剂	214
四、应用与实例	214
甲氮酰胺的测定(216) 三氟噻嗪的测定(216)	
第五节 水的滴定——Karl Fischer 法	217
一、滴定剂与溶剂	217
二、指示终点的方法	220
三、应用与实例	220
冰醋酸中水分的测定(221) 注射用青霉素 G 钾中水分的测定(221)	
习题	221
第十一章 误差和数据处理	223
第一节 误差及其种类	223
一、系统误差	223
二、偶然误差	224
三、准确度和精密度	225
第二节 几个基本的统计概念	226
一、频数分布	226
二、正态分布	227
三、平均值和分散度	229
第三节 测量误差对计算结果的影响——误差的传递	232
一、可定误差的传递	232
二、不可定误差的传递	233
第四节 有效数字、逸出值的舍弃和计算规则	235
一、有效数字	235
二、逸出值的舍弃	236
三、计算规则	238
第五节 回归分析和实验数据的标绘	239
一、回归分析	239
二、实验数据的标绘	243
习题	243
第十二章 电位法及永停滴定法	245
第一节 概述	245
第二节 电位测定法的基本原理	245
一、电极电位、指示电极	245
二、电极电位的测定、参比电极	246
第三节 电位法测定溶液的 pH 值	247
一、测定 pH 值用的电极	247
二、电位法测定 pH 值的原理、方法及仪器	252
第四节 离子选择电极	256

一、离子选择电极的测量原理	256
二、离子选择电极的类型	256
三、离子选择电极的性能	258
四、应用离子选择电极的测定方法	259
五、应用	261
第五节 电位滴定法	261
一、电位滴定的原理与方法	262
二、电位滴定的类型、应用与实例	267
弱酸的 pKa 的测定(267) 卤素及其混合离子的测定(269) 用 EDTA 法测定钙离子	
(270) 盐酸四咪唑的测定(272)	
第六节 永停滴定法	273
一、原理	273
二、仪器装置与操作	275
习题	276
第十三章 比色法	278
第一节 概述	278
第二节 基本原理	278
一、有色溶液对不同波长光线的吸收	278
二、光吸收的定量定律	280
第三节 目视比色法	283
第四节 光电比色法	283
一、光电比色计	283
二、比色方法	286
第五节 比色分析的误差	287
一、对 Beer-Lambert 定律的偏离	287
二、透光率读数误差	288
第六节 显色反应及其条件	290
一、显色反应的类型举例	290
二、反应条件	293
第七节 应用与实例	295
一、硫氰化铬铵法测定生物碱和含氮有机碱的含量	295
益母草注射液中总生物碱的含量测定(295)	
二、麦角生物硷的测定	295
马来酸麦角新碱注射液的含量测定(295)	
三、芦丁的测定	296
四、咖啡酸的测定	297
五、强心甙的测定	298
习题	298
第十四章 可见-紫外分光光度法	300
第一节 概述	300
第二节 可见-紫外吸收光谱	306

一、辐射能和电磁波谱	300
二、吸收光谱	302
第三节 分光光度计	309
一、分光光度计的主要部件	309
二、分光光度计的类型	312
第四节 定性、定量方法及其应用	314
一、定性方法	314
二、化合物中杂质的检查	315
三、定量方法	316
维生素 B ₁₂ 的含量测定(317) 四环素、金霉素混合物的测定(318) 银黄注射液的测定(319) 阿司匹林中水杨酸的测定(320)	
第五节 吸收光谱与分子结构的关系	322
一、有机化合物的吸收光谱	322
二、有机化合物结构的研究	331
习题	333
第十五章 红外分光光度法	335
第一节 概述	335
第二节 基本原理	337
一、振动能级与振动光谱	337
二、振动形式	338
三、基频峰与泛频峰	341
四、特征峰与相关峰	343
五、吸收峰的位置	345
六、吸收峰强度	351
七、典型光谱	352
第三节 红外分光光度计	356
一、红外分光光度计的主要部件	357
二、光路	360
第四节 定性定量分析	361
一、制样	361
二、定性分析	363
三、定量分析	370
本章常用符号	372
主要基团的红外特征吸收峰	373
习题	378
第十六章 荧光法	382
第一节 概述	382
第二节 荧光法的基本原理	382
一、荧光的发生	382
二、激发光谱与荧光光谱	384
三、分子结构与荧光	385

四、荧光定量分析	386
五、影响荧光强度的因素	388
第三节 测定荧光强度的仪器	389
一、荧光计的主要部件	390
二、荧光计的类型	391
第四节 应用与实例	394
一、有机化合物的荧光分析	394
尿中雌激素总量的测定(394)	
二、无机化合物的荧光分析	395
习题	395
第十七章 液相层析法	396
第一节 概述	396
一、层析过程	396
二、层析法的分类	397
第二节 柱层析法	398
一、液-固吸附柱层析法	398
二、液-液分配柱层析法	403
三、层析谱的展开	404
第三节 纸层析法	405
一、原理	405
二、操作方法	406
三、应用与实例	409
磺胺类药物的纸上层析(409) 丹参注射液中原儿茶醛的测定(410)	
第四节 薄层层析法	410
一、原理	410
二、固定相的选择	411
三、展开剂的选择	411
四、操作方法	411
五、应用与实例	415
判断合成反应进行的程度(416)	
判断普鲁卡因合成反应进行的程度(416)	
检查药物的纯度(416)	
潘生丁纯度的检查(416)	
中草药的分离提纯(416)	
洋金花注射剂中有效成分的提纯(416)	
用于微量物质的测定(417)	
亚硫酸氢钠穿心莲内酯的薄层定量(417)	
第五节 聚酰胺薄膜层析法	417
一、吸附原理	418
二、聚酰胺薄膜	419
三、展开剂	419
四、应用与实例	419

第六节 离子交换法	421
一、离子交换树脂的化学结构	421
二、离子交换树脂的特性	422
三、离子交换理论	424
四、应用与实例	425
除去干扰离子(425) 盐类的测定(426)	
第七节 凝胶层析简介	426
一、凝胶的化学结构	427
二、凝胶的选择	428
三、凝胶层析原理	429
四、应用与实例	430
脱盐(430) 浓缩(430) 用于分离精制(430) 分子量的测定(430)	
习题	431
第十八章 气相层析法	432
第一节 概述	432
一、气相层析法的分类及发展	432
二、气相层析仪的一般流程	433
第二节 层析理论	433
一、基本概念	433
二、层析过程——差速迁移	435
三、塔板理论	437
四、Van Deemter 方程式简介	441
第三节 层析柱	444
一、固定液	444
二、担体(载体)	447
三、填充柱的制备	448
第四节 检测器	449
一、热导池检测器	449
二、氢焰离子化检测器	451
三、检测器性能指标	453
第五节 分离条件选择与样品的预处理	454
一、分离条件的选择	454
二、样品的预处理	458
第六节 定性、定量分析	459
一、定性分析	459
二、定量分析	461
峰面积测量(462) 定量方法(462)	
第七节 应用与实例	466
一、微量水分的测定	466
冰醋酸的含水量测定(466)	
二、含醇量测定	469
强力霉素含醇量测定(469)	

三、药品的含量测定	469
四、中草药成分分析	469
砂仁挥发油成分的 GC-IR 分析(470)	
五、药品的气相层析方法	470
习题	470
第十九章 高效液相层析法	473
第一节 概述	473
第二节 基本原理	474
一、四种类型液相层析的保留值	474
二、四种类型液相层析的分配系数	475
三、Van Deemter 方程式简介	476
第三节 固定相与流动相	477
一、固定相	477
二、流动相	481
三、固定相与流动相的选择	483
第四节 仪器	484
一、高压泵	484
二、层析柱及其填充	486
三、检测器	488
第五节 定性、定量分析	490
一、定性分析	490
二、定量分析	490
第六节 应用与实例	492
一、复方解热镇痛片	492
APC 片的高效液相层析法测定(492)	
二、维生素类药物	492
维生素混合物的分离(492)	
三、激素类药物的分离	492
激素的分离(493)	
四、生物碱	493
生物碱的混合物的分离(493)	
五、有机酸	494
苯酚酸的分离(494)	
习题	494
第二十章 质谱法简介	496
第一节 概述	496
一、离子的产生	496
二、离子的分离与检测	497
三、质谱仪的分辨率	497
四、质谱图	498
第二节 各种类型的质谱峰	499
一、分子离子峰	499

二、碎片离子峰	500
三、同位素峰	503
四、亚稳峰	505
五、多电子峰	506
第三节 质谱解析简介	506
一、分子离子峰的确定	506
二、有机化合物的质谱实例	507
第二十一章 核磁共振光谱法	514
第一节 基本原理	514
一、原子核的自旋	514
二、原子核的共振	516
三、弛豫	516
第二节 化学位移	517
一、化学位移的表示方法	517
二、屏蔽原理	519
第三节 自旋偶合和自旋分裂	520
一、偶合常数	520
二、一级图谱	522
第四节 核磁共振光谱仪器	524
第五节 应用与实例	526
一、异丙苯	526
二、丁酸甲酯	526
第二十二章 样品定量分析的一般步骤	528
第一节 取样	528
第二节 样品的溶解	530
一、溶解样品常用的溶剂	530
二、熔融样品常用的熔剂	531
第三节 干扰物质的分离与测定方法的选择原则	531
一、干扰物质的分离	531
二、测定方法的选择原则	532
习题	533
附录一 国际制(SI)基本单位及常用常数	534
附录二 定性分析练习试液的配制	536
附录三 试剂的配制	538
附录四 各种盐类的溶解情况	542
附录五 酸、碱在水中的电离常数	546
附录六 难溶化合物的溶度积	549
附录七 金属络合物的稳定常数	551
附录八 标准电极电位表	553
附录九 常用式量表	560

附录十 国际原子量表	561
附录十一 对数表	563
附录十二 逆对数表	565
主要参考书	567