

卫生部“十二五”规划教材
全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材
全国高等学校药学专业第七轮规划教材



• 供药学类专业用 •

分析化学 实验指导

主 编 赵怀清

第 3 版

武科大图书馆



A1079072



人民卫生出版社
PEOPLE'S MEDICAL PUBLISHING HOUSE

卫生部“十二五”规划教材
全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材
全国高等学校药学专业第七轮规划教材
供药学类专业用

分析化学实验指导

第3版

主 编 赵怀清
编 者 (以姓氏笔画为序)
朱 蕊 (第二军医大学)
李云兰 (山西医科大学)
郁韵秋 (复旦大学药学院)
赵怀清 (沈阳药科大学)
聂 磊 (山东大学药学院)
袁 波 (沈阳药科大学)
黄丽英 (福建医科大学)
彭 彦 (华中科技大学同济药学院)
温金莲 (广东药学院)
熊志立 (沈阳药科大学)

武科大图书馆



A1079072

人民卫生出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验指导/赵怀清主编.—3版.—北京:
人民卫生出版社,2011.7
ISBN 978-7-117-14390-5

I. ①分… II. ①赵… III. ①分析化学-化学实验-
高等学校-教学参考资料 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 100025 号

门户网: www.pmph.com 出版物查询、网上书店
卫人网: www.ipmph.com 护士、医师、药师、中
医
师、卫生资格考试培训

版权所有,侵权必究!

分析化学实验指导 第 3 版

主 编: 赵怀清
出版发行: 人民卫生出版社(中继线 010-59780011)
地 址: 北京市朝阳区潘家园南里 19 号
邮 编: 100021
E-mail: pmph@pmph.com
购书热线: 010-67605754 010-65264830
010-59787586 010-59787592
印 刷: 北京蓝迪彩色印务有限公司
经 销: 新华书店
开 本: 787×1092 1/16 印张: 12
字 数: 287 千字
版 次: 2004 年 2 月第 1 版 2011 年 7 月第 3 版第 11 次印刷
标准书号: ISBN 978-7-117-14390-5/R·14391
定 价: 25.00 元
打击盗版举报电话: 010-59787491 E-mail: WQ@pmph.com
(凡属印装质量问题请与本社销售中心联系退换)

卫生部“十二五”规划教材 全国高等学校药学类专业第七轮规划教材

出版说明

全国高等学校药学类专业本科卫生部规划教材是我国最权威的药学类专业教材,于1979年出版第一版,1987年、1993年、1998年、2003年、2007年进行了5次修订,并于2007年出版了第六轮规划教材。第六轮规划教材主干教材29种,全部为卫生部“十一五”规划教材,其中22种为教育部规划的普通高等教育“十一五”国家级规划教材;配套教材25种,全部为卫生部“十一五”规划教材,其中3种为教育部规划的普通高等教育“十一五”国家级规划教材。本次修订编写出版的第七轮规划教材中主干教材共30种,其中修订第六轮规划教材28种。《生物制药工艺学》未修订,沿用第六轮规划教材;新编教材2种,《临床医学概论》、《波谱解析》;配套教材21种,其中修订第六轮配套教材18种,新编3种。全国高等学校药学专业第七轮规划教材及其配套教材均为卫生部“十二五”规划教材、全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材,具体品种详见出版说明所附书目。

该套教材曾为全国高等学校药学类专业唯一一套统编教材,后更名为规划教材,具有较高的权威性和一流水平,为我国高等教育培养大批的药学专业人才发挥了重要作用。随着我国高等教育体制改革的不断深入发展,药学类专业办学规模不断扩大,办学形式、专业种类、教学方式亦呈多样化发展,我国高等药学教育进入了一个新的时期。同时,随着国家基本药物制度建设的不断完善及相关法规政策、标准等的出台,以及《中国药典》(2010年版)的颁布等,对高等药学教育也提出了新的要求和任务。此外,我国新近出台的《医药卫生中长期人才发展规划(2011—2020年)》对我国高等药学教育和药学专门人才的培养提出了更高的目标和要求。为跟上时代发展的步伐,适应新时期我国高等药学教育改革和发展的要求,培养合格的药学专门人才,以满足我国医药卫生事业发展的需要,从而进一步做好药学类专业本科教材的组织规划和质量保障工作,全国高等学校药学专业教材第三、第四届评审委员会围绕药学专业第六轮教材使用情况、药学教育现状、新时期药学领域人才结构等多个主题,进行了广泛、深入地调研,并对调研结果进行了反复、细致地分析论证。根据药学专业教材评审委员会的意见和调研、论证的结果,全国高等医药教材建设研究会、人民卫生出版社决定组织全国专家对第六轮教材进行修订,并根据教学需要组织编写了部分新教材。

药学类专业第七轮规划教材的编写修订,坚持紧紧围绕全国高等学校药学类专业(本科)教育和人才培养目标要求,突出药学专业特色,以教育部新的药学教育纲要为基础,以国家执业药师资格准入标准为指导,按照卫生部等相关部门及行业用人要求,强调培养目标与用人要求相结合,在继承和巩固前六轮教材建设工作成果的基础上,不断创新

和发展,进一步提高教材的水平和质量。同时还特别注重学生的创新意识和实践能力培养,注重教材整体优化,提高教材的适应性和可读性,更好地满足教学的需要。

为了便于学生学习、教师授课,在做好传承的基础上,本轮教材在编写形式上有所创新,采用了“模块化编写”。教材各章开篇,以普通高等学校药学本科教学要求为标准编写“学习要求”,正文中根据课程、教材特点有选择性地增加“知识链接”“实例解析”“知识拓展”“小结”。为给希望进一步学习的学生提供阅读建议,部分教材在“小结”后增加了“选读材料”。

需要特别说明的是,全国高等学校药学专业第三届教材评审委员会成立于2001年,至今已10年,随着教育教学改革的发展和专家队伍的发展变化,根据教材建设工作的需要,在修订编写本轮规划教材之初,全国高等医药教材建设研究会、人民卫生出版社对第三届教材评审委员会进行了改选换届,成立了第四届教材评审委员会。无论新老评审委员,都为本轮教材工作做出了重要贡献,在此向他们表示衷心的感谢!

由于众多学术水平一流和教学经验丰富的专家教授都积极踊跃和严谨认真地参与本套教材的编写,从而使教材的质量得到不断完善和提高,并被广大师生所认同。在此我们对长期支持本套教材编写修订的专家和教师及同学们表示诚挚的感谢!

本轮教材出版后,各位教师、学生在使用过程中,如发现问题请反馈给我们,以便及时更正和修订完善。

全国高等医药教材建设研究会

人民卫生出版社

2011年5月

卫生部“十二五”规划教材 全国高等学校药学类专业 第七轮规划教材书目

序号	教材名称	主编	单位
1	药学导论(第3版)	毕开顺	沈阳药科大学
2	高等数学(第5版)	顾作林	河北医科大学
	高等数学学习指导与习题集(第2版)	王敏彦	河北医科大学
3	医药数理统计方法(第5版)	高祖新	中国药科大学
4	物理学(第6版)(配光盘)	武宏	山东大学物理学院
	物理学学习指导与习题集(第2版)	武宏	山东大学物理学院
5	物理化学(第7版)(配光盘)	李三鸣	沈阳药科大学
	物理化学学习指导与习题集(第3版)	李三鸣	沈阳药科大学
	物理化学实验指导(第2版)(双语)	崔黎丽	第二军医大学
6	无机化学(第6版)	张天蓝	北京大学药学院
	无机化学学习指导与习题集(第3版)	姜凤超	华中科技大学同济药学院
7	分析化学(第7版)(配光盘)	李发美	沈阳药科大学
	分析化学学习指导与习题集(第3版)	赵怀清	沈阳药科大学
	分析化学实验指导(第3版)	赵怀清	沈阳药科大学
8	有机化学(第7版)	陆涛	中国药科大学
	有机化学学习指导与习题集(第3版)	陆涛	中国药科大学
9	人体解剖生理学(第6版)	岳利民	四川大学华西基础医学与法医学院
		崔慧先	河北医科大学
10	微生物学与免疫学(第7版)	沈关心	华中科技大学同济医学院
11	生物化学(第7版)	姚文兵	中国药科大学
12	药理学(第7版)	朱依淳	复旦大学药学院
		殷明	上海交通大学药学院
	药理学学习指导与习题集(第2版)	程能能	复旦大学药学院
13	药物分析(第7版)	杭太俊	中国药科大学
	药物分析学习指导与习题集***	于治国	沈阳药科大学
	药物分析实验指导***	范国荣	第二军医大学
14	药用植物学(第6版)	张浩	四川大学华西药学院
	药用植物学实践与学习指导***	黄宝康	第二军医大学

序号	教材名称	主编	单位
15	生药学(第6版)	蔡少青	北京大学药学院
	生药学实验指导(第2版)	刘塔斯	湖南中医药大学
16	药物毒理学(第3版)	楼宜嘉	浙江大学药学院
17	临床药物治疗学(第3版)	姜远英	第二军医大学
18	药物化学(第7版)(配光盘)	尤启冬	中国药科大学
	药物化学学习指导与习题集(第3版)	孙铁民	沈阳药科大学
19	药剂学(第7版)	崔福德	沈阳药科大学
	药剂学学习指导与习题集(第2版)	王东凯	沈阳药科大学
	药剂学实验指导(第3版)	崔福德	沈阳药科大学
20	天然药物化学(第6版)	吴立军	沈阳药科大学
	天然药物化学习题集(第3版)	吴立军	沈阳药科大学
	天然药物化学实验指导(第3版)	吴立军	沈阳药科大学
21	中医学概论(第7版)	王建	成都中医药大学
22	药事管理学(第5版)(配光盘)	杨世民	西安交通大学医学院
	药事管理学学习指导与习题集(第2版)	杨世民	西安交通大学医学院
23	药学分子生物学(第4版)	张景海	沈阳药科大学
24	生物药剂学与药物动力学(第4版)	刘建平	中国药科大学
	生物药剂学与药物动力学学习指导与习题集(第2版)	李高	华中科技大学同济药学院
25	药学英语(上、下册)(第4版)(配光盘)	史志祥	中国药科大学
	药学英语学习指导(第2版)	史志祥	中国药科大学
26	药物设计学(第2版)	徐文方	山东大学药学院
27	制药工程原理与设备(第2版)	王志祥	中国药科大学
28	生物技术制药(第2版)	王凤山	山东大学药学院
29	生物制药工艺学*	何建勇	沈阳药科大学
30	临床医学概论**	于锋	中国药科大学
31	波谱解析**	孔令义	中国药科大学

*为第七轮未修订,直接沿用第六轮规划教材;**为第七轮新编教材;***为第七轮新编配套教材。

全国高等学校药学专业第四届 教材评审委员会名单

顾 问

郑 虎 四川大学华西药学院

主任委员

毕开顺

副主任委员

姚文兵 朱家勇 张志荣

委 员 (以姓氏笔画为序)

王凤山	山东大学药学院
刘俊义	北京大学药学院
朱依淳	复旦大学药学院
朱家勇	广东药学院
毕开顺	沈阳药科大学
张志荣	四川大学华西药学院
张淑芳	中国执业药师协会
李 高	华中科技大学同济药学院
李元建	中南大学药学院
李勤耕	重庆医科大学
杨世民	西安交通大学医学院
杨晓红	吉林大学药学院
陆 涛	中国药科大学
陈 忠	浙江大学药学院
罗光明	江西中医学院
姚文兵	中国药科大学
姜远英	第二军医大学
曹德英	河北医科大学
黄 民	中山大学药学院
彭代银	安徽中医学院
潘卫三	沈阳药科大学

前 言

《分析化学实验指导》第3版是《分析化学》第7版的配套教材之一,与《分析化学学习指导与习题集》第3版及《分析化学第7版配套光盘》组成系列教材。

本书是在《分析化学实验指导》第2版的基础上修订编写而成的。修订后的《分析化学实验指导》,内容充实,涵盖面广。全书分为22章,其中第1、2两章没有具体实验,第1章主要介绍分析化学实验基本知识,第2章介绍实验数据记录、处理和实验报告撰写等基本要求。为了适应更多院校实验条件以及满足药学、化学制药、生物制药、中药学、化学与化工等不同专业的教学要求,对原有实验内容进行了必要的调整和增减,主要删除了仪器介绍,使全书更为简明扼要。由于各校实验课时不同,实验内容也不完全相同,因此,各使用院校可根据实际情况自行选用。

本书由赵怀清(主编)、朱臻宇、李云兰、郁韵秋、袁波、聂磊、黄丽英、彭彦、温金莲和熊志立共10位编委,通力协作编写而成。

本书是为了配合分析化学理论课教学,适应《分析化学》第7版的内容需要而编写的。经全体编者集体讨论,分工编写,再经定稿会议讨论,由主编整理定稿。

本书及其系列教材的编写工作得到了各编委所在院校的大力支持,尤其是沈阳药科大学和上海第二军医大学药学院承办了编写会议和定稿会议,在此一并致谢。本书使用了上一版中的大部分图、表和资料,特此对未参加本次修订编写工作的原编者致以谢意。

由于编者水平有限,书中难免存在错误和不妥之处,恳请专家和读者批评指正。

编 者

2011年3月

目 录

第一章 分析化学实验基本知识	1
第一节 分析化学实验的目的和要求.....	1
第二节 分析化学实验的一般知识.....	2
一、玻璃仪器的洗涤.....	2
二、分析化学实验的常用试剂和水.....	2
三、溶液的配制.....	3
四、实验室安全知识.....	4
第二章 实验数据记录、处理和实验报告	5
一、实验记录.....	5
二、数据处理和结果计算.....	6
三、实验数据的整理和表达.....	7
四、实验报告.....	8
第三章 分析天平和称量实验	10
第一节 分析天平.....	10
一、电光分析天平.....	10
二、电子天平.....	15
三、分析天平的使用规则和称量方法.....	16
第二节 分析天平的称量练习实验.....	18
实验一 电光分析天平称量练习.....	18
实验二 电子天平称量练习.....	20
第四章 滴定分析基本操作实验	22
第一节 滴定分析常用器皿和操作.....	22
一、滴定管.....	22
二、量瓶.....	25
三、移液管.....	26
四、碘量瓶、称量瓶、试剂瓶.....	28
五、干燥器.....	28
第二节 滴定分析基本操作练习实验.....	29
实验三 滴定分析操作练习.....	29

实验四 容量仪器的校正	30
第五章 酸碱滴定实验	34
实验五 氢氧化钠标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	34
实验六 醋酸的测定	37
实验七 阿司匹林的测定	37
实验八 混合酸(盐酸和磷酸)的测定	38
实验九 盐酸标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	39
实验十 药用硼砂的测定	40
实验十一 氧化锌的测定	41
实验十二 药用氢氧化钠的测定	42
实验十三 高氯酸标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	43
实验十四 水杨酸钠的测定	45
第六章 配位滴定实验	46
实验十五 EDTA 标准溶液(0.05mol/L)的配制与标定	46
实验十六 水的硬度测定	47
实验十七 明矾的测定	48
实验十八 混合物中钙和镁的测定	49
实验十九 氯化钙的含量测定	50
第七章 氧化还原滴定实验	52
实验二十 碘标准溶液(0.05mol/L)的配制与标定	52
实验二十一 硫代硫酸钠标准溶液(0.1mol/L)的配制与标定	53
实验二十二 维生素 C 的测定	55
实验二十三 葡萄糖的测定	56
实验二十四 铜盐的测定	57
实验二十五 高锰酸钾标准溶液(0.02mol/L)的配制与标定	58
实验二十六 过氧化氢的测定	59
实验二十七 药用硫酸亚铁的测定	61
第八章 沉淀滴定实验	62
实验二十八 硝酸银标准溶液(0.1mol/L)和硫氰酸铵标准溶液(0.1mol/L) 的配制与标定	62
实验二十九 氯化钠的测定	63
第九章 重量分析基本操作和实验	65
第一节 重量分析基本操作	65
第二节 重量分析实验	69
实验三十 葡萄糖干燥失重的测定	69

实验三十一	氯化钡结晶水的测定	70
实验三十二	硫酸钠的测定	72
第十章	电位法和永停滴定法实验	74
第一节	电位法实验	74
实验三十三	用 pH 计测定溶液的 pH	74
实验三十四	氟离子选择电极性能检查及水样中氟离子的测定	77
实验三十五	磷酸的电位滴定	80
第二节	永停滴定法实验	82
实验三十六	亚硝酸钠标准溶液的配制与标定	82
实验三十七	磺胺嘧啶的重氮化滴定	84
第十一章	紫外-可见分光光度法实验	86
实验三十八	分光光度计的性能检查	86
实验三十九	工作曲线法测定水中的铁	89
实验四十	维生素 B ₁₂ 吸收光谱的绘制及其注射液的鉴别和测定	91
实验四十一	双波长分光光度法测定复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑的含量	92
实验四十二	导数光谱法测定安钠咖注射液中咖啡因	94
实验四十三	褶合光谱法定性鉴别间苯二酚和苯酚	96
第十二章	荧光分析法实验	98
实验四十四	硫酸奎宁的激发光谱和发射光谱的测定	98
实验四十五	荧光法测定硫酸奎尼丁	99
实验四十六	荧光法测定维生素 B ₂ 含量	101
第十三章	红外吸收光谱法实验	103
实验四十七	傅里叶变换红外光谱仪的性能检查	103
实验四十八	乙酰水杨酸红外吸收光谱的测定	106
第十四章	原子吸收分光光度法实验	108
实验四十九	火焰原子吸收法测定自来水中钙和镁的含量	108
实验五十	肝素钠中杂质钾盐的限量检查	110
第十五章	核磁共振波谱法实验	112
实验五十一	核磁共振波谱仪的性能检查	112
实验五十二	有机化合物的核磁共振图谱测定和解析	113
第十六章	质谱法实验	121
实验五十三	正二十四烷的质谱分析	121

第十七章 平面色谱法实验	123
实验五十四 薄层色谱法测定硅胶(黏合板)的活度	123
实验五十五 复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑和甲氧苄啶的薄层色谱分离和 鉴定	124
实验五十六 薄层扫描测定黄柏中盐酸小檗碱的含量	125
实验五十七 氨基酸的纸色谱法分离和鉴定	126
实验五十八 四逆汤中乌头碱的限量检查	128
第十八章 气相色谱法实验	129
实验五十九 填充色谱柱的制备	129
实验六十 气相色谱仪的性能检查	130
实验六十一 常用气相色谱定性参数的测定	133
实验六十二 归一化法测定烷烃混合物含量	134
实验六十三 苯系物的分离鉴定及色谱系统适用性试验	135
实验六十四 内标法测定酊剂中乙醇含量	137
实验六十五 程序升温毛细管气相色谱法测定药物中有机溶剂残留量	138
第十九章 高效液相色谱法实验	141
实验六十六 高效液相色谱仪的性能检查和色谱参数的测定	141
实验六十七 高效液相色谱-蒸发光散射法的色谱条件优化	143
实验六十八 内标对比法测定对乙酰氨基酚	145
实验六十九 校正因子法测定复方炔诺酮片中炔诺酮和炔雌醇	147
实验七十 外标法测定阿莫西林	149
实验七十一 归一化法检查维生素 K ₁ 中顺式异构体的限量	150
第二十章 毛细管电泳法实验	152
实验七十二 毛细管区带电泳法分离手性药物的对映异构体	152
第二十一章 色谱-质谱联用分析实验	154
实验七十三 气相色谱-质谱联用分析甲苯、氯苯和溴苯	154
实验七十四 高效液相色谱-质谱联用选择离子监测法测定人血浆中的单硝 酸异山梨酯	155
实验七十五 高效液相色谱-质谱联用选择反应监测法测定人血浆中阿奇 霉素	157
第二十二章 综合实验和设计实验	161
实验七十六 化学定量分析综合及设计实验	161
实验七十七 化学和仪器定量分析综合及设计实验	162

附录一	元素的相对原子质量表(2005)	165
附录二	常用化合物的相对分子质量表	168
附录三	常用酸碱的密度和浓度	170
附录四	常用缓冲溶液的配制	171
附录五	常用指示剂	172
附录六	常用基准物质的干燥条件和应用范围	175
附录七	常用溶剂的截止波长和黏度	176

第一节 分析化学实验的目的和要求

分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学实验课与分析化学理论课一样,是化学和药学类专业的主要基础课程之一。它与分析化学理论教学紧密结合,但又是一门独立课程。分析化学实验包括化学分析实验和仪器分析实验两大部分。

分析化学实验课的目的是:巩固和加深学生对分析化学基本概念和基本理论的理解,并使学生会运用所学的理论 and 知识指导实验、解释实验现象和解决实验中出现的问題,做到理论联系实际;使学生正确熟练地掌握化学分析和仪器分析的基本操作和技能,学会正确合理地选择实验条件和实验仪器,善于观察实验现象和进行实验记录,正确处理测量数据和表达实验结果;培养学生良好的实验习惯、实事求是的科学态度和严谨细致的工作作风,以及独立思考、分析问题、解决问题的能力;使学生逐步地掌握科学研究的技能和方 法,为学习后续课程和做好将来工作奠定良好的实践基础。

为了达到上述目的,对分析化学实验课提出以下基本要求:

1. 认真预习 每次实验课前学生必须明确实验目的和要求,理解分析方法和分析仪器工作的基本原理,熟悉实验内容和操作程序及注意事项,提出不清楚的问题,写好预习报告,做到心中有数。

2. 仔细实验,如实记录,积极思考 实验过程中,学生要认真地学习有关分析方法的基本操作技术,在教师的指导下正确使用仪器,要严格按照规范进行操作。细心观察实验现象,及时将实验条件和现象以及分析测试的原始数据记录于实验记录本上,不得随意涂改;同时要勤于思考分析问题,培养良好的实验习惯和科学作风。

3. 认真写好实验报告 学生应认真整理、分析、归纳、计算实验结果,并及时写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验原理、主要试剂、仪器及其工作条件、实验步骤、实验数据(或图谱)及其分析处理过程、实验结果和讨论。实验报告应简明扼要,图表清晰。

4. 严格遵守实验室规则,注意安全 在实验过程中,学生应保持实验室内安静、整洁,保持实验台面清洁,将仪器和试剂按照规定摆放整齐有序。爱护实验仪器设备,实验中如发现仪器工作不正常,应及时报告教师处理。实验中要注意节约和环保。安全使用电、煤气和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后,应将所用的试剂及仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好实验室。

第二节 分析化学实验的一般知识

一、玻璃仪器的洗涤

分析化学实验中使用的玻璃器皿应洁净透明,其内外壁能被水均匀地润湿且不挂水珠。

(一) 洗涤方法

洗涤分析实验用的玻璃器皿时,一般要先洗去污物,用自来水冲净洗涤液,至内壁不挂水珠后,再用纯水(蒸馏水或去离子水)淋洗三次。除去油污的方法视器皿而异,烧杯、锥形瓶、量筒和离心管等可用毛刷蘸合成洗涤剂刷洗。滴定管、移液管、吸量管和容量瓶等具有精密刻度的玻璃量器,不宜用刷子刷洗,可以用合成洗涤剂浸泡一段时间。若仍不能洗净,可用铬酸洗液洗涤。洗涤时先尽量将水沥干,再倒入适量铬酸洗液,转动或摇动仪器,让洗液布满仪器内壁,待与污物充分作用后,将铬酸洗液倒回原瓶中(切勿倒入水池)。光学玻璃制成的比色皿可用热的合成洗涤剂或盐酸-乙醇混合液浸泡内外壁数分钟(时间不宜过长)。洗涤仪器时需注意如下事项:

1. 不是任何器具都要用洗涤剂和洗液进行洗涤。常规使用中的器皿,没有污物时,可只用自来水洗涤。
2. 洗涤剂和洗液洗涤后的器皿一定要用自来水将洗涤液彻底冲洗干净,不得有任何残留。
3. 使用自来水冲洗或纯水淋洗时,都应遵循少量多次的原则,且每次都尽量将水沥干,以提高效率。

(二) 常用的洗涤剂

1. **铬酸洗液** 是饱和 $K_2Cr_2O_7$ 的浓 H_2SO_4 溶液,具有强氧化性,能除去无机物、油污和部分有机物。其配制方法是:称取 10g $K_2Cr_2O_7$ (工业级即可)于烧杯中,加入约 20ml 热水溶解后,在不断搅拌下,缓慢加入 200ml 浓 H_2SO_4 ,冷却后,转入玻璃瓶中,备用。铬酸洗液可反复使用,新配制的铬酸洗液呈暗红色,当洗液呈绿色时,已经失效,须重新配制。铬酸洗液腐蚀性很强,且对人体有害,使用时应特别注意安全,不可将其倒入水池。

2. **合成洗涤剂** 主要是洗衣粉、洗洁精等,适用于去除油污和某些有机物。

3. **盐酸-乙醇溶液** 是化学纯盐酸和乙醇(1:2)的混合溶液,用于洗涤被有色物污染的比色皿、量瓶和移液管等。

4. **有机溶剂洗涤液** 主要是丙酮、乙醚、苯或 NaOH 的饱和乙醇溶液,用于洗去聚合物、油脂及其他有机物。

二、分析化学实验的常用试剂和水

1. **常用化学试剂** 化学试剂种类繁多,分析化学实验中常用的试剂分为:一般试剂、基准试剂和专用试剂。

一般试剂是实验室中最普遍使用的试剂,根据其所含杂质的多少可划分为优级纯、分析纯、化学纯和生物试剂,其规格、适用范围和标签颜色见表 1-1。

表 1-1 一般试剂的规格和适用范围

试剂规格	符号	适用范围	标签颜色
优级纯	GR	精密分析实验	绿
分析纯	AR	一般分析实验	红
化学纯	CP	一般化学实验	蓝
生物试剂	BR 或 CR	生物化学实验	黄色等

分析化学实验中的基准试剂(又称标准试剂)常用于配制标准溶液。基准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠。我国规定滴定分析的第一基准和滴定分析工作基准其主体含量分别为 $100\% \pm 0.02\%$ 和 $100\% \pm 0.05\%$ 。

专用试剂是指具有专门用途的试剂。例如色谱纯试剂、核磁共振分析用试剂、光谱纯试剂等。专用试剂主体含量较高,杂质含量很低。但不能作为分析化学中的基准试剂。

2. 试剂的使用和保存 要根据分析对象的组成、含量,对分析结果准确度的要求和分析方法的灵敏度、选择性,合理地选用相应的试剂。化学分析实验通常使用分析纯试剂,标准溶液的配制和标定需用基准试剂;仪器分析实验一般使用优级纯、分析纯或专用试剂。

固体试剂用洁净、干燥的小勺取用,液体试剂用洁净、干燥的滴管或移液管移取,多取的试剂不许倒回原试剂瓶中。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。取用后应立即将原试剂瓶盖好,防止污染、变质、吸水或挥发。

氧化剂、还原剂必须密闭,避光保存。易挥发的试剂应低温保存,易燃、易爆试剂要贮存于避光、阴凉通风的地方,必须有安全措施。剧毒试剂必须专门妥善保管。所有试剂瓶上应保持标签完好。

3. 分析用水 纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据实验的任务和要求不同,对水的纯度要求也不同。一般的分析实验采用蒸馏水或去离子水即可,而对于超纯物质或痕量、超痕量物质的分析,则要使用高纯水(一级水)。

纯水的质量指标主要是电导率。我国将分析实验用水分为三级。一、二、三级水的电导率分别为小于或等于 $0.01\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.10\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.50\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。化学分析实验常用三级水(一般蒸馏水或去离子水),仪器分析实验多用二级水(多次蒸馏水或离子交换水)。本书中所指“水”均指符合上述各自要求的水。纯水在贮存和与空气接触中都会引起电导率的改变。水越纯,其影响越显著。一级水必须临用前制备,不宜存放。

三、溶液的配制

分析化学中需要配制滴定分析用标准溶液、仪器分析中制备校正曲线用的标准溶液和测量溶液 pH 用标准缓冲溶液及其他一般溶液。

滴定分析的标准溶液用基准物质(基准试剂和某些纯金属)配制,基准物质的性质等已在分析化学教材中介绍。配制仪器分析使用的标准溶液可能用到专门试剂、高纯试剂、纯金属及其他标准物质、优级纯及分析纯试剂等。配制 pH 标准缓冲溶液的纯水电导率应不大于 $0.02\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$,配制碱性溶液所用纯水应预先煮沸 15min 以上,以除去水中的 CO_2 。