



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

全国高等医药院校药学类实验双语教材

QUANGUO GAODENG YIYAO YUANXIAO YAOXUELEI  
SHIYAN SHUANGYU JIAOCAI

# 分析化学实验与指导

(第二版)

〔主编 严拯宇〕

EXPERIMENT AND  
GUIDE FOR  
ANALYTICAL CHEMISTRY  
(Second Edition)



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  
全国高等医药院校药理学类实验双语教材

# 分析化学实验与指导

(第二版)

Experiment and Guide for Analytical Chemistry

(Second Edition)

主 编 严拯宇

副主编 杜迎翔 钟文英

编 委 (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)

钟文英 (中国药科大学)

范华均 (广东药学院)

周大顺 (中国药科大学)

郁 健 (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各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编写而成。全书共分五章,包括分析化学实验基本知识、分析化学基本操作、基本实验、设计实验和图谱查阅。42个实验全部采用中英文对照,便于双语实验教学。

本书可供药学类院校的本科及专科学生分析化学实验教学使用。

### 图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验与指导/严拯宇主编. —2版.—北京:中国医药科技出版社,2009.7

普通高等教育“十一五”国家级规划教材. 全国高等医药院校药学类实验双语教材

ISBN 978-7-5067-4307-5

I. 分… II. 严… III. 分析化学—化学实验—双语教学—高等学校—教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第110172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](http://www.cspyp.com.cn)

规格 787×1092mm<sup>1</sup>/<sub>16</sub>

印张 18<sup>1</sup>/<sub>4</sub>

字数 370千字

初版 2005年8月第1版

版次 2009年8月第2版

印次 2009年8月第5次印刷

印刷 北京季蜂印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-4307-5

定价 33.00元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

# 全国高等医药院校药学类规划教材常务编委会

出版

名誉主任委员 吴阶平 蒋正华 卢嘉锡

名誉副主任委员 邵明立 林蕙青

主任委员 吴晓明 (中国药科大学)

副主任委员 吴春福 (沈阳药科大学)

姚文兵 (中国药科大学)

吴少楨 (中国医药科技出版社)

刘俊义 (北京大学药学院)

朱依淳 (复旦大学药学院)

张志荣 (四川大学华西药学院)

朱家勇 (广东药学院)

委 员 (按姓氏笔画排列)

王应泉 (中国医药科技出版社)

叶德泳 (复旦大学药学院)

刘红宁 (江西中医学院)

毕开顺 (沈阳药科大学)

吴 勇 (四川大学华西药学院)

李元建 (中南大学药学院)

李 高 (华中科技大学同济药学院)

杨世民 (西安交通大学药学院)

陈思东 (广东药学院)

姜远英 (第二军医大学药学院)

娄红祥 (山东大学药学院)

曾 苏 (浙江大学药学院)

程牛亮 (山西医科大学)

秘 书 罗向红 (沈阳药科大学)

徐晓媛 (中国药科大学)

浩云涛 (中国医药科技出版社)

高鹏来 (中国医药科技出版社)

## 出版说明

全国高等医药院校药学类专业规划教材是目前国内体系最完整、专业覆盖最全面、作者队伍最权威的药学类教材。随着我国药学教育事业的快速发展,药学及相关专业办学规模和水平的不断扩大和提高,课程设置的不断更新,对药学类教材的质量提出了更高的要求。

全国高等医药院校药学类规划教材编写委员会在调查和总结上轮药学类规划教材质量和使用情况的基础上,经过审议和规划,组织中国药科大学、沈阳药科大学、广东药学院、北京大学药学院、复旦大学药学院、四川大学华西药学院、北京中医药大学、西安交通大学药学院、山东大学药学院、山西医科大学药学院、第二军医大学药学院、山东中医药大学、上海中医药大学和江西中医学院等数十所院校的教师共同进行药学类第三轮规划教材的编写修订工作。

药学类第三轮规划教材的编写修订,坚持紧扣药学类专业本科教育培养目标,参考执业药师资格准入标准,强调药学特色鲜明,体现现代医药科技水平,进一步提高教材水平和质量。同时,针对学生自学、复习、考试等需要,紧扣主干教材内容,新编了相应的学习指导与习题集等配套教材。

本套教材由中国医药科技出版社出版,供全国高等医药院校药学类及相关专业使用。其中包括理论课教材 82 种,实验课教材 38 种,配套教材 10 种,其中有 45 种入选普通高等教育“十一五”国家级规划教材。

全国高等医药院校药学类规划教材

编写委员会

2009 年 8 月 1 日

# 序

实验教学是高等药学院校最基本的教学形式之一，对培养学生科学的思维与方法、创新意识与能力，全面推进素质教育有着重要的作用。飞速发展的科学技术，已成为主导社会进步的重要因素。高等药学院校必须不断更新教学内容，以学科发展的前沿知识充实实验课程内容。

近年来，中国药科大学坚持以研究促教改，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”及立项校内教改课题等多种方式，调动了广大教师投身教学改革的积极性，将转变教师的教育思想观念与教学内容、教学方法的改革紧密结合起来，取得了实效。此次推出的国家“十一五”规划教材——药学专业双语实验教学系列，是广大教师长期钻研实验课程教学体系，改革教学内容，实现教育创新的重要成果。他们站在21世纪教育、科技和社会发展趋势的高度，对药学专业实验课程的教学内容进行了“精选”、“整合”和“创新”，强调对学生的动手能力、创新思维、科学素养等综合素质的全面培养。这套教材具有以下的特点：

1. 教材将各学科的实验内容进行了广泛的“精选”，既体现了高等药学教育“面向世界、面向未来、面向现代化”，也考虑到我国药学教育的现状与实际；既体现了各门实验课程自身的独立性、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，有助于学生在教学大纲规定的实验教学学时内掌握基本操作技术，提高动手能力，养成严谨、求实、创新的科学态度。

2. 教材中新增的综合性、设计性实验有利于学生全面了解和综合掌握本门实验课程的教学内容。这一举措既满足了学生个性发展的需要，更注重培养学生分析问题、解决问题的能力 and 创新意识。

3. 教材中适当安排一些反映药学科发展前沿的实验，有利于学生在掌握实验基本技术的同时，对药学科的新进展、新技术有所了解，激发他们学习药学知识与相关学科的兴趣。

4. 教材以实践教学为突破口，采用双语体系编写，为实验课程改革构建数字化、信息化和外语教学的平台，有利于提高学生的科技英语水平。通过我校多年的药学科系列实验课程双语教学实践，证明学生完全能够接受此套教材的教学。

国家十一五规划教材——药学专业双语实验教学系列教材的陆续出版，必将对推动我国高等药学教育的健康发展，产生积极而深远的影响。由于采用双语体系编写药学教学实验丛书尚属首次，缺乏经验，在内容选择及编写方法上的不妥之处，在所难免。欢迎从事药学教育的同行们批评赐教。

吴晓明

(中国药科大学校长、博士、教授、博士生导师)

## Preface

Experimental teaching is one of the most fundamental teaching means in pharmaceutical colleges, playing an important role in training scientific thoughts and methods, creative consciousness and ability of the students as well as in promoting quality-oriented education in all-round way. Fast-advancing science and technology has come to be an important factor in dominating social progress. Teaching materials must be updated continually in pharmaceutical colleges, especially enriching the materials of experimental courses with the most advanced knowledge in the subject.

In recent years, China Pharmaceutical University have been stressing the promotion of teaching reform on the basis of research, succeeding in stimulating teachers' enthusiasm for teaching reform by various means such as undertaking the project of teaching reform in higher education at the beginning of 21st century sponsored financially by World Bank and entrusted by the Ministry of Education as well as approving and ratifying internal programs on teaching reform. Meanwhile, it yields fruits to integrate the transforming of teachers' educational ideology into the reform of teaching materials and methods. This series of textbook of national "11th five" planning-bilingual pharmaceutical experimental teaching series, is an important achievement made through studying teaching system of experimental courses for long, reforming teaching materials and carrying out educational innovation of all the teachers concerned.

Meeting the new demands for education, science and technology and social growth, they select, integrate and innovate the teaching materials of pharmaceutical experimental courses, stressing the overall cultivation of comprehensive qualities, including experimental ability, creative thought and scientific attainments. This set of textbook possesses the following features:

1. These textbooks make an extensive "selection" of the experimental materials of each subject, reflecting the goal of facing the world, facing the future and facing the modernization in higher pharmaceutical education, and taking into account the status quota and reality of our pharmaceutical education; meanwhile embodying the individuality, systematicness and scientificness of each experimental courses, which helps the students to grasp basic techniques of operation within the class hours of experimental teaching pre-



scribed by teaching syllabus and to improve their experimental ability and finally to cultivate a scientific approach of precision, practicality and creation.

2. The comprehensive designing experiments newly supplemented in the textbooks help the students to learn totally and grasp comprehensively the teaching materials of the experimental courses, which not only meets the students' needs for individual development but also trains their ability to analyze and solve problems and cultivates their creative consciousness.

3. Some experiments representing the latest development in pharmacy are properly included in the textbooks, which helps the students to learn about new advance and technology in pharmacy and to further arouse their interests in studying pharmacy and relevant subjects while grasping some basic techniques of experiment.

4. The textbooks take experimental teaching as starting point and are compiled in a system of bilingualism and aim to set up a platform of digitalization, information and foreign language teaching for the purpose of reforming experimental courses, which serves to enhance the students' level of technological English. It has been proved that the students have no difficulty being adapted to the teaching of this set of textbook through many years of bilingual teaching practice carried out in a series of pharmaceutical experimental courses of our university.

The successive publishing of the series of textbooks used for bilingual pharmaceutical experimental teaching-the national "11th-five" planning textbooks, will surely produce good and far-reaching influence in promoting the sound development of higher pharmaceutical education of our country. Since it is the first time that we have compiled this series of textbook of pharmaceutical teaching experiment in a bilingual system, we lack experience and thus some defects in choice of materials and way of compilation are inevitable. Experts engaged in pharmaceutical education are welcome to give any criticisms and advice.

**Wu Xiaoming**

Ph. D, prof. , and supervisor of doctoral candidates  
President of China Pharmaceutical University

## 第二版前言

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教学中占有重要地位，也是培养药学人才不可缺少的环节。

本书参照高等医药院校药学专业《分析化学及分析化学实验大纲》，结合编者多年来分析化学实验教学的经验，在实验双语教学实践的基础上，借鉴和吸收分析化学实验教学改革的经验编写而成。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，还安排了设计性实验。在实验教师的指导下，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和解决问题的能力十分有利。

结合目前大学生英语水平普遍较高的现状，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。

本书在第一版的基础上，充分调研国内外医药院校相关的实验课程开设情况，结合目前分析化学发展状况，适当增加了实验内容，更加适合国内医药类院校选用。

参加本书编写工作的有严拯宇（第三章的实验一~七、第五章、附录），杜迎翔（第一章、第三章的实验三十、三十二~三十五、三十八），钟文英（第三章的实验二十一~二十五、二十九、三十九），朱开梅、范华均（第三章实验八），范华均（第三章的实验二十六、二十七、三十七），李云兰（第三章实验二十八、三十一、四十一、四十二），周大顺（第三章的实验十三、十四、十六~十八、二十、四十），肖莹（第三章的实验九~十二、十五、十九、三十六），严拯宇、郁健（第二章）。此外中国药科大学分析化学教研室何华、沈卫阳、季一兵、王志群、蒋淑敏、骆雪芳、于清峰等也参加了部分工作。中国药科大学教务处、基础部对本教材的再版给予了大力的支持和关心，在此一并表示诚挚的感谢！

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。

书中错误与不当之处，敬请读者批评指正。

编者  
2009年6月

## Preface to the Second Edition

Analytical chemistry is a subject based on experiment. The experiments play an important role in this subject and it's an essential part in cultivating students with pharmaceutical ability.

Based on 'the brief of analytical chemistry and its experiment' and the experience of the reform in experiment teaching of analytical chemistry as well as bilingual teaching of this course in both Chinese and English in recent years, by using for reference the experiences of the reform in experiment teaching of analytical chemistry in other colleges, we have compiled this book, which compendiously introduces the basic knowledge of analytical chemistry experiment, the instruments and the methods. The experiment content consists of two parts: chemical analysis and instrumental analysis. In order to enhance the students' ability in analyzing and solving problems, we arranged some basic experiments and designing ones as well. With the help of teachers, students can use the analytical knowledge that they have learned to work out the projects, it helps a lot in enhancing the students' ability to analyze and solve problems.

Based on the fact that students' English ability have promoted prevalently, and in order to suit the requirement of bilingual teaching, the staff of department of analytical chemistry of China pharmaceutical university actively take part in bilingual teaching. This book is a fruit of the long-term teaching practice and a collective work of teachers in our department, which also exhibits characteristics.

Based on the first edition of the book, the editors survey the setting of correlative experiment courses in medical and pharmaceutical colleges at home and abroad. Combining with the recent development of analytical chemistry; some experiments were added in this book properly, which makes it more suitable for use by pharmaceutical colleges in our country.

This book was composed by Zhengyu Yan (exp1 ~ 7 in chapter 3, appendix), Yingxiang Du (chapter1, exp30, 32 ~ 35, 38 in chapter 3), Wenying Zhong (exp21 ~ 25, 29, 39 in chapter 3), Kaimei Zhu, Huajun Fan (exp8 in chapter 3), Huajun Fan (exp26, 27, 37 in chapter 3), Yunlan Li (exp28, 31, 41 ~ 42 in chapter 3), Dashun Zhou (exp13, 14, 16 ~ 18, 20, 40 in chapter 3), Ying Xiao (exp9 ~ 12, 15, 19, 36 in chapter 3), Zhengyu Yan, Jian Yu (chapter2). Hua He, Weiyang Shen, Yibing Ji, Zhiqun Wang, Shumin Jiang, Xuefang Luo and Qingfeng Yu also took part in the compiling partially. Thanks for the teaching bureau of China Pharmaceutical University for their supervision.

It's a experimental teaching book of analytical chemistry course for pharmaceutical schools. It can also serve as a good reference book for those who are engaged in pharmaceutical researches.

Please correct for the mistakes in this book! Your suggestions are greatly appreciated!

**Editors**

**June, 2009**

# 目 录

## Contents

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	( 38 )
实验一 称量练习	( 38 )
1 Weighing exercise	( 40 )
实验二 氯化钡结晶水的测定	( 42 )
2 Determination of the water of crystallization In barium chloride	( 45 )
实验三 氢氧化钠标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	( 48 )
3 Preparation And Standardization Of Sodium Hydroxide Solution	( 51 )
实验四 药物阿司匹林的含量测定	( 54 )
4 Determination of Purity of Salicyclic Acetate	( 56 )
实验五 盐酸标准溶液 (0.2mol/L) 的配制与标定	( 58 )
5 Preparation and Standardization of standardized 0.2mol/L Hydrochloride Acid Solution	( 60 )
实验六 药用氧化锌的含量测定	( 62 )
6 Determination of Zinc oxide for pharmaceutical use	( 64 )
实验七 药用硼砂的含量测定	( 66 )
7 Determination of borax for pharmaceutical use	( 68 )
实验八 双指示剂测定未知混碱	( 70 )
8 Determination of $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3 - \text{NaOH}$ unknown	( 72 )
实验九 高氯酸标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	( 75 )
9 Preparation and standardization of perchloric acid solution (0.1mol/L)	( 77 )
实验十 药物水杨酸钠的含量测定	( 80 )
10 Determination of sodium salicylate	( 82 )
实验十一 EDTA 标准溶液 (0.05mol/L) 的配制与标定	( 84 )
11 Preparation and Standardization of standard EDTA solution	( 86 )
实验十二 水的硬度测定	( 89 )
12 Determination of water hardness	( 91 )
实验十三 容量仪器校正	( 93 )
13 Calibration of Volumetric Glassware	( 95 )
实验十四 0.05mol/L 碘溶液的配制与标定	( 98 )
14 Preparation and Standardization of 0.05mol/L Iodine Solution	( 100 )

实验十五	硫代硫酸钠标准溶液 (0.1mol/L) 的配制和标定	(103)
	15 Preparation and Standardization of sodium thiosulphate solution (0.1mol/L)	(105)
实验十六	维生素 C 的测定	(107)
	16 Determination of the Vitamin C (Ascorbic acid)	(109)
实验十七	高锰酸钾溶液的配制与标定 (0.02mol/L)	(111)
	17 Preparation and Standardization of the Potassium Permanganate Solution (0.02mol/L)	(113)
实验十八	原料药硫酸亚铁的含量测定	(115)
	18 Assay of Ferrous Sulfate	(117)
实验十九	用酸度计测定药物液体制剂的 pH	(119)
	19 pH measurement of liquid drug preparation with pH meter	(122)
实验二十	磷酸的电位滴定	(126)
	20 Potentiometric Titration of Phosphoric Acid	(128)
实验二十一	亚硝酸钠标准溶液的配制与标定	(131)
	21 Preparation and Standardization of Standard NaNO <sub>2</sub> Solution	(133)
实验二十二	永停滴定法测定磺胺类药物	(136)
	22 Determination of sulfonamide with dead - stop titration	(138)
实验二十三	邻二氮菲比色法测定铁的条件试验	(141)
	23 Condition Tests for Determination of Iron with 1,10 - Phenanthroline	(143)
实验二十四	邻二氮菲比色法测定水中的含铁量	(146)
	24 Dermination of Iron with 1,10 - Phenanthroline	(148)
实验二十五	原料药吸收系数的测定	(150)
	25 Determination of the Absoptiocefficient of Chlorpheniramine	(152)
实验二十六	紫外吸收光度法鉴别和测定维生素 B <sub>12</sub> 注射液	(154)
	26 Identification and determination of vitamin B <sub>12</sub> in the injection by UV spectrophotometry	(156)
实验二十七	双波长法测定复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑的含量	(159)
	27 Spectrophotometric Determination of in the Compound Tablets with the Dual - wavelength Method	(161)
实验二十八	原子吸收分光光度法测定自来水中镁的含量	(164)
	28 Determination of Magnesium in Tap Water by Atomic Absorption Spectrophotometry	(166)
实验二十九	荧光分光光度计测定阿司匹林片中乙酰水杨酸和水杨酸	(169)
	29 Determination of Salicylic Acetate and Salicylic Acid in Aspirin Tablet by Fluorescence Spectrometry	(171)
实验三十	红外分光光度法测定药物的化学结构	(173)
	30 Determination of the drug chemical structure by IR spectrophotometry	(175)
实验三十一	傅立叶变换红外光谱仪的性能检查	(177)
	31 Evaluation of the Performance of Fourier Transformation Infrared Spectrophotometer	(181)

实验三十二 纸色谱法分离鉴定蛋氨酸和甘氨酸	(186)
32 Separation and identification of methionine and glycine by paper chromatography	(189)
实验三十三 薄层色谱法分离鉴定复方新诺明片中 SMZ 和 TMP	(192)
33 Separation and identification of SMZ and TMP in Sinomin Compositea by thin layer chromatography	(196)
实验三十四 离子交换色谱法测定枸橼酸钠的含量	(199)
34 Assay of sodium citrate by ion exchange chromatography and acid - base titration	(202)
实验三十五 酞剂中乙醇含量的气相色谱法测定	(205)
35 Determination of alcohol in tincture by gas chromatography	(207)
实验三十六 程序升温毛细管气相色谱法测定药物中有机溶剂残留量	(210)
36 Determination of Organic Solvent Residue by Capillary Gas Chromatography with Gradient Temperature	(212)
实验三十七 归一化法测定烷烃混合物的含量	(214)
37 Determination of the components in alkanes by generalization method	(216)
实验三十八 高效液相色谱柱的性能考察及分离度测试	(218)
38 Evaluation of the performance of HPLC column and determination of resolution	(221)
实验三十九 高效液相色谱法测定苯丙酸诺龙注射液的含量	(224)
39 Determination the Nandrolone Phenylpropionate Injection with HPLC	(226)
实验四十 高效液相色谱法测定阿司匹林胶囊中的乙酰水杨酸和水杨酸	(229)
40 Assay of Aspirin and Salicylic Acid in Aspirin Capsules by HPLC	(231)
实验四十一 高效液相色谱 - 质谱联用鉴定药物体内代谢物	(233)
41 Identification of Drug Metabolites in vivo by High Performance Liquid Chromatography - Mass Spectrometry	(237)
实验四十二 毛细管区带电泳法分离手性药物的对映异构体	(242)
42 Chiral Separation of Chiral Drug Enantiomer by Capillary Zone Electrophoresis	(244)
<b>第四章 设计实验</b>	(247)
<b>第五章 萨特勒标准光谱的查阅方法</b>	(250)
附录一 常用指示剂	(264)
附录二 常用缓冲溶液的配制	(268)
附录三 0~95℃时标准缓冲溶液的 pH 值	(269)
附录四 常用酸碱的密度、含量和浓度	(270)
附录五 元素的原子量 (1999)	(271)
附录六 常用式量表	(273)
附录七 气相色谱中常用的固定液	(275)
附录八 一些化合物的相对质量校正因子 ( $f_m$ ) 和沸点	(277)

# 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、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、HgCl<sub>2</sub>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℃ 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℃	— *	—	5.0~7.5
电导率, $k / (ms \cdot m^{-1})$ , 25℃ ≤	0.01	0.10	0.50
可氧化物质以 (o) 计, $\rho(o) / (mg \cdot L^{-1}) <$	—	0.08	0.4
吸光度, 254nm, 1cm 光程, $A \leq$	0.001	0.01	—
蒸发残渣 105℃ ± 2℃, $\rho_B / (mg \cdot L^{-1}) \leq$	—	1.0	2.0
可溶性硅, 以 $SiO_2$ 计, $\rho(SiO_2) / (mg \cdot L^{-1}) <$	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 $\mu$ 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，也不要使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