



# 氯化钠中一般杂质检查

# 实训目标

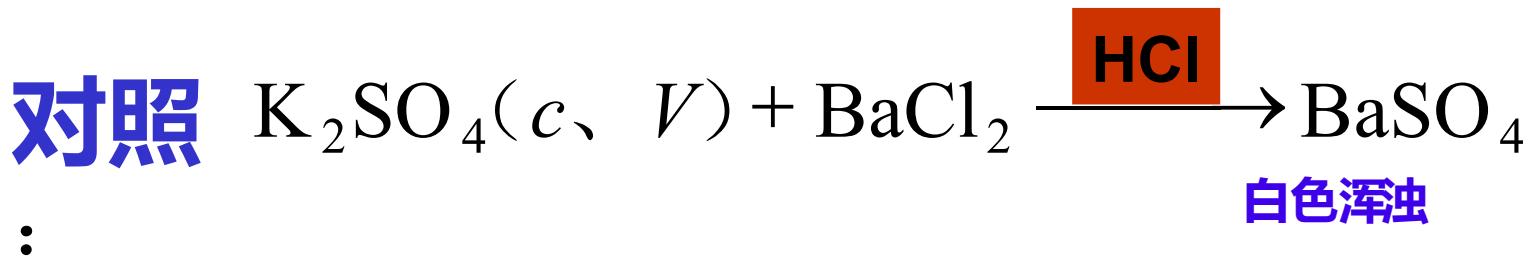
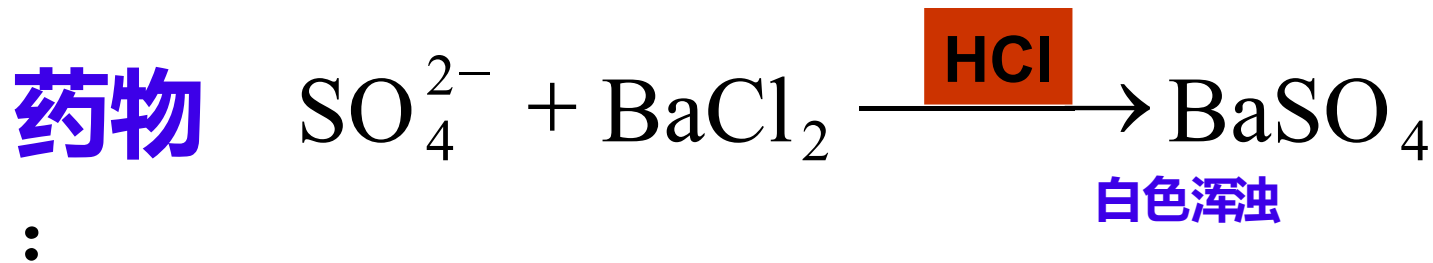


- 掌握硫酸盐、铁盐、重金属及砷盐的检查原理
- 掌握杂质限量检查的操作技能
- 熟悉对照法与灵敏度法的区别
- 掌握干燥失重测定的操作技能

# 实验原理及步骤

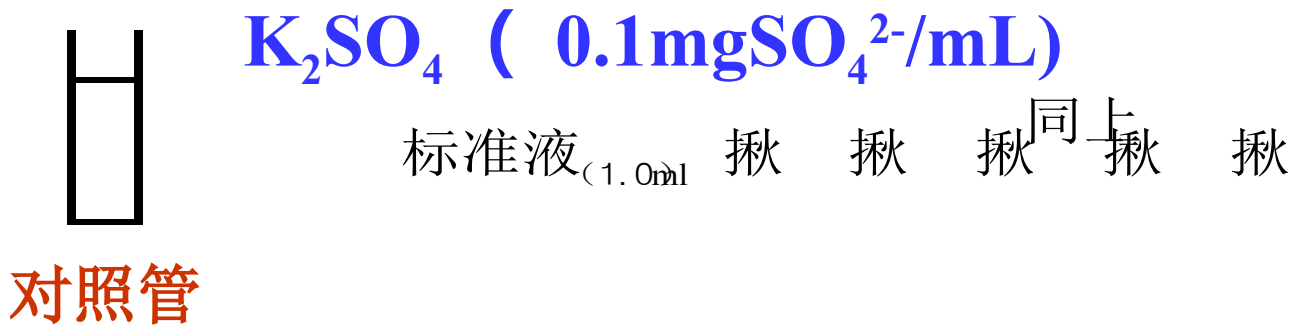
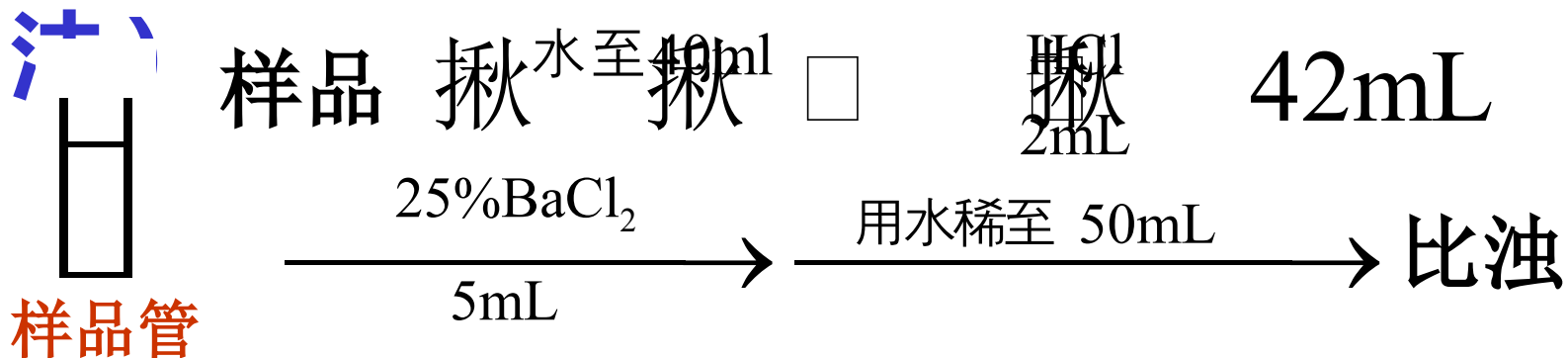
## 一、硫酸盐检查法

### 1、原理 —— 标准对照法



# 一、硫酸盐检查法

## 2、操作方法（对照法）



# 一、硫酸盐检查法

## 3、注意事项及讨论

### (1) 测定条件

①  $\text{SO}_4^{2-}$  的最适检测浓度范围:

50ml 溶液中含 0.1~0.5mg 的  $\text{SO}_4^{2-}$   
所显浑浊梯度明显, 相当于标准  
 $\text{K}_2\text{SO}_4$  (0.1mg $\text{SO}_4^{2-}$ /mL) 溶液 1~5ml。

# 一、硫酸盐检查法

## ② 加盐酸的目的

稀盐酸： 2mL/50mL

防止  $\text{BaCO}_3$ 、 $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$  等沉淀生成。

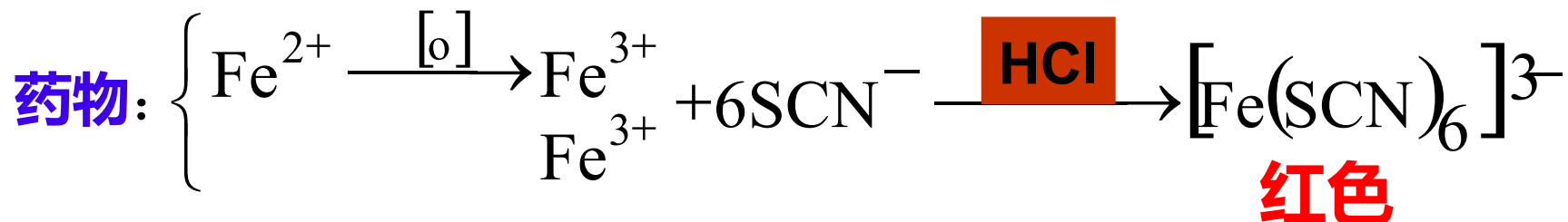
## ③ $\text{BaCl}_2$ 的浓度为 25%

呈现稳定的浑浊度。

## 二、铁盐检查法

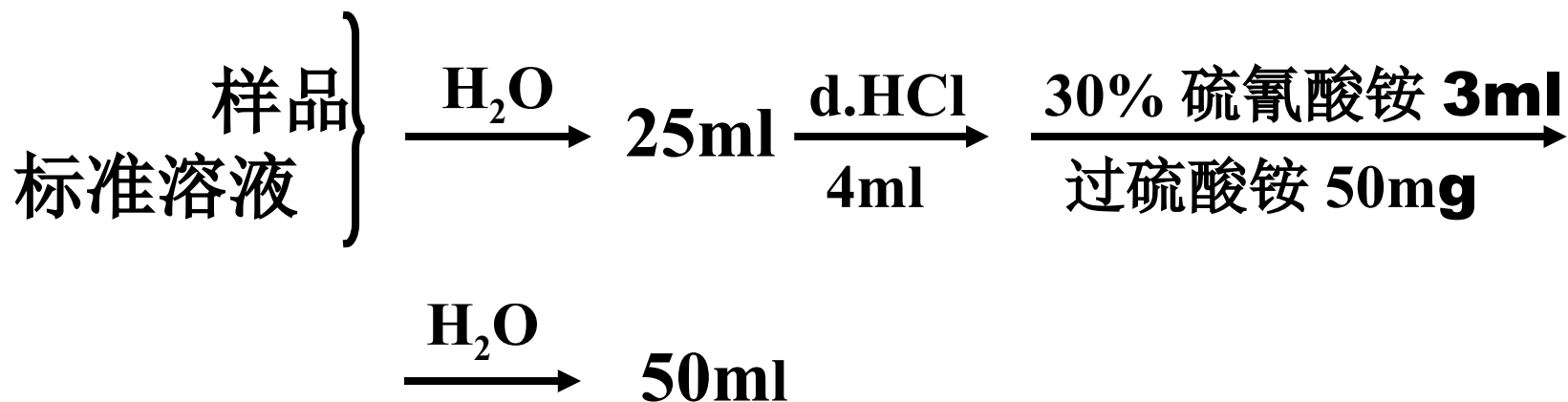
### ★ 硫氰酸盐法 ChP、USP

#### 1. 原理——标准对照法



## 二、铁盐检查法

### 2. 操作



比色方法：同置于白色背景上，自上向下观察。

## 二、铁盐检查法

### 3. 讨论

#### (1) 测定条件

① 铁标准溶液—  $10 \mu\text{gFe}^{3+}/\text{ml}$

硫酸铁铵加入硫酸配制 (防止铁盐水解)

②  $\text{Fe}^{3+}$  的最适检测浓度范围 :

a. 仪器分析线性范围  $5\sim 90\mu\text{g Fe}^{3+} /50\text{ml}$

b. 目视比色浓度范围  $10\sim 50\mu\text{g Fe}^{3+} /50\text{ml}$

## 二、铁盐检查法

③ 加盐酸的目的（稀盐酸：4mL/50mL）

防止  $\text{Fe}^{3+}$  水解。

④ 加入过硫酸铵的目的

a. 氧化剂： $\text{Fe}^{2+} \xrightarrow{[\text{O}]} \text{Fe}^{3+}$

b. 防止由于光线使硫氰酸铁还原或分解褪色。

## 二、铁盐检查法

### ⑤ 加入过量硫氰酸铵的目的

- a. 增加生成配离子的稳定性，提高反应灵敏度。
- b. 消除氯化物等与铁盐生成配位化合物所引起的干扰。

## 三、重金属检查法

### 重金属

指在实验条件下能与硫代乙酰胺或硫化钠作用呈色的金属。

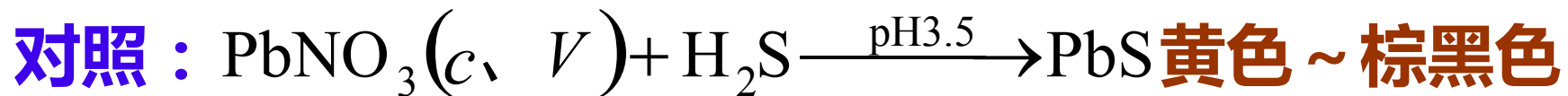
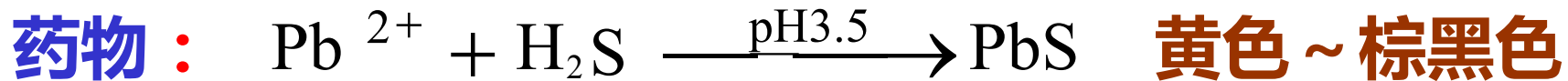
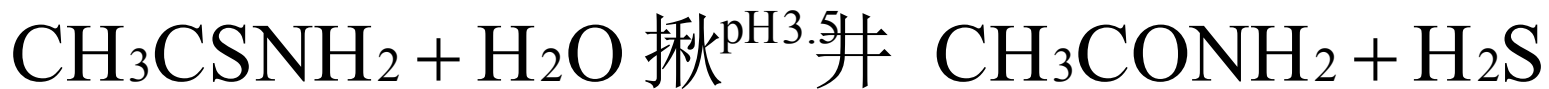
如：Ag、Pb、Hg、Cu、Cd、Bi、Sb、Sn、As、Ni、Co、Zn等。

中国药典（2010年版）共收载三法。

# 三、重金属检查法

## 第一法 硫代乙酰胺法

### 1. 原理 标准对照法

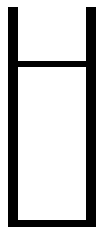


适用于溶于水、稀酸和乙醇的药物。

# 三、重金属检查法

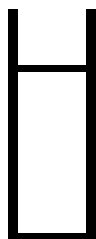
## 2. 操作方法

样品管

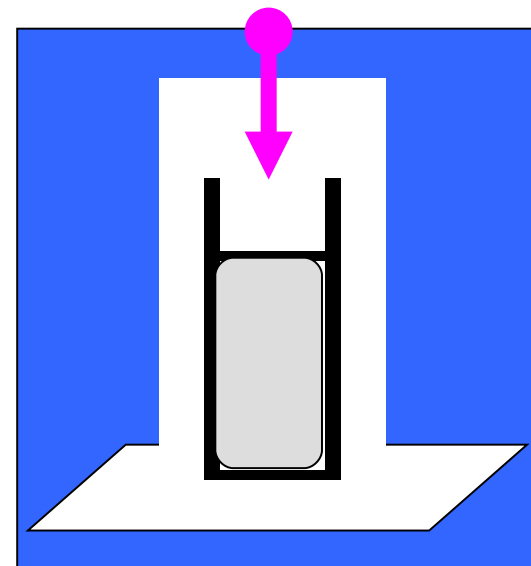


样品 (5.0g) 水 醋酸盐 buff(pH3.5) 2ml  
水 → 25ml 硫代乙酰胺 TS 2ml → 2' 放置 → 比色

对照管



标准液 (一定量) 同上 →



## 三、重金属检查法

### 3. 讨论

#### (1) 测定条件

①  $\text{Pb}^{2+}$  的最适检测浓度范围：

目视比色的浓度范围：10 ~ 20 $\mu\text{g}/27\text{ml}$

相当于  $\text{Pb}^{2+}$  标准溶液 1~2ml(10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ )

### 三、重金属检查法

#### ② 反应试剂：硫代乙酰胺试液

**H<sub>2</sub>S 试液：恶臭和毒性，不稳定，易被空气**

**氧化而析出硫，浓度难以控制。**

## 三、重金属检查法

### ③ 醋酸盐缓冲液控制溶液 pH 值为 3~3.5

- pH 在 3.0~3.5 时，硫化铅沉淀较完全。
- 酸度增大，呈色变浅甚至不呈色。
- 若样品用强酸溶解，在加入硫代乙酰胺前，加氨水至中性。