

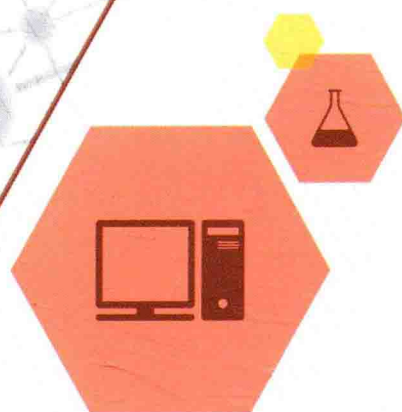
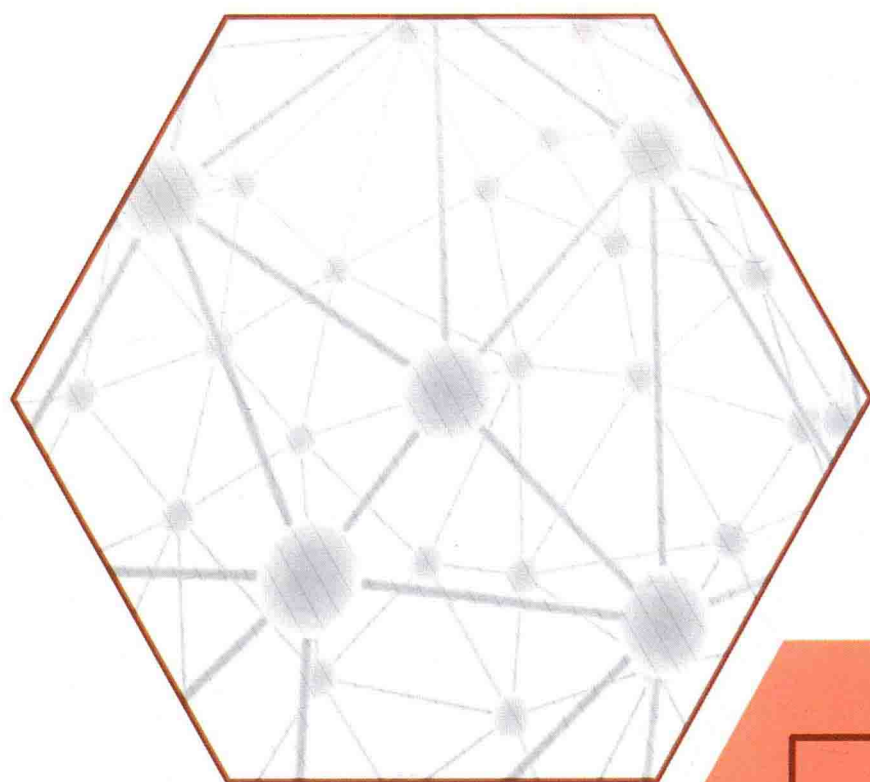
国家级药理学实验教学（示范）中心实验系列教材

药物分析实验教程

Pharmaceutical Analysis Experiment

主 编 陈 敏

副主编 肖国君



科学出版社

国家级药学实验教学(示范)中心实验系列教材

药物分析实验教程

主 编 陈 敏

副主编 肖国君

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本教程主要参照《中国药典》(2015年版)标准要求,选择具有代表性的药物为分析对象,包括化学药物及其制剂、中药材及其制剂、生化药物与生物制品和生物体内含物质,涉及的分析方法有化学分析、光谱分析、色谱分析及其联用技术。全书共四章,包括50个实验,第一章为实验基本要求,第二章验证性实验,第三章为综合性实验,第四章为设计性实验;每个实验后附有注意事项和思考题,便于学生预习和掌握关键的操作及方法。教师可根据不同教学要求和实验室条件选择适当的实验内容进行教学。

本书可供药学、制药工程及相关本科及专科专业学生的实验教学使用,也可作为药物分析工作者及相关领域科研人员的参考资料。

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实验教程 / 陈敏主编. —北京: 科学出版社, 2015.9

国家级药学实验教学(示范)中心实验系列教材

ISBN 978-7-03-045847-6

I. ①药… II. ①陈… III. ①药物分析-实验-实验-教材

IV. ①R917-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 230359 号

责任编辑: 杨 岭 华宗琪 / 责任校对: 侯彩霞 贺江艳

责任印制: 余少力 / 封面设计: 墨创文化

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

成都创新包装印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015年10月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2015年10月第一次印刷 印张: 8 1/2

字数: 200千字

定价: 27.00元

西南大学 国家级药学实验教学（示范）中心
国家级药学虚拟仿真实验教学中心

实验系列教材编委会

主 任	黄承志			
副主任	陈章宝	胡昌华	罗永煌	
委 员	黄承志	陈章宝	胡昌华	罗永煌
	付爱玲	邹 祥	陈 敏	袁吕江
	邓 君	刘艳飞	刘 伟	杨星钢
	廖国建	祝慧凤		

《药物分析实验教程》编委会

主 编	陈 敏		
副主编	肖国君		
编 委	陈 敏	肖国君	宋尔群
	王 建	刘 慧	

总 序

创新是以新思维、新发明和新描述为特征的一种概念化过程,创新是一个民族发展的灵魂,是一个民族进步的不竭动力,提高自主创新能力,建设创新型国家,是国家发展战略的核心,是提高综合国力的关键,创新更是引领发展的第一动力。因此,培养大学生创新能力是 21 世纪高等教育适应经济社会发展需要,是提高人才培养质量的必然要求,但这也是目前高校人才培养中普遍存在的薄弱环节。实验教学是理论教学的一种延续,既能让学生对课堂上所学知识进行消化和吸收,又能有效地训练学生的实验技能,培养学生的观察能力、实践能力、创新能力、创新精神和科学素养。因此,实验教学作为教学活动的有机组成部分,是培养高素质创新型人才的重要教学环节,其地位无可替代。实验教材则是体现实验内容、教学方法和人才培养思想的载体,是培养高素质创新型人才的重要保证。因此,强化以培养创新能力为目标的实验教材建设,对改革实验教学体系、提高实验教学质量、实现人才培养目标具有重大的作用。

为了加强大学生实践能力和创新能力的培养,西南大学国家级药学实验教学(示范)中心在教学实践中坚持“以学生为本,将知识传授、能力培养和素质提高贯穿于实验教学始终”的指导思想,秉持“实践创新,能力至上”的实验教学理念,按照“能力培养,虚实结合、从基础到专业,从认知训练到创新应用,从学校到社会”的原则建立和完善实验教学体系。中心结合多年开展实践教学的有益经验和实验教学体系,组织长期从事本科实践教学的教师编写本套实验教材,旨在与国内药学领域的专家和兄弟院校交流,分享中心取得的点滴经验和成果,也为药学类专业的实践教学和人才培养提供实践教学指导。为了进一步促进大学生实践创新能力的培养,我们推出了本套药学创新实验系列教材。教材按照实验的基本要求、验证性实验、综合性实验、设计性实验和虚拟仿真实验等层次进行编写。

西南大学国家级药学实验教学(示范)中心(<http://etcpswuwedu.cn/>)由真实实验教学和虚拟仿真实验教学组成,是西南大学开展药学类专业及相关专业人才培养、科研服务和文化传播的核心平台之一,她承担着西南大学药学类及相关专业的实验教学及研究任务,并面向社会开放,承担着全国高校、院所和企业的实验技能培训、大学生夏令营和冬令营的实验教学工作。中心自 2003 年开始建设以来,不断整合校内药学类相关实验教学资源进行建设,于 2007 年成为西南大学校级药学实验教学示范中心,2009 年成为重庆市市级药学实验教学示范中心,2012 年经教育部批准为“十二五”国家级药学实验教学(示范)中心。作为实验教学的一个重要补充,西南大学国家级药学虚拟仿真实验教学中心(<http://yxxfswuwedu.cn/>)于 2014 年被教育部批准为全国首批 100 个虚拟仿真实验教学中心之一,也是全国首批 3 个药学/中药学虚拟仿真实验教学中心之一。

西南大学实验教学的发展得到了国内外各兄弟院校和同仁的支持与帮助，在此向他们表达诚挚的谢意。同时，也希望在各方的支持与帮助下，中心的实践教学得到更好的发展。

药学创新实验教材编委会

2015 年 2 月于重庆北碚

目 录

第一章 实验基本要求	1
第一节 药物分析实验课程目的与要求	1
第二节 实验室一般知识	4
第三节 有效数字的修约	8
第二章 验证性实验	11
实验一 典型药物的一般鉴别试验	11
实验二 化学方法鉴别甾体激素类药物	16
实验三 光谱法鉴别布洛芬及其制剂	19
实验四 黄连药材的鉴别	21
实验五 丹参总酚酸提取物的 HPLC 指纹图谱鉴别	23
实验六 高效毛细管电泳法鉴别栀子及其混淆品水栀子	25
实验七 地黄的薄层生物自显影鉴别	28
实验八 药用氯化钠中的一般杂质检查	29
实验九 对乙酰氨基酚中的一般杂质检查	34
实验十 薄层色谱法检查复方磺胺甲噁唑注射液中降解产物	37
实验十一 高效液相色谱法检查阿司匹林中游离水杨酸及有关物质	38
实验十二 气相色谱法检查左氧氟沙星中的残留溶剂	41
实验十三 离子对高效液相色谱法检查盐酸普鲁卡因注射液中对氨基苯甲酸	44
实验十四 手性高效液相色谱法检查左氧氟沙星中光学异构体	45
实验十五 硫酸铈滴定法检查维生素 E 中生育酚	47
实验十六 陈皮药材中黄曲霉毒素的限量检查	49
实验十七 附子理中丸中乌头碱限量检查	51
实验十八 气相色谱法检查黄芪饮片中农药残留量	53
实验十九 复脉定胶囊树脂残留量检查	55
实验二十 重组人胰岛素的杂质检查	57
实验二十一 重组人生长激素的杂质检查	60
实验二十二 酸碱滴定法测定盐酸异丙嗪的含量	62
实验二十三 碘量法测定维生素 C 的含量	64
实验二十四 非水溶液滴定法测定弱碱性药物的含量	66

实验二十五	亚硝酸钠滴定法测定磺胺嘧啶钠的含量	68
实验二十六	酸性染料比色法测定硫酸阿托品的含量	70
实验二十七	紫外分光光度法测定药物制剂的含量	72
实验二十八	正相高效液相色谱法测定维生素 D 的含量	75
实验二十九	高效液相色谱法测定茶碱的血药浓度	79
实验三十	高效液相色谱-荧光法测定血浆中左氧氟沙星的浓度	82
实验三十一	薄层色谱扫描法测定枸杞子中甜菜碱的含量	85
实验三十二	重组人生长激素的含量测定	86
第三章 综合性实验		89
实验三十三	气相色谱法测定维生素 E 及制剂的含量	89
实验三十四	高效液相色谱法同时测定血清中巴比妥类药物的浓度	91
实验三十五	高效液相色谱法测定双黄连口服液多成分含量	93
实验三十六	复合氨基酸注射液的含量测定	96
实验三十七	肾上腺素原料药与注射液的质量分析	99
实验三十八	葡萄糖注射液的质量分析	103
实验三十九	硝苯地平原料药及片剂的含量测定	108
实验四十	高效液相色谱法和微生物法测定血浆中头孢克洛浓度的比较	111
实验四十一	六味地黄丸的质量分析	113
实验四十二	注射用重组人干扰素的纯度分析	115
实验四十三	胃蛋白酶及其片剂的分析	117
第四章 设计性实验		120
实验四十四	未知药物的区别与确证实验	120
实验四十五	紫外分光光度法测定药物含量的方法建立与验证	122
实验四十六	双波长分光光度法测定复方制剂中药物的含量	123
实验四十七	高效液相色谱法测定药物含量的色谱条件选择	124
实验四十八	硫酸庆大霉素中 C 组分的测定方法比较	125
实验四十九	一测多评法建立黄连多成分含量测定方法	126
实验五十	冻干人血白蛋白的质量分析	127

第一章 实验基本要求

第一节 药物分析实验课程目的与要求^[1]

一、药物分析实验课程培养目的

药物分析实验是运用各种科学方法、分析技术和手段,分析和研究各种药物(天然药物、化学合成药物、抗生素、生化药物、生物制品等)及其制剂质量的实践性课程,是“药物分析”课程教学的重要组成部分。

“药物分析实验”课程旨在培养学生具有研究药品质量的基本思路和方法、获得从事药品质量分析与检验的基本操作技能,培养学生严肃认真、实事求是的科学态度,独立开展药物分析工作的能力。通过本课程的学习,加深对药物分析基本理论和专业知识认识与理解,使学生掌握药物分析基本方法和基本操作技能,熟悉《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》)常用的分析方法和实验技术的基本原理,正确掌握各种分析方法和仪器的操作技术;通过本课程的学习,使学生学会正确选择分析方法研究药品的性质、制定药品标准、控制药品质量;通过本课程的学习,使学生树立强烈的药品质量观念,掌握药品检验的基本程序及内容,培养学生具有研究药品质量的基本思路和方法,进一步培养学生独立分析问题和解决问题及综合设计的能力。为药品质量研究与检验、新药研究开发、临床药物分析等工作奠定坚实的基础。

二、药物分析实验课程要求

扎实的基本操作技能是进行药品质量控制工作与科学研究的基本条件,学生在实验过程中应仔细、认真,勤动手。通过实验教学,达到以下目的:

- (1)通过实验验证药物分析的基本理论,加深对专业知识的理解。
 - (2)复习实验教材中各类代表性药物的分析方法,熟练掌握各种分析的操作技术。
 - (3)培养独立开展药物分析的能力。
 - (4)养成严肃认真的工作作风和实事求是的工作态度。
 - (5)原始记录是实验报告的重要组成部分,养成尊重原始记录的科学态度。
- 具体到每一节实验课,参加实验课教学的学生必须做到以下几点:

(一)课前做好预习工作

课前应复习理论课上讲解过的实验原理与操作要点,明确该次实验的目的与要求。预先熟悉该次实验的内容、步骤和方法,推导实验中涉及的计算公式。

尽量找出实验可能的误差来源及消除方法,预估实验中可能发生的问题及处理办法。

(二)课中仔细认真操作

(1)实验中一定要确保安全。使用水、火、煤气,以及易燃、易爆、有毒、腐蚀性试剂时应特别小心。时刻注意防火、防爆。保证实验室气流通畅。发现事故苗头(如闻到煤气味、发现电路线上有火花、异常的焦糊味等)或发生事故时应及时报告,不懂时千万不可擅自处理。

(2)开始实验操作后,要随身携带一本编有页码的实验记录本,实验过程中,应及时、准确、完整地记录原始数据、现象及操作。实验记录应忠于事实,如实地反映实验中的操作、现象、数据等,不得编造或篡改。实验记录不得用铅笔书写,可用钢笔或圆珠笔书写,要求字迹清楚。实验记录本绝对不准撕页、不得涂改,涂改的原始记录将视为无效,如实验记录有误,以能看清原来写错的记录为基础,可在写错处打上双横线,在旁边空白处写上正确的记录。原始记录应直接记于实验记录本上,绝不允许记在纸条、称量纸、滤纸或手掌上,也不允许记在其他本子上再誊写,更不允许暂时记在脑子里等有空时一起记录。

(3)实验中应仔细、认真,要严格按照实验规程操作,认真练习操作技术,细心观察实验现象,如实记录原始数据,出现问题时及时咨询代教教师。

(4)爱护公物,节约使用,移物归位。小心使用仪器,损坏仪器应及时报损、登记,精密仪器用毕应登记签名。公用仪器、药品或试剂应在指定位置取用,不要拿回自己实验台处。残液应倒入指定的废液缸中,切勿直接倒入水槽。可回收利用的废溶剂应回收到指定容器中。

(5)实验中注意避免试剂及药品的污染。取用时仔细观察标签,取出的试剂与药品不要再倒回原瓶,取用完毕应随手加盖,不要盖错瓶盖。若操作不当,发生试剂或药品污染,应按规定及时处理并立即报告老师。

(三)课后及时清理台面,总结实验,完成实验报告

(1)实验完毕应立刻清理:电子仪器关闭,拔去电源插头,放于指定位置;玻璃仪器按要求洗净后放回原处;剩余试剂、药品按规定处理,擦净实验台面,洗液盖好瓶盖收放妥当;抹布、刷子洗净置于原处,几凳橱柜整理归位。经老师同意后离开实验室。

(2)值日生应负责整理公用台面及公用试剂,处理废液缸中的废液,打扫地面卫生,清除垃圾,检查水、电、煤、门窗等安全事宜,经老师同意后离开实验室。

(3)认真总结实验结果,得出相应结论,按指定格式填写实验报告并于规定时间上交。

三、实验原始记录与实验报告

(一)实验原始记录格式

药物分析实验原始记录格式如图 1-1 所示。

实验题目：

实验日期：

实验记录：

(一)仪器和材料

1. 仪器：

2. 试剂：

3. 供试品：名称

生产厂家

批号

性状

规格

(二)操作记录

鉴别					
	操作过程				实验现象或数据
项目 1					
项目 2					
⋮					
检查					
	操作过程				实验现象或数据
项目 1					
项目 2					
⋮					
含量测定					
供试品称量					
测得值	测得值 1	测得值 2	测得值 3	平均值	含量/%
计算公式	含量(%) =				
标准规定					
结论					

图 1-1 药物分析实验原始记录格式

(二) 实验报告格式

药物分析实验报告如图 1-2 所示。

实验题目：
一、实验目的
二、主要仪器与试剂
三、实验原理
四、实验方法
五、实验记录及计算
六、实验结论
七、实验分析与心得
八、思考题

图 1-2 药物分析实验报告格式

第二节 实验室一般知识

一、实验室安全要求

在药物分析实验中，频繁使用水、电、煤气，经常使用腐蚀性、易燃、易爆或有毒的化学试剂，大量使用易损的玻璃仪器，常常使用电子仪器，有时还会使用高压气体钢瓶，为确保实验正常进行，保证实验人员的人身安全，在实验过程中，必须严格遵守以下实验室安全守则。

(1) 进入实验室，应着实验服、戴实验帽(长发者应将长发拢于实验帽内)，进行具有一定危险性的实验(如氧瓶燃烧实验)时，应穿戴防护衣物(如防护眼镜、防护面具、防护口罩、防护手套)。

(2) 严禁在实验室内饮食、吸烟；严禁将饮用水、食物带入实验室放置；严禁以实验用容器代替水杯、餐具使用；任何试剂、药品不得触及皮肤，固体药品应以药匙取用，不得用手抓取，任何试剂、药品不能直接闻味，不得入口品尝；实验完毕，必须洗净双手。

(3)进入实验室后应尽快熟悉实验室环境,确定水、电的阀门位置,掌握其开关方法。水、电一经使用完毕,应立即关闭水龙头、拔掉电源插头。遇到停水时应立即关闭水龙头。使用电器设备时,应特别仔细,切不可用潮湿的手或导电物品碰触电闸、电器开关及其他带电仪器。已经确定漏电的电器绝对不得使用,以免触电。电器或导线着火时,首先应立刻切断电源,再行灭火,灭火可采用沙、二氧化碳灭火器或干粉灭火器,禁止使用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。离开实验室时,应再次确认已关闭水、电的开关。

(4)实验过程中万一发生火灾,不要惊慌,首先尽快切断电源或燃气源,再根据起火原因针对性灭火:①乙醇及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火。②有机溶剂或油类着火时,绝对不能用水灭火,用水灭火会造成火势蔓延,这时应用沙土隔绝氧气扑灭火焰。③衣服着火时,切忌奔跑,应就地躺下滚动,同时用湿洗衣服在身上抽打灭火。如果发生烫伤,应在实验室简单处理后去医院医治,但严重者应立刻送医院治疗。

(5)使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,应特别小心,切勿溅在皮肤或衣服上,更应注意保护眼睛。

(6)一些有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯、三氯甲烷等)极易引燃,使用时必须远离明火与热源(如电炉)。

(7)使用玻璃仪器时应注意轻拿轻放,以免破损造成伤害。

二、玻璃仪器的洗涤

实验中干净的玻璃仪器有利于实验者观察到正确的实验现象,得出正确的结论。因此,选择合适的洗涤剂,正确洗涤玻璃仪器,对于实验结果尤为重要。

1. 洁净剂及其使用范围

最常用的洁净剂有肥皂、合成洗涤剂(如洗衣粉)、洗液(清洁液)、有机溶剂等。肥皂、合成洗涤剂等一般用于可以用毛刷直接刷洗的仪器,如烧瓶、烧杯、试剂瓶等非计量及非光学要求的玻璃仪器;也可用于滴定管、移液管、容量瓶等计量玻璃仪器的洗涤,但不能用毛刷刷洗。洗液多用于不能用毛刷刷洗的玻璃仪器,如滴定管、移液管、容量瓶、比色管、玻璃垂熔漏斗、凯氏烧瓶等特殊要求与形状的玻璃仪器;也用于洗涤长久不用的玻璃仪器和毛刷刷不下的污垢。

洗刷仪器时,应首先将手用肥皂洗净,免得手上的油污物黏附在仪器壁上,增加洗刷的困难。

2. 一般的玻璃仪器的洗涤

一般的玻璃仪器如试管、烧瓶、烧杯等的洗涤,先用自来水冲洗一下,然后用肥皂、洗衣粉用毛刷刷洗,再用自来水清洗,最后用纯化水冲洗3次(应顺壁冲洗并充分振荡,以提高冲洗效果)。

3. 容量分析仪器的洗涤

1) 铬酸洗液的配制与使用

称取研细的重铬酸钾 20g, 置烧杯内, 加水 40mL, 加热使溶解, 冷却后徐徐注入 350mL 硫酸中, 置棕色玻璃瓶中贮存。洗液可以重复使用, 如果洗液变绿或有大量沉淀析出, 表明该洗液已失效。铬酸洗液应避免与有机溶剂接触, 以免铬酸还原失效, 同时应注意尽量除尽待洗器皿的水分, 以免洗液遇水析出沉淀而失效。洗液应避免阳光直射或长期敞口放置, 以免失效。

2) 容量仪器洗涤

容量分析仪器包括滴定管、容量瓶、移液管(包括刻度吸管)等, 首先用自来水冲洗器皿, 除去残留物, 沥干水分, 倒入少量铬酸洗液洗涤, 转动器皿, 使器皿内壁与洗液充分接触。根据器皿污染的程度, 也可采用温热的洗液浸泡一定时间, 然后将洗液倒回洗液瓶内, 可供下一次继续使用。用自来水冲洗时, 应用大量水充分洗净铬酸残留液, 然后再用蒸馏水荡洗 3 次除去自来水, 倒置, 自然沥干。

三、电子天平的使用

分析天平可分成机械分析天平和电子分析天平, 在药物分析领域中应用的主要是电子分析天平。电子天平是根据电磁力平衡原理, 无需砝码, 放上被测物后在几秒内即可直接显示读数, 具有称量速度快、操作简便、精度高的特点。电子天平的最大载重量一般为 100g 或 200g, 最小分度值为 0.1mg 或 0.01mg, 能读数至 0.1mg 的称为万分之一天平, 能读数至 0.01mg 的称为十万分之一天平, 实际应用中应根据取样量大小和分析误差要求来决定选用相应规格的天平。

在定量分析工作中, 电子天平的使用十分普遍, 天平的称量误差直接影响分析结果。因此, 掌握电子天平的正确使用方法和必要的日常维护, 以保证仪器的精度和分析结果的准确性显得至关重要。现以最常用的万分之一电子天平的使用作具体介绍。

1. 检查与校正

1) 检查

电子天平应放置在水平且光滑的大理石台面或水泥台面上。使用时, 取下天平罩, 先检查天平盘内是否干净, 若不干净必须予以清扫, 随后检查天平的水平位置, 若不平, 可通过调节天平底座下的脚钮, 使水泡置于圆圈中央。检查硅胶是否变色失效, 若是, 应及时更换。同时察看天平的最大载重量, 切勿超过最大载重量。

2) 零点校正

接通电源, 轻按天平面板上的“ON/OFF”或“开”键, 天平预热和自检后显示“0.0000g”并闪动, 待数字显示稳定, 即表明天平已进入准备称量状态。

2. 称量方法

称量方法分为直接称量法、减重称量法和固定质量称量法。

1)直接称量法

称量操作时应戴手套,或用干净的纸条、塑料薄膜套住被称器皿。打开天平侧门,将被测物小心放置在天平秤盘中央后关闭天平侧门,待数字显示稳定后即可读取被测物的质量。打开天平侧门,取出被测物后再关闭。本法用于称量洁净干燥的、不易潮解或升华的固体试样的质量或称量一物体的质量。在进行干燥失重或炽灼残渣检查时,称量瓶或坩埚的质量采用本法称取。

2)减重称量法

用洁净的滤纸条从干燥器中取出称量瓶,加入适量试样(多于所需的总量,但不能超过称量瓶容积的 $2/3$),按直接称样法称得质量为 W_1 ,然后用滤纸条取出称量瓶,取下称量瓶盖,在接受试样的容器上方倾斜瓶身,用瓶盖轻敲瓶口使试样缓缓落入容器中,接近所需质量时,用瓶盖轻敲瓶口,使粘在瓶口的试样落下,同时将称量瓶慢慢直立,然后盖好瓶盖,再称取称量瓶质量为 W_2 。两次质量之差($W_1 - W_2$)即为供试样品的质量。若倒入容器的样品量太多,必须弃去,另取干净容器重新称量。若倒入容器的试样不足,可继续重复加样操作直至达到称量要求,但次数不宜多。本法是容量分析中常用的称量方法,易挥发、易氧化、易吸湿受潮或易与二氧化碳反应的物质宜采用本法。

3)固定质量称量法

将干燥洁净的空容器置天平盘上(如小烧杯等),待数字显示稳定,按去皮键或记下质量。用左手手指轻击右手腕部,将药匙中的样品慢慢震落于容器内,并观察天平读数,当达到所需质量时停止加样,关闭天平侧门,精密称定,读取数据。加入量若不慎超过了所需的量应弃去重称。本法用于称量某一固定质量的试剂或试样,适用于称量不易受潮、在空气中能稳定存在的粉末或小颗粒样品,以便精确调节其质量。

对于样品称量要求仅需落在称量范围(理论称量值的 $\pm 10\%$)内,精密称定即可。当采用称量纸称取样品时,应注意定量转移,可采取回称纸的质量或用适当溶剂冲洗称量纸。例如,在称量纸上称取适量样品,借助干燥洁净小漏斗,将样品导入烧杯内,回称纸的质量,并从读取的称量数据中减去回称后质量。如果采用适当溶剂冲洗称量纸,洗液必须并入样品容器中。

3. 称量结束后的操作

轻按“ON/OFF”或“关”键关闭天平后将天平还原,在使用记录本上记下使用的时间和天平的状态,并签名,整理好台面后方可离开。

4. 维护与注意事项

(1)称量操作过程中,开关门、放取称量物时,动作应轻缓,切不可用力过猛或过快,以免造成天平移位。

(2)必须保持天平内部清洁。称量完毕若有物品掉落在秤盘或天平厢内,应用刷子轻轻扫干净,放置好干燥剂,关上天平侧门后罩上天平罩。

(3)切勿直接将称物品放在天平盘上;切勿将大的锥形瓶、烧杯等较重的容器直接放置在天平称量盘上,以免造成秤盘底座弹性的损坏。

- (4)进行同一项分析工作的所有称量必须使用同一台天平,以减少误差。
- (5)重复称量或零点核实时,读数误差允许 $\pm 0.2\text{mg}$ 。
- (6)过冷或过热的物品应待其回到室温后方可称量。
- (7)称取具有腐蚀性的物品时,切勿洒落在秤盘或天平厢内,以免腐蚀天平。
- (8)天平应有专人负责日常的维护保养工作。天平厢内应放置变色硅胶,并勤更换,以保持天平厢内干燥。

四、容量仪器的校正

滴定分析仪器的容积并不一定与它所标示的值完全一致,就是说,刻度不一定十分准确。因此在实验工作前,尤其对于准确度要求较高的实验,必须予以校正。

1. 移液管的校正

将移液管洗净,吸取蒸馏水至标线以上,调节水的弯月面至标线,将水放入已称重的小锥形瓶中,再称重。两次质量之差即为水的质量。用水的质量除以该实验温度时每毫升水的质量,即得移液管的真实体积。

2. 容量瓶的校正

将洗净的容量瓶倒置,使之自然干燥,称空瓶重。注入蒸馏水至标线,注意瓶颈内壁标线以上不能挂有水滴,再称重。两次质量之差即为瓶中水的质量。用水的质量除以该实验温度时每毫升水的质量,即得该容量瓶的真实体积。

3. 滴定管的校正

将蒸馏水装入已洗净的滴定管中,调节水的弯月面至刻度零处,记录水温。然后按照滴定速度放出一定体积的水到已称重的小锥形瓶中,再称重,两次质量之差即为水的质量。用同样的方法称量滴定管其他刻度段体积的水的质量,用每次称得的水的质量除以该实验温度时每毫升水的质量,即可得到相当于滴定管各部分容积的实际体积。按国家计量局规定,常量滴定管分五段进行校正。

第三节 有效数字的修约^[2]

一、有效数字

有效数字是指在分析工作中实际上能测量到的数字。有效数字的位数与所使用的仪器及方法的准确程度相适应。换言之,有效数字能反映测量准确到什么程度。保留有效数字位数的原则如下。

- (1)在记录测量数据时只能保留一位可疑数,即数据的末位数欠准,其误差是末位数

的 ± 1 个单位。例如,用50mL量筒量取15mL溶液,由于该量筒只能准确到1mL,因此只能记录为两位有效数字15mL。若用15mL移液管量取15mL溶液则应记成15.00mL,因为移液管可以准确到0.01mL,取4位有效数字,其末位可能有 ± 0.01 mL的误差。

(2)在0~9这十个数字中,0是一个特殊的数字。0既可作为有效数字,也可用于定位,此时为和测量准确度无关的数字。例如,称量数据0.05060g,5后面的两个0皆为有效数字,末位0说明质量可以准确至1/10000g,故其有效数字为4位;5前面的两个0则用于定位。有时,一个较大数字中的“0”只是用于定位,并不一定是有效数字。如615000可以是3位、4位、5位或6位有效数字。为了正确反映有效数字的位数,最好用科学计数法表示。如为3位有效数字,可记为 6.15×10^4 ;为4位,则记为 6.150×10^4 ;依此类推。也可用小一号字标明定位用的“0”,如3位有效数字,可记为615 000。

(3)变换单位时有效数字的位数必须保持不变,例如,12.5L应写 1.25×10^4 mL。

(4)首位数大的数字在绝对误差相同的情况下相对误差小,故首位为8或9的数字的有效数字可多计一位。如97g可视为3位有效数字。

(5)pH和 pK_a 等对数值,由于其整数部分的数字只代表原值的幂次,故其有效数字仅取决于小数部分数字的位数。如pH为7.13的有效数字是2位。

一般情况下,用计算器计算的过程中大都保留了过多的位数,不仅不符合测量值的实际可靠性,还增加了计算量,故宜先取舍后计算,最后的计算结果必须按与方法、仪器的准确度相适应的有效数字位数进行调整。

二、运算法则

在计算结果时,每个测量值的误差都要传递至分析结果。根据误差传递规律,按照有效数字的运算法则合理取舍,才能正确表达分析结果的准确度。

加减法的和或差的误差是各个数值绝对误差的传递结果。所以,计算结果的绝对误差必须与各数据中绝对误差最大的那个数据相当,即几个数据相加或相减的和或差的有效数字的保留,应以小数点后位数最少(绝对误差最大)的数据为依据。例如, $0.4362 + 0.0024 + 0.15 = 0.59$ 。通常为了便于计算,可先按绝对误差最大的数据修约其他各数据,而后计算。

乘除法的积或商的误差则是各个数据相对误差的传递结果,即几个数据相乘、相除时,积或商的有效数字保留的位数应以参与运算的数据中相对误差最大的数据为依据。例如, 0.12×9.6782 ,可先修约成 0.12×9.7 ,正确结果应是1.2。

三、数字修约规则

在实际情况下,各测量值的有效数字的位数经常不同。基于节省计算时间和避免误差累积的考虑,按一定的规则舍入多余的尾数显得十分有必要。按运算法则确定有效数字的位数后,舍入多余的尾数,称为数字修约。其基本规则如下:

(1)四舍六入五成双规则。测量值中被修约数等于或小于4时,舍弃;等于或大于6