

新世纪 全国高等中医药院校规划教材



分析化学实验

供中药类专业用

主编 黄世德 梁生旺

中国中医药出版社



责任编辑 李占永
封面设计 谢璇

普通高等教育“十五”国家级规划教材 新世纪 全国高等中医药院校规划教材

中医学专业

中国医学史
医古文
中医各家学说
中医基础理论
中医诊断学
内经选读
伤寒学
金匱要略
温病学
中药学
方剂学
中医内科学
中医外科学
中医妇科学
中医儿科学
中医伤科学
针灸学
中医耳鼻咽喉科学
中医眼科学

中医急诊学
正常人体解剖学
组织学与胚胎学
生理学
病理学
药理学
生物化学
免疫学基础与病原生物学
诊断学基础
内科学
西医外科学
医用物理学

针灸推拿学专业

经络腧穴学
刺法灸法学
针灸治疗学
实验针灸学
推拿学
推拿手法学

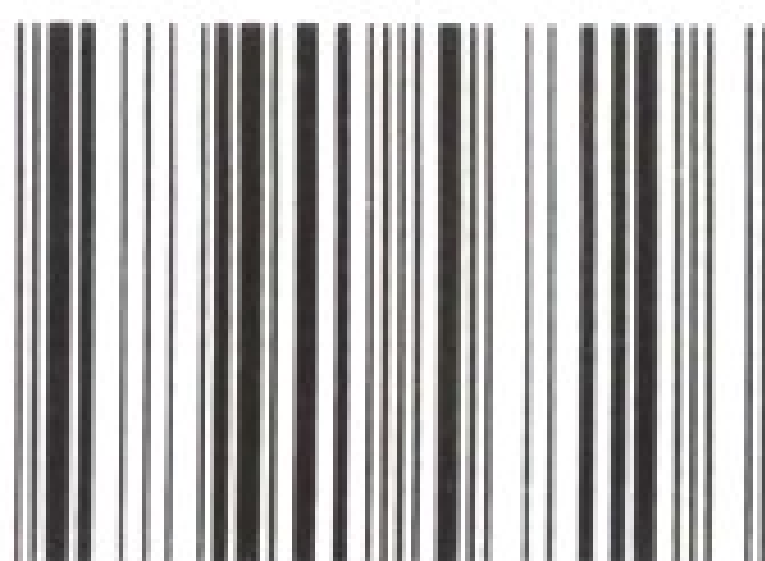
针灸医籍选读

中药学专业

中医学基础
药用植物学
中药药理学
中药化学
中药炮制学
中药鉴定学
中药药剂学
中药制剂分析
中药制药工程原理与设备
高等数学
中医药统计学
物理学
无机化学
有机化学
物理化学
分析化学
● 分析化学实验

中国中医药出版社 出版

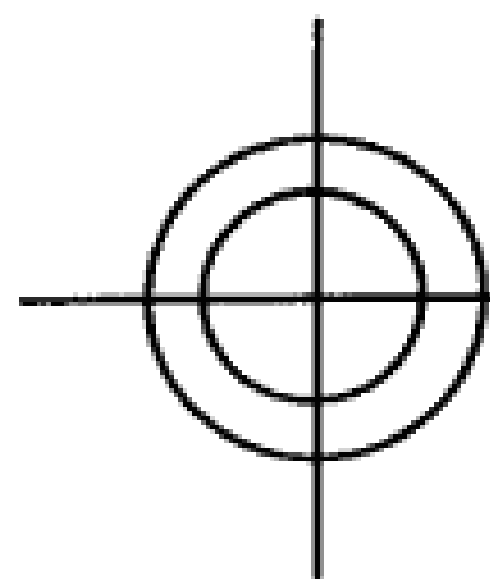
ISBN 7-80156-810-9



9 787801 568106 >

ISBN 7-80156-810-9/R·810

定价 13.00元



新世纪全国高等中医药院校规划教材

分析化学实验

(供中药类专业用)

主 编	黄世德	(成都中医药大学)
	梁生旺	(河南中医学院)
副主编	万 丽	(成都中医药大学)
	尹 华	(浙江中医学院)
	王淑美	(河南中医学院)
	李 锦	(天津中医学院)
	张元桐	(辽宁中医学院)
	张明昶	(贵阳中医学院)
	王新宏	(上海中医药大学)
	谢晓梅	(安徽中医学院)
主 审	陈定一	(北京中医药大学)

中国中医药出版社
· 北 京 ·

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/黄世德,梁生旺主编. —北京:中国中医药出版社,2005.9

新世纪全国高等中医药院校规划教材

ISBN 7-80156-810-9

I. 分… II. ①黄… ②梁… III. 分析化学—化学实验—中医学院—教材
IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 015153 号

中国中医药出版社出版
北京市朝阳区北三环东路 28 号易亨大厦 16 层
邮政编码:100013
传真:64405750
北京市卫顺印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 850×1168 1/16 印张 11 字数 264 千字
2005 年 9 月第 1 版 2006 年 1 月第 2 次印刷
书 号 ISBN 7-80156-810-9/R·810 册数 5001-10000

*

定价:13.00 元
网址 WWW.CPTCM.COM

如有质量问题请与本社出版部调换
版权专有 侵权必究
社长热线 010 64405720
购书热线:010 64065415 010 84042153

全国高等中医药专业教材建设

专家指导委员会

- 主任委员** 李振吉 (国家中医药管理局副局长)
- 副主任委员** 王永炎 (中国中医研究院名誉院长 中国工程院院士)
贺兴东 (国家中医药管理局科技教育司司长)
- 委员** (按姓氏笔画排列)
- 王绵之 (北京中医药大学 教授)
- 王明来 (国家中医药管理局科技教育司副司长)
- 王新陆 (山东中医药大学校长 教授)
- 邓铁涛 (广州中医药大学 教授)
- 石学敏 (天津中医学院教授 中国工程院院士)
- 龙致贤 (北京中医药大学 教授)
- 皮持衡 (江西中医学院 教授)
- 刘振民 (北京中医药大学 教授)
- 任继学 (长春中医学院 教授)
- 严世芸 (上海中医药大学校长 教授)
- 李任先 (广州中医药大学 教授)
- 李庆生 (云南中医学院院长 教授)
- 吴咸中 (天津中西医结合医院教授 中国工程院院士)
- 张士卿 (甘肃中医学院院长 教授)
- 肖培根 (中国医学科学院教授 中国工程院院士)
- 陈可冀 (中国中医研究院教授 中国科学院院士)
- 周仲瑛 (南京中医药大学 教授)
- 郑守曾 (北京中医药大学校长 教授)
- 胡之璧 (上海中医药大学教授 中国工程院院士)
- 项 平 (南京中医药大学校长 教授)
- 施 杞 (上海中医药大学 教授)
- 徐志伟 (广州中医药大学副校长 教授)

曹洪欣	(黑龙江中医药大学校长	教授)
梁繁荣	(成都中医药大学副校长	教授)
焦树德	(中日友好医院	教授)
路志正	(中国中医研究院	教授)
颜德馨	(上海铁路医院	教授)

前 言

“新世纪全国高等中医药院校规划教材”是依据教育部《关于“十五”期间普通高等教育教材建设与改革的意见》的精神，在教育部、国家中医药管理局规划指导下，由全国中医药高等教育学会组织、全国高等中医药院校联合编写、中国中医药出版社出版的高等中医药院校本科系列教材。

本系列教材采用了“政府指导、学会主办、院校联办、出版社协办”的运作机制。为确保教材的质量，在教育部和国家中医药管理局指导下，建立了系统完善的教材管理体制，成立了全国高等中医药专业教材建设专家指导委员会、全国高等中医药教材建设研究会，对本系列教材进行了整体规划，在主编遴选、教学大纲和教材编写大纲、教材质量等方面进行了严格的审查、审定。

本系列教材立足改革，更新观念，以新的专业目录为依据，以国家规划教材为重点，按主干教材、配套教材、改革创新教材分类，以宽基础、重实践为原则，是一套以国家规划教材为重点，门类齐全，适应培养新世纪中医药高素质、创造性人才需要的系列教材。在教材组织编写的过程中引入了竞争机制，教材主编和参编人员全国招标，按照条件严格遴选，专家指导委员会审议，择优确定，形成了一支以一线专家为主体，以老带新的高水平的教材编写队伍，并实行主编负责制，以确保教材质量。

本系列教材编写实施“精品战略”，从教材规划到教材编写、专家审稿、编辑加工、出版，都有计划、有步骤实施，层层把关，步步强化，使“精品意识”、“质量意识”贯彻全过程。每种教材的教学大纲、编写大纲、样稿、全稿，都经过专家指导委员会审定，都经历了编写会、审稿会、定稿会的反复论证，不断完善，重点提高内在质量。尤其是根据中医药教材的特点，在继承与发扬、传统与现代、理论与实践、中医与西医等方面进行了重点论证，并在继承传统精髓的基础上择优吸收现代研究成果；在写作方法上，大胆创新，使教材内容更为系统化、科学化、合理化，更便于教学，更利于学生系统掌握基本理论、基本知识和基本技能；注意体现素质教育和创新能力与实践能力的培养，为学生知识、能力、素质协调发展创造条件。

在出版方面，出版社全面提高“精品意识”、“质量意识”，从编辑、设计、印刷、装帧质量，在各个环节都精心组织、精心施工，力争出版高水平的精品教材，使中医药教材的出版质量上一个新台阶。

本系列教材按照中医药专业培养目标和国家中医药执业医师资格考试要求，以国家规划教材为重点，门类齐全，适合全国各高等中医药院校中医学专业、针灸推拿学专业、中药学专业本科教学使用。是国家中医执业医师资格考试、国家中医药专业技术人员职称资格考试的参考书。

本系列教材于2002年年底出版的主要为中医专业、针灸推拿专业、中药专业教材，共计46门，其中34门被教育部评选为“普通高等教育‘十五’国家级规划教材”。

值得提出的是，本系列教材在审定时，专家指导委员会王永炎院士、邓铁涛教授、任继学教授、肖培根院士、胡之璧院士等专家对教材书稿进行了严格把关，提出精辟的意见，对保证教材质量起了重要作用；本套教材的编写出版，得到中国中医药出版社和全国高等中医药院校在人力、物力上的大力支持，为教材的编写出版创造了有利条件。各高等中医药院校，既是教材的使用单位，又是教材编写任务的承担单位，在本套教材建设中起到了主体作用。在此一并致谢！

本系列教材在继承的基础上进行了一定力度的改革与创新，在探索的过程中难免有不足之处，甚或错漏之处，敬请各教学单位、各位教学人员在使用中发现问题，及时提出批评指正，以便我们重印或再版时予以修改，使教材质量不断提高，更好地适应新世纪中医药人才培养需要。

全国中医药高等教育学会
全国高等中医药教材建设研究会

2002年8月

新世纪全国高等中医药院校规划教材

《分析化学实验》编委会

- 主 编 黄世德 (成都中医药大学)
 梁生旺 (河南中医学院)
- 副 主 编 万 丽 (成都中医药大学)
 尹 华 (浙江中医学院)
 王淑美 (河南中医学院)
 李 锦 (天津中医学院)
 张元桐 (辽宁中医学院)
 张明昶 (贵阳中医学院)
 王新宏 (上海中医药大学)
 谢晓梅 (安徽中医学院)
- 编 委 (以姓氏笔画为序)
- 王兆伦 (山东中医药大学)
 叶晓雯 (云南中医学院)
 江 滨 (广州中医药大学)
 许腊英 (湖北中医学院)
 李彦冰 (黑龙江中医药大学)
 吴晓青 (西南交通大学药学院)
 张 丽 (南京中医药大学)
 张 洁 (长春中医学院)
 张小荣 (西南交通大学药学院)
 陈 丽 (福建中医学院)
 侯小涛 (广西中医学院)
 袁 强 (浙江中医学院)
 彭晓霞 (甘肃中医学院)
 彭新君 (湖南中医学院)
- 主 审 陈定一 (北京中医药大学)

编写说明

《分析化学实验》是根据“新世纪全国高等中医药院校规划教材”《分析化学》教学大纲要求和上版《分析化学实验》出版以来各院校使用的实际情况及意见,并根据分析化学发展需要及各院校实验设备现状编写的。全书共七十六个实验,可供全国中医药院校中药、药学类专业及相关专业的分析化学实验课使用,也可供有关专业的分析化学实验选用。

本版实验教材除保持上版实验教材的特色外,对实验内容进行了精选、调整和充实。除在实验前面增加了分析化学实验的任务和要求外,还对分析化学实验中应了解的一般知识作了介绍,包括实验室注意事项、分析用水、化学试剂及定量分析实验常用的玻璃仪器等知识的介绍。

为了激发学生学习的积极性,培养学生的独立工作及创新能力,实验内容除保证必要的基本训练及与本门学科理论教学有关内容的实验外,还着重增加了培养学生进行科学研究能力训练的应用性、试验性、设计性实验和渗透于学科间的培养学生综合能力的综合性实验。删去了醋酸的电位滴定等 10 个实验,增加了 α -氨基酸的含量测定等应用性、试验性实验及设计性、综合性实验 27 个。在书末还增加了常用的酸碱溶液、缓冲溶液、指示剂等附表。

由于编者水平有限,书中难免有错误和不当之处,敬请读者提出宝贵意见,以便再版时修订。

《分析化学实验》编委会
二〇〇五年八月

目 录

分析化学实验的任务和要求.....	(1)
分析化学实验的一般知识.....	(3)
基本实验	(14)
实验一 分析天平称量练习	(14)
实验二 葡萄糖干燥失重实验	(22)
实验三 盐酸黄连素的含量测定	(23)
实验四 生药灰分的测定	(30)
实验五 芒硝中硫酸钠的含量测定	(31)
实验六 容量器皿的使用和校准	(33)
实验七 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(36)
实验八 酸碱溶液浓度的标定	(39)
实验九 苯甲酸的含量测定	(41)
实验十 混合碱溶液各组分含量测定	(42)
实验十一 矿物药白矾砂中氯化铵的含量测定	(44)
实验十二 高氯酸标准溶液的配制与标定	(45)
实验十三 枸橼酸钠的含量测定	(48)
实验十四 α -氨基酸含量测定	(49)
实验十五 银量法标准溶液的配制与标定	(50)
实验十六 溴化钾的含量测定	(53)
实验十七 EDTA 标准溶液的配制与标定	(54)
实验十八 水的硬度测定	(56)
实验十九 中药明矾的含量测定	(58)
实验二十 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	(60)
实验二十一 过氧化氢的含量测定	(62)
实验二十二 水中化学耗氧量(COD)的测定	(63)
实验二十三 土壤中有机质的含量测定(重铬酸钾法)	(65)
实验二十四 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	(67)

实验二十五	胆矾中硫酸铜的含量测定	(69)
实验二十六	I ₂ 标准溶液的配制与标定	(71)
实验二十七	维生素 C 的含量测定	(73)
实验二十八	苯酚的含量测定	(75)
实验二十九	扑热息痛有效成分的含量测定	(76)
实验三十	盐酸普鲁卡因的含量测定(亚硝基化滴定法)	(78)
实验三十一	磷酸的电位滴定	(80)
实验三十二	饮用水中氟含量的测定	(87)
实验三十三	永停滴定法	(90)
实验三十四	可见分光光度计的性能检验	(92)
实验三十五	吸收曲线的绘制	(95)
实验三十六	标准曲线法测定芦丁含量	(96)
实验三十七	紫外分光光度计的性能检验	(98)
实验三十八	维生素 B ₁₂ 注射液的定性鉴别及定量分析	(102)
实验三十九	双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	(103)
实验四十	银黄口服液中黄芩苷和绿原酸的含量测定	(106)
实验四十一	固体试样红外光谱的测定(KBr 法)	(107)
实验四十二	液体试样红外光谱的测定	(108)
实验四十三	硫酸奎宁的激发光谱与发射光谱法测定	(108)
实验四十四	荧光法测定维生素 B ₁ 的含量	(109)
实验四十五	原子吸收法试样的处理	(111)
实验四十六	原子吸收法测定感冒颗粒剂中的铜	(113)
实验四十七	柱色谱法测定氧化铝活度	(114)
实验四十八	纸色谱法分离氨基酸	(116)
实验四十九	马钱子粉的薄层色谱法鉴别	(118)
实验五十	五味子的薄层色谱法鉴别	(119)
实验五十一	对乙酰氨基酚的杂质限量检查	(120)
实验五十二	薄层扫描法测定女贞子中齐墩果酸的含量	(121)
实验五十三	薄层扫描法测定甲基红含量	(123)
实验五十四	固定液的涂渍与色谱柱的填充	(124)
实验五十五	气相色谱仪性能检查	(125)
实验五十六	气相色谱法定性分析	(127)
实验五十七	气相色谱法定量分析(外标法)	(129)
实验五十八	气相色谱法定量分析(内标法)	(130)
实验五十九	气相色谱法定量分析(归一化法)	(131)

实验六十	高效液相色谱仪柱效能和分离度的测定.....	(132)
实验六十一	外标法测定丹参中丹参酮Ⅱ _A 的含量	(134)
实验六十二	标准曲线法测定芍药苷的含量.....	(135)
实验六十三	复方炔诺孕酮片的含量测定.....	(136)
设计性实验和综合性实验.....		(138)
实验六十四	中药白矾砂中 NH_4^+ 的含量测定	(140)
实验六十五	NaH_2PO_4 和 Na_2HPO_4 混合物中各组分的含量测定	(141)
实验六十六	醋酸钠的含量测定.....	(142)
实验六十七	水中微量铁的测定.....	(144)
实验六十八	中药牡丹皮中丹皮酚的含量测定.....	(144)
实验六十九	金银花中绿原酸的薄层层析鉴别.....	(144)
实验七十	固体混合物中苏丹黄的制备性分离.....	(145)
实验七十一	中药胆矾中 CuSO_4 的含量测定	(146)
实验七十二	冰硼散中冰片、朱砂、硼砂和玄明粉的含量测定.....	(147)
实验七十三	大山楂丸中总黄酮的含量测定.....	(149)
实验七十四	有机化合物的吸收光谱及溶剂效应.....	(150)
实验七十五	枸橼酸钠的含量测定.....	(152)
实验七十六	中药厚朴中厚朴酚与和厚朴酚的提取及含量测定.....	(154)
附录.....		(156)
参考文献.....		(163)

分析化学实验的任务和要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验的任务是使学生加深对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学实验的基本操作技能,养成严格、认真和实事求是、一丝不苟的科学作风。通过验证性实验(一般性实验)、综合性实验和设计性实验的系统性训练,培养学生观察与动手的能力、分析和解决问题的能力、创新思维和创新实践的能力;树立严格“量”的概念,学会实验数据的处理方法,为学习后续课程和将来从事实际工作打下扎实的基础。为了完成上述任务,提出以下要求:

1. 实验前的预习

预习是做好实验的基础,学生在实验之前,一定要认真阅读有关实验教材,明确本实验的目的、任务、有关原理、操作的主要步骤及注意事项,做到心中有数。并写好报告中的部分内容(如实验名称、日期、目的要求、简要原理、实验内容与步骤的简要描述),以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 实验过程中注意事项

(1)进行每一步操作时,都要积极思考这一步操作的目的和作用,可能出现什么现象等。

(2)每人都必须备有专用实验记录本和报告单,随时把必要的数据和现象清楚地、正确地记录在专用的记录本上。

(3)应严格地遵守操作规程及注意事项。实验前不应动仪器和试剂,使用不熟悉的仪器和试剂之前,应查阅有关书籍或请教指导教师,不要随意进行实验,以免损坏仪器,浪费试剂,使实验失败,更重要的是预防发生意外事故。

(4)自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,使实验室环境清洁、卫生,仪器安置有序,节约实验用品,废液应按规定处理排放。

3. 实验完毕后注意事项

对实验所得结果和数据,按实际情况及时进行整理、计算和分析。重视总结实验中的经验教训,用专用实验报告单认真写好实验报告,按时交给指导老师。及时洗涤、清理仪器,切断(或关闭)电源和水阀。

记录和报告注意事项及评分标准:

(1)实验报告应包括下列内容:实验名称,日期,目的要求,实验原理,实验内容与步骤的简要描述(可用箭头流程式表示),测量所得数据,各种观察现象(包括文字与图像)与注解,数据处理和实验结果,问题和讨论。

这几项内容的取舍、繁简,应视各个实验的具体需要而定,只要符合实验报告的要求,能简化的应当简化,需保留的必须保留。

(2)记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)、清楚。

(3) 记录本的篇页都应编号,不要随便撕去。严禁在小片纸上记录实验数据和现象。

(4) 记录和计算若有错误,应划掉重写,不得涂改,绝对不允许凑数据。

(5) 记录或处理分析数据应按有效数字运算规则处理。

(6) 实验结果常以多次测定的平均值表示并计算出相对平均偏差,有时还应计算出测定结果的置信区间或标准偏差。

(7) 成绩的评定包括:预习情况及对实验的态度;实验操作技能;原始记录的真实性及对实验结果的态度;实验报告的撰写是否认真和符合要求;实验结果的精密度、准确度及有效数字的表达等。

分析化学实验的一般知识

一、实验室注意事项

1. 遵守实验室各项制度。
2. 经常保持实验室的整洁和安静,注意桌面和仪器的整洁。
3. 保持水槽清洁,切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内,废酸和废碱应小心倒入废液缸内,切勿倒入水槽,以免腐蚀下水道。
4. 爱护仪器,节约试剂、水和电等。
5. 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。在眼睛受到伤害时,必须立即送医院请眼科医生诊治。如果眼睛被溶于水的化学药品灼伤时,应先用大量的细水流洗涤眼睛,是碱灼伤时再用 20% 硼酸溶液淋洗,酸灼伤则用 3% 碳酸氢钠溶液淋洗。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时,应在通风橱中进行操作。稀释浓酸时应把浓酸加入水中,而不要把水加入浓酸中。
6. 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒,使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ,严禁在酸性介质中加入氰化物。
7. 使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源,敞口操作应在通风橱中进行,取用试剂后的试剂瓶应及时加盖,置阴凉处存放,低沸点、低闪点有机溶剂不得在明火或电炉上加热,应在水浴、油浴或可调电压电热套中加热。用过的溶剂不可倒入水槽中排放,应倒入回收瓶中集中处理。
8. 使用高压钢瓶时,要严格按操作规程操作。高压钢瓶的种类可根据其颜色加以辨认(见表 1)。

表 1 不同高压钢瓶的辨认

气 体 名 称	瓶 体 颜 色	字 样	字 样 颜 色	横 条 颜 色
氧气	天蓝	氧	黑	
氢气	深绿	氢	红	
氮气	黑	氮	黄	棕
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	
压缩空气	黑	压缩空气	白	
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
石油气	灰	石油气体	红	
氩气	灰	纯氩	绿	

9. 如果在实验过程中发生着火,应尽快切断电源和燃气源,并选择合适的灭火器材扑灭之。若着火面积较大,在尽力扑救的同时应及时报警。

10. 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作餐具。离开实验室时要仔细洗手,如曾使用过有毒物品,还应漱口。

二、分析用纯水

1. 纯水的制备

根据分析的任务和要求的不同,对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析工作中,离子选择电极法、配位滴定法和银量法所用的水纯度较高。

(1) 蒸馏法:蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得的纯水,由于蒸馏器的材料不同,所带的杂质也不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2) 离子交换法:这是应用离子交换树脂分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量纯度较高的水而成本较低。

(3) 电渗析法:电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的方法,即是在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而去除离子型杂质的方法。此法不能去除非离子型杂质,适合于要求不高的分析工作。

2. 纯水的合理选用及检验方法

(1) 纯水的规格

在分析化学实验中,应根据所做实验的水质要求,合理地选用不同规格的纯水。我国已颁布了“分析实验室用水规格和试验方法”的国家标准[GB 6682—92]。标准中规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。表2为实验室用水的级别及主要指标。

表2 分析实验室用水的级别和主要技术指标(引自 GB 6682—92)

指标名称	一 级	二 级	三 级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
电阻率($\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O 计)/(mg/L)	—	0.08	< 0.4
蒸发残渣($105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$)/(mg/L)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
可溶性硅(以 SiO_2 计)(mg/L)	< 0.01	< 0.02	

(2) 纯水常用的检验方法

实验所用纯水的质量,通常采用物理方法和化学方法检验其纯度来确定。检验项目主要有电导率(或电阻率)、pH、硅酸盐、氯离子及某些金属离子(如镁、铜、锌、铅、铁等)等。