



全国中医药行业高等教育“**十二五**”规划教材



全国高等中医药院校规划教材(第九版)

仪器分析实验

供中药学类、药学类、制药工程等专业用

主 编 © 王淑美

0657-33
34-2

全国百佳图书出版单位
中国中医药出版社



全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材
全国高等中医药院校规划教材（第九版）

仪器分析实验

（新世纪第二版）

（供中药学类、药学类、制药工程等专业用）

主 编 王淑美（广东药学院）
副主编 尹 华（浙江中医药大学）
卞金辉（成都中医药大学）
黄建梅（北京中医药大学）
吕青涛（山东中医药大学）
崔红花（广东药学院）
张明昶（贵阳中医学院）



中国中医药出版社

· 北 京 ·



北航

C1667976

0657-33

34-2

9787513215410

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验 / 王淑美主编. —2 版. —北京: 中国中医药出版社, 2013. 7

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5132-1541-1

I. ①仪… II. ①王… III. ①仪器分析-实验-高等

学校-教材 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 139545 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 010 64405750

北京时代华都印刷有限公司印刷

各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 5.5 字数 118 千字

2013 年 7 月第 2 版 2013 年 7 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-5132-1541-1

*

定价 10.00 元

网址 www.cptcm.com

如有印装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 64065413

书店网址 csln.net/qksd/

官方微博 <http://e.weibo.com/cptcm>

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材

全国高等中医药院校规划教材（第九版）

专家指导委员会

- 名誉主任委员 王**国**强（卫生部副部长兼国家中医药管理局局长）
邓**铁**涛（广州中医药大学教授 国医大师）
- 主任委员 李**大**宁（国家中医药管理局副局长）
- 副主任委员 王**永**炎（中国中医科学院名誉院长 教授 中国工程院院士）
张**伯**礼（中国中医科学院院长 天津中医药大学校长 教授 中国工程院院士）
洪**净**（国家中医药管理局人事教育司巡视员兼副司长）
- 委 员（以姓氏笔画为序）
- 王**华**（湖北中医药大学校长 教授）
王**键**（安徽中医药大学校长 教授）
王**之**虹（长春中医药大学校长 教授）
王**北**婴（国家中医药管理局中医师资格认证中心主任）
王**亚**利（河北医科大学副校长 教授）
王**国**辰（全国中医药高等教育学会教材建设研究会秘书长 中国中医药出版社社长）
王**省**良（广州中医药大学校长 教授）
车**念**聪（首都医科大学中医药学院院长 教授）
石**学**敏（天津中医药大学教授 中国工程院院士）
匡**海**学（黑龙江中医药大学校长 教授）
刘**振**民（全国中医药高等教育学会顾问 北京中医药大学教授）
孙**秋**华（浙江中医药大学党委书记 教授）
严**世**芸（上海中医药大学教授）
李**大**鹏（中国工程院院士）
李**玛**琳（云南中医学院院长 教授）
李**连**达（中国中医科学院研究员 中国工程院院士）
李**金**田（甘肃中医学院院长 教授）
杨**关**林（辽宁中医药大学校长 教授）
吴**以**岭（中国工程院院士）

吴咸中 (天津中西医结合医院主任医师 中国工程院院士)

吴勉华 (南京中医药大学校长 教授)

肖培根 (中国医学科学院研究员 中国工程院院士)

陈可冀 (中国中医科学院研究员 中国科学院院士)

陈立典 (福建中医药大学校长 教授)

范永升 (浙江中医药大学校长 教授)

范昕建 (成都中医药大学校长 教授)

欧阳兵 (山东中医药大学校长 教授)

周 然 (山西中医学院院长 教授)

周永学 (陕西中医学院院长 教授)

周仲瑛 (南京中医药大学教授 国医大师)

郑玉玲 (河南中医学院院长 教授)

胡之璧 (上海中医药大学教授 中国工程院院士)

耿 直 (新疆医科大学副校长 教授)

徐安龙 (北京中医药大学校长 教授)

唐 农 (广西中医药大学校长 教授)

梁光义 (贵阳中医学院院长 教授)

程莘农 (中国中医科学院研究员 中国工程院院士)

陈明人 (江西中医药大学校长 教授)

谢建群 (上海中医药大学常务副校长 教授)

路志正 (中国中医科学院研究员 国医大师)

廖端芳 (湖南中医药大学校长 教授)

颜德馨 (上海铁路医院主任医师 国医大师)

秘 书 长 王 键 (安徽中医药大学校长 教授)

洪 净 (国家中医药管理局人事教育司巡视员兼副司长)

王国辰 (全国中医药高等教育学会教材建设研究会秘书长
中国中医药出版社社长)

办公室主任 周 杰 (国家中医药管理局人事教育司教育处处长)

林超岱 (中国中医药出版社副社长)

李秀明 (中国中医药出版社副社长)

办公室副主任 王淑珍 (全国中医药高等教育学会教材建设研究会副秘书长
中国中医药出版社教材编辑部主任)

裴 颢 (中国中医药出版社教材编辑部副主任)

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材
全国高等中医药院校规划教材(第九版)

《仪器分析实验》编委会

- 主 编 王淑美 (广东药学院)
- 副主编 尹 华 (浙江中医药大学)
卞金辉 (成都中医药大学)
黄建梅 (北京中医药大学)
吕青涛 (山东中医药大学)
崔红花 (广东药学院)
张明昶 (贵阳中医学院)
- 编 委 王新宏 (上海中医药大学)
邓海山 (南京中医药大学)
陈晓霞 (辽宁中医药大学)
吴 萍 (湖南中医药大学)
黄荣增 (湖北中医药大学)
彭晓霞 (甘肃中医学院)
王 瑞 (山西中医学院)
何翠微 (广西中医药大学)
曹秀莲 (河北医科大学中医学院)
贺少堂 (陕西中医学院)
徐可进 (长春中医药大学)
蒋 亚 (西南交通大学药学院)
李 锦 (天津中医药大学)
崔永霞 (河南中医学院)
谢晓梅 (安徽中医药大学)
陈 丽 (福建中医药大学)
谢一辉 (江西中医药大学)
范卓文 (黑龙江中医药大学)

前言

全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材是为贯彻落实《国家中长期教育改革和规划纲要(2010-2020年)》、《教育部关于“十二五”普通高等教育本科教材建设的若干意见》和《中医药事业发展“十二五”规划》，依据行业人才需求和全国各高等中医药院校教育教学改革新发展，在国家中医药管理局人事教育司的主持下，由国家中医药管理局教材办公室、全国中医药高等教育学会教材建设研究会在总结历版中医药行业教材特别是新世纪全国高等中医药院校规划教材建设经验的基础上，进行统一规划建设的。鉴于由中医药行业主管部门主持编写的全国高等中医药院校规划教材目前已出版八版，为便于了解其历史沿革，同时体现其系统性和传承性，故本套教材又可称“全国高等中医药院校规划教材(第九版)”。

本套教材坚持以育人为本，重视发挥教材在人才培养中的基础性作用，充分展现我国中医药教育、医疗、保健、科研、产业、文化等方面取得的新成就，以期成为符合教育规律和人才成长规律，并具有科学性、先进性、适用性的优秀教材。

本套教材具有以下主要特色：

1. 继续采用“政府指导，学会主办，院校联办，出版社协办”的运作机制

在规划、出版全国中医药行业高等教育“十五”、“十一五”规划教材时(原称“新世纪全国高等中医药院校规划教材”新一版、新二版，亦称第七版、第八版，均由中国中医药出版社出版)，国家中医药管理局制定了“政府指导，学会主办，院校联办，出版社协办”的运作机制，经过两版教材的实践，证明该运作机制符合新时期教育部关于高等教育教材建设的精神，同时也是适应新形势下中医药人才培养需求的更高效的教材建设机制，符合中医药事业培养人才的需要。因此，本套教材仍然坚持这个运作机制并有所创新。

2. 整体规划，优化结构，强化特色

此次“十二五”教材建设工作对高等中医药教育3个层次多个专业的必修课程进行了全面规划。本套教材在“十五”、“十一五”优秀教材基础上，进一步优化教材结构，强化特色，重点建设主干基础课程、专业核心课程，加强实验实践类教材建设，推进数字化教材建设。本套教材数量上较第七版、第八版明显增加，专业门类上更加齐全，能完全满足教学需求。

3. 充分发挥高等中医药院校在教材建设中的主体作用

全国高等中医药院校既是教材使用单位，又是教材编写工作的承担单位。我们发出关于启动编写“全国中医药行业高等教育‘十二五’规划教材”的通知后，各院校积极响应，教学名师、优秀学科带头人、一线优秀教师积极参加申报，凡被选中参编的教师都以积极热情、严肃认真、高度负责的态度完成了本套教材的编写任务。

4. 公开招标，专家评议，健全主编遴选制度

本套教材坚持公开招标、公平竞争、公正遴选主编原则。国家中医药管理局教材办公室和全国中医药高等教育学会教材建设研究会制订了主编遴选评分标准,经过专家评审委员会严格评议,遴选出一批教学名师、高水平专家承担本套教材的主编,同时实行主编负责制,为教材质量提供了可靠保证。

5. 继续发挥执业医师和职称考试的标杆作用

自我国实行中医、中西医结合执业医师准入制度以及全国中医药行业职称考试制度以来,第七版、第八版中医药行业规划教材一直作为考试的蓝本教材,在各种考试中发挥了权威标杆作用。作为国家中医药管理局统一规划实施的第九版行业规划教材,将继续在行业的各种考试中发挥其标杆性作用。

6. 分批进行,注重质量

为保证教材质量,本套教材采取分批启动方式。第一批于2011年4月启动中医学、中药学、针灸推拿学、中西医临床医学、护理学、针刀医学6个本科专业112种规划教材。2012年下半年启动其他专业的教材建设工作。

7. 锤炼精品,改革创新

本套教材着力提高教材质量,努力锤炼精品,在继承与发扬、传统与现代、理论与实践的结合上体现了中医药教材的特色;学科定位准确,理论阐述系统,概念表述规范,结构设计更为合理;教材的科学性、继承性、先进性、启发性及教学适应性较前八版有不同程度提高。同时紧密结合学科专业发展和教育教学改革,更新内容,丰富形式,不断完善,将学科、行业的新知识、新技术、新成果写入教材,形成“十二五”期间反映时代特点、与时俱进的教材体系,确保优质教育资源进课堂,为提高中医药高等教育本科教学质量和人才培养质量提供有力保障。同时,注重教材内容在传授知识的同时,传授获取知识和创造知识的方法。

综上所述,本套教材由国家中医药管理局宏观指导,全国中医药高等教育学会教材建设研究会倾力主办,全国各高等中医药院校高水平专家联合编写,中国中医药出版社积极协办,整个运作机制协调有序,环环紧扣,为整套教材质量的提高提供了保障机制,必将成为“十二五”期间全国高等中医药教育的主流教材,成为提高中医药高等教育教学质量和人才培养质量最权威的教材体系。

本套教材在继承的基础上进行了改革与创新,但在探索的过程中,难免有不足之处,敬请各教学单位、教学人员以及广大学生在使用中发现问题及时提出,以便在重印或再版时予以修正,使教材质量不断提升。

国家中医药管理局教材办公室
全国中医药高等教育学会教材建设研究会
中国中医药出版社

2012年6月

编写说明

《仪器分析实验》是全国中医药行业高等教育“十二五”规划教材、全国高等中医药院校规划教材（第九版）《仪器分析》的配套教材。是依据《仪器分析》教学大纲和各院校的使用实际情况编写而成。全书共十章，四十二个实验。章节按照教材内容编排，与教材内容对应，以利于教学和训练学生的基本实验技能。内容包括：仪器分析实验的一般知识、紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、荧光分析法、原子光谱法、经典液相色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法、综合性实验、设计性实验。

全书收载实验内容丰富，验证性实验都是成熟的实验题材，重现性好，易于操作，有些是《中国药典》的实际内容，设计性实验和综合性实验也是结合中药分析选取素材，专业特色明显，实用性强，既可得到方法学训练，又可得到专业训练，为将来从事中药类工作打下良好的分析实验基础。

本实验教材是在新世纪全国高等中医药院校规划教材《分析化学实验》基础上，结合各兄弟院校实验课程开设情况修订而成，内容丰富，以供各校根据实验情况选用。

由于编者水平有限，错误之处在所难免，请广大读者在使用过程中多提宝贵意见，以便再版时修订提高。

《仪器分析实验》编委会

2013年6月

目 录

第一章 仪器分析实验的一般知识	1
一、仪器分析实验的要求	1
二、仪器分析实验室安全知识	2
三、实验数据记录和处理	3
四、样品前处理技术	4
第二章 紫外-可见分光光度法	6
实验一 可见分光光度计的性能检验	6
实验二 吸收曲线的测绘	9
实验三 槐花中总黄酮的含量测定	10
实验四 紫外分光光度计的性能检验	12
实验五 红花的吸光度检查	16
实验六 维生素 B ₁₂ 注射液的定性鉴别及定量分析	17
实验七 双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	18
实验八 银黄口服液中黄芩苷和绿原酸的含量测定	21
第三章 红外分光光度法	23
实验九 固体试样红外光谱的测定 (KBr 法)	23
实验十 液体试样红外光谱的测定	24
第四章 荧光分析法	25
实验十一 硫酸奎宁的激发光谱与发射光谱的测定	25
实验十二 荧光法测定维生素 B ₁ 的含量	26
第五章 原子光谱法	29
实验十三 原子吸收法试样的处理	29
实验十四 原子吸收法测定感冒颗粒剂中的铜	30
第六章 经典液相色谱法	32
实验十五 柱色谱法分离菠菜中的植物色素	32
实验十六 纸色谱法分离氨基酸	34
实验十七 马钱子粉的薄层色谱法鉴别	36
实验十八 五味子的薄层色谱法鉴别	37
实验十九 对乙酰氨基酚的杂质限量检查	38

实验二十 大黄的薄层色谱鉴别	39
实验二十一 薄层扫描法测定女贞子的含量	41
实验二十二 薄层扫描法测定甲基红含量	43
第七章 气相色谱法	45
实验二十三 固定液的涂渍与色谱柱的填充	45
实验二十四 气相色谱仪性能检查	46
实验二十五 气相色谱法定性分析	48
实验二十六 丁香的含量测定	49
实验二十七 冰片的含量测定 (内标法)	51
实验二十八 冰片的含量测定 (外标法)	52
实验二十九 气相色谱法定量分析 (归一化法)	53
第八章 高效液相色谱法	55
实验三十 高效液相色谱仪柱效能和分离度的测定	55
实验三十一 外标法测定丹参中丹参酮Ⅱ _A 的含量	57
实验三十二 标准曲线法测定芍药苷的含量	58
实验三十三 复方炔诺孕酮片的含量测定	59
第九章 综合性实验	62
实验三十四 有机化合物的吸收光谱及溶剂效应	62
实验三十五 枸橼酸钠的含量测定	63
实验三十六 中药厚朴中厚朴酚与和厚朴酚的提取及含量测定	65
实验三十七 大山楂丸中总黄酮的含量测定	66
第十章 设计性实验	69
实验三十八 水中微量铁的测定	68
实验三十九 中药牡丹皮中丹皮酚的含量测定	70
实验四十 金银花中绿原酸的薄层层析鉴别	70
实验四十一 固体混合物中苏丹黄的制备性分离	71
实验四十二 中药胆矾中 CuSO_4 的含量测定	72
参考文献	74

第一章

仪器分析实验的一般知识

一、仪器分析实验的要求

仪器分析实验是学生在教师的指导下,以分析仪器为工具,获取所需物质化学组成和结构等信息的教学实验活动。仪器分析作为现代的分析测试手段,日益广泛地为许多领域内的科研和生产提供大量的关于物质组成、含量及物质结构等方面的信息,已成为中药类专业的重要课程之一。通过仪器分析实验,可以加深对有关仪器分析基本原理的理解,并掌握必要的实验基础知识和基本操作技能,学会正确地使用分析仪器,合理地选择实验条件,为中药生产和研究服务;同时,通过学习实验数据的处理方法,可以正确地表达实验结果,培养严谨求实的科学态度、科技创新的精神和独立工作的能力。为了达到以上教学目的,对仪器分析实验提出以下基本要求。

1. 做好各项预习。由于仪器比较昂贵,一般采用大循环方式组织教学,因而实验安排与讲课内容通常不能同步进行。在这种情况下,学生在实验前必须做好预习工作。

(1) 仔细阅读仪器分析实验教材、教科书中的相关内容和仪器使用说明书。

(2) 明确实验的目的和要求,透彻理解实验的基本原理。

(3) 认真思考实验前内容及操作步骤、实验时应注意的事项。

(4) 通过自己对本实验的理解,在记录本上简要地写好实验预习报告,预习报告的格式可以自己拟定。

2. 学会正确使用仪器。认真听取老师对仪器使用的讲解,要在教师指导下熟悉和使用仪器,勤学好问,未经教师允许不得随意开动或关闭仪器,更不得随意旋转仪器旋钮、改变仪器工作参数等。详细了解仪器的性能,防止损坏仪器或发生安全事故。

3. 应始终保持实验室的整洁和安静,遵守实验室的各项规章制度。

4. 在实验过程中,要认真学习有关分析方法的基本技术;要细心观察实验现象,仔细记录实验条件和分析测试的原始数据;要学会选择最佳的实验条件;要积极思考,勤于动手,培养良好的实验习惯和科学作风。

5. 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,由教师处理。

6. 每次实验结束,应将所用仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好实验室,请指导教师检查验收认可后方可离开实验室。

7. 认真写好实验报告。实验报告应简明扼要,图表清晰。实验报告的内容包括实验名称、实验日期、方法原理、仪器名称及型号、主要仪器工作参数、实验步骤、实验数据或图谱、实验中出现的现象、实验数据分析和结果处理、问题讨论等。

二、仪器分析实验室安全知识

在仪器分析实验中,经常使用具有腐蚀性、易燃、易爆或有毒的化学试剂等。因此,在实验室安全方面,主要应预防燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品等可能产生的火灾、爆炸事故。为确保实验的正常进行和人身安全,学生进入实验室后必须严格遵守实验室的安全规则。

1. 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品严禁入口。实验器皿切勿用作餐具。离开实验室时要仔细洗手,如曾使用过毒物,还应漱口。

2. 水、电使用完毕后,应立即关闭。

3. 避免浓酸、浓碱等具有强烈腐蚀性的试剂溅在皮肤和衣服上。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 时,均应在通风橱中操作,绝不允许直接加热。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,绝不能将水倒入浓硫酸中。装过强腐蚀性、易爆或有毒药品的容器,应由操作者及时洗净。

4. 废弃物应放入实验室指定存放的地方。废酸、废碱等小心倒入废液缸,切勿倒入水槽内,以免腐蚀下水道。

5. 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。

6. 使用各种仪器时,要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后,方可动手操作。实验室电器设备的功率不得超过电源负载能力。电器设备使用前应检查其是否漏电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线。使用电器时,人体与电器导电部分不能直接接触。也不能用湿手接触电器插头。

7. 如发生烫伤和割伤应及时处理,严重者应立即送医院救治。

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 1-1)。

表 1-1 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	

三、实验数据记录和处理

1. 实验数据的记录

(1) 实验数据的记录应使用编有页码的实验记录本；在实验中，本着实事求是、严谨的科学态度，认真并及时准确地记录下来各种测量数据。切忌夹杂主观因素随意拼凑或伪造实验数据。绝不能将数据记录在单片纸或记在书上、手掌上等。

(2) 实验开始之前，应首先记录实验名称、实验日期、实验室气候条件(包括温度、湿度和天气状况等)、仪器型号、仪器参数、测试条件等。

(3) 实验过程中测量数据时，应根据所用仪器的精密度正确处理有效数字的位数。

(4) 实验过程中的每一个数据都是测量结果，重复测量时，即使数据完全相同，也应认真记录下来。

(5) 实验完毕后，将完整实验数据记录交给实验指导教师检查并签字。

2. 实验数据的表达和处理

(1) 实验数据表达

数据表达可用列表法、图解法和数学方程式表示法显示实验数据间的相互关系、变化趋势等相关信息，清楚地反映出各变量之间的定量关系，以便进一步分析实验现象，得出规律性结论。

① 列表法：列表法是将有关数据及计算按一定形式列成表格，具有简单明了、便于比较等优点。实验的原始数据一般用列表法记录。

② 图解法：图解法是将实验数据各变量之间的变化规律绘制成图，能够把变量间的变化趋向，如极大、极小、转折点、周期性以及变化速率等重要特性直观地显示出来，便于分析研究。该法现在主要通过计算机相关处理软件进行绘图。

③ 数学方程式表示法：仪器分析实验数据的自变量与因变量之间多呈直线关系，或是经过适当变化后，使之呈现直线关系，通过计算机相关处理软件处理后便得到相应的数学方程式(也叫回归方程)。许多分析方法利用这一特性由数学方程式算出待测组分的含量。

(2) 数据的统计学处理

在仪器分析试验中涉及的统计学处理主要有可疑值的取舍、平均值、标准偏差和相对标准偏差等，有关计算方法参阅相关教材内容。对于分析结果，当含量大于1%且小于10%时，用3位有效数字表示；当含量大于10%时，则用4位有效数字表示。

结果表达和方法评价

根据测量仪器的精密度和计算过程的误差传递规律，正确地表达分析结果，必要时还要表达其置信区间。对于方法正确性，要从精密度和准确度两个方面进行评价。精密度可以用重复性试验进行评价，即在一个相当短的时间内，用选用的方法对同一份样品进行多次重复测定，用相对标准偏差表示；准确度可用回收实验进行评价，即将被测物的标准溶液加入待测试样中作为回收样品，原待测试样加入等量的无被测物的溶液作为

基础样品,然后同时用选用方法对两试样进行测定,通过以下公式计算出回收率。

$$\text{回收率} = \frac{\text{回收量}}{\text{加入量}} \times 100\%$$

一般实验要求回收率为 95% ~ 105%。

在药物分析中常用加样回收率,即用已知纯度的对照品做加样回收测定,于已知被测成分含量的供试品中再精密加入一定量的已知纯度的被测成分对照品,依法测定。用实测值与供试品中含有量之差,除以加入对照品量计算回收率。

3. 实验报告的书写

实验完毕,应用专门的实验报告本及时而认真地写出实验报告。仪器分析实验报告一般包括以下内容。

- (1) 实验编号和实验名称。
- (2) 实验目的。
- (3) 实验原理。
- (4) 主要试剂和仪器。列出实验中所用的主要试剂和仪器,并注明实验条件、仪器参数。
- (5) 实验步骤。
- (6) 实验数据及处理。应用文字、表格、图形将数据表示出来。根据实验要求及计算公式计算出分析结果并进行有关数据和误差处理。
- (7) 问题讨论。对实验教材上思考题和实验中观察到的现象、产生误差的原因等进行讨论和分析,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

四、样品前处理技术

样品前处理指样品的制备和对样品采用适当分解和溶解及对待测组分进行提取、净化、浓缩的过程,使被测组分转变成可测定的形式以进行定性、定量分析检测。若选择的前处理手段不当,常常使某些组分损失,干扰组分的影响不能完全除去或引入杂质。对于中药分析而言,含量一般较低,样品的前处理尤为重要。

对于测定各类样品中的无机元素,一般需要先破坏样品中的有机物质。选用何种方法,在某种程度上取决于分析元素和被测样品的基本性质。本章主要介绍几种常用的前处理方法。

1. 干法灰化

样品一般先经 100℃ ~ 105℃ 干燥,除去水分及挥发物质。灰化温度及时间是需要选择的,一般灰化温度为 450℃ ~ 600℃。通常将盛有样品的坩埚(一般可采用铂金坩埚、陶瓷坩埚等)放入马福炉内进行灰化灼烧完全,只留下不挥发的无机残留物。这种残留物主要是金属氧化物以及非挥发性硫酸盐、磷酸盐和硅酸盐等。这种技术最主要的缺点是转变成挥发形式的成分会很快地部分或全部损失。灰化温度不宜过低,温度低则灰化不完全,残存的小炭粒易吸附金属元素,很难用稀酸溶解,造成结果偏低;灰化温

度过高,则损失严重。高温干灰化法一般适用于金属氧化物,因为大多数非金属甚至某些金属常会氧化成挥发性产物,如 As、Sb、Ge、Ti 和 Hg 等易造成损失。

药物分析中多采用高温干灰化法,一般控制在 500°C ~ 600°C 进行干法灰化,灰化温度若高于 600°C 会引起样品的损失。

2. 湿法消解

湿法消解属于氧化分解法。用液体或液体与固体混合物作氧化剂,在一定温度下分解样品中的有机质,此过程称为湿法消解。湿法消解与干法灰化不同。干法灰化是靠升高温度或增强氧的氧化能力来分解样品中有机质,而湿法消解则是依靠氧化剂的氧化能力来分解样品,温度并不是主要因素。湿法消解常用的氧化剂有 HNO_3 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、 H_2O_2 和 KMnO_4 等。湿法消解又分为稀酸消解法、浓酸消解法和混合酸消解法。

3. 熔融分解法

某些样品用酸不能分解或分解不完全,常采用熔融分解法。熔融分解法将试样和溶剂在坩埚中混匀,于 500°C ~ 900°C 的高温下进行熔融分解。利用熔融分解试样一般是复分解反应,通常也是可逆反应,因此必须加入过量的溶剂,以利于反应的进行。

熔融分解法按所用熔剂的性质分为酸熔和碱熔两类。酸熔采用的酸性熔剂为钾(钠)的酸性硫酸盐、焦硫酸盐及酸性氟化物等,碱熔采用的碱性熔剂为碱金属的碳酸盐、硼酸盐、氢氧化物及过氧化物等。

对于酸熔,一般使用玻璃容器,若用氢氟酸时,应采用聚四氟氯乙烯坩埚,但处理样品温度不能超过 250°C ;若温度更高,则需使用铂坩埚。对于碳酸盐、硫酸盐、氟化物以及硼酸盐等样品,则应使用铂金坩埚;对于氧化物、氢氧化物以及过氧化物,宜用石墨坩埚和刚玉坩埚。

第二章

紫外-可见分光光度法

实验一 可见分光光度计的性能检验

一、目的要求

1. 掌握分光光度计的重现性、波长精度检查等性能检验方法。
2. 熟悉分光光度计的使用方法。

二、实验原理

1. 分光光度计的性能好坏,直接影响到测定结果的准确性,因此新购仪器及使用一定时间后,均需进行检验调整。
2. 利用锆钼滤光片的特征吸收峰值检验波长精度。
3. 同种厚度的吸收池,由于材料及工艺等原因,往往造成透光率的不一致,从而影响测定结果,故在使用时需加以选择配对。

三、仪器与试剂

1. 仪器

可见分光光度计(配锆钼滤光片)。

2. 试剂

0.02mol/L $K_2Cr_2O_7$ 溶液。

四、实验内容与步骤

1. 吸收池的配对性

同种厚度的吸收池之间,透光率误差应小于0.5%。检查方法如下:将蒸馏水分别注入厚度相同的几个吸收池中,以其中任一个吸收池的溶液做空白,在440nm波长处分别测定其他各吸收池中溶液的透光率,然后选择相差小于0.5%的吸收池使用。

2. 重现性

仪器在同一工作条件下,用同种溶液连续测定7次,其透光率最大读数与最小读数之差(极差)应小于0.5%。检查方法:以蒸馏水的透光率为100%,用同一 $K_2Cr_2O_7$ 溶液连续测定7次,求出极差,如小于0.5%,则符合要求。