

分析化学及实验技术

主 编 吕 洁 谢庆娟



人民军医出版社



全国医药院校高职高专规划教材

供药学及药品类相关专业使用

分析化学及实验技术

FENXI HUAXUE JI SHIYAN JISHU

主 编 吕 洁 谢庆娟

副主编 张彧璇 杨晓萍

编 委 (以姓氏笔画为序)

王 晓 宁 漯河医学高等专科学校

尹 计 秋 大连医科大学

包 莉 常州卫生高等职业技术学校

吕 洁 辽宁卫生职业技术学院

杨晓萍 宁夏医科大学高等卫生职业技术学院

邹春阳 辽宁卫生职业技术学院

张彧璇 廊坊卫生职业学院

党占涛 铁岭卫生职业学院

谢庆娟 重庆医药高等专科学校

谭 韬 重庆医药高等专科学校



人民军医出版社

PEOPLE'S MILITARY MEDICAL PRESS

北 京

图书在版编目(CIP)数据

分析化学及实验技术/吕洁,谢庆娟主编. —北京:人民军医出版社,2012.5

全国医药院校高职高专规划教材

ISBN 978-7-5091-5504-2

I. ①分… II. ①吕… ②谢… III. ①分析化学—化学实验—高等职业教育—教材
IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 086271 号

策划编辑:郝文娜 袁朝阳 文字编辑:卢紫晔 责任审读:王三荣

出版人:石虹

出版发行:人民军医出版社

经销:新华书店

通信地址:北京市 100036 信箱 188 分箱

邮编:100036

质量反馈电话:(010)51927290;(010)51927283

邮购电话:(010)51927252

策划编辑电话:(010)51927300—8730

网址:www.pmmp.com.cn

印、装:北京国马印刷厂

开本:787mm×1092mm 1/16

印张:18.5 字数:443千字

版、印次:2012年5月第1版第1次印刷

印数:0001—4000

定价:35.00元

版权所有 侵权必究

购买本社图书,凡有缺、倒、脱页者,本社负责调换

全国医药院校高职高专规划教材(药学专业)

编审委员会

主任委员 陈树君 艾继周 金青松

副主任委员 杨 林 潘树枫 梁建梅
段广和 姚 磊

委 员 (以姓氏笔画为序)

于永军	田 燕	吕 洁
刘 敏	刘 葵	刘 颖
刘克辛	孙丽芳	李兆君
李青云	杨宗发	张晓峰
周争道	周晓隆	胡兴娥
侯永利	贾 雷	殷嫦嫦
郭玉娟	涂腊根	黄秋学
章耀武	商传宝	樊小青

编辑办公室 郝文娜 徐卓立 曾小珍
池 静 袁朝阳

全国医药院校高职高专规划教材(药学专业)

书 目

1. 基础医学概论(非临床专业共用)
2. 疾病概论(非临床专业共用)
3. 药用基础化学(含无机、有机化学)
4. 分析化学及实验技术
5. 生物化学
6. 药物化学及实验技术
7. 药理学
8. 药剂学
9. 药物分析及实验技术
10. 中药鉴定技术
11. 天然药物化学及实验技术
12. 药物制剂设备
13. 中药炮制技术
14. 医药市场营销
15. 药事管理与法规
16. 药学综合技能与实训

全国医药院校高职高专规划教材(药学专业)

出版说明

随着我国医药体制的不断改革,药学人才有了包括教育、科研、商业、制药工业、药检所以及医院药房等多种就业去向,传统的药学人才培养模式已经远远不能适应医药事业发展的需求。为此,人民军医出版社组织全国多所高职高专院校的专家,启动了《全国医药院校高职高专规划教材(药学专业)》的编写。

本套教材于2011年初启动,成立教材编审委员会,确定了教材的编写思路,召开主编会议及各本教材的编审会议,按规定进度完成了教材的编写出版工作。

本套教材遵照教育部《关于全面提高高等职业教育教学质量的若干意见》(教高[2006]16号)的文件精神,全面贯彻以服务为宗旨,以就业为导向的高职高专办学指导方针,秉承科学严谨、特色鲜明、质量一流的传统,遵循“三基”(基础理论、基本知识、基本技能)、“五性”(思想性、科学性、先进性、启发性、适用性)原则,力求将学生培养成符合经济社会需要,掌握药学基本理论并具有较强的实际操作能力,能在药品生产、检验、流通、使用一线从事药品生产、鉴定、销售与管理、调剂等具体实务工作的高端技能型药学专门人才。本套教材最终确定了16种专业基础课程,与以往高职高专教材药学教材相比,有着明显的变化,在课程设置上适当削减了《生物化学》《药物化学》等基础学科的学时,增设了《药学综合技能与实训》《药物制剂设备》等针对就业岗位实际工作任务的科目;在内容上注重与国家执业药师考试大纲接轨,注重药学专业实践技能的提高,使学校培养的人才更能符合当前医疗卫生事业的发展需求,充分体现高等职业教育的职业性、实践性和开放性。具有特点如下:①突出实践,精简理论;②专业课程内容与职业岗位核心能力对接,基础课程为专业课程服务;③教师好用、学生好学、学了有用;④兼顾目前多数学校药学专业“宽口径”现状。

在本套教材的编写过程中,承蒙各参编院校和数百位专家教师给予了大力的支持和辛勤的付出,对此我们表示衷心的感谢。欢迎有关院校选用本套教材,并对教材存在的不足提出宝贵意见,使本套教材不断得到完善和提高,成为受广大院校欢迎的精品。

前言

PREFACE

《分析化学及实验技术》是按照药学类及相关专业高职高专教育专业人才的培养目标和规格,以及高职高专受教育者应具有的知识能力与素质结构要求编写的,教材编写的设计思路是以教育部〔2006〕16 号和〔2011〕12 号文件精神和《国家中长期教育改革和规划纲要(2010—2020 年)》为指导,着力体现“以能力为本位,专业理论知识为技能训练和职业能力培养服务”的新观念,重视教学过程的实践性、开放性和职业性。在教材编写中充分吸取近年来各高职高专学校分析化学课程改革取得的好经验和教学成果,充分考虑高职学生的身心特点和药学专业岗位能力的需求,努力提高教材的实用性和职业性,使教材有助于推进“学做一体”教学模式的开展,更好地服务于高职高专教育教学改革的需要。本教材主要适用于药学类相关专业高职高专学生,以及从事分析检验岗位人员学习分析化学及实验技术的需要。其主要特点如下。

1. 在编写体例上采用了“学做一体化”的教学模式。打破了以往理论与实验分割,实验辅助理论现状。将理论教学内容与实验教学内容有机地揉合在一起,打破原有教材的系统性,将原来的理论与之相配套的实验组合成教学模块。其特点表现为:一是突出职业技能训练的主导地位,围绕职业技能训练要求,确定理论教学内容和要求,设置教学环节和进度,理论教学完全服务于职业技能训练。二是理论教学与职业技能训练相结合,注重感知、操作,强调学生学习的主体性。这种“学做一体化”教学模式,较好地解决了以往理论教学与实践教学脱节的现象,减少理论课之间及理论与实操课之间知识的重复,增强了教学直观性,充分体现了学生主体参与作用,有助于提高教学质量。

2. 教材内容富有弹性,有一定的覆盖面,能满足药学类相关专业对分析化学课程理论、技能及其基础素质的要求。同时也留有余地,以满足学有余力的学生进修或探究学习的需要。教材内容采用了较多的图表表达信息和实际应用价值的案例,促进对概念、方法的理解。在各个教学模块中采用了适当的知识链接和思考题,拓展学生的知识面和培养学生的创新能力。

3. 根据现代分析技术在《中国药典》(现行版)中的广泛应用,本教材在原传统教材的基础上做了较大幅度的整合。将原教材中重量分析法、滴定分析概论、酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法和氧化还原滴定法等六章内容整合成化学分析及检测技术一章内容,在教学内容和学时分配上都做了较大的缩减,重点突出了化学分析方法和现代分析技术在药物分析中的应

用,使教材的实用性和现代性更加突出。

全书共分绪论、误差与分析数据的处理、化学分析与检测技术、电化学分析与检测技术、紫外-可见分光光度法与检测技术、红外分光光度法与检测技术、液相色谱法与检测技术、气相色谱法与检测技术、高效液相色谱法与检测技术和其他仪器分析方法简介等 10 个教学模块。

本书由吕洁、谢庆娟主编,具体分工为:第 1 章由吕洁主笔,第 2 章由党占涛主笔,第 3 章由谢庆娟、张彧璇主笔,第 4 章由杨晓萍主笔,第 5 章和第 6 章由邹春阳主笔,第 7 章由王晓宁主笔,第 8 章由尹计秋主笔,第 9 章由谭韬主笔,第 10 章由包莉主笔。

在编写过程中,得到了主编、编者单位的大力支持和帮助,在此表示谢意。

由于编者水平和编写时间有限,教材中存在缺点和错误恳请读者多提宝贵意见,以便我们修订完善。

编 者

2012 年 1 月

CONTENTS

第 1 章 绪论.....	(1)	应用.....	(14)
第一节 分析化学的作用.....	(1)	第三节 分析结果的表示方法及	
第二节 分析方法的分类.....	(2)	分析数据的处理	(15)
一、定性分析、定量分析和结构		一、分析结果的表示方法.....	(15)
分析	(2)	二、分析数据的处理.....	(15)
二、无机分析和有机分析	(2)	思考题	(24)
三、化学分析与仪器分析	(2)	第 3 章 化学分析与检测技术	(26)
四、常量、半微量、微量与超微量		第一节 化学分析与检测技术概述	
分析	(3)		(26)
五、例行分析和仲裁分析	(3)	一、滴定分析法的基本概念.....	(26)
第三节 定量分析的一般步骤.....	(3)	二、滴定分析法与滴定方式.....	(27)
一、分析任务和计划	(3)	三、基准物质与滴定液.....	(28)
二、取样	(3)	四、滴定分析法的计算.....	(30)
三、试样的制备	(4)	五、滴定分析常用仪器与使用练习	
四、试样的含量测定	(4)		(34)
五、分析结果的表示	(4)	实验一 分析天平的称量练习	(42)
第四节 分析化学的发展趋势.....	(5)	实验二 滴定分析仪器的洗涤、	
思考题.....	(6)	使用与滴定练习	(48)
第 2 章 误差与分析数据的处理.....	(7)	六、滴定分析仪器的校准.....	(51)
第一节 定量分析的误差.....	(7)	实验三 滴定分析仪器的校准	(54)
一、误差的分类	(7)	第二节 化学分析方法及检测技术	
二、准确度和精密度	(8)	应用示例	(56)
三、提高分析结果准确度的方法		一、酸碱滴定法.....	(56)
.....	(11)	实验四 0.10mol/L NaOH 滴定液	
第二节 有效数字及其应用	(13)	的配制与标定	(62)
一、有效数字的意义.....	(13)	实验五 测定食醋中酸的含量	(65)
二、有效数字的运算规则.....	(14)	实验六 盐酸滴定液的配制与标定	
三、有效数字在定量分析中的			(69)

实验七 药用硼砂的含量测定	…… (71)	盐水、碳酸氢钠注射液、 葡萄糖注射液的 pH	…… (131)
实验八 药用氢氧化钠中的 NaOH 与 Na_2CO_3 含量测定	…… (73)	二、其他离子浓度的测定	…… (134)
二、非水溶液酸碱滴定法	…… (75)	第三节 电位滴定法	…… (134)
实验九 高氯酸滴定液的配制与 标定	…… (81)	一、电位滴定法的原理及特点	…… (134)
实验十 枸橼酸钠的含量测定	…… (83)	二、确定化学计量点的方法	…… (135)
三、氧化还原滴定法	…… (84)	三、电位滴定法电极对的选择	…… (137)
实验十一 高锰酸钾滴定液的配制 与标定	…… (88)	四、应用与实例	…… (138)
实验十二 过氧化氢的含量测定	…… (90)	实验二十一 青霉素钠注射液的含 量测定(电位滴定法)	…… (138)
实验十三 维生素 C 的含量测定	…… (92)	第四节 永停滴定法	…… (139)
实验十四 硫代硫酸钠滴定液的 配制与标定	…… (95)	一、基本原理	…… (139)
实验十五 硫酸铜样品溶液的含量 测定	…… (97)	二、使用方法	…… (141)
四、配位滴定法	…… (100)	三、应用与示例	…… (142)
实验十六 EDTA 滴定液的配制与 标定	…… (108)	思考题	…… (143)
实验十七 水的硬度测定	…… (109)	第 5 章 紫外-可见分光光度法与检测 技术	…… (144)
五、沉淀滴定法	…… (111)	第一节 概述	…… (144)
实验十八 硝酸银滴定液的配制与 标定(铬酸钾指示剂法)	…… (112)	一、光谱分析法的基本概念	…… (144)
实验十九 氯化钠样品的含量测定	…… (116)	二、物质对光的选择性吸收与其 呈现的颜色	…… (145)
六、重量分析法	…… (118)	三、吸收光谱曲线	…… (146)
思考题	…… (121)	实验二十二 吸收曲线的绘制(紫 外-可见分光光度法)	…… (147)
第 4 章 电化学分析与检测技术	…… (124)	四、紫外-可见分光光度法的特点	…… (148)
第一节 概述	…… (124)	第二节 紫外-可见分光光度法的 基本原理	…… (148)
一、电化学分析法的分类	…… (124)	一、透光率与吸光度	…… (148)
二、化学电池	…… (124)	二、光的吸收定律	…… (149)
三、指示电极与参比电极	…… (125)	三、吸光系数	…… (149)
第二节 直接电位法	…… (128)	四、偏离光的吸收定律的主要因素	…… (149)
一、直接电位法测定溶液的 pH	…… (129)	第三节 紫外-可见分光光度计	…… (150)
实验二十 直接电位法测定生理		一、仪器的主要部件	…… (150)
		二、分光光度计的类型	…… (151)

第四节 分析条件的选择····· (152)	····· (170)
一、仪器测量条件的选择 ····· (152)	二、红外分光光度计的工作原理 ····· (171)
二、显色反应条件的选择 ····· (153)	····· (171)
三、参比溶液的选择 ····· (153)	三、样品制备 ····· (171)
第五节 定性定量分析····· (154)	第四节 红外光谱法的应用示例 ····· (173)
一、定性分析 ····· (154)	····· (173)
二、纯度检查 ····· (154)	一、定性分析与结构分析 ····· (173)
三、定量分析 ····· (155)	二、定量分析 ····· (173)
实验二十三 微量铁的定量测定(工作曲线法与标准比较法)····· (157)	三、光谱解析实例 ····· (174)
实验二十四 维生素 B ₁₂ 片的含量测定(吸光系数法)····· (159)	思考题····· (175)
第六节 紫外吸收光谱在有机化合物结构分析中的应用····· (160)	第 7 章 液相色谱法与检测技术····· (176)
一、有机化合物的紫外-可见吸收光谱 ····· (160)	第一节 液相色谱法概述····· (176)
二、推断官能团 ····· (160)	一、色谱法的产生 ····· (176)
三、推断异构体 ····· (160)	二、色谱法的分类 ····· (177)
思考题····· (161)	三、分配系数与分配比 ····· (178)
第 6 章 红外分光光度法与检测技术····· (162)	第二节 柱色谱法····· (178)
第一节 概述····· (162)	一、液-固吸附柱色谱法 ····· (179)
一、红外线及红外吸收光谱 ····· (162)	实验二十五 几种金属离子的吸附柱色谱····· (183)
二、红外光谱与紫外光谱的区别 ····· (163)	二、液-液分配柱色谱法 ····· (185)
第二节 基本原理····· (163)	三、离子交换柱色谱法 ····· (186)
一、分子的振动和红外吸收 ····· (164)	四、分子排阻色谱法 ····· (187)
二、振动形式 ····· (164)	第三节 平面色谱法····· (188)
三、振动自由度与峰数 ····· (165)	一、薄层色谱法 ····· (188)
四、红外吸收峰的类型 ····· (166)	实验二十六 几种混合磺胺类药物的薄层色谱····· (193)
五、吸收峰的峰位及影响峰位的因素 ····· (166)	二、纸色谱法 ····· (195)
六、吸收峰的强度及影响因素 ····· (167)	思考题····· (196)
七、红外光谱的重要区域 ····· (168)	第 8 章 气相色谱法与检测技术····· (197)
第三节 红外分光光度计与制样····· (170)	第一节 概述····· (197)
一、红外分光光度计的主要部件	一、概述 ····· (197)

第三节 气相色谱仪····· (205)	析····· (231)
一、气相色谱仪基本结构 ····· (205)	一、高效液相色谱法的分离类型的
二、色谱柱 ····· (206)	选择 ····· (231)
三、检测器 ····· (209)	二、高效液相色谱法的速率理论
第四节 分离条件的选择····· (213)	与固定相、流动相的选择····· (232)
一、载气的选择 ····· (213)	三、高效液相色谱法的速率理论
二、色谱柱及使用条件的选择 ··· (213)	与流速、柱温条件的选择····· (234)
三、其他操作条件的选择 ····· (214)	四、仪器的选择 ····· (235)
第五节 定性与定量分析····· (215)	五、仪器的维护 ····· (236)
一、定性分析 ····· (215)	六、系统适用性实验 ····· (236)
二、定量分析 ····· (216)	七、定性与定量分析 ····· (237)
实验二十七 无水乙醇中微量水分	八、高效液相色谱法实践操作技术
的测定(内标法)····· (218)	应用 ····· (239)
第六节 应用与示例····· (220)	实验二十八 注射用阿莫西林钠的
思考题····· (221)	含量测定(外标法)
第9章 高效液相色谱法与检测技术	····· (240)
····· (222)	思考题····· (243)
第一节 概述····· (222)	第10章 其他仪器分析方法简介 ··· (244)
一、概述 ····· (222)	第一节 原子吸收分光光度法····· (244)
二、高效液相色谱法(HPLC)的	一、基本原理 ····· (244)
特点 ····· (222)	二、原子吸收分光光度计 ····· (248)
三、高效液相色谱法与液相、气相	三、原子吸收光谱分析法的定量
色谱法的区别 ····· (223)	分析及应用 ····· (252)
第二节 高效液相色谱法的常见	第二节 核磁共振波谱法····· (254)
类型····· (223)	一、基本原理 ····· (254)
一、化学键合相色谱法 ····· (223)	二、核磁共振波谱仪 ····· (254)
二、液-固吸附色谱法 ····· (225)	三、波谱图与分子结构 ····· (255)
三、离子交换色谱法 ····· (225)	四、核磁共振波谱的应用 ····· (257)
四、离子对色谱法 ····· (226)	第三节 质谱法····· (258)
五、亲和色谱法 ····· (226)	一、质谱仪及其工作原理 ····· (258)
六、分子排阻色谱法 ····· (227)	二、质谱图与离子类型 ····· (260)
第三节 高效液相色谱仪····· (227)	三、质谱法在有机化合物分析中
一、高压输液系统 ····· (228)	的应用 ····· (262)
二、进样系统 ····· (229)	第四节 毛细管电泳····· (264)
三、分离系统 ····· (229)	一、基本原理 ····· (264)
四、检测系统 ····· (230)	二、毛细管电泳仪的基本结构 ··· (265)
五、数据记录与处理系统 ····· (231)	思考题····· (265)
第四节 高效液相色谱法分离分析	参考文献····· (266)
条件的选择和定性定量分	附录A 国际原子量表(2005) ····· (267)

附录 B 常用式量表	(269)	附录 E 标准电极电势表 (298.15K, 水溶液)	(275)
附录 C 弱酸、弱碱在水中的电离常数	(271)	附录 F 部分氧化还原电对的条件电极电位	(278)
附录 D 难溶化合物的溶度积 (18 25°C)	(273)		

学习目标

通过本章的学习,掌握分析化学的作用和分类,熟悉定量分析的一般步骤,了解分析化学的作用和发展趋势,为建立“量”的概念和学习各类分析方法奠定基础。

第一节 分析化学的作用

分析化学是研究物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法、有关理论和技术的一门科学。分析化学的作用是鉴定物质的化学组成、测定物质组分的相对含量以及确定物质的化学结构。

分析化学作为一门重要学科,它不仅为化学的各个分支学科提供有关物质的组成和结构信息,并且在科学研究、国民经济建设、医药卫生及学校教育等方面都起着十分重要的作用。

在科学研究方面,分析化学的作用已经超出化学领域,在生命科学、材料科学、环境科学、能源科学、物理学等许多领域,都需要知道物质的组成、含量、结构等各种信息。在当今,以生物科学技术和生物工程为基础的“绿色革命”中,分析化学在细胞工程、基因工程、蛋白质工程、发酵工程以及纳米技术的研究方面发挥着重要作用。分析化学的发展水平是衡量一个国家科学技术水平发展的重要标志之一。

在国民经济建设中,分析化学同样具有极其重要的意义。如在自然资源开发中,对矿样、石油等产品的分析;在工业生产中,对原料、中间体和成品的分析;在农业生产中,对土壤成分、化肥、农药和粮食的分析及对农作物生长过程的研究,都涉及分析化学的知识及技能。可见,分析化学是国民经济的“眼睛”。

在医药卫生事业方面,临床检验、疾病诊断、病因调查、新药研制、药品质量的全面控制、中草药有效成分的分离和测定、药物代谢和药动学研究、药物制剂的稳定性、生物利用度和生物等效性研究等都离不开分析化学。

在药学教育中,分析化学是一门重要的专业基础课。许多药学专业课程都要涉及分析化学的理论、方法及技术。例如,药物化学中,对原料、中间体及成品分析和药物的理化性质与结

构关系的探索;药物分析中,对药品质量标准的制定、药物主成分的含量分析及纯度检测;药剂学中,对制剂稳定性、生物等效性的测定;天然药物化学中,对天然药物有效成分的提取、分离、定性鉴定和化学结构的测定;药理学中,对药物分子的理化性质和药理作用的关系及药物代谢动力学等,都与分析化学有着密切的关系。通过学习分析化学,不仅能掌握分析方法的有关理论及操作技能,而且还将学到科学的研究方法,提高学生分析问题和解决问题的能力,培养学生从事科学实验的技能,牢固建立“量”的概念,对学生全面素质的发展起到较好的促进作用。

总之,分析化学与很多学科息息相关,而当代科学技术和经济建设及社会发展既向分析化学提出了严峻的挑战,也为分析化学的发展创造了良好的发展机遇,拓展了分析化学的研究领域,也使其在各领域发挥越来越大的作用。

第二节 分析方法的分类

分析化学的内容十分丰富,分析方法的种类较多,可根据分析目的、分析对象、测定原理、试样用量与被测组分含量、分析方法所起的作用不同等,分为许多不同的类型。

一、定性分析、定量分析和结构分析

按分析目的不同,可分为定性分析、定量分析和结构分析。定性分析(qualitative analysis)的目的是鉴定物质由哪些元素、离子、原子团、官能团或化合物组成;定量分析(quantitative analysis)的目的是测定试样中各组分相对含量。结构分析(structural analysis)的目的是确定物质的分子结构。

在试样的成分已知时,可以直接进行定量分析,否则需先进行定性分析,再进行定量分析。对于新发现的化合物,需首先进行结构分析,以确定分子结构。

二、无机分析和有机分析

按分析对象不同,可分为无机分析和有机分析。无机分析的对象为无机物,其主要鉴定试样中组分的元素、离子、原子团或化合物的组成以及各组分的相对含量。有机分析的对象为有机物,不仅需要鉴定组分的元素组成,还需要进行官能团分析及其他结构分析。

三、化学分析与仪器分析

按分析方法原理不同,可分为化学分析与仪器分析。化学分析是以物质的化学反应为基础的分析方法。它包括化学定性分析和化学定量分析两部分,根据分析化学反应的现象和特征鉴定物质的化学成分称为化学定性分析;而根据分析化学反应中试样和试剂的用量,测定物质中各组分的相对含量,称为化学定量分析。化学定量分析又分为重量分析与滴定分析。化学分析作为分析化学的基础方法,历史悠久,又称为经典分析。它具有应用范围广,所用仪器简单,测定结果较准确等优点。但由于其灵敏度较低,分析速度较慢,因此只适用于常量组分的分析。

仪器分析法是以待测物质的物理或物理化学性质为基础的分析方法。如电化学分析、光学分析、色谱分析及质谱分析等。由于往往需要用到特定的仪器,故称为仪器分析,也称为现代分析。仪器分析法具有灵敏、快速、准确及操作自动化程度高的特点。其发展快,应用广泛,

特别适合于微量组分或复杂体系的分析。

仪器分析常常是在化学分析的基础上进行的,如试样的预处理、溶解、干扰物的分离与掩蔽等。此外,仪器分析大多需要化学纯品作标准,而这些化学纯品的成分和含量,大多需要化学分析方法来确定,所以化学分析法和仪器分析法是相辅相成、互相配合的。

四、常量、半微量、微量与超微量分析

根据试样用量的多少,分析方法又可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析。各种分析方法所需试样量,见表 1-1。化学定性分析一般为半微量分析,化学定量分析一般为常量分析,进行微量分析及超微量分析时,常常需要采用仪器分析方法,此外,还可根据被测组分含量高低粗略地分为常量组分(含量 $>1\%$)分析、微量组分(含量在 $0.01\%\sim 1\%$)分析及痕量组分(含量 $<0.01\%$)分析。

表 1-1 各种分析方法的试样用量

方法	试样的质量(mg)	试液的体积(ml)
常量分析	>100	>10
半微量分析	$10\sim 100$	$1\sim 10$
微量分析	$0.1\sim 10$	$0.01\sim 1$
超微量分析	<100	<0.01

五、例行分析和仲裁分析

根据分析方法所起的作用可分为例行分析和仲裁分析。例行分析(routine analysis)是指一般实验室在日常生产或工作中的分析,又称为常规分析。例如,药厂质检室的日常分析工作即是例行分析。仲裁分析(arbitration analysis)是指不同单位对分析结果有争议时,要求某仲裁单位(如一定级别的药检所、法定检验单位等)用法定方法,进行裁判的分析。

第三节 定量分析的一般步骤

定量分析的目的是测定试样中有关组分的相对含量。定量分析的检测过程一般包括明确任务和制订计划、取样、试样的制备、含量测定和分析结果的数据处理和表达等步骤。

一、分析任务和计划

首先要明确需要解决的问题,如:试样的来源、测定的对象、测定的样品数、可能存在的影响因素等。根据目的制定一个初步的研究计划,包括采用的方法,准确度、精密度要求等,还包括所需实验条件如仪器设备、试剂等。

二、取 样

为了得到有意义的化学信息,确保分析结果的科学性、真实性和代表性,分析测定的实际试样必须坚持随机、客观、均匀、合理的取样原则,必须具有一定的代表性。例如生产一批原料

药可能有 100kg,而实际分析的试样往往只有 1g 或更少,如果所取试样不能代表整批原料药的状况,即使在分析测定中做得再准确,也是没有意义的。因此,必须采用科学取样法,从大批原始试样的不同部分、不同深度选取多个取样点采样,然后混合均匀,从中取出少量物质作为分析试样进行分析,保证分析结果能够代表整批原始试样的平均组成和含量。

三、试样的制备

试样的制备目的是使试样适合于选定的分析方法,消除可能引起的干扰。试样的制备主要包括试样的分解和干扰物质的分离。

(一) 试样的分解

在定量分析中一般要先将试样进行分解,然后再制成溶液(干法分析除外)进行分析。分解的方法很多,主要有溶解法和熔融法。

1. 溶解法 此法是采用适当的溶剂将试样溶解后制成溶液。由于试样的组成不同,溶解所用的溶剂也不同。常用的溶剂有:水、酸、碱、有机溶剂等四类。溶解时,一般先选用水为溶剂;不溶于水的试样根据其性质可用酸作溶剂,也可采用碱作溶剂。常用作溶剂的酸有:盐酸、硝酸、硫酸、磷酸、高氯酸、氢氟酸以及它们的混合酸;常用作溶剂的碱有:氢氧化钾、氢氧化钠、氨水等。对于有机化合物试样,一般采用有机试剂作溶剂,常用的有机溶剂有:甲醇、乙醇、三氯甲烷、苯、甲苯等。

2. 熔融法 有些试样难溶于溶剂中,可根据其性质,采用熔融法对试样进行预处理。熔融法是利用酸性或碱性熔剂与试样在高温条件下进行复分解反应,使试样中的待测成分转变为可溶于酸或溶于水的化合物。按所用溶剂的酸碱性,可分为酸熔法和碱熔法。常用的酸性熔剂有 $K_2Cr_2O_7$;碱性熔剂有 Na_2CO_3 、 K_2CO_3 、 Na_2O_2 、 $NaOH$ 和 KOH 等。

(二) 干扰物质的分离

对于组成比较复杂的试样,在进行分析时,被测组分的含量测定常受样品中其他组分干扰,需在分析前进行分离,常用的分离方法有:挥发法、萃取法、沉淀法和色谱法等。

四、试样的含量测定

试样的含量测定应根据试样的组成、被测组分的性质及含量、测定目的要求和干扰物质的情况等,选择恰当的分析方法进行含量测定。一般来说,测定常量组分,常选用重量分析法和滴定分析法;测定微量组分,常选用仪器分析法。例如,自来水中钙离子、镁离子的含量测定常选用滴定分析法,而矿泉水中微量锌的测定则常选用仪器分析法。

进行实际测定前必须对所用仪器(或测量系统)进行校正。实际上,实验室使用的计量器具和仪器都必须定时经过权威机构的校验。所使用的具体分析方法必须经过认证,以确保分析结果符合要求。定量方法认证包括准确度、精密度、检出限、定量限和线性范围等的确定。

五、分析结果的表示

根据分析实验测量数据,采用各种方法的计算可计算出试样中待测组分的含量,即称为定量分析结果。其一般用下面几种方法表示。

1. 待测组分的化学表示形式 分析结果通常以待测组分实际存在形式的含量表示,如果待测组分的实际存在形式不清楚,则最好是以其氧化物或元素形式的含量来表示分析结果。