

# 分析化学实验

主编 何淑华



吉林科学技术出版社

**图书在版编目(CIP)数据**

分析化学实验 / 何淑华主编. —长春: 吉林科学技术出版社, 2009. 8

ISBN 978-7-5384-4425-4

I. 分… II. 何… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第148885号

**分析化学实验**

主编 何淑华

责任编辑 齐郁 封面设计 创意广告

\*

吉林科学技术出版社出版、发行

长春市东文印刷厂印刷

\*

787×1092 毫米 16 开本 9.5 印张 206 千字

2009 年 8 月第 1 版 2009 年 8 月第 1 次印刷

定价: 18.00 元

ISBN 978-7-5384-4425-4

版权所有 翻印必究

如有印装质量问题, 可寄本社退换。

社址 长春市人民大街 4646 号 邮编 130021

编辑部电话 0431-85644768

传真 0431-85635185

## 编 委 会

|     |     |     |     |     |  |
|-----|-----|-----|-----|-----|--|
| 主 编 | 何淑华 |     |     |     |  |
| 副主编 | 徐可进 | 许佳明 |     |     |  |
| 编 者 | 何淑华 | 徐可进 | 许佳明 | 吕 喆 |  |
|     | 范晓清 | 王喜臣 | 韩世伟 |     |  |

# 编写说明

分析化学是测量和表征的科学。包括化学分析和仪器分析。鉴于目前分析仪器不断更新,分析方法和内容迅速增加,为适应分析化学教学的需要,出版了这本实验教材。本实验教材是参照全国高等中医药院校分析化学教材的基本内容和要求编写的。分析化学作为中药学、制药工程、药学、药物制剂、生物技术等相关专业的—门基础课程,实用性强。分析化学实验是其中的重要组成部分。在本实验教材的编写过程中注重培养学生分析问题和解决问题的能力,因此在教材中安排了3个层次的试验,即基本实验、综合性实验和设计实验。基本实验中有理论验证性实验和反映化学理论应用的实际样品分析实验。综合性实验是学生在完成教学要求的基本实验的基础上需综合多种分析方法才能完成一个实际样品的分析任务。设计实验是学生在完成教学要求的基本实验的基础上自选题目,在教师指导下,通过查阅文献资料,独立地拟定实际样品的分析方法和实验步骤,完成实验并写出实验报告。

全书共分为上编(化学分析)和下编(仪器分析)两大部分。就其分析方法而言包括重量法、容量分析法、电位分析法、可见紫外分光光度法、分子荧光光谱法、红外光谱法、原子吸收分光光度法、薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱法,以及分析化学中的质量控制和统计分析等。全书共有基本实验50个,综合实验4个,及实验设计选题若干,这些实验可供教师和学生根据实际需要选择使用。

本实验教材内容广泛,既包括了分析化学的基本技能实验,常规仪器和大型精密仪器的使用方法;也包括了具体样品的分析方法。其中化学分析和仪器分析的比例分配适当,药学专业、中药学专业、制药工程专业、药物制剂专业以及其他相关专业均可酌情选用。

书中疏漏错误之处,敬请读者批评指正。

编者

2009年5月

# 分析化学实验的一般知识

## 一、基本要求

1. 遵守纪律,不迟到,不早退,保持实验室严肃、安静。
2. 实验操作前应预习有关实验内容,明确并掌握实验目的、原理、方法、步骤。
3. 每次实验必须携带实验指导书及记录本,其他无关物品不得带入实验室,实验室内严禁饮食、吸烟。
4. 实验过程中应培养严谨求实的学风和实事求是的科学态度,认真按规程操作,仔细观察并如实记录;要求独立完成实验报告,不得抄袭或拼凑数据。
5. 遵守实验室的各项制度,爱护仪器、设备及其他一切设施,使用精密仪器时须经指导教师同意,用毕要如实登记、签名。
6. 保持实验台上的整洁。取用试剂、药品时应仔细观察标签,防止试剂、药品交叉污染,要杜绝盖错瓶盖或不随手加盖的现象发生;取出的试剂、药品不可再倒回原瓶,公用仪器、试剂不可拿到本人实验台上使用;要节约使用实验材料和药品,节约水、电、煤气。
7. 遵守实验室安全卫生制度,严防火灾、烧伤或中毒事故的发生。使用有毒及强腐蚀性试剂应按规定小心操作,妥为保管,不得乱放,不懂时不要擅自动手处理。
8. 学生在实验室因不慎或违反操作规程损坏的仪器和设备,应酌情进行赔偿。
9. 实验结束后应将所有仪器用具整理洗涤干净,妥为保存。值日生应负责整理公用器材,打扫实验室卫生,检查水、电、煤气,关好门窗,经指导教师同意并填写值日生登记本后方可离开实验室。

## 二、事故预防与处理

1. 实验室内严禁饮食、吸烟。一切化学药品严禁入口。水、电、煤气使用完毕后,应立即关闭。
2. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。用浓溶液时均应在通风橱中操作,不准在实验台上直接进行加热。
3. 使用乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,要远离火焰和热源,用后应倒入瓶中回收,不准倒入水槽中,以免造成污染。
4. 汞盐、钡盐、铬盐、氰化物以及气体均有毒,使用时要特别小心。氰化物与酸作用,放出剧毒! 严禁在酸性介质中加入氰化物!
5. 分析天平、分光光度计、酸度计等是分析实验室常用的精密仪器,使用时应严格按照规定进行操作。用后应拔去插头,将仪器各部分旋钮恢复到原来位置。
6. 如发生烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏,严重者应立即送医院治疗。实验室如发生火灾,应根据起火的原因有针对性地灭火。酒精及其他可溶于水的液

体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用沙土扑灭,此时绝不能用水,否则反而扩大燃烧面;导线和电器着火时,应首先切断电源,不能用水及二氧化碳灭火器,应用 $\text{CCl}_4$ 灭火器灭火。衣服着火时,忌奔跑,而应就地躺下滚动,或用湿衣服在身上抽打灭火。

7. 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷扔在水槽中。禁止将固体物、玻璃碎片、废纸、火柴杆等扔入水槽内,以免造成下水道堵塞。此类物质应放入废纸箱或实验室规定的地方。废酸、碱等应小心倒入塑料提桶内,切勿倒入水槽内,以免腐蚀下水管道。

### 三、实验记录与报告

#### 1. 实验数据的记录

学生要有专门的实验报告本,标上页数,不得撕去任何一页。绝不允许将数据记在单页纸上,或记在小纸片上,或随意记在任何地方。实验数据应记在实验报告本上。

实验过程中的各种测量数据及有关现象,应及时、准确而清楚地记录下来,记录实验数据时,要有严谨的科学态度,要实事求是,切忌夹杂主观因素,决不能随意拼凑和伪造数据。

实验过程中涉及到的各种特殊仪器的型号和标准溶液的浓度等,也应及时准确记录下来。

记录实验数据时,应注意其有效数字的位数。用分析天平称量时,要求记录至 $0.0001\text{g}$ ;滴定管及移液管的读数应记录至 $0.01\text{ml}$ ;用分光光度计测量溶液的吸光度时,如吸光度在 $0.6$ 以下,应记录至 $0.001$ 的读数,大于 $0.6$ 时,则要求记录至 $0.01$ 读数。

实验上的每一个数据,都是测量结果。所以,重复测量时,即使数据完全相同,也应记录下来。

#### 2. 实验数据的处理

为了衡量分析结果的精密度,一般对单次测定的一组结果 $x_1, x_2, \dots, x_n$ ,计算出算术平均值后,应再用单次测量结果的标准偏差、相对标准偏差(即变异系数)表示出来。

结果的含量大于 $1\%$ ,小于 $10\%$ 时,用三位有效数字表示。含量大于 $10\%$ ,则用四位有效数字表示。

分析化学实验中,得到一组数据后,若某一数值离群较远时,我们称这一极值为可疑值。对这一可疑值是保留还是舍弃,可用几种常用的方法如格鲁布斯法、 $4d$ 法或 $Q$ 检验法进行处理。

#### 3. 实验报告

实验完毕后,要及时而认真地写出实验报告。分析化学的实验报告一般包括以下内容:

(1)实验名称。

(2)方法原理:简要地用文字和化学反应说明。对特殊仪器的实验装置,应画出实验装置简图。

(3)实验步骤:简明扼要写出。

(4)实验数据及其处理:应用文字、表格和图形将数据表示出来。根据实验要求计算出分析结果、实验误差大小。

(5)问题讨论:对实验教材上的思考题和实验中观察到的现象,以及产生误差的原因进行讨论和分析,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

#### 4. 成绩评定

包括(1)预习,占 10%。(2)实验态度、操作、实验报告(包括书写是否认真、结果的准确度、精密度、有效数字等),占 60%。(3)期末考核,占 30%。

## 目 录

|                  |   |
|------------------|---|
| 分析化学实验的一般知识..... | 1 |
|------------------|---|

### 上编 化学分析实验

|                                                                 |    |
|-----------------------------------------------------------------|----|
| 第一部分 化学分析基本原理与应用实验.....                                         | 3  |
| 实验一 分析天平与称量.....                                                | 3  |
| 实验二 中药材干燥失重的测定.....                                             | 7  |
| 实验三 滴定分析与基本操作.....                                              | 8  |
| 实验四 酸碱组分的标定与滴定 .....                                            | 12 |
| 实验五 食用白醋中醋酸含量的测定 .....                                          | 14 |
| 实验六 蛋壳中碳酸钙含量的测定 .....                                           | 17 |
| 实验七 硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法) .....                                     | 18 |
| 实验八 混合碱溶液各组分含量测定 .....                                          | 20 |
| 实验九 饼干中 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{NaHCO}_3$ 含量的测定 ..... | 21 |
| 实验十 工业纯碱中总碱度的测定 .....                                           | 22 |
| 实验十一 盐酸麻黄碱片的含量测定 .....                                          | 24 |
| 实验十二 可溶性氯化物中氯含量的测定 .....                                        | 25 |
| 实验十三 酱油中 $\text{NaCl}$ 含量的测定 .....                              | 27 |
| 实验十四 红粉的含量测定 .....                                              | 29 |
| 实验十五 EDTA 标准溶液的配制与标定 .....                                      | 30 |
| 实验十六 中药明矾的含量测定 .....                                            | 31 |
| 实验十七 钙制剂中钙含量的测定硫酸亚铁的含量测定 .....                                  | 33 |
| 实验十八 自来水总硬度的测定(钙镁含量的测定) .....                                   | 34 |

|                                       |    |
|---------------------------------------|----|
| 实验十九 复混肥料中钾含量的测定 .....                | 36 |
| 实验二十 $\text{KMnO}_4$ 标准溶液的配制与标定 ..... | 38 |
| 实验二十一 胆矾中硫酸铜的含量测定 .....               | 39 |
| 实验二十二 维生素 C 片中抗坏血酸含量的测定 .....         | 40 |
| 实验二十三 注射液中葡萄糖含量的测定(碘量法) .....         | 41 |
| 实验二十四 植物油氧化值的测定 .....                 | 43 |
| 实验二十五 永停滴定法 .....                     | 44 |
| 第二部分 化学分析综合实验 .....                   | 47 |
| 实验二十六 食盐的分析 .....                     | 47 |
| 第三部分 化学分析设计实验 .....                   | 59 |

## 下编 仪器分析实验

|                                        |     |
|----------------------------------------|-----|
| 第一部分 仪器分析基本原理与应用实验 .....               | 65  |
| 实验一 紫外分光光度计的性能检验 .....                 | 65  |
| 实验二 分光光度法测定水中铁含量 .....                 | 68  |
| 实验三 分光光度法测定条件及方法研究 .....               | 69  |
| 实验四 溶液 PH 对苯酚紫外吸收光谱的影响 .....           | 72  |
| 实验五 紫外分光光度计的性能检验 .....                 | 76  |
| 实验六 丹皮酚吸收曲线的绘制及吸收系数的测定 .....           | 78  |
| 实验七 维生素 $\text{B}_{12}$ 注射液的含量测定 ..... | 79  |
| 实验八 双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因和苯甲酸钠的含量 ..... | 81  |
| 实验九 溴化钾压片法测定固体样品的红外光谱 .....            | 82  |
| 实验十 红外光谱测定液体有机化合物结构 .....              | 86  |
| 实验十一 荧光素含量的测定 .....                    | 87  |
| 实验十二 荧光分析法测定食品防腐剂苯甲酸的含量 .....          | 89  |
| 实验十三 原子吸收法测定水样中的铜 .....                | 91  |
| 实验十四 原子吸收光谱法测定钙最佳实验条件的选择 .....         | 96  |
| 实验十五 柱色谱法测定氧化铝活度 .....                 | 98  |
| 实验十六 大黄中蒽醌类化合物的柱色谱分离 .....             | 100 |

## 目 录

|                                |     |
|--------------------------------|-----|
| 实验十七 生物碱成分薄层层析                 | 101 |
| 实验十八 五味子的薄层色谱法鉴别               | 103 |
| 实验十九 纸色谱法分离鉴定糖类成分              | 104 |
| 实验二十 纸色谱法分离氨基酸                 | 105 |
| 实验二十一 丹参注射液的薄层色谱鉴别             | 107 |
| 实验二十二 苯系物的定性和定量                | 108 |
| 实验二十三 内标法分析低度大曲酒中的杂质           | 111 |
| 实验二十四 高效液相色谱法测定水中苯酚类化合物        | 113 |
| 实验二十五 气相色谱-质谱联用测定有机混合物(GC-MS)  | 119 |
| 第二部分 仪器分析综合实验                  | 123 |
| 实验二十六 配合物中心原子的 d 轨道分裂能的测定      | 123 |
| 实验二十七 蔬菜中胡萝卜素的含量测定             | 124 |
| 实验二十八 绿色植物叶子中叶绿素含量测定的质量控制和统计分析 | 126 |
| 第三部分 仪器分析设计实验                  | 129 |
| 附 录                            | 130 |
| 附录一 玻璃器皿的洗涤方法                  | 130 |
| 附录二 化学试剂规格                     | 131 |
| 附录三 定量和定性分析滤纸的规格               | 131 |
| 附录四 分析化学中常用干燥剂                 | 132 |
| 附录五 常用熔剂所适用的坩埚                 | 133 |
| 附录六 原装酸碱的含量、密度和浓度              | 134 |
| 附录七 纯水的制备及检验                   | 134 |
| 附录八 溶液的配制方法                    | 136 |

# 上 编

## 化学分析实验

龍 土

金実利長堂山

# 第一部分 化学分析基础原理及应用实验

## 实验一 分析天平与称量

### 一、实验目的

1. 了解分析天平的结构,熟悉砝码组合。
2. 掌握正确使用分析天平的方法。
3. 掌握直接称量和减量称量的方法。

### 二、实验原理

#### (一)基本构造

半自动电光分析天平的构造原理及使用:

天平是根据杠杆原理制成的,它用已知质量的砝码来衡量被称物体的质量。

基本构造:

#### 1. 天平梁

是天平的主要部件,在梁的中下方装有细长而垂直的指针,梁的中间和等距离的两端装有3个玛瑙三棱体,中间三棱体刀口向下,两端三棱体刀口向上,3个刀口的棱边完全平行且位于同一水平面上。梁的两边装有两个平衡螺丝,用来调整梁的平衡位置(也即调节零点)。

#### 2. 吊耳和秤盘

两个承重刀上各挂一吊耳,吊耳的上钩挂着秤盘,在秤盘和吊耳之间装有空气阻尼器。空气阻尼器的内筒比外筒略小,两圆筒间有均匀的空隙,内筒能自由地上下移动。当天平启动时,利用筒内空气的阻力产生阻尼作用,使天平很快达到平衡。

#### 3. 开关旋钮(升降枢)和盘托

升降枢:用于启动和关闭天平。启动时,顺时针旋转开关旋钮,带动升降枢,控制与其连接的托叶下降,天平梁放下,刀口与刀承相承接,天平处于工作状态。关闭时,逆时针旋转开关旋钮,使托叶升起,天平梁被托起,刀口与刀承脱离,天平处于关闭状态。

盘托:安在秤盘下方的底板上,受开关旋钮控制。关闭时,盘托支持着秤盘,防止秤盘摆动,可保护刀口。

#### 4. 机械加码装置

通过转动指数盘加减环形码(亦称环码)。环码分别挂在码钩上。称量时,转动指数盘旋钮将砝码加到承受架上。环码的质量可以直接在砝码指数盘上读出。指数盘转动时可经天平梁上加10mg~990mg砝码,内层由10mg~90mg组合,外层由100mg~900mg组合。

大于 1g 的砝码则要从与天平配套的砝码盒中取用(用镊子夹取)。

#### 5. 光学读数装置

固定在支柱的前方。称量时,固定在天平指针上微分标尺的平衡位置,可以通过光学系统放大投影到光屏上。标尺上的读数直接表示 10mg 以下的质量,每一大格代表 1mg,每一小格代表 0.1mg。

从投影屏上可直接读出 0.1mg~10mg 以内的数值。

#### 6. 天平箱

能保证天平在稳定气流中称量,并能防尘、防潮。

天平箱的前门一般在清理或修理天平时使用,左右两侧的门分别供取放样品和砝码用。箱座下装有 3 个支脚,后面的一个支脚固定不动,前面的两个支脚可以上下调节,通过观察天平内的水平仪,使天平调节到水平状态。

#### (二)使用方法

天平室要保持干燥清洁。进入天平室后,对照天平号坐在自己需用的天平前,按下述方法进行的操作:

##### 1. 开启天平

掀开防尘罩,叠放在天平箱上方。检查天平是否正常:天平是否水平;秤盘是否洁净,否则,用软毛刷小心清扫;指数盘是否在“000”位;环码有无脱落;吊耳是否错位等。

##### 2. 调节零点

接通电源,轻轻顺时针旋转升降枢,启动天平,光屏上标尺停稳后,其中央的黑线若与标尺中的“0”线重合,即为零点(天平空载时平衡点)。如不在零点,差距小时,可调节微动调节杆,移动屏的位置,调至零点;如差距大时,关闭天平,调节横梁上的平衡螺丝,再开启天平,反复调节,直至零点。

##### 3. 称量

零点调好后,关闭天平。把称量物放在左盘中央,关闭左门;打开右门,根据估计的称量物的质量,把相应质量的砝码放入右盘中央,然后将天平升降枢半打开,观察标尺移动方向(标尺迅速往哪边跑,哪边就重),以判断所加砝码是否合适并确定如何调整。当调整到两边相关的质量小于 1g 时,应关好右门,再依次调整 100mg 组和 10mg 组环码,按照“减半加砝码”的顺序加减砝码,可迅速找到物体的质量范围。调节环码至 10mg 以后,完全启动天平,准备读数。

称量过程中必须注意以下事项:

a. 称量未知物的质量时,一般要在台秤上粗称。这样既可以加快称量速度,又可保护分析天平的刀口。

b. 加减砝码的顺序是:由大到小,折半加入。在取、放称量物或加减砝码时(包括环码),必须关闭天平。启动开关旋钮时,一定要缓慢均匀,避免天平剧烈摆动。以保护天平刀口不受损伤。

c. 称量物和砝码必须放在秤盘中央,避免秤盘左右摆动。不能称量过冷或过热的物体,以免引起空气对流,使称量的结果不准确。称取具腐蚀性、易挥发物体时,必须放在密闭容器内称量。

d. 同一实验中,所有的称量要使用同一架天平,以减少称量的系统误差。

e. 天平称量不能超过最大载重,以免损坏天平。

f. 加减砝码必须用镊子夹取,不可用手直接拿取,以免沾污砝码。砝码只能放在天平秤盘上或砝码盒内,不得随意乱放。在使用机械加码旋钮时,要轻轻逐格旋转,避免环码脱落。

#### 4. 读数

砝码+环码的质量+标尺读数(均以克计)=被称物质量。

天平平衡后,关闭天平门,待标尺在投影屏上停稳后再读数,并及时记录在记录本上。读数完毕,应立即关闭天平。

#### 5. 复原

称量完毕,取出被称物放到指定位置,将砝码放回盒内,指数盘退回到“000”位,关闭两侧门,盖上防尘罩。登记,教师签字,凳子放回原处,再离开天平室。

### (三)称量方法

#### 1. 直接称量法

用于直接称量某一固体物体的质量,如小烧杯。

要求:所称物体洁净、干燥,不易潮解、升华,并无腐蚀性。

方法:天平零点调好以后,关闭天平,把被称物用一干净的纸条套住(也可采用戴专用手套),放在天平左盘中央。调整砝码使天平平衡,所得读数即为被称物的质量。

#### 2. 固定质量称量法

用于称量指定质量的试样。如称量基准物质,来配制一定浓度和体积的标准溶液。

要求:试样不吸水,在空气中性质稳定,颗粒细小(粉末)。

方法:先称出容器的质量,关闭天平。然后加入固定质量的砝码于右盘中,再用牛角勺将试样慢慢加入盛放试样的容器中,半开天平进行称重。当所加试样与指定质量相差不到10mg时,完全打开天平,极其小心地将盛有试样的牛角勺伸向左称盘的容器上方约2cm~3cm处,勺的另一端顶在掌心上,用拇指、中指及掌心拿稳牛角勺,并用示指轻弹勺柄,将试样慢慢抖入容器中,直至天平平衡。此操作必须十分仔细。

#### 3. 递减称量法

用于称量一定质量范围的试样。适于称取多份易吸水、易氧化或易于和 $\text{CO}_2$ 反应的物质。

方法:

(1)用小纸条夹住已干燥好的称量瓶,在台秤上粗称其质量

(2)将稍多于需要量的试样用牛角匙加入称量瓶,在台秤上粗称。

(3)将称量瓶放到天平左盘的中央,在右盘上加适量的砝码或环码使之平衡,称出称量瓶及试样的准确质量(准确到0.1mg),记下读数,设为 $m_1\text{g}$ 。关闭天平,将右盘砝码或环码减去需称量的最小值。将称量瓶拿到接受器上方,右手用纸片夹住瓶盖柄,打开瓶盖。将瓶身慢慢向下倾斜,并用瓶盖轻轻敲击瓶口,使试样慢慢落入容器内(不要把试样撒到容器外)。当估计倾出的试样已接近所要求的质量时(可从体积上估计),慢慢将称量瓶竖起,并用盖轻轻敲瓶口,使黏附在瓶口上部的试样落入瓶内,盖好瓶盖,将称量瓶放回天平左盘上称量。若左边重,则需重新敲击,若左边轻,则不能再敲。准确称取其质量,设此时质量为

$m_2$  g。则倒入接受器中的质量为  $(m_1 - m_2)$  g。重复以上操作,可称取多份试样。

### 三、仪器与试剂

分析天平和砝码;

台秤和砝码;

小烧杯(25ml 或 50ml);

称量瓶;

不宜吸潮的结晶状试剂或试样。

### 四、实验内容

#### 1. 固定质量称量法

称取 0.500 0g 试样两份。

(1)将干燥洁净的表面皿或小烧杯,在台秤上粗称其质量,再在天平上准确称出其质量,记录称量数据。

(2)在右盘增加 500 mg 的砝码或环码。

(3)用药匙将试样慢慢加到左盘表面皿的中央,直到平衡点与称量表面皿的平衡点一致(误差范围  $\leq 0.2$  mg)。记录称量数据和试样的实际质量。反复练习几次,至熟练。

#### 2. 递减称量法

称取 0.2g~0.4g 试样两份。

(1)在天平上准确称取两个干燥洁净的小烧杯的质量,记录称量数据  $m_0$  和  $m'_0$  g。

(2)将干燥洁净的称量瓶,在台秤上粗称其质量,再加入约 1.0g 试样,在天平上准确称出其质量,记录称量数据  $m_1$  g。

转移 0.3g~0.4g 试样(约占试样总体积的)至第一个已称量的小烧杯中,称量并记录称量瓶和剩余试样的质量  $m_2$  g。用相同的方法,再称出 0.3g~0.4g 的试样于第二个已称量的小烧杯中。

#### 3. 数据记录与结果的处理

表 1 称量练习数据记录表

| 编号                                   | 1                  | 2                  |
|--------------------------------------|--------------------|--------------------|
| $m(\text{称量瓶} + \text{试样})/\text{g}$ | $m_1/\text{g}$     | $m_2/\text{g}$     |
| $m(\text{称出试样})/\text{g}$            | $m_2/\text{g}$     | $m_3/\text{g}$     |
|                                      | $m_{a1}/\text{g}$  | $m_{a2}/\text{g}$  |
| $m(\text{烧杯} + \text{试样})/\text{g}$  | $m'_1/\text{g}$    | $m'_2/\text{g}$    |
| $m(\text{空烧杯})/\text{g}$             | $m_0/\text{g}$     | $m'_0/\text{g}$    |
| $m(\text{烧杯中试样})/\text{g}$           | $m'_{a1}/\text{g}$ | $m'_{a2}/\text{g}$ |

### 五、思考题

1. 称量结果应记录至几位有效数字? 为什么?

2. 称量时,应每次将砝码和物体放在天平盘的中央,为什么?
3. 本实验中要求称量偏差不大于 0.4mg,为什么?

## 实验二 中药材干燥失重的测定

### 一、实验目的

1. 通过本实验进一步巩固分析天平的称量操作。
2. 掌握干燥失重的测定方法。
3. 明确恒重的意义。

### 二、实验原理

应用挥发重量法,将试样加热,使其中水分及挥发性物质逸去后,根据试样所减失的重量计算干燥失重。

### 三、仪器与试剂

扁称量瓶;  
分析天平;  
干燥器;  
中药材试样。

### 四、实验内容

1. 称量瓶的干燥恒重:将洗净的称量瓶置恒温干燥箱中,打开瓶盖,放于称量瓶旁,于 105℃ 进行干燥,取出称量瓶,加盖,置于干燥器中冷却(约 30 分钟)至室温,精密称定重量至恒重。

2. 试样干燥失重的测定:取混合均匀的试样 1g,平铺在已经恒重的称量瓶中,厚度不可超过 5mm,加盖,精密称定重量。置于干燥箱中,开瓶盖,逐渐升温,并于 105℃ 干燥,直至恒重。根据减失的重量即可计算试样的干燥失重。

中药材干燥失重(%)=[(试样+称量瓶)-(干燥后试样+称量瓶重)]/试样重×100%

### 五、思考题

1. 什么叫干燥失重? 加热干燥适宜于哪些药物的测定?
2. 什么叫恒重? 影响恒重的因素有哪些? 恒重时,几次称量数据以哪一次为实重?

[注意事项]

1. 试样在干燥器中冷却时间每次应相同。
2. 称量应迅速,以免干燥的试样或器皿在空气中露置久后吸潮而不易达恒重。