

药分：化学分析法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/17/2021_2022__E8_8D_AF_E5_88_86_EF_BC_9A_E5_c23_17034.htm

第五章 化学分析法第1节 重量分析法

重量分析法：以质量为测量值的分析方法。将被测组分与其他分离，称重计算含量。精确到0.1-0.2%对低含量组分测定误差较大，尽量避免用。水分测定，药品中水中不溶物、炽灼残渣、灰分仍用。

一、挥发法：利用被测组分具有挥发性或将其转化为挥发性物质，称取挥发前后挥发性物质算含量。

1、直接挥发法：测吸收剂增加的量
2、间接挥发法：测样品所减少的量

二、萃取法：(提取重量法)用互不相容的溶剂萃取后称重，适用于有机药物的测定。

三、沉淀法：沉淀形式-称量形式步骤：取样-溶解-加沉淀剂使其沉淀-过滤-洗涤-干燥(或炽灼)-至恒重-称量-计算

重量分析法对沉淀形式要求：沉淀溶解度小，要纯净，易于过滤和洗涤，易于转化为称量形式。

重量分析法对称量形式要求：称量形式的组成应固定，化学稳定性高，分子量要大。

1、沉淀形成的过程包括晶核的生长和沉淀微粒的生长两个过程。

2、影响沉淀溶解度的因素：沉淀溶解损失不3、超过0.2mg不4、影响。

(1)同离子效应：当沉淀反应达到平衡后，向溶液中加入过量的沉淀剂，则构晶离子(与沉淀组分相同的离子)浓度增大，使沉淀的溶解度降低的效应，称为同离子效应。加入沉淀剂一般过量，易挥发过量50-100%，不挥发过量20-30%。

(2)盐效应：由于强电解质的存在而引起沉淀溶解度增大的现象，称盐效应。(3)酸效应：溶液的酸度对沉淀溶解度的影响称酸效应。对弱酸盐影响较大。(4)络合反应：进行沉淀反

应时，若溶液中存在有能与构晶离子生成可溶性络合物的络合剂时，则会使沉淀溶解度增大，甚至不产生沉淀，这种现象称络合效应。

5、影响沉淀纯度的因素：(1)共沉淀：产生原因有表面吸附(主要)、形成混晶、包埋或吸留(不能清洗除去，重结晶陈化)(2)后沉淀：放置过程中沉淀吸出。

第二节 酸碱滴定法

酸碱滴定法：利用酸和碱在水中以质子转移反应为基础的滴定分析方法。

(1)强酸滴定强碱：如NaOH滴定HCl一般浓度以0.1000mol/l，突跃范围4.3-9.7，指示剂：酚酞、甲基红、甲基橙

(二)强碱滴定弱酸：如NaOH滴定HAc，突跃范围PH 7.74-9.7，计量点PH8.72。选碱性范围指示剂酚酞、百里酚酞。不能用酸性指示剂甲基红，甲基橙。

(三)强酸滴定弱碱：HCl滴定NH₃·H₂O，PH6.24-4.3，计量点PH5.28，选甲基红、溴甲酚绿。

(四)强碱滴定多元酸：两个计量点，用甲基橙和酚酞的混合指示剂。

第3节 沉淀滴定法

沉淀反应必须定量、迅速、有指示剂确定终点、吸附现象不妨碍终点。生成难溶性银盐的反应。银量法：利用AgNO₃为标准溶液的沉淀滴定法。按所用指示剂不同分：1、铬酸钾法(MoHr法)：在中性溶液中，2、加入K₂CrO₄(1ml)作指示剂，3、用AgNO₃标准液滴定。滴定条件：指示剂用量适当、酸度不过低过高、剧烈振摇、不宜测定I⁻和SCN⁻、除去干扰离子。

6、铁矾指示剂法(Volhard法)：用NH₄SCN为标准溶液，7、Fe³⁺为指示剂，8、在硝酸酸性液中测定。滴定条件：被测物Cl⁻时，注意沉淀转化(过滤、加有机溶剂、用高浓度Fe³⁺指示)、强酸中三、吸附指示剂法(Fajans法)：用硝酸银标准溶液和吸附指示剂确定终点的方法。

第四节 配位(络合)滴定法

EDTA(二乙胺四乙酸)与金属离

络合的特点：几乎全部、1：1关系、可在水中滴定、大多无色影响络合反应平衡因素：酸度增高，MY稳定性降低；其他络合剂存在时也降低MY稳定性。第5节 氧化还原滴定法涉及电子转移的反应叫氧化还原反应，获得电子的物质称氧化剂(电位高)，失去电子的物质称还原剂。氧化还原反应是否完全用平衡常数K，K值越大，反应进行越完全，不说明反应速度。指示剂三类：自身指示剂、特殊指示剂和氧化还原指示剂。氧化还原滴定方法：(一)、碘量法：1、直接碘量法：终点：过量一滴I与淀粉(KI液)生成蓝色吸附物。碘本身淡黄色。条件：只能在酸性、中性、弱碱性进行。避免曝光和放置时间长(氧化)。2、间接碘量法：只能在弱酸性、中性、弱碱性进行，增大KI量。(二)、溴量法：主要测定芳香胺类和酚类有机药物。苯环上有羟基和氨基，邻位和对位氢易溴代反应。一般用定量的溴酸钾与过量的溴化钾产生新生态的溴来代替。提高温度加快反应。(三)、铈量法：用邻二氮菲亚铁作指示剂 优点：Ce(SO₄)₂，稳定，长时、曝光、加热不引起浓度变化、在HCl下测定、大部分有机物不作用，特别适合糖浆剂、片剂等制剂测定。100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com