

· 医学教育 ·

浅谈药物分析化学中容量分析实验误差

Discussion on Experimental Error in Measure Analysis of Pharmaceutical Analysis Chemistry

文朝顺, 曾琦斐

(湖南环境生物职业技术学院医学部, 湖南 衡阳 421001)

[摘要] 文章对药学专业学生容量分析实验误差大的原因进行了分析, 并提出了相应的纠正措施, 以供对容量分析实验教学参考。

[关键词] 容量分析; 学生实验; 误差; 分析; 纠正

[中图分类号] R655.2 [文献标识码] B [文章编号] 1672-951(2005)11-087-02

分析化学是药学、医学检验专业一门重要的专业基础课, 具有很强的实践性。分析化学实验中, 容量分析具有仪器简单、成本低、分析快捷、操作方便和结果准确度高等特点, 在药品纯度分析等方面应用广泛, 因而在药学专业的分析化学实验课中, 占总实验课时的 70% 以上。其具体内容包括酸碱滴定法、非水滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法和电位滴定法。近年来学生的容量分析实验结果不尽人意, 一般都超过 0.2% 的误差 (滴定要求误差应 $\leq 0.2\%$)。笔者经过几十年的教学实践, 根据学生的不同情况及误差的不同性质和特点, 采取相应的措施, 获得了比较好的教学效果。

1 误差分析

误差有系统误差和偶然误差之分, 偶然误差是不可定的, 本文不予分析。系统误差是可定、可控的, 是本文分析的主要内容。学生在同一实验室、同条件、同环境中使用合格的仪器、相同的试剂和方法做同一个实验, 其误差的大小差

别主要源于个体的操作技能差异。

1.1 操作 操作不规范是分析结果产生较大误差的主要根源。分析工作者掌握操作规程, 正确控制条件下稍有出入就会产生操作误差, 分析工作者偏离或违反操作规程就会产生错误, 操作错误就会得出错误的分析结果。在学生实验操作中, 以上两者兼有。主要发生在仪器洗涤、药品取用、溶液配制、滴定操作和数据读取中。

1.1.1 仪器洗涤 正确的洗涤程序是: 肥皂水刷洗 → 铬酸洗液洗 → 自来水冲洗 → 蒸馏水洗涤 2~3 次, 达到器壁水珠分布均匀为标准。如果容器壁残留有酸性物质、碱性物质、氧化剂、还原剂或金属离子等, 在各类滴定中都将多消耗一定的滴定液或降低所配溶液的浓度, 致使分析误差增大。学生操作误差与错误主要为: 洗涤不细、洁净程度不达标; 滴定管、吸量管、容量瓶、锥形瓶用蒸馏水洗涤不到位; 滴定管和吸量管不用待装液洗涤或洗涤次数不够; 滴定终点控制不准确或读数不准确等。

(上接第 78 页)

- [17] 张连杰. 益炎汤治疗慢性盆腔炎 67 例 [J]. 湖南中医杂志, 1993, 9(4): 32
- [18] 陈华琴. 化瘀消炎汤治疗慢性盆腔炎 238 例 [J]. 山东中医杂志, 1992, 11(4): 19
- [19] 姚石安. 妇友冲剂治疗慢性盆腔炎的临床与实验研究 [J]. 中国医药学报, 1994, 9(5): 12~14
- [20] 赵荣胜. 月月舒 (痛经宝) 治疗慢性盆腔炎 35 例临床观察 [J]. 中成药, 1996, 18(10): 24
- [21] 张光贤. 玉清抗宫炎片治疗慢性盆腔炎临床观察小结

[J]. 湖南中医药导报, 2001, 7(6): 310~371

- [22] 郑卓君. 金刚藤糖浆治疗慢性盆腔炎 100 例临床小结 [J]. 广东医学, 1996, 17(5): 330
- [23] 时燕平. 中药三联法治疗慢性盆腔炎 34 例观察 [J]. 中国中西医结合杂志, 1997, 17(2): 99~100
- [24] 李京枝. 中医综合疗法治疗慢性盆腔炎 56 例 [J]. 陕西中医, 1999, 20(5): 203
- [25] 杨文. 自拟妇炎宁汤内服灌肠治疗慢性盆腔炎 65 例临床观察 [J]. 2001, 42(9): 548~549

(收稿日期: 2005-04-11 编辑: 湘泉)

1.1.2 药品取量 按实验计算出来的药品取用量分为称取和量取两种。不吸水、不与空气中的气体发生化学反应的固体物质可用洗净且干燥的烧杯或纸片称取,反之用带盖的称量瓶称取;液体药品用吸量管移取。

学生操作误差与错误:称量时,天平调“0”不准;取用药品时因为缠绕称量瓶的纸条高于称量瓶口,固体药品钻入纸片与瓶壁缝隙,待松开纸条时,药品撒落实验台上未参与反应;瓶盖不用纸片包裹,使实际取出的药品量高于理论值。量取液体试剂时,吸量管外壁附着的试剂不用滤纸吸干,使实际量取的试剂量高于理论计算值;吸量管内所取试剂放完后,管尖内的液滴不按吸量管上标示的方法处理。

1.1.3 溶液配制 配制溶液要用所配溶液体积数匹配的容量瓶。容量瓶使用前要试漏防漏;溶解或稀释试剂所用的小烧杯和玻璃棒要用蒸馏水洗涤 2~3 次,洗涤液应全部转入容量瓶;定容时,宜用胶头滴管加水至刻度线,摇匀。

学生操作误差与错误:溶解或稀释试剂所用的烧杯和玻璃棒洗涤不净;转移液体时掉漏液滴;振摇不匀,致使每次平行测定时移取的液体浓度不一致;定容操作不细心,加水后,液面高于或低于刻度线。

1.1.4 滴定操作 将经过试漏和洗净的滴定管用待装溶液洗涤 2~3 次,装入待装溶液至“0”刻度以上,排除管尖部分的气泡,并用溶液充满管尖,调整液面到“0”刻度;用待移取的被测液洗涤移液管 2~3 次后,向锥形瓶移入规定体积的待测溶液;按要求加入适量的指示剂并摇匀;从滴定管慢慢放出标准浓度溶液滴入待测液,一边滴入溶液,一边均匀摇动,直至加入最后半滴滴定溶液致指示剂变终点色。

学生操作误差与错误:滴定管和移液管不用待装或待移溶液洗涤,或洗涤次数不够;左手掌将酸性滴定管活塞前顶,致使滴定液经手心外漏未参加化学反应;滴定时锥形瓶内溶液摇动不均匀,使终点判定不准确(沉淀滴定和络合滴定时,

被测液摇动不充分时,或滴定速度过快,被沉淀颗粒吸附包裹的离子释放不出,易造成假终点的出现);接近终点时,最后半滴滴定液滴加控制不准,易使终点不准。

1.2 读数 滴定管和移液管正确的读数方法,是读取眼球、刻度线和液面最低点在同一直线上刻度数,小数点后的第 2 位数按刻度分值正确估读。学生习惯于仰视或俯视读数,读得的数据往往比实际数据高或低。

2 学生的主观原因分析

自扩招以来,职业学校的生源素质有所下降,不少学生文化基础薄弱,学习自觉性不强,劳动观念淡薄,几乎没有动手操作的意识。实验前未对实验内容进行仔细阅读,又嫌分析操作麻烦,对实验药品用量把握不严谨,读数更是跟着感觉走。以致于实验操作出现较大误差,甚至操作失败。

3 纠正方法

职业技术学校的目的是培养出综合素质较高的实用型人才。在当今社会,没有优秀的思想道德就难以步入正确的发展方向;没有精湛娴熟的职业技术就难谋取适合的职业。为此,教师首先要对学生加强理想教育和人生观教育,教育学生爱专业、爱劳动,自食其力;第二,搞活课堂气氛,教师要精心备课,提高授课艺术,提炼教学内容,将操作要领归纳为顺口溜,激发学生的学习兴趣;第三,加强操作训练,为操作薄弱的学生开“小灶”,力求人人过硬,项项过关,规范操作;第四,加强实验带教责任,多作操作示范,勤巡查,细观察,发现学生的操作偏差,及时予以纠正;第五,加强操作考核,举行操作竞赛,激发学生的专业热情和学习积极性;第六,关心爱护学生,加强就业指导,关心学生的进步,帮助学生解决困难,与学生建立良好的朋友关系。只有这样,才会产生良好的教学效果。

(收稿日期:2005-11-21 编辑:朱民)

《中医药导报》杂志 2006 年征订启事

《中医药导报》是综合性中医药学术期刊,现为中华中医药学会系列杂志、“湖南省一级科技期刊”、“湖南省十佳科技期刊”、“中国学术期刊评价数据库来源期刊”、“中国核心期刊遴选数据库收录期刊”。

《中医药导报》辟有学术探讨、科研论著、专家论坛、临床报道、文献综述、博士论坛、战略导向、政策导航、经典导读、疫病防治、名医经验、专科集萃、临床护理、临证医案、方药研究、针灸推拿、影像诊断、医学教育、医院管理、医院风采、书刊评介、民族医药、晋升辅导、诊余反思、信息反馈、中医药在国外等栏目,内容翔实,具有实用性与导向性。

《中医药导报》为月刊,每月 28 日出版,国际大 16 开本,每期 4 个印张,定价每册 6.00 元,全年共 72 元。邮发代号 42-144 全国邮局均可订阅,亦可直接汇款到《中医药导报》杂志社订阅。

地 址:长沙市湘雅路 30 号·湖南省卫生厅内·《中医药导报》杂志社

电 话:(0731)4365506 4828502

传 真:(0731)4828502

邮 编:410008

E-mail: hnzzyd@163.com 或 hnzzyd@163.net