

鄢海燕 邹纯才◎编著



药物制剂 及其质量分析 实验指导

YAOWU ZHIJI
JIQI ZHILIANG FENXI
SHIYAN ZHIDAO

 安徽科学技术出版社

鄢海燕 邹纯才◎编著

药物制剂 及其质量分析 实验指导

YAOWU ZHIJI
JIQI ZHILIANG FENXI
SHIYAN ZHIDAO

 安徽科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

药物制剂及其质量分析实验指导/鄢海燕,邹纯才编著. —合肥:安徽科学技术出版社,2008.7

ISBN 978-7-5337-4101-3

I. 药… II. ①鄢…②邹… III. 药物-制剂-质量分析 IV. TQ460.7

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第091217号

药物制剂及其质量分析实验指导 鄢海燕 邹纯才 编著

出版人:朱智润

责任编辑:吴萍芝 王 镇

封面设计:王 艳

出版发行:安徽科学技术出版社(合肥市政务文化新区圣泉路1118号
出版传媒广场,邮编:230071)

电 话:(0551)3533330

网 址:www.ahstp.net

E-mail:yougoubu@sina.com

经 销:新华书店

排 版:安徽事达科技贸易有限公司

印 刷:合肥晓星印刷有限责任公司

开 本:787×1092 1/16

印 张:13

字 数:308千

版 次:2008年7月第1版 2008年7月第1次印刷

印 数:2060

定 价:19.00元

(本书如有印装质量问题,影响阅读,请向本社市场营销部调换)

内容提要

本书以普通高等教育“十五”国家级规划教材为基础,结合我国药物制剂与药品检验的实际情况,将药物制剂与药物分析相结合,介绍了实验的基础知识,编写了十二个验证性实验、十二个综合性实验、十四个设计性实验及四个参观性实践活动,并选编了在药物制剂与药物分析中经常涉及的方法、细则等作为附录。

前 言

药物制剂和药物分析是药学各相关专业教学计划中设置的主要专业课程,是实践性、应用性、技术性很强的方法学科,其实验课程是教学中不可缺少的组成部分,是培养学生掌握基本操作技能及创新能力培养的重要教学环节。为提高教学效果,编者以普通高等教育“十五”国家级规划教材为基础,将药物制剂与药物分析的实验相互贯穿,进行有机结合,使学生在完成药物制剂的同时,能对所制备的制剂进行一个全方位的质量评定,故编写了本教材。

全书主要包括两篇共六个部分以及附录。第一篇为实验的基础知识,具体包括两个部分。第一部分为实验须知,阐述了实验目的、实验要求和实验室安全守则;第二部分为实验的单元操作,介绍了常用仪器的洗涤和干燥、加热、称量、液体体积的量度仪器及其使用方法、灭菌与无菌操作、溶解、结晶与固液分离、浸提与浓缩及粉碎、筛分与混合等内容。第二篇为药物制剂及其质量分析的实验内容与指导,具体包括四部分。第一部分为验证性实验,共编写了十二个实验,药品来源上尽量选用常见药品并制备其常用剂型,在质量分析上与教材和 2005 年版中国药典相结合,如溶液型液体制剂及其质量分析、尿药法测定维生素 B₂ 片剂消除速度常数及生物利用度等。第二部分为综合性实验,共编写了十二个实验,如双唑泰栓的制备,包括了其处方、制法、操作注意、质量检查(如鉴别、检查及含量测定等)、思考题。第三部分为设计性实验,共编写了十四个实验,为学生提供可供选择的实验材料与仪器设备,并对各个具体药剂设计中要进行的操作环节给出提示,学生在掌握一定的基础知识后,选择所感兴趣的药物,通过查阅资料,在了解了药物的理化性质、药理作用及临床用途的基础上,确定剂型,再根据各个具体剂型制备时要做的具体工作要求进行处方及工艺设计,在经过老师的审核后,通过实验操作制备出药物制剂,并进行质量评价。这部分实验要求学生具体综合知识与技能的积累,能够拓宽学生视野和思路,培养学生的创新能力。第四部分为参观性实践活动,主要有药厂片剂车间、药厂针剂车间、医院药房、社会药房的参观,引导学生思考并主动进行实践活动来寻求答案。附录部分主要介绍了实验中涉及的方法、规则等,其具体内容主要选自《中国药典》(2005 年版)附录。

本书的实验内容丰富、涉及面广,适用于药学各类院校的药学专业、制剂工程专业、药物制剂专业等的实验教学及本科生、研究生的毕业设计,也可作为医院药房、研究单位、工厂等从事药物制剂与药物分析的科研人员的参考用书。

限于编者的水平与时间仓促,错误与不足之处在所难免,敬请读者批评指正。

郝海燕 邹纯才

2008 年 5 月 20 日于芜湖

目 次

第一篇 实验的基本知识	1
第一部分 实验须知	1
一、实验目的	1
二、实验要求	1
三、实验室安全守则	3
第二部分 实验的单元操作	5
一、常用仪器的洗涤和干燥	5
二、加热	6
三、称量	11
四、液体体积的量度仪器及其使用方法	14
五、灭菌与无菌操作	20
六、溶解、结晶与固液分离	22
七、浸提与浓缩	27
八、粉碎、筛分与混合	31
第二篇 药物制剂及其质量分析实验	33
第一部分 验证性实验	33
实验一 中国药典的查阅	33
实验二 溶液型液体制剂及其质量分析	35
实验三 散剂的制备及其质量分析	41
实验四 中药颗粒剂的制备及胶囊剂的填充	44
实验五 片剂的制备	48
实验六 滴丸剂的制备	54
实验七 软膏剂的制备及其质量分析	59
实验八 滴眼剂的制备及其质量分析	64
实验九 明胶海绵的制备及其质量分析	68
实验十 液态药物制剂的配伍变化	70
实验十一 尿药法测定维生素 B ₂ 片剂消除速度常数及生物利用度	73
实验十二 热原检查	77
第二部分 综合性实验	79
实验一 混悬剂的制备及其质量分析	79

实验二	乳剂的制备及其质量分析	84
实验三	感冒退热颗粒剂的制备及其质量分析	90
实验四	阿司匹林片的制备及其质量分析	93
实验五	片剂包衣及其质量分析	97
实验六	马来酸氯苯那敏滴丸的制备及其质量分析	100
实验七	栓剂的制备及其质量分析	103
实验八	复合膜剂的制备及其质量分析	107
实验九	注射剂与输液剂的制备及其质量分析	111
实验十	微囊的制备及其质量分析	117
实验十一	包合物的制备及其质量分析	121
实验十二	缓释片的制备及其质量分析	125
第三部分	设计性实验	129
第四部分	课程综合实践	135
实验一	参观药厂片剂车间	135
实验二	参观药厂注射剂车间	137
实验三	参观医院药房	138
实验四	参观社会药房	140
附 录		144
附录 I	一般杂质检查法	144
附录 I-A	澄清度检查法	144
附录 I-B	硫酸盐检查法	145
附录 I-C	干燥失重测定法	146
附录 I-D	铁盐检查法	147
附录 I-E	重金属检查法	148
附录 I-F	砷盐检查法	150
附录 II	测定法	154
附录 II-A	氧瓶燃烧法	154
附录 II-B	电位滴定法与永停滴定法	155
附录 II-C	挥发油测定法	156
附录 II-D	干燥失重测定法	157
附录 II-E	水分测定法	158
附录 II-F	浸出物测定法	159
附录 III	制剂通则	160
附录 III-A	片剂	160

附录Ⅲ-B 注射剂	162
附录Ⅲ-C 栓剂	164
附录Ⅲ-D 胶囊剂	165
附录Ⅲ-E 膜剂	166
附录Ⅲ-F 颗粒剂	167
附录Ⅲ-G 口服溶液剂、口服混悬剂、口服乳剂	168
附录Ⅳ 物理常数测定法	170
附录Ⅳ-A 熔点测定法	170
附录Ⅳ-B 旋光度测定法	172
附录Ⅳ-C pH 测定法	173
附录Ⅴ 色谱法	175
附录Ⅴ-A 薄层色谱法	175
附录Ⅴ-B 高效液相色谱法	177
附录Ⅴ-C 气相色谱法	181
附录Ⅴ-D 毛细管电泳法	183
附录Ⅵ 分光光度法	186
附录Ⅵ-A 紫外-可见分光光度法	186
附录Ⅵ-B 红外分光光度法	188
附录Ⅶ 溶出度测定法	190
附录Ⅷ 药品质量标准分析方法验证指导原则	194

第一篇 实验的基本知识

第一部分 实验须知

一、实验目的

药品是用于诊断、治疗或预防疾病的一种特殊商品。药剂学是研究药物制剂的基本理论、处方设计、制备工艺、质量控制和合理应用的综合性应用技术科学,是实践性很强的技术学科之一。药物制剂质量的好坏直接关系到用药的安全、有效和稳定,关系到人的身体健康与生命安全。因此,为确保用药的安全、合理、有效,必须从药品的研制、生产、供应、贮存和使用等环节全面控制药品质量。

《药物制剂及其质量分析实验指导》是一门将药剂学与药物分析学有机结合起来综合性应用实验指导,其实践性很强。通过实验使学生更好地掌握药剂学的基本理论与基本操作技能,并进一步培养学生的创造性思维能力和严谨的科学作风。同时使学生能够运用各种科学方法、分析技术,研究和检验各种药物及其制剂的质量,该实验指导是《药剂学》和《药物分析》课程教学的重要组成部分。其内容主要是各种常见药物制剂及各种分析方法在药物制剂分析中的实际应用。

《药物制剂及其质量分析实验指导》旨在培养学生的实际动手能力、书面表达能力以及科学思维能力,培养学生严肃认真、实事求是的科学态度,培养学生独立开展药物制剂研制及药物质量分析的能力。通过对《药物制剂及其质量分析实验指导》课程的学习,使学生认真验证理论课讲授的药物制剂知识及相关药物分析理论,加深对药物制剂及药物分析学科基本理论和专业知识的认识、联系与理解,熟悉常用的药物制剂方法及《中国药典》常用的药物分析方法和实验技术的基本原理,正确掌握各种药物制剂及其质量分析方法的操作技术,熟悉常用药物制剂及其质量分析所用仪器设备的正确使用方法,为从事药物制剂及其质量研究与检验、新药研究开发、临床药物分析等工作奠定坚实的基础。

二、实验要求

扎实的基本操作技能是进行药物制剂及药品质量控制工作与科学研究的基本条件,学生应该珍惜实验课程的实践训练机会,实验前应充分预习,实验过程中做到态度认真、善于动脑、勤于动手,具体应该做到:

(1)通过实验,验证药物制剂及药物分析的基本理论,加深对专业知识的联系与理解。

(2)熟练掌握各种常见剂型药物的制备及质量分析的操作技术。

(3)培养独立开展药物制剂及其质量分析的能力。

(4)养成严肃认真的工作作风和实事求是的科研态度。

(5)原始记录是实验报告的重要组成部分,养成尊重原始记录的科学态度。

具体到每一节实验课,参加实验课教学的学生必须做到:

(一)课前充分预习

(1)课前应复习理论课上讲解过的实验原理与操作要点,明确该次实验的目的与要求。

(1)预先熟悉实验内容、步骤、方法,推导实验中涉及的计算公式。

(3)尽量找出实验可能存在的不足及消除方法,预估实验中可能发生的问题及处理办法。

(二)课中认真操作

(1)实验中一定要确保安全。使用水、电、火、煤气及易燃、易爆、有毒、腐蚀性试剂时应特别小心。时刻注意防火、防爆。保证实验室气流通畅。发现事故苗头(如闻到煤气味、发现电线上有火花、异常的焦糊味等)或发生事故时及时报告,不懂时千万不要擅自处理。

(2)开始实验操作后,要随身携带一本编有页码的实验记录本,实验过程中,应及时、准确、完整地记录原始数据、现象及具体操作。实验记录应忠于事实,如实地反映实验中的操作过程、现象、数据等,不得编造或篡改。实验记录不得用铅笔书写,可用钢笔或圆珠笔书写,要求字迹清楚。实验记录本绝对不准撕页。实验记录本绝对不得涂改,涂改的原始记录将视为无效,如实验记录有误,以能看清原来写错的记录为基础,可在写错处打上双横线,在旁边空白处写上正确记录。原始记录应直接记于实验记录本上,决不允许记在纸条上、称量纸上、滤纸上、手掌上,也不允许记在其他本子上后再誊写,更不允许暂时记在脑子里等有空时一起记录。

(3)实验中应仔细、认真,要严格按照实验规程操作,认真练习操作技术,细心观察实验现象,如实记录原始数据,出现问题时及时咨询带教教师。

(4)爱护公物,节约使用,移物归位。小心使用仪器,损坏仪器应及时报损、登记,精密仪器用毕应登记签名。公用仪器、药品或试剂应在指定位置取用,不要拿回自己实验台处。残液应倒入指定的废液缸中,切勿直接倒入水槽。可回收利用的废溶剂应回收到指定容器中。

(5)实验中注意避免试剂及药品的污染。取用时仔细观察标签,取出的试剂与药品不要再倒回原瓶,取用完毕应随手加盖,不要盖错瓶盖。若操作不当,发生试剂或药品污染,应按规定及时处理并立即报告老师。

(6)实验课不得旷课,未经允许不得私下相互调课,实验期间不得擅自离开实验室;进行讲义指定内容以外的实验或重做实验须经老师批准。

(三)课后及时总结

(1)实验完毕应立刻清理:电子仪器关闭,拔去电源插头,放于指定位置;玻璃仪器按要求洗净后放回原处;所制制剂统一存放,剩余试剂药品按规定处理,擦净实验台面,洗液盖好瓶盖收放妥当;抹布、刷子洗净置于原处,几凳橱柜整理归位。经老师同意后离开实验室。

(2) 值日生应负责整理公用试剂台面及公用试剂,处理废液缸中的废液,打扫地面卫生,清除垃圾,检查水、电、煤、门窗等安全事宜,经老师同意后离开实验室。

(3) 认真总结实验结果,得出相应结论,按指定格式填写实验报告并于规定时间上交。

(四) 报告规范撰写

实验报告是对实验进行情况的一个全面总结,要分析实验中出现的问题,整理归纳实验结果,把直接的感性认识提高到理性思维阶段。它不仅是考查学生分析、总结实验资料的能力和综合概括的能力以及文字表达的能力的重要内容,而且是评定实验成绩的主要依据,因此必须认真地写好实验报告。本实验报告的一般格式如下:

(1) 实验目的和要求

(2) 实验原理

(3) 实验材料与仪器设备

(4) 实验内容:包括处方(写出实验用原、辅材料的名称和用量)、制法、操作注意、质量分析。

(5) 实验结果与讨论

① 对实验结果和产品进行分析:要客观地记录实验中观察到的有关现象及测定数据,或制成图、表等;

② 写出做实验的体会;

③ 分析实验中出现的问题和解决的办法;

④ 对实验提出建设性的建议。通过讨论来总结、提高和巩固实验中所学到的理论知识和实验技术。

(6) 思考题

三、实验室安全守则

在实验中,频繁使用水、电、煤气,经常使用腐蚀性、易燃、易爆或有毒的化学试剂,要使用压片机、包衣机、滴丸机等设备及高效液相、旋转蒸发器、分析天平等精密仪器,大量使用易损的玻璃仪器,有时还会使用电炉、高压气体钢瓶等,为确保实验正常进行,保证实验人员的人身安全,在实验过程中,必须严格遵守以下实验室安全守则:

(1) 进入实验室,应穿实验服、戴实验帽(长发者应将长发拢于实验帽内)。

(2) 严禁在实验室内饮食,吸烟;严禁将饮用水、食物带入实验室放置;严禁以实验用容器代替水杯、餐具使用;任何试剂、药品不能触及皮肤,固体药品应以药匙取用,不得用手抓取,任何试剂、药品不能直接闻味,不得入口尝试;实验完毕,必须洗净双手。

(3) 进入实验室后应尽快熟悉实验室环境,确定水、电、煤气的阀门位置、掌握其开关方法。水、电、煤气一经使用完毕,应立即关闭水龙头、煤气开关,拔掉电插头。遇到停水时应立即关闭水龙头,以防来水后跑水。冷凝装置使用完毕后,应及时关闭冷却水。使用电器设备时,应特别仔细,切不可用潮湿的手或导电物品碰触电闸、电器开关及其他带电仪器。已经确定漏电的电器绝对不得使用,以免触电。电器或导线着火时,首先应立刻切断电源,再行灭火,灭火可采用沙子、二氧化碳灭火器或干粉灭火器,禁止使用水或

泡沫灭火器等导电液体灭火。离开实验室时,应再次确认已关闭水、电、煤气的开关。

(4)酒精灯应以火柴点燃,不得直接接火,以免酒精溢出引燃。点燃的火柴使用后应立即熄灭。酒精灯使用完毕后,立刻用灯帽盖上,不得用口吹灭。用试管加热药品时,管口不准朝向任何人,以免药品喷出伤人。实验过程中万一发生火灾,不要惊慌,首先尽快切断电源或燃气源,再根据起火原因针对性灭火:①酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火。②有机溶剂或油类着火时,绝对不能用水灭火,这反而会造成火势蔓延,应用沙土隔绝氧气扑灭火焰。③衣服着火时,切忌奔跑,应就地躺下滚动,同时用湿衣服在身上抽打灭火。如果发生烫伤,应在实验室简单处理后去医院医治。但严重者应立刻送医院治疗。

(5)使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,应特别小心,切勿溅在皮肤或衣服上,眼睛更应注意保护。

(6)一些有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯、三氯甲烷等)极易引燃,必须远离明火与热源(如电炉)。

(7)使用玻璃仪器时应注意轻拿轻放,以免破损造成伤害。

第二部分 实验的单元操作

一、常用仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤

药物制剂及其质量分析实验经常使用各种玻璃仪器和瓷器,而这些仪器是否干净,常常影响到实验结果的准确性,所以仪器应当保持干净。

洗涤仪器的方法很多,应根据实验的要求,污物的性质和污染的程度来选择。一般来说,附着在仪器上的污物既有可溶性物质,也有尘土和其他不溶物,还有有机物质和油污等。针对这些情况,可分别采用以下方法:

1)用水刷洗 可除去附着在仪器上的可溶物、尘土和一些不溶物,但不能洗去油污和有机物质。

2)用去污粉、肥皂刷洗 去污粉是由碳酸钠、白土、细砂等组成,它与肥皂、合成洗涤剂一样,能除去油污和一些有机物质。由于去污粉中细砂的摩擦作用和白土的吸附作用,使洗涤效果更好。洗涤时,可用少量水将要洗的仪器润湿,用毛刷蘸取少量去污粉刷洗仪器的内外壁,最后用自来水冲洗,以除去器壁上的去污粉。

3)用洗衣粉或合成洗涤剂洗涤 在进行精确的定量实验时,对仪器的洁净程度要求较高,一些具有精确刻度、形状特殊的仪器不宜用上面的方法洗涤,可用质量浓度为0.1%~0.5%的合成洗涤剂洗涤。洗涤时,可往容器内加入少量配制好的洗涤剂,摇动几分钟后,把洗涤液倒回原瓶,然后用自来水把器壁上的残液冲掉。

4)用铬酸洗液洗 铬酸洗液是由浓硫酸和重铬酸钾配制的,具有很强的氧化性,对有机物和油污的去污能力很强。用铬酸洗液洗涤时,可往仪器内加入少量洗液,使仪器倾斜,并慢慢转动,让仪器内壁全部润湿,再转动仪器,使洗液在内壁流动,经流动几圈后,把洗液倒回原瓶内,然后用自来水把仪器壁上的残液冲掉。对污染严重的仪器,可用洗液浸泡一段时间,或用热的洗液洗,效果更好。

使用铬酸洗液时要注意以下几点:

- (1)被洗涤的仪器内不宜有水,以免洗液被稀释而失效。
- (2)洗液用后应倒回原瓶,反复使用,当洗液颜色已变成绿色,则已失效,不能使用。
- (3)洗液吸水性很强,应随时把洗液的瓶口塞紧,以防洗液吸水而失效。
- (4)洗液具有很强的腐蚀性,会灼伤皮肤或衣物,使用时应注意安全。如不慎撒在皮肤上、衣物上或桌子上,应立即用水冲洗。

(5)铬的化合物有毒,清洗残留在器壁上的洗液时,第一、第二遍洗涤水不要倒入下水道,以免腐蚀管道和污染环境,应回收处理。

(6)特殊污物的除去。应根据沾在器壁上的各种物质的性质,采用合适的方法或药品来处理。

用上述各种方法洗涤仪器后,经自来水多次、反复的冲洗后,还留有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^-

等离子,只有在实验中不允许存在这些杂质离子时,才有必要用蒸馏水或离子交换水将它们洗去,否则用蒸馏水或离子交换水冲洗仪器是不必要的。用蒸馏水或离子交换水洗涤仪器时,应不挂水珠。

凡是已洗净的仪器内壁,决不能用布或纸去擦拭,否则,布或纸纤维将留在器壁上,反而污染了仪器。

2. 仪器的干燥

(1)烘干:洗净的仪器尽量滴干水后放在电烘箱(图 1-1)内烘干(温度控制在 378K 左右)。

(2)烤干:此法常用于可加热或耐高温的仪器,如烧杯、蒸发皿、试管等。加热前应先要将仪器外壁擦干,对烧杯、蒸发皿等仪器一般可置于石棉网上用小火烤干,而试管则可直接用小火烤干,但必须使管口向下倾斜,以免水珠倒流炸裂试管。火焰不要集中在一个部位,应从底部开始,缓慢向下移至管口,如此反复烘烤到见不到水珠,再将管口向上把水汽赶走。现常用试管烘干器(图 1-2),其采用电热器加热、轴流风机送风,可用于各种试管的快速烘干。

(3)晾干:备用的仪器洗净后可倒置在干净的实验柜内或仪器架上,让其自然干燥(倒置不稳的仪器应平放)。

(4)用有机溶剂干燥:带有刻度的计量器,不能用加热的方法干燥,因为它会影响仪器的精确度。可以加一种易挥发的有机溶剂(最常用的是酒精或体积比为 50%酒精与丙酮的混合液)倒入已洗净的容器中,倾斜并转动仪器,使器壁上的水与有机溶剂互相溶解,然后倒出。少量残留在仪器中的混合液,很快挥发而干燥。假如利用吹风机或压缩空气往仪器中吹风,会干得更快。

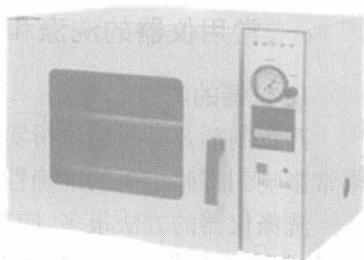


图 1-1 电热恒温鼓风干燥箱

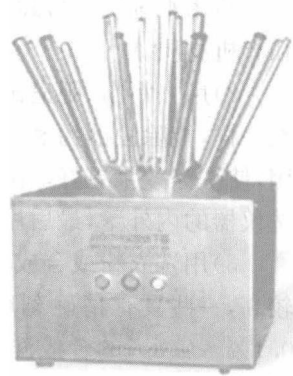


图 1-2 试管烘干器

二、加热

1. 加热的器具及其使用

1) 煤气灯 煤气灯是实验室常用的加热仪器,使用十分方便。它的样式虽多,但构造原理是基本相同的。它由灯管和灯座所组成(图 1-3)。灯管的下部有螺旋与灯座相连,灯管下部还有几个小孔,为空气的入孔。旋转灯管,即可完全关闭或不同程度地开启圆孔,以调节空气的进入量。灯座的侧面有煤气入口,可接上橡皮管导入煤气。灯座下面(或侧面)有一螺旋针阀,可以调节煤气的进入量。

使用煤气灯时,应先顺时针旋转金属灯管,使空气进入口关闭,擦燃火柴并放在管口旁,然后稍开煤气开关,将灯点燃。调节煤气开关,使火焰保持适宜高度,此时火焰呈黄色(碳粒发光所产生的颜色),由于煤气燃烧不完全,火焰温度不高。逆时针旋转灯管,逐渐加大空气的进入量,可使煤气完全燃烧,此时可得到淡紫色火焰,称为正常火焰。

煤气灯的火焰分为 3 层(图 1-1):

焰心(内层)——煤气和空气混合并燃烧,温度低,约为 300℃。

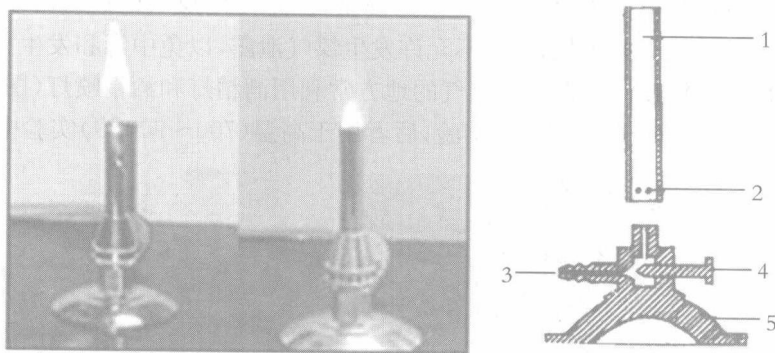


图 1-3 煤气灯及其构造图

1. 灯管 2. 空气入口 3. 煤气入口 4. 针阀 5. 灯座

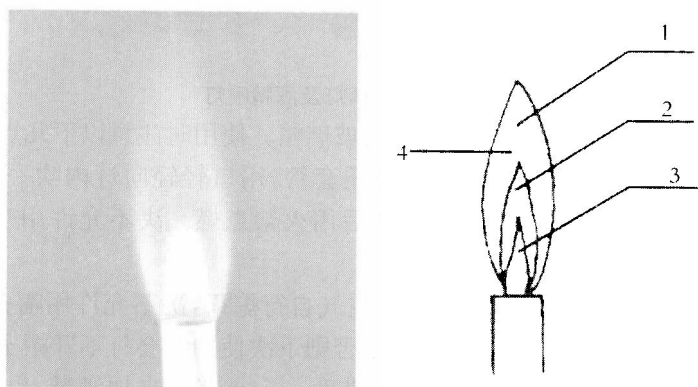


图 1-4 煤气灯火焰及其示意图

1. 氧化焰 2. 还原焰 3. 焰心 4. 最高温度处

还原焰(中层)——煤气不完全燃烧,并分解为含碳的产物,所以这部分火焰具有还原性,称作“还原焰”。温度较前者高,火焰呈淡蓝色。

氧化焰(外层)——煤气完全燃烧。过剩的空气使这部分火焰具有氧化性,称为“氧化焰”,它的温度比还原焰更高。最高温度处在还原焰顶端上部的氧化焰中,为 $800 \sim 900 \text{ } ^\circ\text{C}$ (煤气的组成不同,火焰的温度也有差异),火焰呈淡紫色。实验时,一般用氧化焰来加热。

当空气或煤气的进入量调节的不合适时,会产生不正常的火焰。当煤气和空气的进入量很大时,这时火焰就临空燃烧,称为“临空火焰”。待引燃用的火柴熄灭时,它也立刻自行熄灭。当煤气进入量很小,而空气进入量很大时,煤气会在灯管内燃烧而不是在灯管口燃烧,这时还能听到特殊的嘶嘶声和看到一根很细长的火焰,这种火焰叫做“侵入火焰”。它将烧热灯管,一不小心就会烫伤手指。有时在煤气灯使用过程中,煤气量突然因某种原因而减少,这时就会产生侵入火焰,这种现象称为“回火”。遇到临空火焰或侵入火焰时,应关闭煤气开关,重新点燃和调节。

实验室用的煤气一般是由煤干馏或柴油裂解制得的。它主要由 CH_4 、 CO 、不饱和烃、 N_2 、 O_2 、 CO_2 、 H_2 等组成。由于烟煤或柴油的组成不同以及生产条件不同,煤气的组成也有所不同。

注意:煤气灯中含有 CO,使用时要注意安全,停止使用煤气灯或离开实验室前都应检查煤气开关是否处于关闭状态,决不允许发生煤气泄露,以免中毒和发生火灾。

2)酒精灯和酒精喷灯 在没有煤气的地方常利用酒精灯和酒精喷灯(图 1-5)加热。前者用于温度不高(400~500℃)的实验,后者用于高温(700~900℃)实验中。

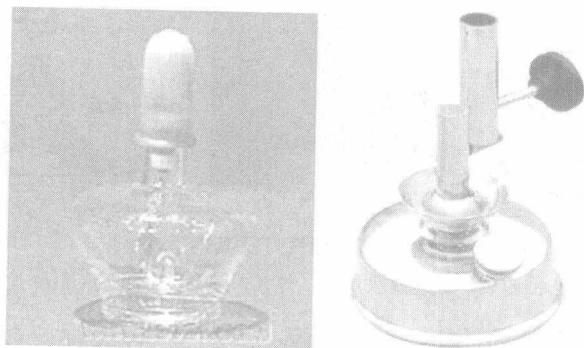


图 1-5 酒精灯及酒精喷灯

酒精灯为玻璃制品,有一个带有磨口的玻璃帽。使用时注意以下几点:

(1)使用时先取下玻璃帽,提起灯芯瓷质套管,用口轻轻向灯内吹一下,以赶走灯内集聚的酒精蒸汽。放下套管,拨正灯芯,然后用火柴点燃。决不允许用一个已点燃的酒精灯去点另一个酒精灯。

(2)用完后要盖上玻璃帽,使火焰隔绝空气自行熄灭,决不允许用嘴去吹灭。火焰熄灭片刻后,可将玻璃帽打开一次,通一通气,否则下次使用时会打不开帽子。

(3)添加酒精必须熄灭火焰后进行,要借助一个小漏斗来加酒精,以免酒精撒出,酒精不能装得太满,以不超过灯的容积的 2/3 为宜。灯外不得沾有酒精。

常用的挂式酒精喷灯是金属制成的。灯管下部有一个预热盆,盆的下方有一个支管,经过橡皮管与酒精储罐相连,使用时先将储罐挂在高处,将预热盆装满酒精并点燃。待盆内酒精近干时,灯管已被灼热,开启空气调节器和储罐下部的开关,从储罐流进热灯管的酒精立即汽化,并与由气孔进来的空气混合,即可在管口点燃。调节灯管旁边的开关,可以控制火焰的大小。用毕,关闭开关可使灯熄灭。

注意:若喷灯的灯管未烧至灼热,酒精在管内不能完全汽化,会有液态酒精从管口喷出,形成“火雨”,甚至形成火灾。因此,必须在点燃前保证灯管充分预热,并在开始时可将开关开小些,待观察火焰正常或没有“火雨”之后,再逐渐调大。

3)电炉、管式炉、马福炉 电炉可代替酒精或煤气灯作为加热之用。温度的高低可通过调节电阻来控制。加热时容器(烧杯或蒸发皿等)和电炉之间要垫上石棉网,使受热均匀。

管式炉有一管状炉膛,利用电热丝或碳棒来加热,温度可以调节。用镍铬电热丝加热的管式炉最高温度约为 950℃,用碳棒加热的管式炉最高温度可达 1300℃。炉膛中可插入一根耐高温的瓷管或石英管,瓷管中再放入盛有反应物的瓷盘。反应物可以在空气氛围内或其他氛围内加热。

马福炉也是一种用电热丝或碳棒加热的炉子。它的炉膛是长方体。有一炉门,打开便可放入要加热的坩埚或其他耐高温物质。最高使用温度可达 950℃或 1300℃。

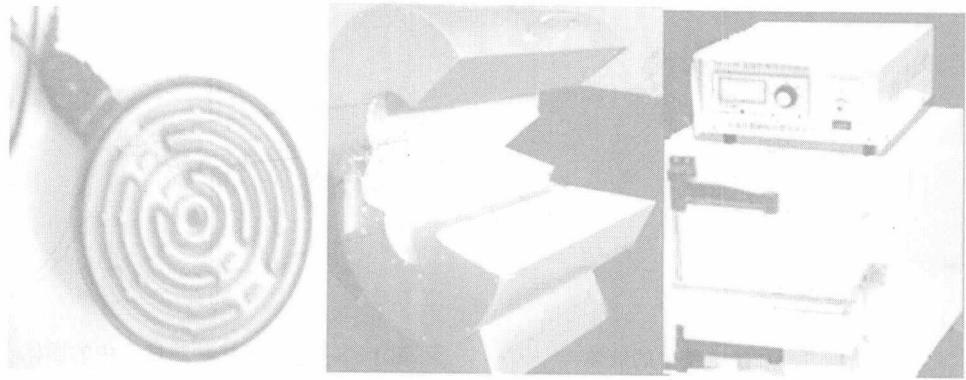


图 1-6 电炉、开启式管式炉(卧式)、马福炉

管式炉和马福炉的温度测量不能用温度计而用一种高温温度计,它是由一对热偶和一只毫伏计组成。热电偶是由两根不同的金属丝焊接一端制成的(例如一根镍铬丝,另一根是镍铝丝),把未焊接在一起的那端连接到毫伏计的(+)、(-)极上。将热电偶的焊接端伸入炉内,炉子的温度愈高,金属丝发生的热电势也愈大,反映在毫伏计上,指针偏离零点也愈大。这就是高温计指示炉温的原理。

有时需要控制炉温在某一温度附近,这时只要把热电偶和一只接入线路的温度控制器连接起来,待炉温升到所需温度时,控制器就把电源切断,使炉子的电热丝断电停止工作,炉温便停止上升。由于炉子的散热,炉温稍低于所需温度时,控制器又把电源连通,使电热丝工作而炉温上升。不断交替,就可把炉温控制在某一温度附近。

2. 常用加热操作

1) 直接加热

(1)直接加热试管时,外壁要干燥,用试管夹夹住试管上部(切不可用手拿,以免烫伤),试管应稍倾斜,试管口不可朝向自己或他人,以免溶液在煮沸时溅出伤人。加热时,如为液体,不可超过试管体积的 $1/3$,加热时,应使试管均匀受热,先加热液体中上部,再慢慢加热下部,然后不时的上下移动。不要集中加热某一部分,否则易造成局部受热而迸溅(图 1-7)。

加热烧杯、烧瓶、锥形瓶等仪器中的液体时,器皿必须放在石棉网上,以免受热不均匀而使仪器破裂(烧杯还要用铁夹固定在铁夹上)。所盛液体不超过烧杯容量的 $1/2$ 和烧瓶的 $1/3$ 。烧杯加热时还要适当搅动内容物,以防止暴沸。

直接加热蒸发皿中的液体时(如蒸发浓缩),可将蒸发皿放在泥三角上加热(应先均匀预热,外壁不能有水珠),蒸发皿内盛放溶液量不超过其容量的 $2/3$ 。

(2)加热试管中的固体时,方法与加热液体稍有不同,通常管口应略低于管底,防止冷凝的水珠倒流到试管的灼热部位而使试管炸裂(图 1-8)。