


YAOWU FENXI SHIYAN ZHIDAO

药物分析实验指导

主 编 冯丽珍
副主编 孙 娜



 河南科学技术出版社

药物分析实验指导

(供药物制剂、药学专业使用)

主 编 冯丽珍

副主编 孙 娜

河南科学技术出版社

· 郑州 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

药物分析实验指导/冯丽珍主编. —郑州: 河南科学技术出版社, 2011. 1

ISBN 978 - 7 - 5349 - 4846 - 6

I. ①药… II. ①冯… III. ①药物分析 - 实验 - 医学院校 - 教学参考资料 IV. ①R917 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 009006 号

出版发行: 河南科学技术出版社

地址: 郑州市经五路 66 号 邮编: 450002

电话: (0371) 65737028 65788634

网址: www.hnstp.cn

策划编辑: 马艳茹

责任编辑: 任燕利

责任校对: 耿宝文

封面设计: 宋贺峰

版式设计: 栾亚平

责任印制: 朱 飞

印 刷: 郑州美联印刷有限公司

经 销: 全国新华书店

幅面尺寸: 185 mm × 260 mm 印张: 4.75 字数: 130 千字

版 次: 2011 年 1 月第 1 版 2011 年 1 月第 1 次印刷

定 价: 12.00 元

如发现印、装质量问题, 影响阅读, 请与出版社联系。

序 言

药物分析是一门综合性的应用学科。药物分析实验是药物分析课程的重要组成部分，是理论联系实际的重要环节。它的任务是培养学生树立药品质量观念，熟悉药品检验程序，并培养学生检验常用的药物及制剂的能力。通过实验课的学习，学生应达到以下要求。

- (1) 全面了解药物分析工作的程序及各环节的要求。
- (2) 掌握药物分析常用方法的原理及操作技术。
- (3) 能运用本课程基本理论及有关专业知识分析和解决实验中的问题。
- (4) 培养实事求是的科学态度和严谨认真的工作作风。

为此，要求学生实验前必须预习，明确实验目的，了解实验内容与方法，考虑实验中应注意的事项及安排实验的进程。实验中应认真操作，仔细观察实验现象并加以分析，做好原始记录，认真分析实验结果，力求作出准确可靠的结论。应遵守课堂纪律和实验室规则，注意安全，保持整洁。

本实验指导内容是根据药学专业教学计划要求，结合我校实际情况编写的，以药物分析中常用分析方法和典型药物及其制剂为主，使用时可根据学时数选择实验内容。本书也可作为教材的实例用作课堂教学的参考。

由于编者水平所限，书中若存在不足与错误之处，敬请使用本教材的师生提出批评和改正意见，以便今后进一步修正提高。

孙娜

2010年8月

目 录

第一章 绪论	(1)
一、药物分析实验课的目的和意义	(1)
二、药物分析的“三基”	(2)
三、药物分析实验课的要求	(3)
四、药物分析专业术语与规定	(6)
五、常用标准溶液的配制与标定	(9)
六、药品质量标准分析方法验证	(13)
第二章 实验	(17)
实验一 学习查阅《中国药典》的方法	(17)
实验二 10%氯化钾的含量测定	(18)
实验三 药物中一般杂质限度检查	(23)
实验四 气相色谱法测定药物中有机溶剂残留量	(30)
实验五 苯甲酸钠的含量测定	(36)
实验六 阿司匹林片的分析	(37)
实验七 磺胺嘧啶片的分析	(39)
实验八 维生素 B ₁ 片的分析	(43)
实验九 维生素 C 片的分析	(48)
实验十 葡萄糖注射液的分析	(51)
实验十一 药房制剂的快速检验	(54)
实验十二 非水溶液滴定法测定含氮碱性药物的含量	(55)
实验十三 高效液相色谱法测定阿莫西林胶囊的含量	(59)
实验十四 牛黄解毒片的分析	(60)
第三章 综合性、设计性实验	(63)
实验一 药物的定量分析	(63)
实验二 阿司匹林原料与制剂的分析	(64)
附录	(65)
一、分析天平的使用与维护	(65)
二、容量仪器的洗涤与校正	(67)

三、一些特殊用水的制法	(67)
四、附表	(68)
五、药物分析实验课考核内容与评分标准	(68)

第一章 绪 论

一、药物分析实验课的目的和意义

药物分析是药学专业教学计划中设置的一门重要的专业课程，是根据药物理化性质及其结构，研究药物及其各种制剂的组成、真伪鉴别、纯度检查、有效成分含量测定的一门综合性应用学科。药品是用于诊断、预防、治疗疾病，增强体质的一种特殊商品，药品质量的好坏直接关系到用药的安全、有效，关系到人民的健康与生命安全。为了确保用药的安全、合理、有效，必须从药品的研制、生产、供应和临床使用等过程全面控制药品质量，药物分析在药品的质量控制中担负着重要任务。通过对药物成品的检验，判断药品是否符合药品质量标准的要求，只有符合药品质量标准的药品，才能销售和供临床使用。同时，在药品的生产过程中，须进行中间体、半成品的质量控制，在贮存过程中须对药物的稳定性进行考察。随着药学事业的发展，药物分析学科还须配合临床医疗需要，进行治疗药物浓度监测和体内内源性物质的测定；配合临床药理学、遗传药理学，进行药物动力学、代谢分析等研究；配合药剂学的剂型研究，进行生物利用度以及相应新剂型质量标准的研究与制定；配合药物化学的化学合成和生产工艺流程的优化等，进行质量监控；而天然药物或中药活性成分的化学结构确定、中成药质量的综合评价、生化药物和基因工程药物的质量分析均需要现代化的分离分析技术，新药研究过程中的各个阶段更离不开药物分析这双“眼睛”。因此，可以说“哪里有药物，哪里就有药物分析”。

同时，药物分析又是一门实践性很强的方法学科，从事药物分析的专业人员不仅要掌握药物分析的基本理论、基本知识，还要有扎实的操作技能和实事求是的科学态度，只有这样才能精确地分析研究一个药物的质量，并对所分析的药物作出合理、公正和客观的评价。药物分析实验课是药物分析课程教学中不可缺少的组成部分，是整个教学过程中的一个重要环节。开设药物分析实验课，旨在培养学生熟练的分析操作技能，理论联系实际的学风，严谨、科学的工作作风和对药物分析事业的高度责任心。通过基本操作训练，使学生正确掌握药物常用法定分析方法及规范化操作技术，获得较强的从事药品质量控制工作的能力；通过设计性实验的训练，模拟科学研究的整个过程，培养学生独立思考和独立工作的能力，以及运用药物分析理论和有关基础与专业知识去解决实际问题的能力，为今后从事药品检验、新药研究和开展临床药物分析工作打下基础。

二、药物分析的“三基”

药物分析课程是在学习了无机化学、有机化学、分析化学、药物化学、天然药物化学、药剂学，以及其他有关课程的基础上进行教学的一门综合性的应用学科。通过本课程的学习，使学生树立起比较完整的药品质量观念，掌握常用的鉴别、杂质检查和含量测定的基本原理与方法，能够理解药物的化学结构、理化特性、存在状况与分析方法选择之间的关系，并能综合运用所学知识，解决药品质量问题和制定药品质量标准，具备初步的科学研究能力。要完成本门课程的学习，必须掌握药物分析的“三基”，即“基本理论、基本知识和基本操作”。

1. 基本理论 所谓掌握基本理论就是要掌握药品质量控制过程中分析方法所依据的有关理论，化学反应的原理及基本规律，化学变化中的当量关系，药物的化学结构、理化性质与分析方法之间的相互关系，理化特性、存在状况与分析方法选择之间的相互关系等。

2. 基本知识 为了掌握制定药品质量标准的依据，必须认真地学习各类药物的法定分析方法，掌握各类药物的通性，典型药物的特性，一般鉴别试验，一般杂质检查，制剂分析的特点与基本分析方法，限量、定量计算方法，临床药物分析方法等。这些知识具有应用上的广泛性，具备了这些基本知识后，就有“举一反三”、“触类旁通”之效。

3. 基本操作 熟练地掌握各类仪器的洗涤、合理选用和正确使用；掌握药物的定性分析技术，药物的杂质检查方法，容量分析中称量、滴定、定量转移、稀释等操作技术；掌握比色法、比浊法、旋光法、折光法、电位法、光谱法、色谱法等分析技术的操作原理和测定方法；掌握常见的有机破坏方法。这些基本操作的熟练程度关系到分析结果的精确性，关系到对被检测药品“合格”与否的结论，同时也关系到对存在问题的判断与解释。

以上三者是相辅相成的，光有理论知识而不会实际操作，只能是“纸上谈兵”；而只会按照本本操作，不懂理论知识，则在出现异常情况时，就会束手无策。因此，要完成药物分析这门课程的学习，应将理论课程的学习与实验操作课程的实践并重。用课堂理论知识指导实验，例如对反应原理、各步操作的目的与注意的问题及定量计算等，做到心中有数，有目的、有准备地去进行实验，少走弯路，避免差错。同时根据所学理论知识分析评判实验结果，查找实验失败的原因，对分析方法提出改进措施等。通过实验课的实践，加深理解课堂教学的内容，补充课堂教学未涉及的内容，如熟悉药品检验中常用专业术语、药典的正确使用、规范化操作，以及如何根据药物结构、实验室条件等选择合理、可行的分离分析方法等。

在学习过程中应围绕药物的质量评价问题，即药物的鉴别、检查和含量测定来学习，而药物的鉴别、检查和含量测定则是根据药物的结构、理化性质，选用合适的技术与分析方法来进行的，所以要掌握药物分析课程的内容，必须抓住“药物的结构、理化特性与分析方法的关系”这一主线，将各类药物的结构特征、鉴别试验、杂质检查，含量测定的原理、方法、条件、结果与计算作为学习的重点，并重视实验技能的训练，

打好基础，加强理论与实际的联系，课前做好预习，课后及时总结，必要时须对相关课程的有关内容进行复习，前后联系，融会贯通，找出规律性的东西和异同点，不断总结、不断提高。

三、药物分析实验课的要求

药物分析实验课是培养学生掌握基本操作技能的重要教学环节。通过有限的教学课时数，经过精心安排的实验内容的训练，使学生了解药品质量控制的全过程和建立分析方法的一般思路。过硬的基本操作技能是进行药品质量控制与药品质量研究的基本条件，也是保证药品质量真正符合法定标准的必要条件。如果因操作技术问题，将合格产品检验成“不合格”产品，势必会给生产厂家造成不必要的损失；若将不合格产品检验成“合格”产品，则会使劣质药品进入流通领域，危害人民的健康。掌握基本技能的关键在于“三严”，即严肃的态度、严密的方法和严格的要求。因此，要求学生珍惜实验训练机会，在实验过程中勤动手、勤思考。为提高实验课教学效率，必须做到如下几点。

(1) 课前做好预习。明确该次实验的目的和要求，弄清原理及操作要点，考虑实验中必须注意的事项、实验的顺序、所需的仪器及必要的准备。每次实验课应有准备地接受指导教师的提问。

(2) 要准备一个实验记录本，在对药物进行分析时，应将全部数据准确及时地用钢笔记录于记录本上，绝不允许记于小纸条上或实验讲义上甚至手掌上。原始记录是实验报告的组成部分，尊重实验原始记录是必要的科学作风，绝不允许将记录本内任何数据擅自涂改，如系笔误，仅能以钢笔将写错处划去（但要求能看清原来数据），再重写一次。

实验完毕，应写出实验报告，并根据检验结果作出明确的结论。

(3) 在实验中要养成整洁、细致、踏实、准确而有系统的优良习惯，切实严格遵守操作规程，注意基本操作与实验现象的观察分析。

(4) 头脑里随时都要有量的概念。任何一项含量测定均要同时做两份，两次测定结果应相符，间差不大于0.4%（ $\text{间差} = \frac{\text{含量高的值} - \text{含量低的值}}{\text{平均值}} \times 100\%$ ）。绝不允许伪造或估计数据，两次结果均不能做依据时，应重新测定一次。

(5) 实验课不得随便旷课或相互调课，实验期间不得擅自离开实验室，如有急事须经指导老师同意后方可离开。实验报告必须按规定时间上交教师批改。

(6) 实验时应避免试剂污染、试剂瓶盖错盖或不随手加盖的现象发生。当不慎发生试剂污染时，应以负责任的态度及时处理。

(7) 爱护公物，移物归位，节约水电，公用药品、试剂或仪器用后应及时归位，仪器用后应洗净，破损仪器要及时登记。

(8) 实验期间要确保安全，时刻注意防火、防爆。

(9) 实验完毕，做好各自实验台的清洁工作，值日生应做好实验室的卫生清洁工作和检查水、电、门、窗等安全事宜。

(10) 实验记录与报告格式可参考以下两个例子。

例 1

实验一 葡萄糖分析

原始记录

年 月 日

一、鉴别

本品 0.2 g + 水 5 mL → 溶解，滴加碱性酒石酸铜 TS → 砖红色 ↓

.....

二、检查

1. 酸度 取本品 2.0 g + 水 20 mL → 溶解后 + 酚酞 3 滴 + 0.20 mL NaOH 滴定液 (0.02 mol/L) → 显粉红色。

2. 氯化物检查

甲管：本品 0.6 g $\xrightarrow{\text{水}}$ 25 mL 溶解 + 稀 HNO₃ 10 mL } $\xrightarrow{\text{水}}$ 40 mL (置 50 mL 纳氏比

乙管：NaCl 标准溶液 6.0 mL + 稀 HNO₃ 10 mL

色管中) + AgNO₃ 试液 1.0 mL $\xrightarrow{\text{水}}$ 50 mL，摇匀，暗处放置 5 min，同置黑色背景上，从比色管上方向下观察、比较，甲管混浊度浅于乙管。

.....

实验报告

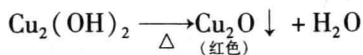
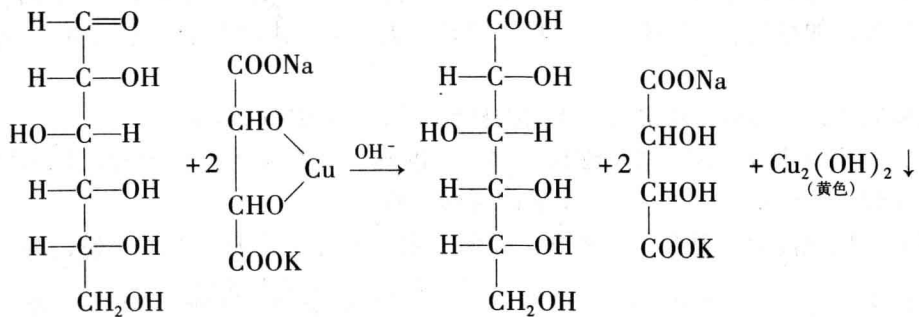
年 月 日

检品名称：

批号： 规格：

一、鉴别

原理：



实验现象：砖红色沉淀。

结论：呈阳性反应，符合规定。

二、检查

1. 酸度

原理：检品中酸性杂质被碱中和，过量的碱使酚酞显粉红色。

实验现象：显粉红色。

结论：符合规定。

2. 氯化物检查

原理: $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \xrightarrow{\text{HNO}_3} \text{AgCl} \downarrow$ (白色)

实验现象: 样品管混浊度浅于标准管。

结论: 符合规定 ($< 0.01\%$)。

.....

讨论: 对实验中出现的的问题、解决的办法, 注意事项, 实验成败关键等进行讨论。

例2 实验二 异烟肼片含量测定

原始记录

年 月 日

20片重 + 瓶	14.2345	片粉 ① 14.0378	② 13.8046
瓶	$\frac{11.9122}{2.3223 \text{ g}}$	$\frac{13.8046}{0.2322 \text{ g}}$	$\frac{13.5698}{0.2348 \text{ g}}$

方法: 取本品 20 片, 称重, 研细, 称取片粉适量, 置 100 mL 量瓶中 + 水 → 振摇 → 刻度, 摇匀, 用干燥滤纸滤过 → 取续滤液 25 mL + 水 50 mL + 盐酸 20 mL + 甲基橙指示剂 1 滴 → 用 KBrO_3 标准溶液 [0.01667 mol/L ($F = 0.995$)] 滴定至红色消褪 ($T = 3.429 \text{ mg/mL}$)。

滴定体积	① 14.90	② 15.06
	$\frac{0.00}{14.90 \text{ mL}}$	$\frac{0.00}{15.06 \text{ mL}}$

$$\text{计算 ① } \frac{14.90 \times 3.429 \times 0.995}{0.2322 \times 1000 \times 25/100} \times \frac{2.3223/20}{0.1} \times 100\% = 101.3\%$$

$$\text{② } \frac{15.06 \times 3.429 \times 0.995}{0.2348 \times 1000 \times 25/100} \times \frac{2.3223/20}{0.1} \times 100\% = 101.6\%$$

$$\text{平均\% } \frac{101.6 + 101.3}{2} \times 100\% = 101.4\%$$

$$\text{间差 } \frac{101.6 - 101.3}{101.4} \times 100\% = 0.3\%$$

实验报告

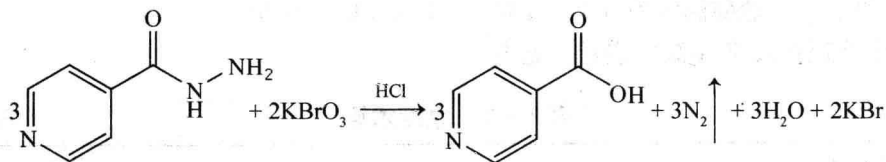
年 月 日

检品名称:

批号:

规格:

原理:



结果: 测得本品含量为标示量的 101.4%, 间差 $< 0.4\%$ 。

结论: 符合规定 ($95.0\% \sim 105.0\%$)。

讨论: 对实验中出现的的问题、解决的办法, 注意事项, 实验成败关键等进行讨论。

四、药物分析专业术语与规定

(1) 药典收载的原料药及制剂，均应按规定的方法进行检验；如采用其他方法，应将该方法与规定的方法做比较试验，根据试验结果掌握使用，但在仲裁时仍以药典规定的方法为准。

(2) 标准中规定的各种纯度和限度数值及制剂的重（装）量差异，系包括上限和下限两个数值本身及中间数值。规定的这些数值不论是百分数还是绝对数字，其最后一位都是有效位。

在运算过程中，试验结果可比规定的有效数字多保留一位数，而后根据有效数字的修约规则进舍至规定有效位。计算所得的最后数值或测定读数值均可按修约规则进舍至规定的有效位，取此数值与标准中规定的限度数值比较，以判断是否符合规定的限度。

(3) 标准品、对照品系指用于鉴别、检查和含量测定的标准物质。标准品与对照品（不包括色谱用的内标物质）均由国务院药品监督管理部门指定的单位制备、标定和供应。标准品系指用于生物检定、抗生素或生化药品的含量或效价测定的标准物质，按效价单位（或 μg ）计，以国际标准品进行标定；对照品除另有规定外，均按干燥品（或无水物）进行计算后使用。

(4) 试验时的温度，未注明者，系指在室温下进行；温度高低对试验结果有显著影响者，除另有规定外，应以 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 为准。

(5) 试验用水，除另有规定外，均系指纯化水。酸碱度检查所用的水，均系指新沸并放冷至室温的水。

(6) 酸碱性试验时，如未指明用何种指示剂，均系指石蕊试纸。

(7) 乙醇未指明浓度时，均系指 95%（mL/mL）的乙醇。

(8) 计算分子量和换算因子等时使用的原子量，均应为最新国际原子量表推荐的原子量。

(9) 药典采用的计量单位：

1) 药典使用的滴定液和试液的浓度，以 mol/L（摩/升）表示者，其浓度要求精密标定的滴定液用“XXX 滴定液（YYY mol/L）”表示；作其他用途不需精密标定其浓度时，用“YYY mol/L XXX 溶液”表示，以示区别。此处 XXX 代表溶液名称，YYY 代表摩尔浓度。例：盐酸滴定液（0.1 mol/L），1 mol/L 盐酸溶液。

2) 温度以摄氏度（ $^{\circ}\text{C}$ ）表示，见表 1-1。

表 1-1 温度术语

（单位： $^{\circ}\text{C}$ ）

术语	温度	术语	温度
水浴	98 ~ 100	冷水	2 ~ 10
热水	70 ~ 80	冰浴	约 0
微温或温水	40 ~ 50	放冷	放冷至室温
室温	10 ~ 30		

3) 百分比用“%”符号表示，系指重量的比例；但溶液的百分比，系指溶液

100 mL中含有溶质若干克；乙醇的百分比，系指在 20 ℃时容量的比例。此外，根据需要可采用下列符号。

- % (g/g)：表示溶液 100 g 中含有溶质若干克。
- % (mL/mL)：表示溶液 100 mL 中含有溶质若干毫升。
- % (mL/g)：表示溶液 100 g 中含有溶质若干毫升。
- % (g/mL)：表示溶液 100 mL 中含有溶质若干克。

4) 液体的滴，系在 20 ℃时，以 1.0 mL 水为 20 滴进行换算。

5) 溶液后记示的“(1→10)”等符号，系指固体溶质 1.0 g 或液体溶质 1.0 mL 加溶剂使成 10 mL 的溶液；未指明用何种溶剂时，均系指水溶液；两种或两种以上液体的混合物，名称间用半字线“-”隔开，其后括号内所示的“:”符号，系指各液体混合时的体积(重量)比例。

(10) 药品“性状”项下记载药品的外观、臭、味、溶解度及物理常数等。

1) 外观性状是对药品的色泽和外表感观的规定。遇有对药品的晶型、细度或溶液的颜色须作严格控制时，应在检查项下另作具体规定。

2) 溶解度是药品的一种物理性质。正文品种下选用的部分溶剂及其在该溶剂中的溶解性能，可供精制或制备溶液时参考。药品的溶解度表示方法见表 1-2。

表 1-2 药品的溶解度表示方法

溶解度表示方法	使 1 g 或 1 mL 溶质溶解的溶剂体积/mL
极易溶解	< 1 mL
易溶	1 ~ 10 mL
溶解	10 ~ 30 mL
略溶	30 ~ 100 mL
微溶	100 ~ 1 000 mL
极微溶解	1 000 ~ 10 000 mL
几乎不溶或不溶	10 000 mL 中不能完全溶解

试验法：称取研成细粉的供试品或量取液体供试品，置于 25 ℃ ± 2 ℃ 一定容量的溶剂中，每隔 5 min 强力振摇 30 s；观察 30 min 内的溶解情况，如看不见溶质颗粒或液滴时，即视为完全溶解。

3) 物理常数包括相对密度、馏程、熔点、凝点、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、碘值、皂化值和酸值等；测定结果不仅对药品具有鉴别意义，也反映药品的纯度，是评价药品质量的主要指标之一。

(11) 药典鉴别项下规定的试验方法，仅适用于鉴别药品的真伪；对于原料药，还应结合性状项下的外观和物理常数进行确认。

(12) 药典检查项下包括有效性、均一性、纯度要求与安全性四个方面；规定中的各种杂质检查项目，系指该药品在按既定工艺进行生产和正常贮藏过程中可能含有或产生并需要控制的杂质；改变生产工艺时需另考虑增修订有关项目。

1) 原料药和制剂在生产过程中，如使用有害的有机溶剂，应按药典有机溶剂残留

量测定法检查，并应符合规定。

2) 恒重，除另有规定外，系指供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在 0.3 mg 以下的重量；干燥至恒重的第二次及以后各次称重均应在规定条件下继续干燥 1 h 后进行；炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼 30 min 后进行。

(13) 含量测定：

1) 药典规定原料药的含量(%)，除另有注明者外，均按重量计。如规定上限为 100% 以上时，系指用本药典规定的分析方法测定时可能达到的数值，它为药典规定的限度或允许偏差，并非真实含有量；如未规定上限时，系指不超过 101.0%。

2) 制剂的含量限度范围，系根据主药含量的多少、测定方法、生产过程和贮存期间可能产生的偏差或变化而制定的，生产中应按标示量 100% 投料。如已知某一成分在生产或贮存期间含量会降低，生产时可适当增加投料量，以保证在有效期（或使用期限）内含量能符合规定。

3) 供试品与试药等“称重”或“量取”的量，均以阿拉伯数字表示，其精确度可根据数值的有效数位来确定，如称取“0.1 g”，系指称取重量可为 0.06 ~ 0.14 g；称取“2 g”，系指称取重量可为 1.5 ~ 2.5 g；称取“2.0 g”，系指称取重量可为 1.95 ~ 2.05 g；称取“2.00 g”，系指称取重量可为 1.995 ~ 2.005 g。

“精密称定”系指称取重量应准确至所取重量的千分之一；“称定”系指称取重量应准确至所取重量的百分之一；“精密量取”系指量取体积的准确度应符合国家标准中对该体积移液管的精密度要求；“量取”系指可用量筒或按照量取体积的有效数位选用量具。取用量为“约”若干时，系指取用量不得超过规定量的 $\pm 10\%$ 。

4) 试验中规定“按干燥品（或无水物，或无溶剂）计算”时，除另有规定外，应取未经干燥（或未去水，或未去溶剂）的供试品进行试验，并将计算中的取用量按检查项下测得的干燥失重（或水分，或溶剂）扣除。

5) 试验中的“空白试验”，系指在不加供试品或以等量溶剂替代供试液的情况下，按同法操作所得的结果；含量测定中的“并将滴定的结果用空白试验校正”，系指按供试品所耗滴定液的量（mL）与空白试验中所耗滴定液的量（mL）之差进行计算。

(14) 制剂的规格，系指每一支、片或其他每一个单位制剂中含有主药的重量（或效价）、含量(%)或装量；注射液项下，如为“1 mL: 10 mg”，系指 1 mL 中含有主药 10 mg。

(15) 贮藏项下的规定，系对药品贮存与保管的基本要求，以下列名词表示。

遮光：系指用不透光的容器包装，例如棕色容器或黑色纸包裹的无色透明、半透明容器。

密闭：系指将容器密闭，以防止尘土及异物进入。

密封：系指将容器密封，以防止风化、吸潮、挥发或异物进入。

熔封或严封：系指将容器熔封或用适宜的材料严封，以防止空气与水分的侵入并防止污染。

阴凉处：系指不超过 20 °C。

凉暗处：系指避光并不超过 20 °C。

冷处：系指 2 ~ 10 ℃。

五、常用标准溶液的配制与标定

1. 盐酸滴定液 (1 mol/L、0.5 mol/L、0.2 mol/L 或 0.1 mol/L) HCl = 36.46

【配制】盐酸滴定液 (1 mol/L)。取盐酸 90 mL，加水适量使成 1 000 mL，摇匀。盐酸滴定液 (0.5 mol/L、0.2 mol/L 或 0.1 mol/L) 照上法配制，但盐酸的取用量分别为 45 mL、18 mL 或 9.0 mL。

【标定】盐酸滴定液 (1 mol/L)。取在 270 ~ 300 ℃ 干燥至恒重的基准无水碳酸钠约 1.5 g，精密称定，加水 50 mL 使溶解，加甲基红 - 溴甲酚绿混合指示液 10 滴，用本液滴定至溶液由绿色转变为紫红色时，煮沸 2 min，冷却至室温，继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色。每 1 mL 盐酸滴定液 (1 mol/L) 相当于 53.00 mg 的无水碳酸钠。根据本液的消耗量与无水碳酸钠的取用量，算出本液的浓度，即得。

盐酸滴定液 (0.5 mol/L) 照上法标定，但基准无水碳酸钠的取用量改为约 0.8 g。每 1 mL 盐酸滴定液 (0.5 mol/L) 相当于 26.50 mg 的无水碳酸钠。

盐酸滴定液 (0.2 mol/L) 照上法标定，但基准无水碳酸钠的取用量改为约 0.3 g。每 1 mL 盐酸滴定液 (0.2 mol/L) 相当于 10.60 mg 的无水碳酸钠。

盐酸滴定液 (0.1 mol/L) 照上法标定，但基准无水碳酸钠的取用量改为约 0.15 g。每 1 mL 盐酸滴定液 (0.1 mol/L) 相当于 5.30 mg 的无水碳酸钠。

如需用盐酸滴定液 (0.05 mol/L、0.02 mol/L 或 0.01 mol/L) 时，可取盐酸滴定液 (1 mol/L 或 0.1 mol/L) 加水稀释制成。必要时标定浓度。

2. 硫酸滴定液 (0.5 mol/L、0.25 mol/L、0.1 mol/L 或 0.05 mol/L) H₂SO₄ = 98.08

【配制】硫酸滴定液 (0.5 mol/L)。取硫酸 30 mL，缓缓注入适量水中，冷却至室温，加水稀释至 1 000 mL，摇匀。

硫酸滴定液 (0.25 mol/L、0.1 mol/L 或 0.05 mol/L) 照上法配制，但硫酸的取用量分别为 15 mL、6.0 mL 或 3.0 mL。

【标定】照盐酸滴定液 (1 mol/L、0.5 mol/L、0.2 mol/L 或 0.1 mol/L) 项下的方法标定，即得。

如需用硫酸滴定液 (0.01 mol/L) 时，可取硫酸滴定液 (0.5 mol/L、0.1 mol/L 或 0.05 mol/L) 加水稀释制成，必要时标定浓度。

3. 氢氧化钠滴定液 (1 mol/L、0.5 mol/L 或 0.1 mol/L) NaOH = 40.00

【配制】取氢氧化钠适量，加水振摇使溶解成饱和溶液，冷却后，置聚乙烯塑料瓶中，静置数日，澄清后备用。

氢氧化钠滴定液 (1 mol/L、0.5 mol/L、0.1 mol/L)：分别取澄清的氢氧化钠饱和溶液 56 mL、28 mL、5.6 mL，加新沸过的冷水使成 1 000 mL，摇匀。

【标定】氢氧化钠滴定液 (1 mol/L)。取在 105 ℃ 干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾约 6 g，精密称定，加新沸过的冷水 50 mL，振摇，使其尽量溶解；加酚酞指示液 2 滴，用本液滴定；在接近终点时，应使邻苯二甲酸氢钾完全溶解，滴定至溶液显粉红色。每 1 mL 氢氧化钠滴定液 (1 mol/L) 相当于 204.2 mg 的邻苯二甲酸氢钾。根据本

液的消耗量与邻苯二甲酸氢钾的取用量，算出本液的浓度，即得。

氢氧化钠滴定液 (0.5 mol/L、0.1 mol/L)：分别取在 105 °C 干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾约 3 g、0.6 g，照上法标定。每 1 mL 氢氧化钠滴定液相当于 102.1 mg、20.42 mg 的邻苯二甲酸氢钾。

如需用氢氧化钠滴定液 (0.05 mol/L、0.02 mol/L 或 0.01 mol/L) 时，可取氢氧化钠滴定液 (0.1 mol/L) 加新沸过的冷水稀释制成。必要时用盐酸滴定液 (0.05 mol/L、0.02 mol/L 或 0.01 mol/L) 标定浓度。

【贮藏】置聚乙烯塑料瓶中，密封保存；塞中有两孔，孔内各插入玻璃管一支，一管与钠石灰管相连，一管供吸出本液使用。

4. 高氯酸滴定液 (0.1 mol/L) $\text{HClO}_4 = 100.46$

【配制】取无水冰醋酸（按含水量计算，每 1 g 水加醋酐 5.22 mL）750 mL，加入高氯酸 (70% ~ 72%) 8.5 mL，摇匀，在室温下缓缓滴加醋酐 23 mL，边加边摇，加完后再振摇均匀，放冷，加无水冰醋酸适量使成 1 000 mL，摇匀，放置 24 h。若所测供试品易乙酰化，则须用水分测定法测定本液的含水量，再用水和醋酐调节至本液的含水量为 0.01% ~ 0.2%。

【标定】取在 105 °C 干燥至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾约 0.16 g，精密称定，加无水冰醋酸 20 mL 使溶解，加结晶紫指示液 1 滴，用本液缓缓滴定至蓝色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1 mL 高氯酸滴定液 (0.1 mol/L) 相当于 20.42 mg 的邻苯二甲酸氢钾。根据本液的消耗量与邻苯二甲酸氢钾的取用量，算出本液的浓度，即得。

如需用高氯酸滴定液 (0.05 mol/L 或 0.02 mol/L) 时，可取高氯酸滴定液 (0.1 mol/L) 用无水冰醋酸稀释制成，并标定浓度。

【贮藏】置棕色玻瓶，密闭保存。

5. 硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 248.19$

【配制】取硫代硫酸钠 26 g 与无水碳酸钠 0.20 g，加新沸过的冷水适量使溶解成 1 000 mL，摇匀，放置 1 个月后滤过。

【标定】取在 120 °C 干燥至恒重的基准重铬酸钾 0.15 g，精密称定，置碘瓶中，加水 50 mL 使溶解，加碘化钾 2.0 g，轻轻振摇使溶解，加稀硫酸 40 mL，摇匀，密塞，在暗处放置 10 min 后，加水 250 mL 稀释，用本液滴定至近终点时，加淀粉指示液 3 mL，继续滴定至蓝色消失而显亮绿色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1 mL 硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 相当于 4.903 mg 的重铬酸钾。根据本液的消耗量与重铬酸钾的取用量，算出本液的浓度，即得。

室温在 25 °C 以上时，应将反应液及稀释用水降温至约 20 °C。

如需用硫代硫酸钠滴定液 (0.01 mol/L 或 0.005 mol/L) 时，可取硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 在临用前加新沸过的冷水稀释制成。

6. 碘滴定液 (0.05 mol/L) $\text{I}_2 = 253.81$

【配制】取碘 13.0 g，加碘化钾 36 g 与水 50 mL 溶解后，加盐酸 3 滴与水适量使成 1 000 mL，摇匀，用垂熔玻璃滤器滤过。

【标定】取在 105 °C 干燥至恒重的基准三氧化二砷约 0.15 g，精密称定，加氢氧化

钠滴定液 (1 mol/L) 10 mL, 微热使溶解, 加水 20 mL 与甲基橙指示液 1 滴, 加硫酸滴定液 (0.5 mol/L) 适量使黄色转变为粉红色, 再加碳酸氢钠 2 g、水 50 mL 与淀粉指示液 2 mL, 用本液滴定至浅蓝紫色。每 1 mL 碘滴定液 (0.1 mol/L) 相当于 4.946 mg 的三氧化二砷。根据本液的消耗量与三氧化二砷的取用量, 算出本液的浓度, 即得。

如需用碘滴定液 (0.05 mol/L) 时, 可取碘滴定液 (0.1 mol/L) 加水稀释制成。

【贮藏】置玻璃塞的棕色玻瓶中, 密闭, 在凉处保存。

7. 溴酸钾滴定液 (0.016 67 mol/L) $\text{KBrO}_3 = 167.00$

【配制】取溴酸钾 2.8 g, 加水适量使溶解成 1 000 mL, 摇匀。

【标定】精密量取本液 25 mL, 置碘瓶中, 加碘化钾 2.0 g 与稀硫酸 5 mL, 密塞, 摇匀, 在暗处放置 5 min 后, 加水 100 mL 稀释, 用硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 滴定至近终点时, 加淀粉指示液 2 mL, 继续滴定至蓝色消失。根据硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 的消耗量, 算出本液的浓度, 即得。

室温在 25 °C 以上时, 应将反应液及稀释用水降温至约 20 °C。

8. 溴滴定液 (0.05 mol/L) $\text{Br}_2 = 159.81$

【配制】取溴酸钾 3.0 g 与溴化钾 15 g, 加水适量使溶解成 1 000 mL, 摇匀。

【标定】精密量取本液 25 mL, 置碘瓶中, 加水 100 mL 与碘化钾 2.0 g, 振摇使溶解, 加盐酸 5 mL, 密塞, 振摇, 在暗处放置 5 min, 用硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 滴定至近终点时, 加淀粉指示液 2 mL, 继续滴定至蓝色消失。根据硫代硫酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 的消耗量, 算出本液的浓度, 即得。

室温在 25 °C 以上时, 应将反应液降温至约 20 °C。本液每次临用前均应标定浓度。

如需用溴滴定液 (0.01 mol/L) 时, 可取溴滴定液 (0.1 mol/L) 加水稀释制成, 并标定浓度。

【贮藏】置玻璃塞的棕色玻瓶中, 密闭, 在凉处保存。

9. 亚硝酸钠滴定液 (0.1 mol/L) $\text{NaNO}_2 = 69.00$

【配制】取亚硝酸钠 7.2 g, 加无水碳酸钠 (Na_2CO_3) 0.10 g, 加水适量使溶解成 1 000 mL, 摇匀。

【标定】取在 120 °C 干燥至恒重的基准对氨基苯磺酸约 0.5 g, 精密称定, 加水 30 mL 与浓氨试液 3 mL, 溶解后, 加盐酸 (1→2) 20 mL, 搅拌, 在 30 °C 以下用本液迅速滴定, 滴定时将滴定管尖端插入液面下约 2/3 处, 随滴随搅拌; 至近终点时, 将滴定管尖端提出液面, 用少量水洗涤尖端, 洗液并入溶液中, 继续缓缓滴定, 用永停法指示终点。每 1 mL 亚硝酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 相当于 17.32 mg 的对氨基苯磺酸。根据本液的消耗量与对氨基苯磺酸的取用量, 算出本液的浓度, 即得。

如需用亚硝酸钠滴定液 (0.05 mol/L) 时, 可取亚硝酸钠滴定液 (0.1 mol/L) 加水稀释制成。必要时标定浓度。

【贮藏】置玻璃塞的棕色玻瓶中, 密闭保存。

10. 草酸滴定液 (0.05 mol/L) $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 126.07$

【配制】取草酸 6.4 g, 加水适量使溶解成 1 000 mL, 摇匀。

【标定】精密量取本液 25 mL, 加水 200 mL 与硫酸 10 mL, 用高锰酸钾滴定液