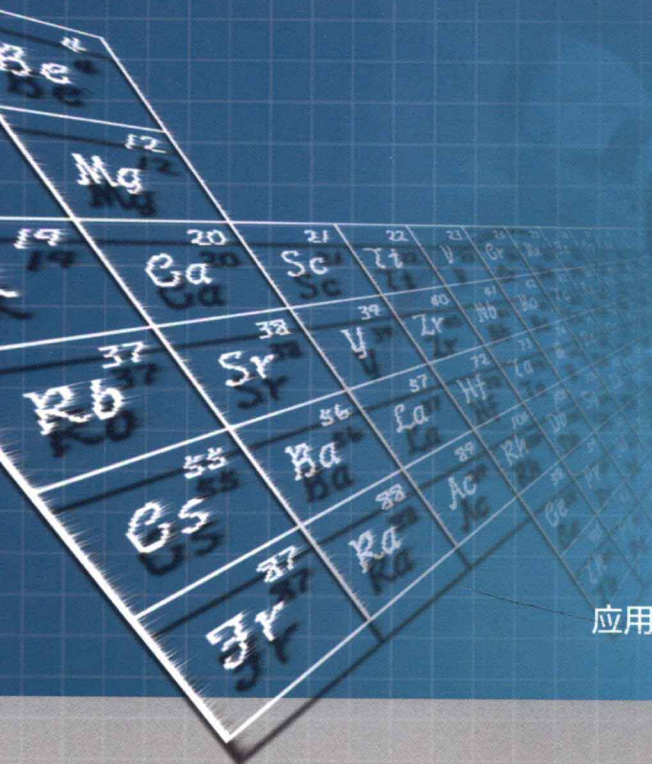


普通高等教育“十一五”国家级规划教材修订版
普通高等教育精品教材



应用性、技能型人才培养药学专业系列规划教材
(供药学类各专业用)

药物分析

(第2版)



总主编 刘 斌
主 编 张 骏 方应权



普通高等教育“十一五”国家级规划教材修订版
普通高等教育精品教材
应用性、技能型人才培养药学专业系列规划教材
(供药理学类专业用)

药 物 分 析

Yaowu Fenxi

(第2版)

总主编 刘 斌

主 编 张 骏 方应权

副主编 李可意 杨 红 慈 薇

编 者 (以姓氏笔画为序)

方应权(重庆三峡医药高等专科学校)

朱学慧(天津医科大学)

李可意(北京联合大学)

杨 红(首都医科大学)

张 骏(天津医科大学)

商传宝(淄博职业学院)

慈 薇(南方医科大学)



高等教育出版社·北京
HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

内容提要

本书是普通高等教育“十一五”国家级规划教材修订版。全书共17章,分别介绍了药物分析基础知识,药物物理常数测定法,药物的鉴别试验,药物的杂质检查,芳酸及其酯类药物分析,胺类药物分析,巴比妥类药物分析,杂环类药物分析,生物碱类药物分析,糖、苷类药物分析,甾体激素类药物分析,维生素类药物分析,抗生素类药物分析,药物制剂分析,中药制剂分析,生化药物分析,药品质量标准的制订。

本书可作为高等职业院校、高等专科学校、成人高校、民办高校及本科院校举办的二级职业技术学院药学及相关专业的教学用书,也适用于五年制高职、中职相关专业,并可作为社会从业人士的业务参考书及培训用书。

图书在版编目(CIP)数据

药物分析 / 张骏, 方应权主编. --2 版.

-- 北京: 高等教育出版社, 2012.12

ISBN 978-7-04-036281-7

I. ①药… II. ①张… ②方… III. ①药物分析-高等职业教育-教材 IV. ①R917

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 237929 号

策划编辑 张 好
插图绘制 尹 莉

责任编辑 肖 娴
责任校对 刘春萍

封面设计 于 涛
责任印制 张泽业

版式设计 范晓红

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街4号
邮政编码 100120
印 刷 潮河印业有限公司
开 本 787mm×1092mm 1/16
印 张 23.25
字 数 560千字
购书热线 010-58581118
咨询电话 400-810-0598

网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
版 次 2005年8月第1版
2012年12月第2版
印 次 2012年12月第1次印刷
定 价 37.80元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换
版权所有 侵权必究
物 料 号 36281-00

应用性、技能型人才培养药学专业 系列规划教材编委会

顾问	姚文兵	中国药科大学
主任委员	刘斌	天津医学高等专科学校
副主任委员	艾继周	重庆医药高等专科学校
委员	(以姓氏拼音为序)	
	陈任宏	广东食品药品职业学院
	陈小林	浙江医学高等专科学校
	邓茂芳	浙江医学高等专科学校
	方应权	重庆三峡医药高等专科学校
	贾雷	淄博职业学院
	罗跃娥	天津医学高等专科学校
	明延波	辽宁卫生职业技术学院
	吴剑峰	佛山科学技术学院
	许新	重庆医药高等专科学校
	张骏	天津医科大学
	张鑫	南方医科大学
	张彦文	天津医科大学
	朱照静	重庆医药高等专科学校

序

高等教育出版社 2006 年出版发行了第一版全国高等职业教育药学专业系列教材。本套教材的构思与编写是伴随着国家高等职业教育药学专业教学改革进行的。教材以高等职业教育培养目标为指导,充分考虑了高等职业教育的特点及药学专业从业人员对药学知识的需求,在对药学专业毕业生未来岗位及岗位群工作任务调研基础上,分析承担岗位工作任务所必须掌握的职业能力,确定学生的学习内容,并以此为依据确立了药学专业的课程设置及各本教材的教学内容设置。

教材在版面设计上做了大胆的尝试,增加了教材的可读性。与普通专科教育药学教材相比,正文系统在内容的选择和编排上注重基础知识、基本理论的阐述,适当降低了理论难度,增加了实践教学内容。教材在正文之中穿插了相关链接、处方分析、拓展提高、课堂活动、同步测试等多个栏目,有助于启发学生思维,培养学生分析问题、解决问题的能力;同时,也有助于帮助学生理解一些较难的知识,便于自学及分层教学。

本套教材自 2006 年出版后,被全国高等职业院校药学类专业广大师生广泛选用。教材中的 7 本入选国家“十一五”规划教材,6 本被教育部高教司确定为“2008 年度普通高等教育精品教材”。

为适应高等职业教育药学专业教学改革及教学工作需要,高等教育出版社在全国高职高专医药类专业教学资源建设专家委员会指导下组织对全国高等职业教育药学专业系列教材进行了再版修订。

第二版教材与前版比较,在保持前版系列教材定位明确、体例新颖、资源丰富三大特色的基础上增加了药学领域的新知识、新技术、新方法、新法规、新进展。以 2010 版《中国药典》,2009 版《国家基本药物目录》为依据,更新了教材相关内容。并且吸纳了近年来职业教育发展中,高职学校药学专业专业建设、课程建设的成果,教学资源更加丰富,使本套教材更加适应现代我国高职院校药学专业的教学需要。

相信即将出版的新一轮教材能够充分适应全国高等职业教育教材建设的方向和要求,成为国内高职院校师生首选的精品教材!更期望这套新版教材能够对我国高等职业药学专业教育形成有力的支撑!



教育部高职高专药品类专业教学指导委员会主任委员

中国药科大学副校长,博士生导师,教授

2012 年 6 月于南京

第2版前言

高等教育出版社的普通高等教育“十一五”国家级规划教材《药物分析》2006年版距今已经6年了,6年来,教材被许多高职和专科院校选用,得到了大家的肯定,先后印刷了4次,2007年还进入了普通高等教育精品教材行列。

这些年,药物分析的新技术、新方法层出不穷,法定药品质量标准也在不断进步。为了适应我国高职院校教育发展的需要,顺应社会发展对高端应用型人才的需求,在出版社的精心组织及本书各位编委的共同努力下,《药物分析》(第2版)教材终于要面世了。本版教材在保留2006年教材的特色和体例的基础上,特别注意贯彻高职层次教育的“工作过程导向性”原则,努力做到“理论够用,举例真实”,在内容组织与深度方面,注意用实例来诠释理论内容,力图让学生通过真实的可操作性的例子来学习药物分析理论与实践技能,达到“所学即所用”的境界与目标。书中内容与实例绝大多数取自《中国药典》(2010年版)。由于中药制剂和生化药物近年发展很快,药品质量标准也在迅速提高和规范,本版教材将这两类药物的分析单独设章。

此外,为了突出药物分析实践性强的特点,强化对学生实践教学的重视程度,单独编写了与本版教材配套的《药物分析实训教程》,我们希望通过大量精心筛选的实训单元,让学生在课程学习过程中熟悉掌握药品检验工作的基本内容,真实体会实际工作的情境,从而有利于学生进入工作岗位后,能迅速适应药品检验的相关工作和要求。

为了配合现代化的教学手段,便于教师教学和学生自学,本教材还配有电子教案(另行出版)。

本教材文字叙述力求简明、深入浅出、繁简得当、层次分明、重点突出。全书共17章,参加本版教材修订和编写的有(按章节顺序排序):方应权(1、2、4、5、15章)、商传宝(3、17章)、慈薇(6、8、12章)、杨红(7、9、13章)、李可意(10、11、14章)及朱学慧(16章)。张骏对全书进行了审校。

为了在教材中体现培养应用性、技能型人才的目标与特色,我们在教材的编排和写作上做了一些尝试。本版教材对上一版教材中的错误和过时内容做了修正。由于我们的水平有限,尽管我们竭尽全力,但难免有不足和错误之处,敬请各位专家、同仁及教材使用者不吝赐教。以便教材今后修订得更加完善。

编 者

2012年5月

第 1 版前言

本教材以高职高专教育培养目标为指导,体现培养具有良好职业素养、较强实践能力和岗位适应能力的应用性、技能型人才的培养模式。教材的编写充分考虑了高职高专教育的特点,按“需用为准、够用为度、实用为先”的原则,重点突出社会对药学职业能力的要求。

药物分析是高职高专教育药学专业的一门专业课程,它的任务是培养具有强烈的药品质量意识和观念,具备药物分析的知识和技能药学专业实用性人才。全书内容围绕药品质量控制和分析的方方面面,结合执业资格考试和各类职业职称考试的要求,共分六大部分:药物分析基础知识、药物物理常数测定、药物的杂质检查、各类结构的化学药物和结构明确的天然化学药物的质量分析、中药和生化药物分析概论以及药品质量标准的制订。所涉及的分析方法基本是《中国药典》(2005 年版)收载的方法。全书的内容突出实用性,对理论阐述,不求全、新、深,而以适度、够用、有针对性为原则,重点强调对方法的掌握和应用,同时兼顾对分析方法和药物构性关系的内在联系和规律的阐释。考虑到高职学生今后的职业特点和工作需要,在基础知识中写入了常用玻璃仪器的洗涤、选用和校正等内容,以满足实际工作的需要。

本书的体例新颖,在编写形式上,各章明示学习目标,提出知识目标和能力目标,加强学习的目的性和针对性。各章除了正文内容外,还设计有实例分析、相关链接、拓展与提高、课堂活动等栏目。正文内容是学生在本门课程中必须学习的,在今后岗位上要用到的基本知识、理论和技能;实例分析列举了大量真实的法定药物分析方法和过程,使学生能够了解药物分析实际应用,有利于培养学生应用所学知识的能力;相关链接和拓展提高是对正文内容的扩展和深入,以帮助学生加深、拓宽所学的分析方法和药品质量分析的相关知识,提高学生今后在实践中解决实际问题能力;课堂活动旨在强调学生是学习的主体,是为调动学生的积极性和参与性,开展互动式教学而设置的。此外,教材在多数章节后附有相应的实训内容,供学生进行实践学习和训练,做到理论和实践的结合与统一。在各章后,通过各章小结帮助学生归纳、总结该章的主要内容和知识点;各章的同步测试有助于学生在学习之后及时检查和发现自己的学习效果和不足。

为了配合现代化的教学手段的发展,便于教师的教和学生自主学习,本书还有配套的电子教案和题库系统(另行出版)。

本教材文字叙述力求简明、深入浅出、通俗易懂,内容精练,主次分明,重点突出。全书按 80 学时编写,分 15 章。参加编写的有(按章节顺序排列):张骏(第 1、2、3、4 章)、慈薇(第 5、7、11 章),杨红(第 6、8、12 章),李可意(第 9、10、13



章),张莹(第 14、15 章)。

全书共计 11 个实训项目。这些项目既注意选择药物在鉴别、检查和含量测定中常用的各种分析方法,又有意识地针对不同的药物存在状态(原料或制剂)开展训练。各校可根据实际情况选用。

在本书编写过程中,得到了参编单位领导的大力支持。天津市药品检验所刘树春主任药师作为本教材的主审,给予了许多宝贵的建议和指导。在本书的电子教案制作过程中,得到了天津市药品检验所有关科室同志的大力支持和帮助,在此一并表示诚挚的感谢!

为了充分体现应用性、技能型人才培养的特色,突出教材的实用性、适用性和针对性,我们在本书的编排和写作上做了一些尝试。但鉴于编者水平有限,加之编写时间仓促,难免有不足和错误之处,敬请各位专家、同行及使用者不吝赐教,以便今后进一步修订、完善。

编 者

2005 年 11 月

目 录

绪论	1
第一章 药物分析基础知识	3
第一节 药物分析常用的玻璃仪器	3
第二节 药典知识	10
第三节 药品检验的基本程序	18
本章小结	19
同步测试	19
第二章 药物物理常数测定法	23
第一节 相对密度测定	23
第二节 馏程测定	26
第三节 熔点测定	27
第四节 凝点测定	31
第五节 旋光度测定	32
第六节 折光率测定	35
第七节 黏度测定	37
本章小结	41
同步测试	42
第三章 药物的鉴别试验	45
第一节 概述	45
第二节 鉴别试验的项目	45
第三节 鉴别试验方法类型	49
本章小结	52
同步测试	53
第四章 药物的杂质检查	55
第一节 概述	55
第二节 药物的杂质检查方法	57
第三节 一般杂质检查	60
第四节 特殊杂质检查	83
本章小结	92
同步测试	92
第五章 芳酸及其酯类药物分析	97
第一节 苯甲酸类药物的分析	97



第二节 水杨酸类药物的分析	101
本章小结	110
同步测试	111
第六章 胺类药物分析	113
第一节 对氨基苯甲酸酯类药物分析	113
第二节 酰胺类药物分析	120
第三节 苯乙胺类药物分析	126
本章小结	134
同步测试	134
第七章 巴比妥类药物分析	138
本章小结	148
同步测试	149
第八章 杂环类药物分析	152
第一节 吡啶类药物分析	152
第二节 吩噻嗪类药物分析	158
第三节 苯并二氮杂草类药物的分析	163
本章小结	170
同步测试	170
第九章 生物碱类药物分析	173
本章小结	195
同步测试	196
第十章 糖、苷类药物分析	199
第一节 糖类药物的分析	199
第二节 苷类药物的分析	204
本章小结	209
同步测试	210
第十一章 甾体激素类药物分析	213
本章小结	227
同步测试	227
第十二章 维生素类药物分析	231
第一节 脂溶性维生素类药物分析	231
第二节 水溶性维生素类药物分析	241
本章小结	247
同步测试	247
第十三章 抗生素类药物分析	250
第一节 概述	250
第二节 β -内酰胺类抗生素的分析	251
第三节 氨基糖苷类抗生素的分析	260



第四节 四环素类抗生素的分析	267
本章小结	273
同步测试	274
第十四章 药物制剂分析	276
第一节 制剂分析特点	276
第二节 片剂的分析	277
第三节 注射剂的分析	284
第四节 胶囊剂、软膏剂的分析	287
第五节 复方制剂的分析	289
本章小结	292
同步测试	292
第十五章 中药制剂分析	296
第一节 中药制剂分析的特点	296
第二节 中药制剂分析的基本方法	302
本章小结	316
同步测试	317
第十六章 生化药物分析	319
第一节 概述	319
第二节 质量检验的基本程序与方法	321
第三节 常用定量分析法与应用	324
本章小结	337
同步测试	338
第十七章 药品质量标准的制订	340
第一节 概述	340
第二节 药品质量标准制订的主要内容	341
第三节 药品质量标准分析方法验证	344
第四节 药品质量标准的修订	348
本章小结	351
同步测试	352
附录：药物分析课程标准	354
参考文献	356



（三）在药品贮藏、使用过程中进行质量分析与控制

绝大多数药品要经历一定时间的贮藏过程,才能最终供患者使用。通过药物分析,研究和跟踪药物在贮藏过程中的质量与稳定性,有利于采取科学合理的贮藏条件和方法,保证药物的质量。

（四）开展药物体内过程的分析

对药物的药物效应动力学和药物代谢动力学特征与规律的掌握,是实现科学、合理用药的前提。而要了解药物在体内的分布、代谢和排泄,药物在体内作用部位的浓度、作用方式等信息,离不开药物分析的方法与手段。所以,有效的分析手段还有利于促进临床合理用药。

二、药物分析学习方法与目标

药物分析是药学专业的一门专业课程。学生在学习药物分析时,应综合应用有机化学、分析化学和药物化学及其他相关的基础课程所学知识,围绕药品质量标准的规定和要求,以有机药物结构为基础,按照“结构—性质—分析方法”的相互关系来学习、理解、掌握各章药物分析的内容,并从中领会构成药物质量的要素及其控制的规律与方法。同时,药物分析是一门实践性非常强的学科,可以说,不会将药物分析理论知识运用于药物分析实践,就等于没有学会药物分析。所以,学生在学好理论知识的同时,要特别重视实验课的学习和锻炼,培养自己的动手操作能力。在实验中验证理论、延伸理论。通过学习,学生应达到以下的知识目标和能力目标。

（一）知识目标

1. 学习结构不同的药物及其质量分析的内容,掌握这些内容之间的内在联系和规律。
2. 掌握药品质量标准中药物分析的相关内容,并牢固树立质量第一的观念。

（二）能力目标

1. 通过学习,能够正确理解药品质量标准的规定和要求,并能依此正确进行药品检验工作。
2. 通过学习,培养灵活运用和发展现有的药物分析方法的能力,并将现代分析方法应用于药品质量分析中去。
3. 通过学习,具备建立新药药品质量标准能力。

总之,学好药物分析知识,不仅有助于构建药专业知识体系,也有助于帮助学生树立药品质量第一的观念,养成实事求是、严谨端正的科学态度和一丝不苟的工作作风,养成善于观察、勤于思考的学习习惯等,这些都是药学专业学生必备的职业素质。

第一章 药物分析基础知识

学习目标

知识目标:

- 了解常用国外药典的名称、英文缩写及概况。
- 了解药品质量和质量标准的概念,药物分析的范畴和任务。
- 理解药品检验的基本程序以及《中国药典》(2010年版)的体例和结构;药典凡例中有关药品检验的规定。

能力目标:

- 能正确选择、使用并校正容量仪器。
- 能够利用药典,查找有关药品的质量标准;准确记录、处理药物分析数据,评价药物质量。
- 能熟练应用现行版《中国药典》指导药品检验工作。

药物分析是药专业知识的重要组成部分,是药专业学生必修的一门专业课程。它主要是运用化学、物理化学及生物学原理、技术和方法,研究化学结构明确的药物(合成药物、天然药物和生化药物)的质量控制方法。本章简要介绍药物分析常用的玻璃仪器的使用和校正,药品质量标准的概念和使用以及药物分析工作的一般程序,为进一步进行药物分析的理论和实践学习打下基础。

第一节 药物分析常用的玻璃仪器

一、常用的玻璃仪器

正确使用常用的各种玻璃仪器是对药品分析人员的基本要求,也是保证药物分析结果准确的前提。现将药物分析中常用的玻璃仪器及其主要用途列于表 1-1。

二、玻璃仪器的洗涤方法

(一) 实验室常用的洗涤液体

1. 肥皂、洗衣粉或其他合成洗涤剂

这类洗涤剂一般用于可以用刷子刷洗的仪器,如三角瓶、烧杯、试管等。



表 1-1 药物分析中常用的玻璃仪器

名称	规格/ml	用途
烧杯	5、10、25、50、100、200、250、500、 1 000、2 000	溶解样品,配制粗略浓度的溶液,可加热。加热时要垫石棉网,杯内的待加热液体,不要超过总容积的2/3,不能干烧
三角瓶	25、50、100、150、250、500、1 000 分具塞和无塞两种	滴定分析中盛放待测液;盛液;可加热处理液体样品,加热时要垫石棉网,具塞锥形瓶加热时要打开塞子。瓶塞要保持配套
碘量瓶	50、100、250、500	用于含挥发性物质的滴定分析。瓶塞口处可用水密封。可垫石棉网加热。塞子要配套
量筒、量杯	5、10、25、50、100、250、500、1 000 无塞、具塞的规格相同	粗略量取一定体积的液体。量杯还可用于溶解固体,稀释液体,配制粗略浓度的溶液。不能加热、烘烤,不能盛热溶液
烧瓶	50、100、250、500、1 000 分圆底 烧瓶、平底烧瓶、蒸馏烧瓶、凯氏 烧瓶、多口烧瓶	用于加热条件下的反应及液体蒸馏。直接加热需垫石棉网,也可水、油浴加热,内容物不得超过容积的2/3
容量瓶	5、10、25、50、100、200、250、500、 1 000、2 000	用于准确浓度溶液的精密稀释;配制易溶固体准确浓度的溶液;用于滴定分析和微量仪器分析。不用于长期存放液体;瓶塞要原配
滴定管	有酸式、碱式滴定管两种,按滴 定方式可分为自动和普通滴定 管。常用容量为 10、25、50	酸式滴定管盛放酸性和氧化性滴定液,碱式滴定管盛碱性滴定液。用于滴定分析
移液管、刻度吸管	移液管容量有 1、2、5、10、20、 25、50、100;刻度吸管容量有 1、 2、5、10、20、25	用于溶液的稀释、配制和滴定过程中精密量取液体体积
试剂瓶	30、60、125、250、500、1 000 分广口瓶和细口瓶(磨口、具塞, 棕色、无色)	广口瓶用于盛放固体或糊状物,细口瓶盛放液体;遇光分解变质的试剂放在棕色瓶中。盛放碱性试剂时应换用胶塞
称量瓶	10、20、25、40 分细高型和扁平型两种	细高型用于自然暴露易发生物理、化学变化的试药的称量,扁平型用于固体试药、基准物的干燥和称量。称量时应戴手套或用洁净的纸夹取
干燥器	保持烘干或灼烧过的物质的干 燥;也可干燥少量试药	底部放变色硅胶或其他干燥剂,盖磨口处涂适量凡士林;不可将红热的物体放入,放入热的物体后要定时开盖以免盖子被冲开或冷却后打不开盖子



2. KMnO_4 的 NaOH 水溶液

方法:称取 4 g KMnO_4 于烧杯中,加入少量水使之溶解,向该溶液中慢慢加入 10% NaOH 溶液 100 ml,混匀后储存在带有橡皮塞的玻璃瓶中备用。

该洗涤液适用于洗涤油污及有机物沾污的器皿,洗后的器皿上如残留有二氧化锰沉淀物,可用盐酸或草酸液洗掉。

3. KOH 的乙醇溶液

方法:称取 100 g KOH ,溶于 50 ml 水中,放冷后加工业乙醇稀释成 1 000 ml 即得。该洗涤液适用于洗涤被油脂或某些有机物沾污的器皿。

4. 碱性洗液

常用的有 5%~10%的碳酸钠、碳酸氢钠溶液,特别难洗的油污可用 5%氢氧化钠溶液;采用浸泡法或浸煮法洗涤油腻的非容量型玻璃仪器。

5. 铬酸洗液

方法:称取 10 g 工业纯 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 置于烧杯中,加少量水溶解后,慢慢加入 200 ml 工业纯硫酸,边加边搅,直至全部溶解,溶液呈红褐色。待溶液冷却后转入玻璃瓶中备用。此类洗液氧化能力强,可反复使用。当洗液变绿色后,则不能再使用。因浓酸和重铬酸钾会腐蚀金属管道,禁止将洗液倒入下水道。使用时,注意避免过多水分混入洗液,否则洗涤能力下降;此外,铬酸溶液为强氧化剂,腐蚀性很强,易烫伤皮肤、烧坏衣物,使用时应特别小心。可被氧化的物质,如乙醇、三氯甲烷、丙酮等有机溶剂易使溶液变色,尽量避免直接接触。

此类洗液适用于洗涤肥皂或洗衣粉难以洗净,或不能用刷子刷洗的容量瓶、移液管、刻度吸管、滴定管和比色皿等玻璃仪器。可采用短时间浸洗或长时间浸泡的方法洗去污渍。

(二) 玻璃仪器的洗涤与要求

一般的玻璃仪器先用自来水冲洗数遍。可刷洗的玻璃仪器,用肥皂水、洗衣粉液刷洗,然后用自来水冲净,最后用蒸馏水至少冲洗 3 遍。滴定管、移液管和容量瓶等精密的玻璃量器不能用刷子刷洗,以免造成内壁划痕,容量不准或损坏。这类容器以及那些用肥皂水等洗液洗不干净的仪器,可在干燥后或尽量沥去水后,用铬酸洗液荡洗或浸泡。铬酸洗液浸洗过的仪器要用自来水冲洗数遍,最后用蒸馏水冲洗数遍,直至玻璃仪器内壁透亮,不挂水珠即表明已洗干净。特别要注意,在用铬酸洗液洗涤碱式滴定管时,洗液不能与胶套长时间接触,否则,重铬酸钾会氧化胶套。对于肥皂水等洗涤剂无法洗去的污渍,根据污渍的性质,也可采用酸性或碱性洗液洗涤。

一般的玻璃仪器可采用自然晾干或烘干的方式干燥,但容量仪器(包括容量瓶、移液管、刻度吸管、滴定管等)只能晾干,不能受热,以免造成体积不准。

三、常用容量仪器使用和注意事项

(一) 容量瓶使用及注意事项

容量瓶主要用于溶液的稀释,也用于易溶固体的溶解和配液。容量瓶属精密的玻璃容器,使用时要注意以下几点。

(1) 瓶体与瓶塞配套、不漏,用前应做试漏。

(2) 使用方法要正确。先向瓶内装入大部分溶液,然后用滴管少量分次加入液体,近刻度



时,单手持液面上方的瓶颈部分,拿起容量瓶,双眼平视刻度,逐滴加入液体,至液体弯月面最低处与瓶颈上的刻度相切,此时要注意,刻度上方不能有挂壁的液珠。盖紧瓶塞,一手用示指压住塞子,其余手指拿住瓶颈,另一手托住瓶底,正、倒摇动十几次即得。

(3) 容量瓶的容积要经常校正。容量瓶在使用前以及在使用期间,由于温度的变化,容积可能发生改变,应定期地进行容积校正,以确保容积的准确。

(4) 容量瓶不宜用于长时间储存液体。

(二) 移液管的使用及注意事项

移液管使用时,应先用待量取的液体荡洗移液管 3 次,以保证吸量的液体浓度不变。吸液时,应用吸耳球吸取液体,使液面稍高于刻线 1 cm 左右,移开吸耳球,立即用示指摁紧移液管顶部的管口,将移液管从盛液体的容器中提出,将管尖端外壁的液体拭净,然后将管垂直,倾斜试液瓶,使移液管尖端靠在试液瓶内壁,轻轻放松示指,缓缓放液,双眼平视移液管刻度,当缓缓下移的液面最凹处与刻线相切时,立即按紧示指。将液体放入接收容器内。放液时,移液管要垂直,尖端靠在倾斜的接收器内壁上,放松示指,使液体自然流出。放液毕,应等待 15 s 左右再拿开移液管;移液管尖端残留液体不得吹出。

用同一根移液管连续吸取不同的液体或不同浓度的液体时,第一种液体取完后,一定要用蒸馏水洗净移液管,然后才能按上述方法吸取第二种液体,以免两种液体混杂或相互反应。对于不同浓度的同种液体,可先吸取低浓度液体,然后用高浓度液体荡洗至少 3 遍后,再定量吸取高浓度液体为宜。

(三) 滴定管的使用及注意事项

根据滴定管的用途,可分为酸式和碱式滴定管两种。酸式滴定管用来盛放酸性滴定液和一些氧化性滴定液,如高锰酸钾滴定液、碘液等;而碱式滴定管只能盛放碱性滴定液。氧化性滴定液不宜放在碱式滴定管内,以免与乳胶管发生反应,使乳胶管老化,失去弹性,同时引起滴定液被污染。

滴定管主要用于滴定分析。根据滴定液消耗量,滴定分析一般分为常量分析、半微量分析和微量分析。常量分析所用的滴定管有 25 ml 和 50 ml 两种,最小刻度 0.1 ml,估计读数至 0.01 ml。若开始前和滴定终点两次读数的最大误差之和为 ± 0.02 ml,常量滴定分析的滴定液的消耗量为 10 ml 以上,则滴定的最大相对误差为 $\pm 0.1\% \sim \pm 0.2\%$ 。半微量滴定分析常用 10 ml 滴定管,可估读到 0.005 ml;微量分析常用 1 ml 或 5 ml 的滴定管,可估读到 0.002 ml。在进行定量分析时,尽量选用与滴定液消耗量相适应的滴定管,以减少滴定的相对误差,提高分析的准确度。如一个滴定分析预计要消耗 8 ml 左右的滴定液,则宜选用 10 ml 的滴定管,根据刻度精度,可估读到 0.005 ml,假设实际消耗 8.725 ml,则滴定的相对误差近似千分之一。

在使用酸式滴定管前,首先要在玻璃旋塞上均匀涂抹一薄层凡士林,插入旋塞,旋匀后,旋塞在套管内应呈均匀透明状,不得出现条纹,否则会出现渗漏。碱性滴定管要注意乳胶管的大小与其内的玻璃珠大小相适宜,玻璃珠太小,液体会渗漏;玻璃珠太大,则挤压玻璃珠时难以使滴定液流出。

酸、碱式滴定管装好滴定液后(一般装液量要超过 0 刻度),要放出气泡。放气泡的方法是:酸式滴定管可完全旋开旋塞,让滴定液快速流出,将气泡冲出;碱式滴定管可将乳胶管弯曲向上



(图 1-1),使乳胶管下端的玻璃管稍向上,向一侧挤压玻璃珠,使气泡随流出的滴定液冲出。注意观察在乳胶管内部是否还有未排出的气泡。排出气泡后,再将滴定液调整到 0.00 刻度,然后开始滴定。若有多份供试液需要滴定,最好选用同一段滴定管流出的滴定液,这样可消除不同段的滴定管的体积刻度误差对滴定结果的影响。

滴定时,一般应将滴定管固定在铁架台上,眼睛应密切观察反应液的变化。将滴定管取下读数时,一手持滴定管 0 刻度以上的位置,即滴定液达不到的部位,防止手温对滴定液的影响,双目平视滴定液凹液面,记下凹液面与刻度相切的读数或液面所在的两刻度线之间的估读数(图 1-2)。

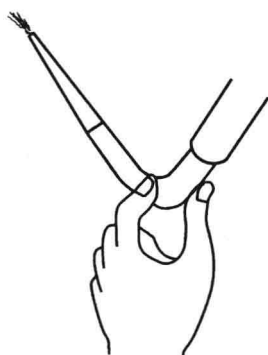


图 1-1 碱式滴定管排气法

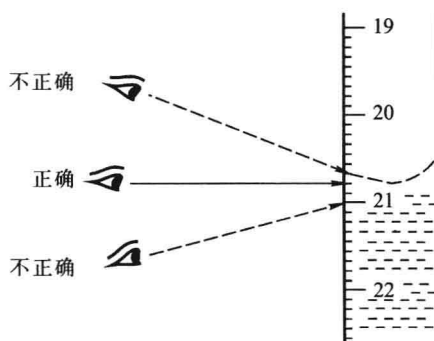


图 1-2 正确读数方法

四、容量仪器校正

即使是像滴定管、容量瓶、移液管等精密的容量仪器,由于长时间使用,热胀冷缩等原因,这些容量仪器的真实体积也会与其所示体积有一定的偏差。所以,必须要定期校正容量仪器,以确保分析数据的准确。

校正的原理是:精密称定充满该容器(容量瓶)的水质量或精密称定从量器(滴定管、移液管)中放出的一定体积的水的质量,根据实验环境的温度以及该温度下水的相对密度,计算出量器的精密体积。

(一) 容量瓶体积的校正

将要校正的容量瓶洗干净,并晾干后,精密称定空瓶质量。然后精密加入已测定温度的蒸馏水至刻度,注意不可有水珠挂在刻度线以上,容量瓶外壁不得粘上水迹。精密称定质量,两次质量差值就是瓶中水的质量。根据该温度时水的相对密度,计算出水的体积,就是容量瓶的准确容积。测定时一般应校正 2 次,取其平均值。

(二) 移液管体积的校正

取一干燥、洁净的三角瓶,精密称定质量。在洗净的移液管内吸入蒸馏水至刻度,然后把水定量放入三角瓶中,精密称定三角瓶质量。两次质量差值除以该温度下水的密度即是移液管的真实体积。重复 2 次,取平均值即得。