

 NPTGJC

全国普通高等专科学校教育药学类规划教材
QUANGUO PUTONG GAODENG ZHUANKE JIAOYU YAOXUELEI GUIHUA JIAOCAI

药物分析 实验 (第二版)

PHARMACEUTICAL
ANALYSIS EXPERIMENT

主编 周宏兵



中国医药科技出版社

PHARMACEUTICAL
ANALYSIS EXPERIMENT

中国药科大学

中国药科大学药理学教研室

药物分析实验

（第二版）

PHARMACEUTICAL
ANALYSIS EXPERIMENT

主编 张健

中国医药科技出版社

全国普通高等专科学校教育药学类规划教材

药物分析实验

(第二版)

主 编 周宏兵 (广东药学院)
副主编 孙 莹 (长春医学高等专科学校)
主 审 齐永秀 (泰山医学院)
参编人员 徐 勤 (桂林医学院)
 杨昌华 (湖南师范大学医学院)
 宋粉云 (广东药学院)
 徐东花 (哈尔滨医科大学)

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书为全国普通高等专科学校教育药学类规划教材建设委员会组织编写的第二版药物分析实验教材。全书内容共分四部分,首先是基本知识和实验要求,介绍药物分析实验中的基本知识和需要注意的事项;其次是药物分析实验常用的部分大型仪器的使用方法及注意事项等;第二篇实验内容是本书的主要部分,编入了包括化学药和中药在内的30个涉及不同药物及分析方法的具有代表性的实验(有24个验证性实验、4个设计性实验和2个综合性实验),各院校可根据本身教学条件选择适当的实验内容;最后部分为附录,是实验中用到或可做参考的各种常用数据。

本书可作为药学专科与成人专科、函授,高职及相同层次教育的教材使用,也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实验/周宏兵主编. —2版. —北京:中国医药科技出版社,2006.1

全国普通高等专科学校教育药学类规划教材

ISBN 7-5067-3313-7

I. 药... II. 周... III. 药物分析-高等学校-教材

IV. R917

中国版本图书馆CIP数据核字(2005)第149674号

美术编辑 陈君杞

责任校对 张学军

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编 100088

电话 010-62244206

网址 www.mpsky.com.cn

规格 787×1092mm $\frac{1}{16}$

印张 8 $\frac{3}{4}$

字数 174千字

印数 28000—33000

版次 2006年1月第2版

印次 2006年1月第7次印刷

印刷 北京兴华印刷厂

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 7-5067-3313-7/G·0467

定价 15.00元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

序 言

1993年,原国家医药管理局科技教育司鉴于我国药学高等专科学校教育一直没有进行全国性的教材建设,根据国家教委(1991)25号文的要求负责组织、规划高等药学专科教材的编审出版工作。在国家教委的指导下,在对全国高等药学专科教育情况调查的基础上,普通高等专科学校教育药学类教材建设委员会于1993年底正式成立,并立即制订了“八五”教材编审出版规划。1995年,经100多位专家组、编写组教师和中国医药科技出版社的团结协作、共同努力,建国以来第一套普通高等专科学校教育药学类规划教材终于面世了。其后,又根据高等药学专科教育的主要任务是为医药行业生产、流通、服务、管理第一线培养应用型技术人才的需要,立即组织编审、出版了相关的配套教材(实验指导、习题集),以加强对学生的实验教学,培养学生的实际操作能力。

该套规划教材是国家教委“八五”教材建设的一个组成部分。从当时高等药学专科教育的现实情况考虑,统筹规划、全面组织教材建设活动,为优化教材编审队伍,确保教材质量,规范教材规格,起到了至关重要的作用。也正因为如此,这套规划教材受到了药学专科教育的大多数院校的追崇及广大师生的喜爱,其使用情况一直作为全国高等药学专科教育教学质量评估的基本依据之一,可见这套教材的影响之大。

由于我国的高等教育近年进行了一系列改革,我国药学高等专科学校变化也较大,加之教学大纲的不断调整,这套教材已不能满足现在的教学需要,亟需进行修订。但是,因为原主管部门已不再管理我国药学高等专科学校教育,加之一些高等药学专科学校已经合并到其他院校,原普通高等专科学校教育药学类教材建设委员会已不能履行修订计划。因此,全国高等医药院校药学类教材编辑委员会接管了这项工作,组成了新的普通高等专科学校教育药学类教材建设委员会,组织了这套规划教材的修订,希望修订后的这套规划教材能够适应当前高等药学专科教育发展的需求。在修订过程中,考虑到高等专科学校教育中全日制教育、函授教育、自学考试等多种办学形式,力求使这套教材能具有通用性,以适应不同办学形式的教学要求。学术是有继承性的,虽然第一版的一些作者已经退休或因为其他原因离开了药学高等专科学校教育岗位,不能继续参加这套教材的修订工作,但是他们对这套教材做出了非常重大的贡献,在此,我们谨对他们表示衷心的感谢。

这套规划教材修订出版后,竭诚欢迎使用本教材的广大读者提出宝贵意见,以便我们进行教材评优工作,不足之处我们将在以后修订时改正。

全国普通高等专科学校教育
药学类规划教材建设委员会
2003年12月

普通高等专科学校教育药学类规划教材编委会

(第二版)

名誉主任委员	郑筱萸
主任委员	姚文兵 (中国药科大学)
副主任委员	(按姓氏笔画排名)
	尹 舫 (湖北中医学院)
	王 玮 (河南大学药学院)
	罗向红 (沈阳药科大学)
	郭 姣 (广东药学院)
委 员	(按姓氏笔画排名)
	丁 红 (山西医科大学)
	于信民 (菏泽医学高等专科学校)
	马祥志 (湖南长沙医学院)
	王润铃 (天津医科大学)
	王庸晋 (长治医学院)
	刘 斌 (天津医学高等专科学校)
	刘志华 (怀化医学高等专科学校)
	孙 涛 (宁夏医学院)
	吴琪俊 (右江民族医学院)
	宋智敏 (哈尔滨医科大学大庆校区)
	张德志 (广东药学院)
	李淑惠 (长春医学高等专科学校)
	肖孟泽 (井冈山医学高等专科学校)
	陈 旭 (桂林医学院)
	林 宁 (湖北中医学院)
	罗载刚 (黔南医学高等专科学校)
	赵冰清 (湖南师范大学药学院)
	徐世义 (沈阳药科大学)
	徐晓媛 (中国药科大学)
	高允生 (泰山医学院)
	黄林帮 (赣南医学院)
	谭桂山 (中南大学药学院)

前 言

本书为全国普通高等专科学校教育药学类规划教材建设委员会组织编写的第二版《药物分析实验》。根据教育部对高等专科教育关于“面向基层培养高级应用性人才”的要求,本书着重学生在药物分析实验技能方面的实际操作能力的培养。在内容安排上力求做到与理论教材相配套,与实际应用相结合。

药物分析是药学及相关专业教学计划中设置的主要专业课程之一,而且是一门实践性很强的应用学科。药物分析实验旨在配合理论课程,理论与实践相结合,力求通过实验,使学生达到充分体会和明确全面控制药品质量的意义和重要性,理解和熟悉药品质量及其控制与药物分析之间的关系;培养学生基本掌握药物分析中所用的定性、定量分析方法和条件选择、操作技能和常用仪器的使用及维护方法;较熟练地掌握药物中杂质检查基本程序、操作要点及限量计算;掌握药品质量标准中收载的典型药物及其制剂的鉴别、检查、含量测定方法及结果计算等。最终使学生具有在本学科内分析问题、解决问题和开展实验研究的基本能力。

本实验教材注重科学性、实用性和前瞻性,全书内容基本上参考和选用了2005年版《中国药典》的方法和典型药物的分析。本书内容可分四个部分。首先是基本知识和实验要求,介绍药物分析实验中所用的基本知识和需要注意的事项;其次是药物分析实验常用的部分大型仪器的使用方法及注意事项等;第三是本书的主要部分,为实验内容,编入了包括化学药和中药在内的30个涉及不同药物及分析方法的具有代表性的实验,其中还特意增加了设计性和综合性实验(有24个验证性实验、4个设计性实验和2个综合性实验),希望学生在查阅资料和实验过程中达到综合复习已学知识及理论联系实际的目的;最后部分为附录,是实验中用到或可做参考的各种常用数据。考虑到各地实验条件的差异,各校可根据自身情况取舍实验及其中的内容进行教学。

按照分工,孙莹编写第一章及实验二十七~三十;周宏兵编写第二章、实验一、二、五和附录部分;宋粉云编写实验三、四、六、八、十、十九、二十;徐勤编写实验十三~十八;杨昌华编写实验二十一~二十六;徐东花编写实验七、九、十一、十二;全书由齐永秀担任主审,同时所有编委参与交叉审稿。本书在编写过程中,得到中国医药科技出版社、广东药学院、泰

山医学院、黔南民族医学高等专科学校及有关院校领导的关怀和支持，在此一并表示衷心的感谢！由于编者的水平和能力有限，书中难免有错漏之处，恳请广大读者批评指正。

编 者

2005 年 10 月

目 录

第一篇 药物分析实验的基本知识

第一章 药物分析实验基本要求	(1)
第一节 药物分析实验要求	(1)
第二节 实验室安全知识	(2)
第三节 实验记录报告	(3)
第四节 设计性实验要求	(4)
第五节 实验考核要求	(4)
第二章 药物分析实验常用仪器及其使用	(5)
第一节 玻璃仪器的洗涤和干燥	(5)
第二节 电光机械分析天平的使用与维护	(8)
第三节 电子天平的正确使用与维护	(10)
第四节 紫外-可见分光光度计	(12)
第五节 荧光分光光度计	(18)
第六节 红外分光光度计	(21)
第七节 高效液相色谱仪	(24)
第八节 气相色谱仪	(30)

第二篇 药物分析实验

实验一 容量仪器的校正	(35)
实验二 葡萄糖的分析	(38)
实验三 药物中特殊杂质的检查	(45)
实验四 阿司匹林片的分析	(48)
实验五 苯巴比妥的分析	(53)
实验六 氧瓶燃烧法测定碘苯酯的含量	(56)
实验七 双相滴定法测定苯甲酸钠的含量	(59)
实验八 非水溶液滴定法测定马来酸氯苯那敏的含量	(62)
实验九 硫酸阿托品注射液的分析	(65)

2 目 录

实验十	紫外分光光度法测定对乙酰氨基酚片的含量	(68)
实验十一	维生素 AD 胶丸中维生素 A 的含量测定	(70)
实验十二	亚硝酸钠滴定法测定盐酸普鲁卡因注射液的含量	(73)
实验十三	荧光分析法测定地高辛片的含量	(76)
实验十四	氟离子选择电极法测定氟尿嘧啶的含量	(79)
实验十五	气相色谱法测定维生素 E 片的含量	(81)
实验十六	高效液相色谱法测定头孢氨苄胶囊的含量	(83)
实验十七	牛黄解毒片的鉴别	(86)
实验十八	紫草的分析	(88)
实验十九	六味地黄颗粒中丹皮酚和熊果酸的测定	(90)
实验二十	双黄连口服液中绿原酸和黄芩苷的含量测定	(93)
实验二十一	紫外分光光度法测定氨茶碱血药浓度	(95)
实验二十二	差示分光光度法测定血浆中水杨酸浓度	(97)
实验二十三	固相萃取-薄层色谱法鉴定尿中碱性药物	(100)
实验二十四	反相高效液相色谱法测定血清及组织中氟尿嘧啶浓度	(103)
实验二十五	高效液相色谱法测定血浆中阿司匹林的浓度	(105)
实验二十六	复方磺胺甲噁唑片中磺胺甲噁唑及甲氧苄啶的测定 (设计性实验)	(108)
实验二十七	镇咳宁糖浆质量标准的制定 (设计性实验)	(110)
实验二十八	山楂的分析 (设计性实验)	(112)
实验二十九	甲硝唑 (片) 血药浓度测定 (设计性实验)	(114)
实验三十	复方乙酰水杨酸片的含量测定	(116)

附 录

附录一	一些特殊用水的制法	(118)
附录二	常用酸碱的密度、含量和浓度	(118)
附录三	常用有机溶剂的比重	(119)
附录四	常用溶剂的折光率和紫外截止吸收	(119)
附录五	常用缓冲液的配制	(120)
附录六	常用滴定液的配制	(121)
附录七	常用指示剂配制	(125)
附录八	试纸	(128)
附录九	国际原子量表	(129)

第一篇 药物分析实验的基本知识

第一章 药物分析实验基本要求

第一节 药物分析实验要求

药物分析实验是药物分析课程的重要组成部分,通过实验能加深和巩固对理论知识的理解,正确掌握各种分析方法的原理及应用,熟练掌握药物分析的基本操作技术及各种仪器的使用,全面了解药物分析工作的基本程序,培养严肃认真、实事求是的科学态度和的工作作风,初步具备独立开展药物分析工作的能力。

(1) 进入实验室应穿白色工作服,保持实验室安静及室内卫生和整洁,不得将与实验无关的任何物品带入实验室。

(2) 实验课前做好预习,明确每次实验的目的要求,熟悉原理和操作要点,预先安排好实验进程,估计实验中可能发生的问题及处理办法。每次实验课均应有准备地接受教师的提问。

(3) 严格按实验规程操作,虚心接受教师的指导,认真掌握操作技术,细心观察实验现象。

(4) 为防止试剂、药品污染,取用时应仔细观察标签和取用工具上的标志,杜绝错盖瓶盖或不随手加盖的现象发生。当不慎发生试剂污染时,应及时报告任课教师,以便处理。公用试剂、药品应在指定位置取用。此外,取出的试剂、药品不能再倒回原瓶。未经允许不得擅自用实验室任何物品。

(5) 爱护仪器,小心使用,破损仪器应及时登记报损、补发。使用精密仪器,需经教师同意,并在教师指导下使用,用毕登记签名。

(6) 清洁液一般只限于洗涤滴定管、吸量管、容量瓶等。使用时,应先用水冲洗仪器,沥干(至无滴水)后,用清洁液浸洗;其他玻璃仪器一般用洗衣粉或洗涤剂刷洗。清洗玻璃仪器应遵守少量多次的原则,洗至玻璃表面不挂水珠。

(7) 爱护公物,节约水电、药品和试剂。可回收利用的废溶剂应回收至指定的容器中,不可任意弃去。各种残液应倒入废液缸,切勿倒进水槽。

(8) 实验完毕应认真清理实验台,仪器洗净后放回原处,擦净台面,晾好抹布、毛刷、放齐凳子、锁好柜子,经教师同意后,方可离开。值日生还应负责整理公用试剂台、打扫地面卫生、清除垃圾及废液缸中污物,并检查水、电、门窗等安全事宜。

(9) 认真总结实验结果,按指定格式填写实验报告,并按规定时间上交实验报告。

第二节 实验室安全知识

在药物分析实验中常接触到各种具有腐蚀性、毒性或易燃易爆的化学药品,在实验室中也有各种电气设备,如使用不慎极易发生危险。为了避免事故的发生,在操作前应对各种药品、试剂的性质和仪器的性能有充分的了解,并且熟悉一般安全知识,必须严格遵守实验室中制定的各种安全操作制度。要时刻注意防火、防爆,发现事故苗头及时报告,不懂时不要擅自动手处理。下面介绍一般实验室中可能发生的危险及预防处理措施。

1. 防火

实验室中失火原因通常是使用或蒸馏易燃液体不谨慎或电器电路有故障。预防失火的措施主要有:

(1) 易燃物质不宜大量存放在实验室中,应贮存在密闭容器内并放于专用仓库阴凉处。

(2) 加热低沸点或中等沸点且易燃液体,如乙醚、二硫化碳、丙酮、苯、酒精等最好是用蒸汽加热,至少用水浴加热,并时时察看检查,不得离开操作岗位。切不能用直火或油浴加热,因为它们的蒸气极易着火。

(3) 在实验中使用或倾倒易燃物质时,注意要远离火源。

(4) 身上或手上沾有易燃物质时,应立即清洗干净,不得靠近火源,以免着火。

(5) 易燃液体的废液应倒入专用贮存器,不得倒入下水道,以免引起燃爆事故。

(6) 磷与空气接触,易自发着火,宜贮存在水中,金属钠暴露于空气中能自燃着火,与水能起猛烈反应而着火,应注意将其贮存于煤油中。

2. 防爆

(1) 乙醚在室温时的蒸气压很高,乙醚和空气或氧气混合时能产生爆炸性极强的过氧化物,在蒸馏乙醚时应特别小心,切勿蒸干。

(2) 无水过氯酸与还原剂接触能引起爆炸,无水过氯酸且能自发爆炸,常用的60%~70%浓度的过氯酸的水溶液没有危险。

(3) 下列物质混合,都可能发生爆炸。①金属钠或钾与水;②高锰酸钾与浓硫酸、硫磺或甘油;③过氯酸与乙醇;④过氯酸盐或氯酸盐与浓硫酸;⑤硝酸钾与醋酸钠;⑥氧化汞与硫磺;⑦磷与硝酸、硝酸盐、氯酸盐。

(4) 易发生爆炸的操作不得对着人进行。

(5) 使用可燃性气体如氢气、乙炔等作为仪器的气源时,气瓶及仪器管道的接头处不能漏气,以免漏气后与空气混合发生爆炸。

3. 腐蚀性、毒性的药品

(1) 硫酸、盐酸、硝酸、冰醋酸、氢氟酸等酸类物质腐蚀性很强,能烫伤皮肤产生剧烈的疼痛,甚至发炎溃烂,酸还能损坏衣物。应特别注意勿使酸溅入眼中,严重的能使眼睛失明。盐酸、硝酸、氢氟酸的蒸气对呼吸道黏膜及眼睛有强烈的刺激作用,因此在倾倒上述酸类时应在通风橱内进行,或戴上经水或苏打溶液浸湿的口罩及防护眼镜。稀释硫酸时,应谨慎地将浓硫酸渐渐倾注水中,切不可把水倾注浓硫酸中。被酸烫伤时可先用大量

清水冲洗,然后用20%苏打溶液洗拭。被氢氟酸烫伤时,先用大量冷水冲洗,后用5%苏打溶液洗拭,再以甘油与氧化镁糊(2:1)的湿纱布包扎。

(2) 氢氧化钠、氢氧化钾等碱类物质,均能腐蚀皮肤及衣服,浓氨水的蒸气能严重刺激黏膜及伤害眼睛,使流泪并可能引发各种眼疾。被碱类烫伤时,应立即用大量水冲洗,然后再用2%硼酸或醋酸溶液冲洗。

(3) 浓过氧化氢能引起烫伤,可用热水或硫代硫酸钠溶液敷治。苯酚有腐蚀性,可使皮肤呈白色烫伤,应立即除去,否则引起局部糜烂,治愈极慢。

(4) 溴能刺激呼吸道、眼睛及烧伤皮肤。烧伤处用25%氨溶液:松节油:95%乙醇(1:1:10)的混合液涂敷处理。

(5) 氰化钾、三氧化二砷、升汞、黄磷或白磷皆有极毒,应严格按毒剧物有关规定保存、取用,切勿误入口中,使用后应及时洗手。

4. 用电安全

实验室中由于电线和电器设备损坏、或线路安装不妥、使用不慎、实验人员缺少用电常识,易发生触电事故或火灾。实验室中应重视用电安全,一般应注意:

(1) 定期检查电线、电器设备有无损坏,绝缘是否良好,电线和接头有无损坏。

(2) 使用电器设备时,先应认真阅读使用说明书,明确使用方法,不可盲目地接入电源。

(3) 使用烘箱和高温炉时,必须确认自动控制温度装置的可靠性,同时还需人工定时监测温度。

(4) 不要将电气器械放在潮湿处,禁止用湿手或沾有食盐溶液和无机酸的手去接触使用电器,也不宜站在潮湿的地方使用电器器械。

(5) 正确操作闸刀开关,使闸刀处于完全合上或完全拉断的位置,不能若即若离,以防接触不良造成漏电。禁止将电线头直接插入插座内使用。

第三节 实验记录报告

进入实验室要随身携带一本预先编好页码的实验记录本。实验过程中应尊重实验事实,及时做好完整而确切的原始记录,应直接记于实验记录本上,绝不允许记于纸条上、手上或其他地方再誊写,也不允许暂记在脑子里等下一个数据一起记录。原始记录是实验报告的一部分,尊重原始记录是必要的科学作风。记录本不准撕页,如记录有误,只能将写错处用双线划去(但要求仍能看清原来写错的数值),在其旁写上正确数据,千万不得涂改,涂改的原始记录无效。记录内容一般包括供试药品名称、来源、批号、数量、规格、外观性状、包装情况、检验中观察到的现象、检验数据等。记录实验数据时,保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。

实验结束,应根据原始记录,写出实验报告。实验报告应包括实验名称、实验日期、实验目的、实验原理、操作步骤、实验数据的处理及结果、问题及讨论、结论等,并附有原始记录。

第四节 设计性实验要求

设计性实验是学生在学习了必要的理论和实验知识之后,根据所查文献资料和所学知识自行设计并实施的独立活动。在设计实验前,教师可向学生做必要的辅导提示,把实验的题目、目的与原理、注意事项等讲清楚,然后由学生独立思考、查阅资料,讨论设计实验方案,提出理论依据,选择实验方法,确立观察内容,设想实验结果。学生的设计性实验方案应交教师进行指导与审批后方可实施。具体要求如下:

- (1) 确立实验题目。
- (2) 根据实验题目查阅相关资料。
- (3) 灵活运用所学知识和技能设计每个药物的全检方案,包括鉴别、检查、含量测定。
- (4) 根据实验方案,确定所需试剂、试药及仪器设备,提出计划。
- (5) 了解实验所需要的仪器或器材的使用方法和安全规则,能够正确使用。
- (6) 确定试剂、试药的数量、规格和配制方法。
- (7) 能依据实验原理合理地安排实验步骤,能正确的进行观察和记录。
- (8) 实验结束,给出完整的检验报告,并在可能的情况下组织讨论或答辩。

第五节 实验考核要求

药物分析是一门实践性很强的学科,主要从以下几个方面进行考核:

- (1) 药物分析涉及到的常见基本操作,包括容量分析和仪器分析的基本操作。
- (2) 熟悉药品检验工作的基本程序,能按药典质量标准进行全检。
- (3) 熟悉所用检定方法的原理,操作正确,测定结果与实际相符。
- (4) 正确记录实验数据,实验报告真实准确。
- (5) 在规定时间内完成考核内容。

(孙 莹)

第二章 药物分析实验常用仪器及其使用

第一节 玻璃仪器的洗涤和干燥

在分析工作中，洗涤玻璃仪器不仅是一项必须做的实验前的准备工作，也是一项有一定技术性的工作。仪器洗涤是否符合要求，对检验结果的准确度和精密度均有大的影响。不同分析目的有不同的器皿洗净要求，本节以一般定量化学分析为主介绍玻璃仪器的洗涤方法。

一、洁净剂及其使用范围

最常用的洁净剂是肥皂、肥皂液（特制商品）、洗衣粉、去污粉、洗液及有机溶剂等。肥皂、肥皂液、洗衣粉、去污粉，用于可以用刷子直接刷洗的器皿、如烧杯，三角瓶，试剂瓶等；洗液多用于不便使用刷子洗刷的器皿，如滴定管、移液管、容量瓶、蒸馏器等特殊形状的仪器，也用于洗涤长久存放的杯皿器具和刷子刷不下的污垢。用洗液洗涤仪器，是利用污物被洗液氧化，将其去除。因此需要浸泡一定的时间让其充分作用。油腻性污物易被有机溶剂溶解而去除，还可借助某些有机溶剂能与水混合且挥发快的特点，用以快速除水。如，甲苯、二甲苯、汽油等可以洗油污；而酒精、甲醇，丙酮可以冲洗刚洗净而带水的仪器。常见玻璃容器的洗涤见表1-1。

特殊处理可根据沾污物的性质选择相应的洗涤，先用毛刷蘸一些去污粉洗刷，然后用水清洗。

表 1-1 玻璃容器的洗涤

盛放过的溶液或固体	容器壁上的污物	处理方法
石灰水	碳酸盐	盐酸、水
Ba(OH) ₂	碳酸盐	盐酸、水
铁盐	氢氧化物	盐酸、水
KMnO ₄	氧化物等	盐酸、水
银镜、铜镜	银、铜	硝酸、水
硫磺	硫	10% Na ₂ S 浸泡 1~2 天、水洗
有机物	有机物	合成洗涤剂或洗液浸泡后水洗

二、洗涤液的制备及使用注意事项

洗涤液简称洗液，根据不同的要求有各种不同的洗液。将较常用的几种介绍如下。

1. 重铬酸钾强酸性氧化洗液

强酸氧化剂洗液，是用重铬酸钾（K₂Cr₂O₇）和浓硫酸（H₂SO₄）配成。K₂Cr₂O₇ 在酸

性溶液中,有很强的氧化能力,对玻璃仪器又极少有侵蚀作用。所以这种洗液在实验室内使用最广泛。

配制浓度从5%~12%的各种浓度都有。配制方法大致相同:取一定量的 $K_2Cr_2O_7$ (工业品即可),先用约1~2倍的水加热溶解,稍冷后,将工业品浓 H_2SO_4 所需体积数徐徐加入 $K_2Cr_2O_7$ 水溶液中(千万不能将水或溶液加入 H_2SO_4 中!!),边倒边用玻璃棒搅拌,并注意不要溅出,混合均匀,俟冷却后,装入洗液瓶备用。新配制的洗液为红褐色,氧化能力很强。当洗液用久后变为黑绿色,即说明洗液已无氧化洗涤力。

例 配制12%的洗液500ml。取60g工业品 $K_2Cr_2O_7$ 置于100ml水中(加水量不是固定不变的,以能溶解为度),加热溶解,冷却,徐徐加入浓 H_2SO_4 400ml,边加边搅拌,冷后装瓶备用。

这种洗液在使用时要切实注意不能溅到身上,以防“烧”破衣服和损伤皮肤。洗液倒入要洗的仪器中,应使仪器周壁全浸洗放置几分钟后再倒回洗液瓶。第一次用少量水冲洗刚浸洗过的仪器,废水不要倒在水池里和下水道里,会腐蚀水池和下水道的,而应倒在废液缸中。

2. 碱性洗液

常用的碱洗液有5%~10%的碳酸钠溶液、磷酸钠溶液或氢氧化钠溶液等,这些洗液都可以洗涤特定的杂质和洗涤沾有少量油污的容器。

碱性洗液用于洗涤有油污物的仪器,采用长时间(24h以上)浸泡或浸煮法。从碱洗液中捞取仪器时,要戴乳胶手套,以免烧伤皮肤。

3. 碱性高锰酸钾洗液

取高锰酸钾4g,用少量水溶解,再加入10%的氢氧化钠溶液100ml。适用于洗涤沾有油污的器皿,洗后容器壁上如留有褐色的二氧化锰,可用盐酸洗去。

4. 纯碱纯碱洗液

根据器皿污垢的性质,直接用浓盐酸(HCl)或浓硫酸(H_2SO_4)、浓硝酸(HNO_3)浸泡或浸煮器皿(温度不宜太高,否则浓酸挥发产生刺激性气体)。纯碱洗液多采用10%以上的浓烧碱($NaOH$)、氢氧化钾(KOH)或碳酸钠(Na_2CO_3)液浸泡或浸煮器皿(可以煮沸)。

5. 有机溶剂

带有脂肪性污物的器皿,可以用汽油、甲苯、二甲苯、丙酮、酒精、三氯甲烷、乙醚等有机溶剂擦洗或浸泡。但浪费较大,能用刷子洗刷的大件仪器尽量采用碱性洗液。只有无法使用刷子的小件或特殊形状的仪器才使用有机溶剂洗涤,如活塞内孔、移液管尖头、滴定管尖头、滴定管活塞孔、滴管、小瓶等。

6. 洗消液

盛放过致癌性化学物质的器皿,为防止对人体的侵害,在洗刷之前,应使用对这些致癌物质有破坏分解作用的洗消液进行浸泡,然后再洗涤。

在食品检验中经常使用的洗消液有1%或5%的次氯酸钠($NaOCl$)溶液、20% HNO_3 和2% $KMnO_4$ 溶液。

用1% $NaOCl$ 溶液对污染的玻璃仪器浸泡半天或用5% $NaOCl$ 溶液浸泡片刻后,可达

到破坏黄曲霉毒素的作用。

5% NaOCl 配法为取漂白粉 100g, 加水 500ml, 搅拌均匀, 另将工业用 Na_2CO_3 80g 溶于温水 500ml 中, 再将两液混合, 搅拌, 澄清后过滤。此滤液含 NaOCl 为 2.5%; 若用漂白粉精配制, 则 Na_2CO_3 的重量应加倍, 所得溶液浓度约为 5%。如需要 1% NaOCl 溶液, 可将上述溶液按比例进行稀释。

20% HNO_3 溶液和 2% KMnO_4 溶液对苯并芘有破坏作用, 被苯并芘污染的玻璃仪器可用 20% HNO_3 浸泡 24h, 取出后用自来水冲去残存酸液, 再进行洗涤。被苯并芘污染的乳胶手套及微量注射器等可用 2% KMnO_4 溶液浸泡 2h 后, 再进行洗涤。

三、洗涤玻璃仪器的步骤与要求

1. 常法洗涤仪器

洗刷仪器时, 应首先将手用肥皂洗净, 以免手上的油污附在仪器上, 增加洗刷的困难。如仪器长久存放附有灰尘, 先用清水冲去, 再按要求选用洁净剂洗刷或洗涤。如用去污粉, 将刷子蘸上少量去污粉, 将仪器内外全刷一遍, 再边用水冲边刷洗至肉眼看不见有泡沫时, 用自来水洗 3~6 次, 再用蒸馏水冲三次以上。用蒸馏水冲洗时, 要用顺壁冲洗方法并充分震荡, 经蒸馏水冲洗后的仪器, 用 pH 试纸检查应为中性, 同时以仪器内壁不挂水珠为度。如仍能挂住水珠, 则需要重新洗涤。

2. 作痕量金属分析的玻璃仪器

使用浓度 1:1 ~ 1:9 的 HNO_3 溶液浸泡, 然后进行常法洗涤。

3. 荧光分析用玻璃仪器

应避免使用洗衣粉洗涤 (因洗衣粉中含有荧光增白剂, 会给分析结果带来误差), 而用其他适宜的方法。

4. 有致癌物质的玻璃仪器

应先选用适当洗消液浸泡, 然后再按常法洗涤。

四、玻璃仪器的干燥

做实验经常要用到的仪器, 应在每次实验完毕后洗净干燥备用。不同实验对器皿的干燥有不同要求。

1. 晾干

备用的仪器, 可在蒸馏水冲洗后在无尘处倒置使其自然干燥。此外可用安有木钉的架子或带有透气孔的玻璃柜放置仪器。

2. 烘干

洗净的仪器于无尘处倒置控去水分, 放在烘箱内烘干, 烘箱温度为 105 ~ 110℃ 烘 1h 左右。也可放在红外灯干燥箱中烘干。此法适用于一般仪器。称量瓶等在烘干后要放在干燥器中冷却和保存。带实心玻璃塞及厚壁仪器烘干时要注意慢慢升温, 并且温度不可过高, 以免破裂。量筒等量器不可放于烘箱中烘。

硬质试管可用酒精灯加热烘干, 要从底部开始加热, 把管口向下, 以免水珠倒流引起试管炸裂, 烘到无水珠后将试管口向上赶净水气。