

药物分析 实践指导教程

• YAOWU FENXI •
SHIJIAN ZHIDAO JIAOCHENG

邹纯才 鄢海燕 编著

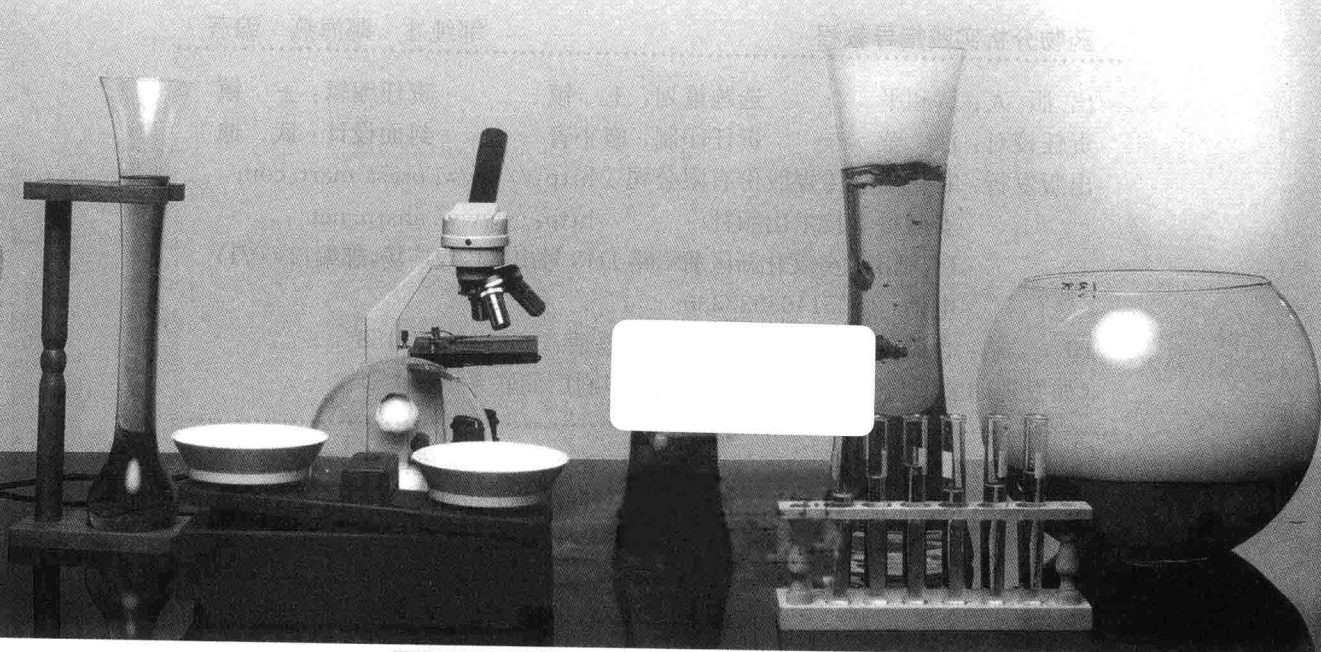


时代出版传媒股份有限公司
安徽科学技术出版社

药物分析 实践指导教程

YAOWU FENXI
SHIJIAN ZHIDAO JIAOCHENG

邹纯才 鄢海燕 编著



APR TIME
时代出版

时代出版传媒股份有限公司
安徽科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实践指导教程/邹纯才,鄢海燕编著. —合肥:安徽科学技术出版社,2014.7

ISBN 978-7-5337-6329-9

I. ①药… II. ①邹…②鄢… III. ①药物分析-教材 IV. ①R917

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 107168 号

药物分析实践指导教程

邹纯才 鄢海燕 编著

出版人:黄和平 选题策划:王 镇 责任编辑:王 镇
责任校对:沙 莹 责任印制:廖小青 封面设计:武 迪
出版发行:时代出版传媒股份有限公司 <http://www.press-mart.com>
安徽科学技术出版社 <http://www.ahstp.net>
(合肥市政务文化新区翡翠路 1118 号出版传媒广场,邮编:230071)
电话:(0551)63533330

印 制:合肥创新印务有限公司 电话:(0551)65152158
(如发现印装质量问题,影响阅读,请与印刷厂商联系调换)

开本:787×1092 1/16 印张:10 字数:230 千
版次:2014 年 7 月第 1 版 2014 年 7 月第 1 次印刷

ISBN 978-7-5337-6329-9

定价:19.00 元

版权所有,侵权必究

前 言

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、技术性、应用性很强的方法学科,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的重要教学环节。当前,更新教育思想,转变教学观念,加强素质教育和培养创新能力,是新时代教育工作者所面临的最基本和最重要的课题。为紧跟全国高等教育前进的步伐,提高教学效果,满足教学需要,编者以普通高等教育“十二五”国家级规划教材为基础,通过对近些年实践教学的总结,结合我国药物分析与药品检验的实际情况,编写了这本《药物分析实践指导教程》。

本教材以加强实践性教学环节,整体优化学生知识结构,拓宽学生专业知识领域为出发点,对以往传统实践教学内容加以充实更新和有机整合,努力体现较为成熟的科研成果和较为前沿的实践方法,引导学生提高理论与实践结合、理论指导实践的能力,以满足未来职业岗位的需要。

本教材代表性药物的实验操作一般由两部分内容构成,第一部分为目的要求、仪器试药、实验准备、基本原理、实验方法及预习提要;第二部分为实验指导,即操作要点与技能训练、实验课中可能出现的问题与处理办法及实验后思考。

本教材注重系统性和全面性,实验内容丰富、涉及面广,适用于药学各类院校的药学专业、制药工程专业、药物制剂专业等的实验教学。

本教材中所提及的《中国药典》系指《中国药典》2010年版。本书中第一篇第二章实验仪器及其说明中有部分内容引自相关仪器说明书,在此表示感谢。

竭诚欢迎使用本教材的广大读者提出宝贵意见,不足之处我们将在以后修订时改正。

邹纯才 鄢海燕
2014年6月20日于
芜湖·皖南医学院

目 录

第一篇 药物分析实验的基本知识	1
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	1
第三节 实验记录报告	2
第四节 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 药物分析实验常用仪器介绍	5
第二节 玻璃仪器的洗涤和干燥	9
第三节 天平的使用与维护	11
第四节 液体体积的量度仪器及其使用方法	18
第五节 紫外-可见分光光度计	24
第六节 红外分光光度计	36
第七节 高效液相色谱仪	45
第八节 气相色谱仪	52
第二篇 药物分析实验	54
第一章 验证性实验	54
实验一 容量仪器的校正	54
实验二 葡萄糖的一般杂质检查	57
实验三 苯巴比妥片的分析	64
实验四 注射用盐酸普鲁卡因的分析	67
实验五 苯甲酸钠的分析	71
实验六 阿司匹林肠溶片的分析	74
实验七 硫酸奎宁的分析	78
实验八 紫外分光光度法测定盐酸吗啉胍片的含量	83
实验九 酸性染料比色法测定硫酸阿托品注射液的含量	85
实验十 双波长等吸收点法测定速洁舒洗液中醋酸氯己定的含量	89
实验十一 旋光分析法测定葡萄糖注射液的含量	96
实验十二 维生素 B ₁ 片的分析	99
实验十三 维生素 C 片的分析	104

实验十四 高效液相色谱法测定阿司匹林肠溶片的含量	109
实验十五 HPLC 法测定芦荟中芦荟苷的含量	112
实验十六 地塞米松磷酸钠中甲醇和丙酮的检查	114
实验十七 医院药房制剂快速检验	116
第二章 设计性实验	119
实验十八 药物的区别试验(一)	119
实验十九 药物的区别试验(二)	122
实验二十 药物的含量测定	125
实验二十一 差示分光光度法测定苯巴比妥片的含量	128
实验二十二 维生素 C 原料药或其注射液的含量测定方法设计	130
实验二十三 中药的 HPLC 指纹图谱	131
第三章 综合性实验	132
实验二十四 氢溴酸东莨菪碱及其片剂的质量分析	132
附 录	134
附录 I 一般杂质检查法	134
附录 I-A 澄清度检查法	134
附录 I-B 硫酸盐检查法	135
附录 I-C 干燥失重测定法	136
附录 I-D 铁盐检查法	137
附录 I-E 重金属检查法	138
附录 I-F 砷盐检查法	140
附录 II 测定法	144
附录 II-A 氧瓶燃烧法	144
附录 II-B 电位滴定法与永停滴定法	145
附录 II-C 干燥失重测定法	147
附录 II-D 水分测定法	148
附录 III 药品质量标准分析方法验证指导原则	150

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

1. 课前做好预习。明确该次实验的目的要求, 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、及时地用黑色或蓝色墨水笔记录于记录本上, 决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, 如系写错, 仅能将写错处画去(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, 并根据检验结果做出明确的结论。

3. 在实验中要养成整洁、细致、踏实、准确的优良习惯, 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. 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, 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。

5. 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, 应抱负责态度及时处理。

6. 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。

7. 实验期间确保安全, 经常注意防火、防爆。

8. 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。

第二节 实验室安全知识

在药物分析实验中, 频繁使用水电, 经常使用腐蚀性、易燃、易爆或有毒的化学试剂, 大量使用易损的玻璃仪器, 常常使用电子仪器, 有时还会使用高压气体钢瓶。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,应着实验服、戴实验帽(长发者应将长发拢于实验帽内),进行具有一定危险性的实验(如氧瓶燃烧实验)时,应穿戴防护衣物(如防护眼镜、防护面具、防护口罩、防护手套)。

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、电的阀门位置,掌握其开关方法。水、电一经使用完毕,应立即关闭水龙头开关,拔掉电插头。遇到停水时应立即关闭水龙头。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、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,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,否则会造成火势蔓延,正确的做法是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. 使用玻璃仪器时应轻拿轻放,以免破损造成伤害。

第三节 实验记录报告

(一) 实验记录

记录实验结果、书写实验报告是实验课教学的重要环节之一,同样需要认真对待。

1. 实验前必须认真预习,弄清原理和操作方法,并在实验记录本上写出扼要的预习报告,内容包括实验基本原理、简要的操作步骤(可用流程图等表示)和记录数据的表格等。

2. 实验中观察到的现象、结果和测试的数据应及时地如实记录在实验记录本上,不能靠记忆;不能记录在单片纸上,防止丢失。避免事后追记。当发现与教材描述情况、结论不一致时,尊重客观,不要先入为主,应记录实情,留待分析讨论原因,总结经验教训。

3. 在已设计好的记录表格上,准确记录下观测数据,如称量物的重量、滴定管的读

数、分光光度计的读数等,并根据仪器的精确度准确记录有效数字。例如,吸光度值为0.050,不应写成0.05。每一个结果最少要重复观测两次,当符合实验要求并确知仪器工作正常后,再写在记录本上。实验记录上的每一个数字,都是反映每一次的测量结果,所以,重复观测时,即使数据完全相同也应如实记录下来。总之,实验的每个结果都应正确无遗漏地做好记录。

4. 详细记录实验条件,如动植物药材的来源、形态特征等,主要使用观测仪器的型号和规格,化学试剂的规格、化学式、分子量、准确的浓度等,以便总结实验时进行核对和作为查找成败原因的参考依据。

5. 实验记录不能用铅笔,须用钢笔或圆珠笔。记录不要擦抹及修改,写错时可以准确地画去重记。

6. 如果怀疑所记录的观测结果或实验记录遗漏、丢失都必须重做实验,切忌拼凑实验数据、结果,自觉培养一丝不苟、严谨的科学作风。

(二) 实验报告

实验报告是做完每个实验后的总结。通过汇报本人的实验过程与结果,分析总结实验的经验和问题,加深对有关理论和技术的理解与掌握,同时也是学习撰写研究论文的过程。第二篇验证性实验的实验报告基本格式如下:

一、目的要求

二、仪器及试药

1. 器材

2. 试药

三、基本原理

四、实验方法

五、数据及处理

1. 原始数据

2. 数据处理(结果、结论)

六、思考题

七、实验课中出现的问题及处理办法

书写实验报告应注意以下几点:

1. 书写实验报告最好用实验报告本。也可以用单篇报告纸,为避免遗失,实验课全部结束后可装订成册以便保存。

2. 简明扼要地概括出实验的原理,涉及化学反应,最好用化学反应式表示。

3. 应列出所用的试剂和主要仪器。特殊的仪器要画出简图并有合适的图解,说明化学试剂时要避免使用未被普遍接受的商品名或俗名。

4. 对实验方法、步骤的描述要简洁,不要照抄实验指导书或实验讲义,但要写得明白,以便他人能够重复。

5. 为了能重复以前的某些实验结果,或此次的结果能在今后再现,应记录实际观察到的实验现象而不是照抄实验指导书所列应观察到的实验结果,并记录实验现象的所有细节。如只报告一个特殊实验中生成一种黄色沉淀是不够的。沉淀的真实颜色是什么,亮黄、橘黄或其他?沉淀是多,是少?是胶状还是颗粒状?什么时候形成沉淀,立即生成、缓慢生成、热时生成还是冷却时生成?所有这些都是显而易见的,但常常被忽视。报

告在实验中的真实发现对学生将是非常重要的科学研究训练。在科学研究中,仔细观察、特别注意预期的实验现象是十分重要的。这些观察常常引起意外的发现,而且为了重复工作也需要准确的实验报告。

6. 讨论不应是实验结果的重述,而是以结果为基础的逻辑推论。如对定性实验,在分析实验结果基础上应有一简短而中肯的结论。讨论部分还可以包括实验方法(或操作技术)和有关实验的一些问题,如实验异常结果的分析,对于实验设计的认识、体会和建议,对实验课的改进意见等。

第二篇设计性实验及综合性实验的实验报告与上述不同,因为这部分实验具有研究性、应用性或设计性,其基本格式按论文格式要求,具体格式如下:

一、实验名称(或论文名称)

二、摘要(200 字以内)

三、关键词(3~5 个)

四、材料与方法

五、结果与讨论(或分析)

六、主要参考文献

第四节 实验考核要求

一、成绩的组成

《药物分析实验》作为单独一门实验课程,成绩以百分制计,由以下三部分组成:

1. 平时成绩,包括实验预习、实验表现和实验记录等,25 分。
2. 实验报告成绩,25 分。
3. 实验技能考核成绩,50 分。

二、各项成绩考核办法及标准

1. 实验预习(5 分):每次实验,无实验预习报告者不得分;有预习报告者 3~5 分;实验前临时抄写预习报告者扣 2~3 分。

2. 实验表现(10 分):出勤情况 2 分,台面整洁 3 分,操作认真仔细 5 分。打破实验仪器者扣 3~5 分。

3. 实验记录(10 分):及时完整认真记录在预习报告上满分。记录不完整扣 2~3 分,记到其他纸上最后誊写到预习报告上扣 3~5 分,在书上记录和用称量纸记录扣 7~8 分。

4. 实验报告(25 分):没做实验或实验报告不交者不得分;报告格式规范 5 分,数据计算与处理正确 10 分,偏差处理与计算 5 分,卷面整洁 5 分。

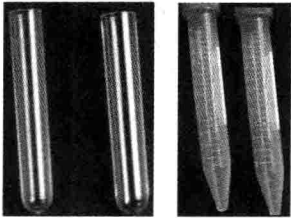
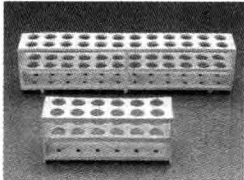
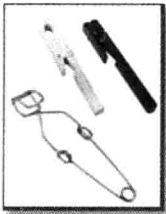
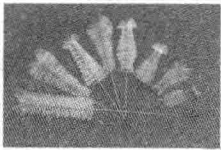
5. 实验技能考核(50 分):

考核要求:每个学生须在规定时间内完成全部实验过程并写出实验报告。仪器清洗、查漏等准备工作在考核开始前做好。老师要仔细观察每位学生的操作,当面打分,并指出其错处。打分标准按照《药物分析实验考核评分表》的要求进行,满分 100 分,折算 50%后计入总成绩。

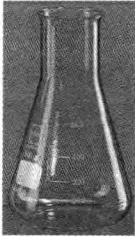
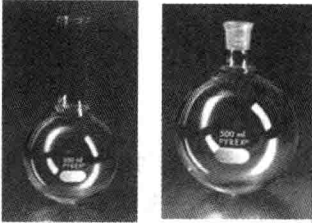
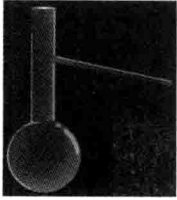
第二章 药物分析实验常用仪器及其使用

第一节 药物分析实验常用仪器介绍

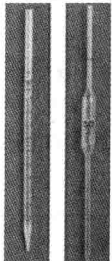
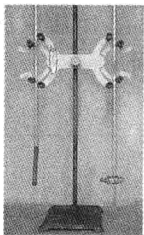
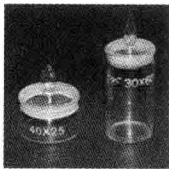
表 1-1 常用仪器介绍

仪器	规格	用途	注意事项
 普通试管 离心试管	玻璃质。分硬质试管和软质试管；普通试管，离心管。 无刻度的普通试管以管口外径管长表示。离心试管以容量表示。	用作少量试剂的反应容器，便于操作和观察。也可用于少量气体的收集。 离心试管主要用于沉淀分离。	普通试管可直接用火加热。硬质试管可加热至高温。 加热时应用试管夹夹持。 离心试管只能用水浴加热。
 试管架	有木质、铝质和塑料质等。 有大小不同、形状不一的各种规格。	放置试管。	加热后的试管应以试管夹夹好悬挂架上。
 试管夹	由木料和粗金属丝、塑料制成。形状各有不同。	夹持试管。	防止烧损和锈损。
 毛刷	以大小和用途表示。如试管刷等。	洗刷玻璃器皿。	使用前检查顶部竖毛是否完整，避免顶端铁丝戳破玻璃仪器。

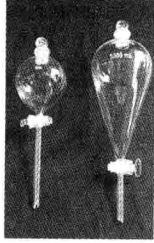
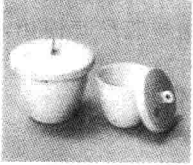
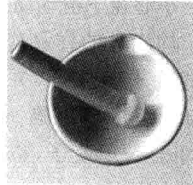
续表

仪器	规格	用途	注意事项
 烧杯	玻璃质。分普通型、高型；有刻度、无刻度。规格以容量表示。	用作较大量反应物的反应容器，反应物易混合均匀。 也用作配制溶液时的容器或简易水浴的盛水器。	加热时应放置于石棉网上，使受热均匀。 刚加热后不能直接置于桌面上，应垫以石棉网。
 锥形烧瓶	玻璃质。规格以容量表示。	反应容器，振荡方便。适用于滴定操作。	加热时应放置于石棉网上，使受热均匀。 刚加热后不能直接置于桌面上，应垫以石棉网。
 普通圆底烧瓶 磨口圆底烧瓶	玻璃质。有普通型和标准磨口型。规格以容量表示。磨口的还可以磨口标号表示其口径大小，如 10、14、19 等。	反应物较多，且需长时间加热时常用它做反应器。	加热时应放置在石棉网上。 竖放桌面上时，应垫以合适器具，以防滚动而打破。
 蒸馏烧瓶	玻璃质。规格以容量表示。	用于液体蒸馏，也可用作少量气体的发生装置。	加热时应放置在石棉网上。 竖放桌面上时，应垫以合适器具，以防滚动而打破。
 量筒 量杯	玻璃质。规格以刻度所能量出的最大容积表示。上口大、下部小的称作量杯。	用于量度一定体积的液体。	不能加热。 不能量热的液体。 不能用作反应容器。

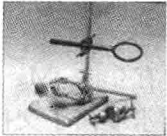
续表

仪器	规格	用途	注意事项
 吸量管 移液管	玻璃质。 移液管为单刻度,吸 量管有分刻度。 规格以最大刻度 表示。	用于精确移取一定 体积的液体。	不能加热。 用后应洗净,置于吸 管架上,以免沾染污渍。
 碱式滴定管 酸式滴定管	玻璃质。分酸式和 碱式两种,管身颜色为 棕色或无色。 规格以刻度最大标 度表示。	用于滴定,或用于量 取较准确体积的液体。	不能加热及量取热的 液体。 不能用毛刷洗涤内 管壁。 酸、碱管不能互换使 用。酸管与碱管的玻璃 活塞要配套使用,不能 互换。
 容量瓶	玻璃质。 规格以刻度以下的 容积表示。有的配以 塑料瓶塞。	用以配制准确浓度 的溶液。	不能加热,不能用毛 刷洗刷。 瓶的磨口瓶塞要配套 使用,不能互换。
 称量瓶	玻璃质。 分高型和矮型。 规格以外径×瓶高 表示。	需要准确量取一定 体积的固体样品时用。	不能直接用火加热。 盖与瓶配套使用,不能 互换。
 普通干燥器 真空干燥器	玻璃质。 分普通干燥器和真 空干燥器。 规格以上口内径 表示。	内放干燥剂,用作样 品的干燥和保存。	小心盖子滑动而打破。 灼烧过的样品应稍冷 却后才能放入,并在冷 却过程中要每隔一定时 间开一开盖子,以调节 器内压力。

续表

仪器	规格	用途	注意事项
 坩埚钳	金属(铁、铜)制品。有长短不一的各种规格。习惯上以长度(寸)表示。	夹持坩埚加热,或往热源(煤气灯、电炉、马福炉)中取、放坩埚。	使用前钳尖应预热;用后钳尖应向上放在桌面上或石棉网上。
 药匙	由牛角、塑料或不锈钢等制成,有长短各种规格。	拿取固体药品用。视所取药量的多少选用。	不能用以取用灼热的药品。用后应洗净、擦干备用。
 滴瓶 细口瓶 广口瓶	玻璃质。带磨口塞或滴管,有无色和棕色。 规格以容量表示。	滴瓶、细口瓶用于盛放液体药品。广口瓶用于盛放固体药品。	不能直接加热,瓶塞不能互换。盛放碱液时要用橡皮塞,防止瓶塞被腐蚀沾牢。
 分液漏斗	玻璃质。 规格以容量和形状(球形、梨形、筒形、锥形)表示。	用于互不相容的液-液分离。也可用于少量气体发生器装置中加液。	不能用火直接加热,玻璃活塞、磨口漏斗塞子与漏斗配套使用,不能互换。
 坩埚	有瓷、石英、铁、镍、铂及玛瑙等。 规格以容量表示。	灼烧固体用,随固体性质不同而选用不同质地。	可直接灼烧至高温。灼热的坩埚置于石棉网上。
 研钵	用瓷、玻璃、玛瑙或金属制成。 规格以口径表示。	用于研磨固体物质及固体物质的混合。按固体物质的性质和硬度选用。	不能用火直接加热。研磨时,不能捣碎,只能碾压。 不能研磨易爆物质。

续表

仪器	规格	用途	注意事项
 碘量瓶	玻璃质。 瓶塞/瓶颈部位为磨砂玻璃。 规格以容量表示。	主要用作碘的定量反应容器。	瓶塞与瓶配套使用。
 漏斗	玻璃质或搪瓷质,分长颈、短颈。 规格以漏斗径表示。	用于过滤操作以及倾注液体。长颈漏斗特别适用于定量分析的过滤操作。	
 铁架台 铁环 铁夹	铁制品。烧瓶夹也有用铝或铜制成的。	用于固定放置反应器。 铁夹还可代替漏斗架使用。	使用前检查各旋钮是否可旋动。 使用时仪器的重心应处于铁架台底盘的中部。

第二节 玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤。

药物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,因此要注意仪器的洗涤方法的选择与操作。

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。

洗涤方法:在要洗的仪器中加入少量水,用毛刷轻轻刷洗,再用自来水冲洗。注意刷洗时不能用秃顶的毛刷,也不能用力过猛,否则会戳破仪器。

(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磨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)用铬酸洗液洗涤。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,绝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 105°C 左右)。

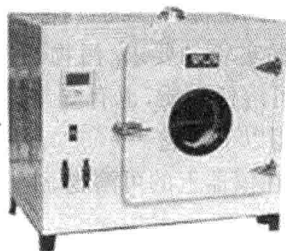


图 1-1 电热恒温鼓风干燥箱

(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尽。现常用玻璃气流烘干器(图 1-2),其采用电热器加热、轴流风机送风,可用于各种玻璃仪器的快速烘干。

(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)。

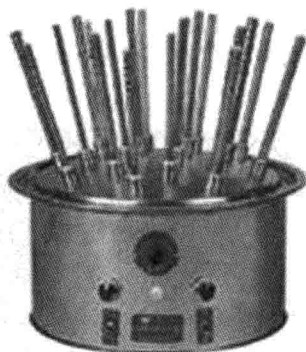


图 1-2 玻璃气流烘干机

(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。如利用吹风机或压缩空气往仪器中吹风,会干得更快。

第三节 天平的使用与维护

分析天平是定量分析工作中最常用的仪器之一,称量准确与否对分析结果有重大影响。因此每位学生必须掌握天平的正确使用和必要的日常维护,以保证仪器的精度和分析结果的准确性。

一、托盘天平

也称台式天平(图 1-3),是药物分析学实验中常见的称量仪器之一,为等臂杠杆式天平,即其支点到重点的距离与支点到力点的距离相等。常用于精密度不高的称量,一般能准确到 0.1 g。称量前应先检查零点,如果指针不在刻度盘的中间,可调节托盘下面的螺丝,使指针正好停在中间,即为零点位置。称量时,左盘放称量物,右盘放砝码。5 g 以上的砝码存在砝码盒中,根据需要取出添加在盘中。5 g 以下通过移动标尺上的游码来增减。指针的停点和零点之间相差不到一小格,便可读数。这时砝码与游码所示质量之和就是称量物的质量。

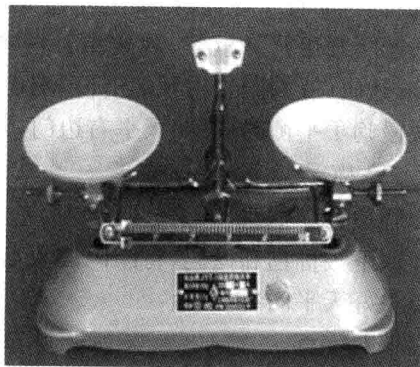
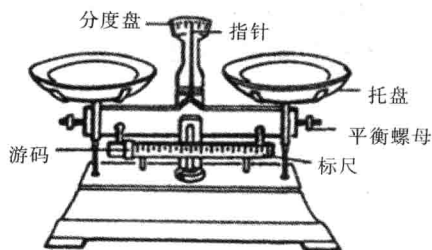


图 1-3 托盘天平