

药物分析实验讲义

(供药学专升本专业用)

温州医学院药学院药物分析教研室

2010年11月

目 录

药物分析实验的学生指南.....	1
药物分析专业术语与规定.....	5
实验一 葡萄糖杂质检查.....	9
实验二 阿司匹林片剂的鉴别和含量测定.....	13
实验三 药用辅料苯甲酸钠的质量分析.....	16
实验四 硫酸阿托品注射液的鉴别与含量测定（酸性染料比色法）..	18
实验五 双波长分光光度法测定复方制剂含量.....	21
实验六 维生素B ₁₂ 注射液检验.....	24
实验七 地西洋注射液的含量测定.....	26
附录一、分析天平的使用与维护.....	29
附录二、容量仪器的洗涤与校正	32
附录三、一些特殊用水的制法.....	33

药物分析实验的学生指南

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貌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”品，势必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，不仅要有正确的学习态度，还需要有正确的学习方法。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，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。实验报告要求原理简要、数据可靠、内容确切、讨论充分、书写整洁，应有自己的看法和体会。

实验报告内容包括以下几部分：

①预习部分：实验目的、简明原理、步骤(尽量用简图、反应式、表格等)、装置示意图等。

②记录部分：测得的数据、观察到的实验现象。

③结论：包括实验数据的处理，实验现象的分析与解释，实验结果的归纳与讨论，对实验的改进意见等。

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

计算	① $\frac{14.90 \times 3.429 \times 0.995}{0.2332 \times 1000 \times 25/100}$	×	① $\frac{2.3223/20}{0.1}$	× 100% = 101.3%
	② $\frac{15.06 \times 3.429 \times 0.995}{0.2348 \times 1000 \times 25/100}$	×	② $\frac{2.3223/20}{0.1}$	× 100% = 101.6%
平均%	$\frac{101.6 + 101.3}{2} = 101.4 (\%)$			
间差	$\frac{101.6 - 101.3}{101.4} \times 100\% = 0.3\%$			

实验报告

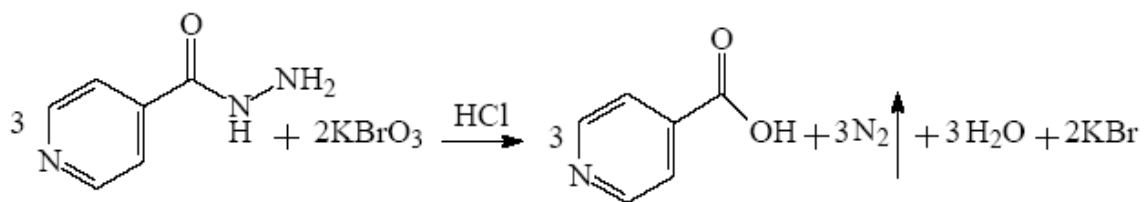
年 月 日

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%~105.0%)

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

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以及制剂的重（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，其最后一位数字都是有效位。

试验结果在运算过程中，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、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、抗生素或生化药品中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 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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. 计算分子量以及换算因子等使用的原子量均按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 （摩尔/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（0.1mol/L），1mol/L盐酸溶液。

(2) 温度以摄氏度（℃）表示，见表1-1

表 1-1 温度术语

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100mL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100g中含有溶质若干克；

%（mL/mL）表示溶液100mL中含有溶质若干毫升；

%（mL/g）表示溶液100g中含有溶质若干毫升；

%（g/mL）表示溶液100mL中含有溶质若干克。

(4) 液体的滴，系在20℃时，以1.0mL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1.0g或液体溶质1.0mL加溶剂使成10mL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、溶解度以及物理常数等。

(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、细度或溶液的颜色需作严格控制时，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如表1-2。

表 1-2 药品的溶解度表示方法

溶解度表示方法	使 1g 或 1mL 溶质溶解的溶剂体积 (mL)
极易溶解	< 1mL
易溶	1~ < 10mL
溶解	10~ < 30 mL
略溶	30~ < 100 mL
微溶	100~ < 1000 mL
极微溶解	1000~ < 10000 mL
几乎不溶或不溶	10000 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 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 一定容量的溶剂中，每隔5分钟强力振摇30s；观察30min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；对于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0.3mg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小时后进行；炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼30分钟后进行。

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

“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±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证”，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）或含量（%）或装量；注射液项下，如为“1mL:10mg”，系指1mL中含有主药10mg。

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℃；

凉暗处 系指避光并不超过20℃；

冷处 系指2~10℃。

实验一 葡萄糖杂质检查

(一般杂质检查)

一、实验目的

1. 通过葡萄糖分析，了解药物的一般杂质检查的原理和意义。
2. 熟悉杂质检查的操作方法。

二、主要仪器与试药

电子天平，水浴锅，扁形称量瓶，烘箱，移液管（1ml、2ml、5ml），瓷盘4个，试管刷，托盘天平，干燥器4个，滤纸，称量纸，烧杯，量筒，玻棒，25mL纳氏比色管，红色石蕊试纸

葡萄糖粉剂，乙醇，氯化钠，硫酸钾，盐酸，硝酸，硝酸银，氯化钡，氯化钴，重铬酸钾，硫酸铜，酚酞，碘

三、实验准备

1. 精密称取重铬酸钾 0.0800g，置 100ml 量瓶中，加适量水溶解并稀释至刻度，摇匀，即得比色用重铬酸钾液；取硫酸铜、氯化钴约 6.5g，分别加适量的盐酸溶液 (1→40)使溶解成 100ml，即得比色用硫酸铜液和比色用氯化钴液。

2. 0.02mol/L 氢氧化钠液：取氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）10ml，稀释至 50ml。

3. 氢氧化钠滴定液（0.1mol/l）：取澄清的氢氧化钠饱和溶液 5.6ml，加水适量使成 1000ml，摇匀。

4. 氢氧化钠饱和溶液：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，静至数日，澄清后备用。

5. 酚酞指示液：称取 1g 酚酞溶于 100ml 乙醇，即得。

6. 标准氯化钠：浓度为 0.01mgCl/ml，即 0.0165mg/ml 氯化钠溶液。

7. 标准硫酸钾：浓度为 0.1mgSO₄/ml，即 0.181mg/ml硫酸钾溶液。

8. 硝酸银试液：取硝酸银 17.5g，加水适量使溶解成 1000ml，摇匀即得。

9. 25%氯化钡溶液：取氯化钡 25g。加水使溶解成 100ml，即得。

10. 稀硝酸：取浓硝酸 105ml，加水稀释至 1000ml，即得。

11. 稀盐酸：取浓盐酸 234ml，加水稀释至 1000ml，即得（9.5%-10.5%）。

12. 碘试液：同碘滴定液（0.1mol/L），取碘 13.0g,加碘化钾 36g 与水 50ml 溶解后，加盐酸 3 滴与水适量使成 1000ml，摇匀，用垂熔玻璃滤器滤过。

四、实验内容

1. 酸度 取本品 2.0g，加水 20ml 溶解后，加酚酞指示液 3 滴与 0.02mol/L 氢氧化钠液 0.20ml，应显粉红色。

2. 溶液的澄清度与颜色

取本品 5g，加热水溶解后，放冷。用水稀释至 10ml 溶液应澄清无色。如显浑浊，与 1 号浊度标准液比较，不得更浓；如显色，与对照液（取比色用氯化钴液 1.5ml，比色用重铬酸钾液 1.5ml 与比色用硫酸铜液 3ml，加水稀释至 25ml）1.0ml，加水稀释至 10ml 比较，不得更深。

3. 氯化物

取本品 0.30g，加水溶解使成 12ml（如显碱性，可滴加硝酸使遇石蕊试纸显中性反应），再加稀硝酸 5ml，溶液如不澄清，滤过，置 25ml 纳氏比色管中，加水适量使成约 20ml，摇匀，即得供试品溶液。加硝酸银试液 0.5ml，用水稀释使成 25ml，摇匀，在暗处放置 5min。如发生浑浊，与标准氯化钠溶液一定量制成的对照液[取标准氯化钠溶液（10 μ g Cl/ml）3.0ml，置 25ml 纳氏比色管中，加稀硝酸 5ml，加水稀释使成约 20ml]。加硝酸银试液 0.5ml，再加水适量使成 25ml，摇匀，在暗处放置 5min 比较，不得更深（0.010%）。

4. 硫酸盐

取本品 1.0g，加水溶解使成 20ml（如显碱性，可滴加盐酸使遇石蕊试纸显中性反应）。溶液如不澄清，滤过置 25ml 纳氏比色管中，加稀盐酸 1ml，加 25%氯化钡溶液 2.5ml，加水稀释使成 25ml，摇匀，放置 10min，如发生浑浊，与对照标准液[取标准硫酸钾（100 μ g SO₄/ml）溶液 1.0ml，置 25ml 纳氏比色管中，加水稀释使成 20ml，加稀盐酸 1ml，加 25%氯化钡溶液 2.5ml，加水稀释使成 25ml，摇匀]，放置 10min 比较，不得更浓（0.010%）。

5. 乙醇中不溶物

取本品 1.0g，加 90%乙醇 30ml，置水浴上加热回流约 10min，应溶解成澄明的溶液^①。

6. 亚硫酸盐与可溶性淀粉

取本品 1.0g，加水 10ml 溶解后，加碘试液 1 滴，应立即显黄色^②。

7. 干燥失重

取本品约 1g（如为较大的结晶，应先迅速捣碎使成 2mm 以下的小粒），置已干燥至恒重的扁形称量瓶中，加盖，精密称定^③。然后在 105℃ 干燥至恒重，减失重量不得超过 9.5%。

8. 炽灼残渣

取本品 1~2g，置已炽灼至恒重的瓷坩锅中，精密称定加硫酸 0.5~1ml 润湿，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 700~800℃ 炽灼使完全灰化，移置干燥器内，放冷，精密称定后，再在 700~800℃ 炽灼至得恒重。所得炽灼残渣不得超过 0.1%。

9. 铁盐

取本品 2.0g，加水 20ml 溶解后，加硝酸 3 滴，缓缓煮沸 5 分钟，放冷，加水稀释使成 45ml，加 30% 硫氰酸铵溶液 3ml，摇匀，如显色，与标准铁溶液（10μgFe/ml）2.0ml，用同一方法制成的对照液比较，不得更深（0.001%）。

10. 重金属

取 50ml 纳氏比色管两支。一管加标准铅溶液（10μgPb/ml）2.0ml，醋酸盐缓冲液 2ml，加水至 25ml，另一管取本品 4.0g，加水 23ml 溶解。加醋酸盐缓冲液 2ml^④。两管各加硫代乙酸铵试液各 2ml。摇匀，放置 2 分钟。同置白纸上，自上面透视，供试液显出的颜色不得更深。含重金属不得过百万分之五（5ppm）。

11. 砷盐

取本品 2.0g，置检砷瓶中，加水 5ml 溶解后，加稀硫酸 5ml 与溴化钾-溴试液 0.5ml，置水浴上加热约 20min。使保持稍过量的溴存在，必要时，再补加溴化钾-溴试液适量，并随时补充蒸发的水分，放冷。加盐酸 5ml 与水适量使成 28ml。加碘化钾试液 5ml，及酸性氯化亚锡试液^⑤ 5 滴在室温放置 10 分钟后，加锌粒^⑥ 2g。迅速将瓶塞塞紧（瓶塞上已安装好装有醋酸铅棉花及溴化汞试纸的检砷管）保持反应温度在 25~40℃ 间（视反应快慢而定，但不应该超过 40℃）。1 小时后，取出溴化汞试纸，将生成的砷斑与标准砷溶液（1μgAs/ml）一定量制成的标准砷斑比较。颜色不得更深。含砷量不得过百万分之一（1ppm）。

标准砷斑的制备：精密吸取标准砷溶液 2ml，置另一检砷瓶中，加盐酸 5ml 及水 21ml，照上述方法，自“加碘化钾试液 5ml... ..”起依法操作即得。

五、注解

①葡萄糖溶解而淀粉和糊精等不溶。

②存在可溶性淀粉时呈兰色，存在亚硫酸盐时碘液褪色。

③供试品干燥时，应平铺在扁形称量瓶中，厚度不可超过5mm，如为疏松物质，厚度不可超过10mm。放入烘箱或干燥器进行干燥时，应将瓶盖取下，置称量瓶旁，或将瓶盖半开进行干燥；取出时，须将称量瓶盖好。置烘箱内干燥的供试品，应在干燥后取出置干燥器中放冷至室温，然后称定重量。

④在 pH=3.5 时 PbS 沉淀较完全。

⑤氯化亚锡与锌作用，在锌粒表面形成锌锡齐，起去极化作用，从而使氢气均匀而连续发生。

⑥如使用锌粒较大时，用量得酌情增加。

六、注意事项

1. 比色管的正确使用——选择配对的两支纳氏比色管，用清洁液荡洗除去污物，再用水冲洗干净。采用旋摇的方法使管内液体混合均匀。

2. 正确选用量具——根据检查试验一般允许误差为 $\pm 10\%$ 的要求和药品、试剂的取用量，选择合适的容量仪器。

3. 平行操作——标准与样品必须同时进行实验，加入试剂量等均应一致。观察时，两管受光照的程度应一致，使光线从正面照入，比色时置白色背景上，比浊时置黑色背景上，自上而下地观察。

七、思考题

1. 什么叫杂质限量？如何计算？

2. 干燥失重实验时，如何确定已经干燥至恒重？失重率如何计算？

3. 溶液颜色检查时，对照液主要为哪几种试液混合得到？

实验二 阿司匹林片剂的鉴别和含量测定

一、实验目的

- 1、掌握水杨酸类药物鉴别反应的实验原理
- 2、掌握两步滴定法测定阿司匹林片剂的基本原理
- 3、掌握片剂含量测定的步骤和计算方法
- 4、了解制剂中辅料对测定的影响和排除方法

二、主要仪器与试药

阿司匹林片剂、三氯化铁、乙醇、酚酞指示剂、氢氧化钠、硫酸、药匙、电子天平、研钵、酸碱式滴定管、锥形瓶、水浴锅

三、实验准备

- 1.三氯化铁试液：取三氯化铁 9g，加水使溶解成 100ml，即得。
2. 氢氧化钠滴定液（0.1mol/l）：取澄清的氢氧化钠饱和溶液 5.6ml，加水适量使成 1000ml，摇匀。
3. 硫酸滴定液（0.05mol/l）：取硫酸 3.0ml，缓缓注入适量水中，冷却至室温，加水稀释至 1000ml，即得。
4. 酚酞指示剂：取酚酞 1g，加乙醇 100ml 溶解，即得。

四、实验内容

（一）鉴别（三氯化铁反应）

1. 实验原理：阿司匹林为水杨酸酯类药物，加热水解后产生水杨酸，水杨酸及其盐在中性或弱酸性条件下（适宜 PH 值为 4.0-6.0），会与三氯化铁试液反应，生成紫堇色的铁配位化合物。
2. 实验方法：取本品的细粉适量（约相当与阿司匹林 0.1g），加水 10ml，煮沸，放冷，加三氯化铁试液 1 滴，即显紫堇色。

（二）含量测定——两步滴定法

1. 实验原理：由于阿司匹林片剂中除了加入少量酒石酸或枸橼酸稳定剂外，在制剂工艺过程中还有可能有水解产物如水杨酸、醋酸等产生，这些酸均会消耗氢氧化钠

滴定液，导致测定结果偏高，因此不能采用直接滴定法测定阿司匹林片剂含量。应采用先中和与供试液共存的酸，再将阿司匹林在碱性条件下水解后测定含量的两步滴定法。

中和——首先，精密称取片粉适量，加入中性乙醇溶解后，以酚酞为指示剂，迅速滴加氢氧化钠滴定液至溶液显粉红色。此步骤中和了可能存在的全部游离酸，阿司匹林同时也成为钠盐，消耗的氢氧化钠滴定液体积不用于计算。

水解与滴定——在中和后的供试液中，定量加入过量碱液，置水浴上加热，使乙酰羟基酯结构水解，然后，迅速放冷至室温，再用硫酸滴定液滴定剩余的碱，即可由水解时消耗的碱量计算阿司匹林含量。为保证结果准确，应将滴定结果用空白试验校正。

2. 实验方法：取本品10片，精密称定。研细，精密称取适量(约相当于阿司匹林 0.3g)，置锥形瓶中，加中性乙醇 20ml，振摇，使阿司匹林溶解，加酚酞指示液 3 滴，滴加氢氧化钠滴定液（0.1mol/l）至溶液显粉红色，再精密加氢氧化钠滴定液（0.1mol/l）40ml，置水浴上加热 15min并时时振摇，迅速放冷至室温，用硫酸滴定液（0.05mol/l）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml氢氧化钠滴定液（0.1mol/l）相当于 18.02mgC₉H₈O₄。要求平行滴定两次，每次滴定达到终点时需报告老师。

中国药典（2005）规定，本品含阿司匹林应为标示量的 95.0%-105.0%。

五、注意事项

- 1、鉴别实验三氯化铁反应中，注意酸度的影响，在强酸条件下生成的紫堇色产物会分解，应控制 pH 为 4-6
- 2、本实验中，含量测定中使用了试剂中性乙醇，其中性指对酚酞指示液显中性。
- 3、含量测定中，阿司匹林水解后要迅速放冷至室温，以防止其吸收空气中CO₂影响测定结果。
- 4、两步滴定法中应做空白实验，消除空白试剂的影响。

六、计算

本品为片剂，其标示量百分含量计算公式为：

$$\begin{aligned}\text{标示量}\% &= \frac{\text{每片含量}}{\text{标示量}} \times 100\% \\ &= \frac{F \cdot T \cdot (V_0 - V)}{W} \times \frac{\text{平均片重}}{\text{标示量}} \times 100\%\end{aligned}$$

七、思考题

1. 两步滴定法有什么优点？第一步中和的作用是什么？
2. 如何进行空白实验？其主要是消除什么影响？

实验三 药用辅料苯甲酸钠的质量分析

一、实验目的

- 1、掌握苯甲酸类药物三氯化铁鉴别反应的实验原理
- 2、掌握双相滴定法测定苯甲酸钠含量的基本原理
- 3、掌握双相滴定法的基本操作和实验技巧

二、主要仪器与试药

苯甲酸钠原料、三氯化铁、盐酸、硫酸、乙醚、甲基橙指示剂

电子天平、长滴管、电热套、药匙、分液漏斗、铁圈、铁架台、酸式滴定管、锥形瓶

三、实验准备

1. 三氯化铁试液：取三氯化铁 9g，加水使溶解成 100ml，即得。
2. 稀盐酸：取浓盐酸 234ml，加水稀释至 1000ml，即得（9.5%-10.5%）
3. 盐酸滴定液（0.1mol/l）：取盐酸 9ml，加水适量使成 1000ml，摇匀，即得。
4. 甲基橙指示剂：取甲基橙 0.1g，加水 100ml 溶解，即得。

四、实验内容

（一）鉴别（苯甲酸盐的一般鉴别反应）

1. 与三氯化铁反应

实验原理：苯甲酸盐分子结构中没有酚羟基，但苯甲酸的碱性水溶液或中性溶液可与三氯化铁试液反应，生成碱式苯甲酸铁盐的赭色沉淀。

实验方法：取本品约 0.5g，加水 10ml 溶解后，滴加三氯化铁试液，即生成赭色沉淀，再加稀盐酸，变为白色沉淀。

2. 分解产物的反应

实验原理：苯甲酸盐加热分解，生成苯甲酸升华物。

实验方法：用干燥试管取本品约 0.5g，加浓硫酸，加热，不炭化，但析出苯甲酸，并在试管内壁凝结成白色升华物。

（二）含量测定——双相滴定法

1. 实验原理：苯甲酸钠为芳酸碱金属盐，其水溶液呈碱性，但其碱性比较弱，若直接用盐酸滴定液滴定，则滴定过程中析出的游离苯甲酸不溶于水，且会使滴定终点的 PH 突跃不明显，影响滴定终点的正确判断。因此，采用双相滴定法测

定含量,在水相中加入与水不相混溶的有机溶剂乙醚,置于分液漏斗中进行滴定,则滴定过程产生的苯甲酸不断萃取入乙醚层中,减少苯甲酸在水中的浓度,使滴定反应进行完全,终点清晰。

2. 实验方法:取本品约 0.3g,精密称定,置分液漏斗中,加水 15ml、乙醚 30ml 与甲基橙指示液 2 滴,用盐酸滴定液 (0.1mol/l) 滴定,随滴随振摇,至水层显橙红色;分取水层,置具塞锥形瓶中,乙醚层用水 5ml 洗涤,洗液并入锥形瓶中,加乙醚 20ml,继续用盐酸滴定液 (0.1mol/l) 滴定,随滴随振摇,至水层显持续的橙红色。每 1ml 盐酸滴定液 (0.1mol/l) 相当于 14.41mgC₇H₅NaO₂。要求平行滴定两次,每次滴定达到终点时需报告老师。

中国药典 (2005) 规定,本品按干燥品计算,含苯甲酸钠不得少于 99.0%

五、注意事项

1、滴定前,要检查分液漏斗的气密性。

2、操作中应充分用水洗涤醚层,滴定时应充分振摇,以使可能存在于乙醚中的苯甲酸钠尽量溶于水后并入水层,从而保证结果的准确性,当水层显持续的橙红色时才是终点,因为若生成的苯甲酸未及时进入醚层,也会导致水层显短暂的橙红色。

3、振摇时,注意要不时打开分液漏斗上口塞子放气,以免由于乙醚挥发冲开塞子,导致结果偏低。

4、滴定中,若有少量苯甲酸钠溶于乙醚也会导致结果偏差,为防止这一误差,可在近终点时用适量的水再次洗涤乙醚提取液,并将所得水提取液并入原水相继续滴定至终点。

六、计算

本品为原料药,其含量测定计算公式为:
$$\text{含量}\% = \frac{F \cdot T \cdot V}{W} \times 100\%$$

七、思考题

1. 苯甲酸钠的三氯化铁反应鉴别与阿司匹林的三氯化铁反应鉴别有何不同?
2. 苯甲酸钠的含量测定为何不直接进行滴定,而采用双相滴定法? 乙醚的作用是什么?

实验四 硫酸阿托品注射液的鉴别与含量测定

(酸性染料比色法)

一、实验目的

- 1.掌握托烷生物碱类的一般鉴别反应的实验原理。
- 2.掌握酸性染料比色法的基本原理和操作方法。
- 3.掌握注射液含量测定的步骤和计算方法。
- 4.了解管制药品的实验注意事项。

二、主要仪器与试药

硫酸阿托品注射液、发烟硝酸、乙醇、固体氢氧化钾、硫酸阿托品对照品、溴甲酚绿、氯仿、无水硫酸钠

电热套、试管夹、容量瓶(10ml)、长滴管、分液漏斗(3个)、铁圈(3个)、比色管(3支)、2ml吸量管、可见分光光度计

三、实验准备

1. 溴甲酚绿溶液：取溴甲酚绿 50mg 与邻苯二甲酸氢钾 1.021g，加 0.2mol/L NaOH 液 6ml 使溶解。再加水稀释至 100ml。

2. 硫酸阿托品对照品溶液：精密称取在 120℃干燥至恒重的硫酸阿托品对照品 25mg，置 25ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。精密量取 5.0ml，置 100ml 量瓶中，加水稀释至刻度，即得（每 1ml 中含硫酸阿托品 50μg）。

四、实验内容

(一) 鉴别(托烷生物碱的一般鉴别试验)

1. 实验原理：阿托品为酯型生物碱，水解后可生成莨菪酸，莨菪酸在加热条件下与发烟硝酸反应转变为三硝基衍生物，再与氢氧化钾醇溶液和固体氢氧化钾作用，转化为醌型产物，呈深紫色。
2. 实验方法：取本品适量（约相当于硫酸阿托品 5mg），置水浴上蒸干，残渣加发烟硝酸 5 滴，置水浴上蒸干，得黄色的残渣，放冷，加乙醇 2-3 滴湿润，加固体氢氧化钾一小粒，即显深紫色。

(二) 含量测定——酸性染料比色法

实验原理：在适当介质中，生物碱类药物(B)可与氢离子结合成阳离子(BH⁺)，

一些酸性染料如溴甲酚绿等可解离成阴离子 (In^-), 上述阳离子与阴离子定量结合成的有机络合物 (BH^+In^-), 即为离子对。用有机溶剂提取该离子对, 在一定波长处测定其吸收度, 即可计算出生物碱药物的含量。

实验方法:

1. 供试品溶液的制备

精密取本品适量 (约相当于硫酸阿托品 0.5mg), 置 10ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2. 离子对提取

精密取对照品溶液、供试品溶液以及水各 2.0ml, 分别置分液漏斗中, 各加溴钾酚绿溶液 2.0ml, 摇匀。分别精密加氯仿 10ml, 振摇提取 2min 后, 静置分层, 氯仿液再用无水硫酸钠脱水后, 待测。

3. 比色测定

将氯仿液移置 1cm 吸收池中, 以水 2ml 按同法操作所得的氯仿液作为空白, 在 420nm 波长处分别测定吸收度。计算, 并将结果与 1.027 相乘, 即得供试品中含 $(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2\text{H}_2\text{SO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ 的重量。

中国药典 (2005) 规定, 本品为硫酸阿托品的灭菌水溶液, 含硫酸阿托品 **【 $(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2\text{H}_2\text{SO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ 】**: 应为标示量的 90.0%~110.0%。

五、注意事项

1. 硫酸阿托品系管制药品, 实验需要多少取用多少。实验完毕, 空瓶和剩余硫酸阿托品一律交于带教老师, 绝对禁止带出实验室。

2. 硫酸阿托品在 pH 3.6 时, 与溴钾酚绿定量地结合成有色络合物 (离子对), 可被氯仿定量提取, 并在 420nm 处呈最大吸收。

3. 本实验所有溶液和试剂都应准确吸取, 应遵循平行的原则。

4. 振摇要充分。放置氯仿层澄清后才能分取。分取氯仿层时, 最初分得的液体 1~2ml 应弃去, 测定用的氯仿液必须澄清且不应掺有水珠。

5. 实验所用分液漏斗必须事先检漏, 使用前应洗涤、干燥, 活塞处应涂好凡士林。

六、计算

本品为注射剂, 其标示量百分含量计算公式为:

$$\begin{aligned} \text{标示量}\% &= \frac{\text{每ml含量}}{\text{标示量}} \times 100\% \\ &= \frac{A_{\text{供}} \times C_{\text{对}} \times \text{稀释倍数}}{A_{\text{对}}} \times \frac{1}{\text{标示量}} \times 1.027 \times 100\% \end{aligned}$$

七、思考题

1. 酸性染料比色法测定生物碱类药物的基本原理是什么？影响测定的主要因素有哪些？
2. 所加试剂为何要精密量取？
3. 含量测定时为什么氯仿液用无水硫酸钠处理后再进才测定？

实验五 双波长分光光度法测定复方制剂含量

一、实验目的

- 1、掌握双波长分光光度法消除干扰的原理和波长选择原则。
- 2、掌握紫外-标准对照法测定药物含量及计算方法。
- 3、熟悉紫外分光光度仪的构造和使用操作。

二、主要仪器与试剂

复方磺胺甲噁唑片、乙醇、氢氧化钠、磺胺甲噁唑对照品、甲氧苄啶对照品、电子天平、研钵、容量瓶（3个50ml、1个100ml）、大滤纸、1ml吸量管、紫外-可见分光光度仪、石英比色皿

三、实验准备

1. 0.4% NaOH溶液
2. 对照液（1）：取105℃干燥至恒重的磺胺甲噁唑对照品50mg，置于100mL量瓶中，加乙醇溶解，并稀释至刻度，摇匀，即为对照品溶液（1）。
3. 对照液（2）：取甲氧苄啶对照品10mg，置于100mL量瓶中，加乙醇溶解，并稀释至刻度，摇匀，即为对照品溶液（2）。

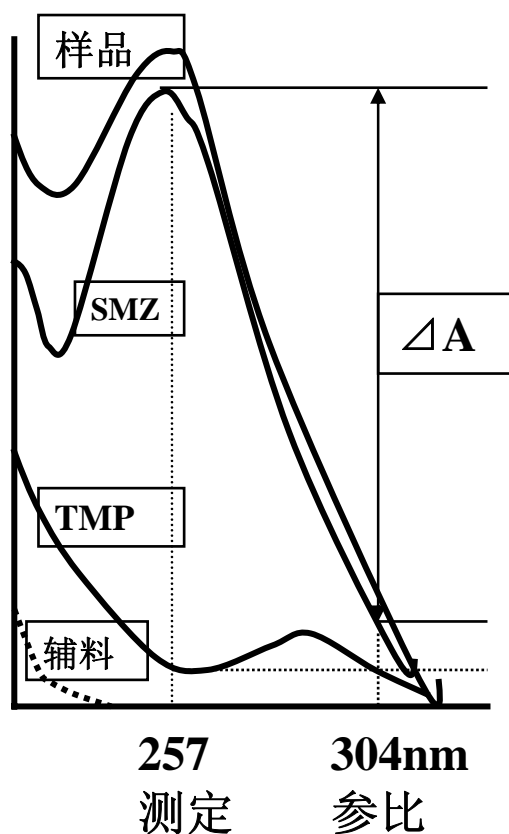
四、实验原理

复方磺胺甲噁唑片系由磺胺甲噁唑SMZ和甲氧苄啶TMP组成的复方制剂。两者在紫外区有较强的吸收（见下图），利用两者吸收波长的差异，采用双波长分光光度法测定含量。以待测物的最大吸收波长为待测波长 $\lambda_{测}$ ，干扰物与 $\lambda_{测}$ 吸光度相同的波长为参比波长 $\lambda_{参}$ ，因此，干扰物在 $\lambda_{测}$ 和 $\lambda_{参}$ 两个波长处的吸光度相等，待测药物在 $\lambda_{测}$ 和 $\lambda_{参}$ 两个波长处的吸光度不等，从而计算 $\Delta A_{样} = A_{\lambda_{测}} - A_{\lambda_{参}} = (A_{样} + A_{杂})_{\lambda_{测}} - (A_{样} + A_{杂})_{\lambda_{参}} = (A_{样})_{\lambda_{测}} - (A_{样})_{\lambda_{参}} = (E_{测} - E_{参})lC_{样}$ ，即 $\Delta A \sim C$ 成正比，只与待测组分的浓度有关，而与干扰组分无关，由此计算含量。

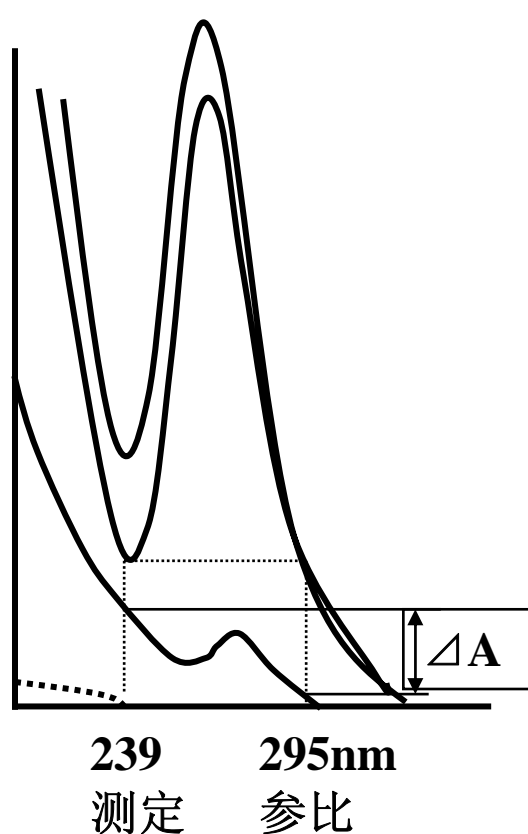
从下图可以看出，在0.4%氢氧化钠溶液中，磺胺甲噁唑在257nm处有最大吸收，而甲氧苄啶在257nm处与304nm处有等吸收点，故可采用双波长法以257nm为测定波长，304nm为参比波长，测定磺胺甲噁唑在该两波长处的 ΔA

（ $\Delta A = A_{257nm} - A_{304nm}$ ）值， ΔA 与 C_{SMZ} 有线性关系，可以用对照法来计算含量。

SMZ测定的紫外光谱



TMP测定的紫外光谱



五、实验内容

1、供试液配制：取本品3片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于磺胺甲噁唑50mg），置100mL量瓶中，加乙醇适量，振摇15min使磺胺甲噁唑溶解，加乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液1mL，置一50mL量瓶中，加0.4%氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试液。

2、含量测定：精密量取对照品溶液（1）、（2）各1mL，分置50mL量瓶中，各加0.4%氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀，待测。照分光光度法，取对照品溶液（2）的稀释液，以304nm为参比波长 λ_1 ，在257nm波长为测定波长（ λ_2 ），要求 $\Delta A = A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1} = 0$ 。再在 λ_2 和 λ_1 波长处分别测定供试品溶液的稀释液与对照品溶液（1）的稀释液的吸收度，求出各自的吸收度差值（ ΔA ），计算，即得。

六、注意事项

1. 石英比色皿的正确使用和吸收度校正。
2. 吸收度读数3次，取平均值计算含量，以消除仪器偶然误差带来的影响。
3. 溶解片粉时应充分振摇，以避免由于药品未全部溶解导致的误差。

七、计算

对照品比较法： 分别配制供试品溶液和对照品溶液，对照品溶液中所含被测成分的量应为供试品溶液中被测成分标示量的 $100\% \pm 10\%$ ，所用溶剂也应完全一致，在规定的波长下测定供试品溶液和对照品溶液的吸收度。

$$\text{含量} = \frac{\Delta A_x \times C_r}{\Delta A_r} \times \frac{\text{平均片重}}{W} (\text{g/片})$$

式中， ΔA_x 和 ΔA_r 分别为供试液和对照液（1）的吸收度差值， C_r 为SMZ对照品的称样量， W 为片粉的称样量。由于供试液和对照液是在完全平等的条件下测定的，所以稀释倍数可以不考虑。

八、思考题

1. 双波长分光光度法测定复方制剂含量的波长选择原则是什么？
2. 如果要测定复方磺胺甲噁唑片中甲氧苄啶TMP的含量，测定波长和参比波长分别是多少？如何测定？

实验六 维生素B₁₂注射液检验 (吸收系数法和标准曲线法)

一、实验目的

- 1、掌握维生素B₁₂注射液的紫外分光光度法鉴别及含量测定
- 2、掌握吸收系数法定量测定的计算公式。

二、主要仪器与试药

维生素B₁₂注射液、维生素B₁₂对照品

紫外-可见分光光度仪、石英比色皿、10ml容量瓶（4个）、25ml容量瓶（1个）、5ml 吸量管（1支）

三、实验准备

1. 0.1mg/ml维生素B₁₂贮备液：精密称取干燥至恒重的维生素B₁₂10mg，置 100ml 量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

四、实验内容

实验原理：维生素B₁₂分子结构中有共轭体系，具有紫外吸收，故可采用紫外分光光度法鉴别和测定含量。

实验方法：精密量取本品适量，加水稀释至维生素B₁₂浓度约为 25 μg/mL，作为供试液，照分光光度法，在 278nm，361nm，550nm处测定吸光度。

1. 鉴别：规定A₃₆₁/A₂₇₈ 应为 1.70-1.88， A₃₆₁/A₅₅₀应为 3.15-3.45 。

2. 含量测定

吸收系数法：利用上述 361nm处测定得到的吸收度，按其吸收系数E^{1%}_{1cm}=207 计算含量及标示量百分含量。

标准曲线法：精密量取 1.0、2.0、3.0、4.0ml 0.1mg/ml维生素B₁₂贮备液，分别置于 10ml量瓶中，用水稀释至刻度。以溶剂为空白，在 361nm处分别测定吸收度（A）。以浓度C为横坐标，以吸收度A为纵坐标绘制标准曲线。将样品在 361nm处测定得到的吸收度代入线性回归方程，计算，即得。

五、计算公式

本品为注射剂，采用紫外吸收系数法测定含量，其计算公式为：

$$\text{标示量}\% = \frac{C_{\text{实测}}}{C_{\text{标示量}}} = \frac{\frac{A}{E \times 100} \times \text{稀释倍数}}{C_{\text{标示量}}} \times 100\%$$

按标准曲线法定量计算：

$$\text{标示量}\% = \frac{C_{\text{实测}}}{C_{\text{标示量}}} = \frac{C_{\text{供}} \times \text{稀释倍数}}{C_{\text{标示量}}} \times 100\%$$

($C_{\text{供}}$ 由 $A_{\text{供}}$ 代入线性回归方程求得)

中国药典规定，维生素 B_{12} 应为标示量的 **90%-110%**。

六、思考题

1. 如果取注射液水 2ml稀释 30 倍，在 361nm处测定A值为 0.698，试计算注射液每 1ml含 B_{12} 多少？如果每 1ml标示量为 1mg，则计算标示量%
2. 维生素 B 原料药和维生素 B 注射液所用的含量测定方法有何不同？
3. 吸收系数法与标准曲线法的区别？

实验七 地西洋注射液的含量测定 [高效液相色谱法]

一、实验目的

掌握高效液相色谱外标法测定药物的基本原理、操作及注意事项。

二、主要仪器和试剂

甲醇、萘、地西洋注射液（2ml:10mg）、地西洋对照品、乙腈、异丙醇、

Agilent 1100 - HPLC 色谱仪、紫外检测器、C8 柱、超声波振荡器、0.45 微孔滤膜、微量进样器（50 μ l）、10ml 容量瓶（4 个）、1ml 吸量管（3 支）

三、实验准备

1. 1mg/ml 地西洋溶液：取地西洋对照品约 25mg，精密称定，置 25ml 容量瓶中，加甲醇溶解稀释至刻度，摇匀。
2. 2mg/ml 萘溶液：精密称取萘 50mg，置 25ml 容量瓶中，加甲醇溶解稀释至刻度，摇匀，即得 2mg/ml 萘溶液。
3. 乙腈-水（70：30）

三、实验方法

（一） 色谱条件

色谱柱：C8 柱

流动相：乙腈—水（70:30）

柱温：室温，流速：1.0ml/min，检测波长：254nm

（二）对照品溶液的制备

1. 对照液（1）：精密量取 1mg/ml 地西洋溶液 1ml，用甲醇稀释至 10ml，作为外标法用对照液（1）。
2. 对照液（2）：精密量取 1mg/ml 地西洋溶液和 2mg/ml 萘溶液各 1ml，同法稀释至 10ml，作为内标法用对照液（2）。

（三）供试液的制备

取本品适量（相当于地西洋 1mg），两份，分置 10ml 容量瓶中，一份加甲醇定容至刻度，作为供试液（1）；另一份加入萘溶液 1ml，再加甲醇定容至刻度，作为供试液（2）。

(四) 测定法

取对照液(1)供试液(1)各20 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图,得峰面积,按外标法定量计算;另取对照液(2)供试液(2)各20 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图,得峰面积,按内标法定量计算;比较外标法与内标法定量测定的结果。

四、注意事项

1. 高效液相色谱法的流动相在不同的仪器上使用时得到的色谱图略有差异。因此上述方法规定的流动相可能需要调整。

2. 超声波提取过程中时常有发热现象,因此,宜加入少许冰块。

3. 对于色谱手动进样系统,应注意六通阀的进样原理,为保证定量的准确,进样量应为定量环体积的2~3倍。

4. HPLC测定中流动相使用前必须经过滤膜过滤和超声脱气。

5. HPLC测定完毕后,必须用水冲洗系统30分钟以上,然后再用甲醇冲洗。更换流动相时必须先停泵,待压力降至零时,将滤头提出液面,置另一流动相溶液中。

五、计算

1、外标法定量: 含量(C_X) = (A_X / A_R) × C_R

式中A_R为对照品的峰面积值; C_R为对照品的浓度;

A_X为供试样品的峰面积值

2、内标法定量: 校正因子f = (A_S / C_S) / (A_R / C_R)

含量(C_X) = f × A_X / (A_S' / C_S)

式中A_R为对照品的峰面积值; C_R为对照品的浓度;

A_S为加对照品中加入内标物的峰面积值; C_S为加入内标物的浓度;

A_X为供试样品(2)的峰面积值; A_S'为测试样品时加入的内标物的峰面积值。

3、 标示量% = $\frac{\text{每ml含量}}{\text{标示量}} \times 100\%$

= C_x × 稀释倍数 × $\frac{1}{\text{标示量}} \times 100\%$

药典规定,地西洋注射液中地西洋含量应为标示量的**90%-110%**。

六、思考题

1. HPLC 中常用的定量方法有几种？外标一点法有何缺点？
2. HPLC 实验中气泡有哪些影响？如何排除？
3. 色谱系统适用性实验包括哪几项？

附录一、分析天平的使用与维护

分析天平是定量分析工作的最常用的仪器之一，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方法和必要的日常维护，以保证仪器的精度和分析结果的准确性。

（一）称量规则

1、称量前的检查与校正

（1）打开天平罩，检查天平是否处于休止状态，横梁、吊耳等位置是否正常，天平是否水平，天平盘的清洁情况，如有灰尘可用软毛刷轻扫干净。

（2）检查专用砝码、圈码的数目是否完整，位置是否正常。圈码读数盘是否指零。察看天平上标明的最大载重量，称量时切勿超过最大载重量。

（3）接通电源，检查和调整天平的零点。天平的零点常会有变动，每次称量前必须进行校正，待称量完毕时核对天平零点有无变动。

（4）天平箱内的各部件尽可能不要用手直接接触，如需调节平衡螺丝等操作时，应戴上干净的手套。

2、称量 零点校正后，关闭天平升降枢纽，将被称物置于台秤上粗称后，轻轻移开天平左边的门，将物品置于秤盘内，关上左边天平门，打开天平右边门，将相应重量的砝码置称盘内。缓缓开启升降枢纽，观察指针摆动的方向，判断砝码增减，关闭升降枢纽，加减砝码或圈码，再开启升降枢纽，观察指针摆动的方向，如此反复操作，待天平摆动缓慢趋于平衡时，关闭天平右边门，开启升降枢纽，准确读数，记录重量。

3、称量后校正与检查

（1）轻关升降枢纽。

（2）取下被称物和砝码，将圈码读数盘恢复为零。

（3）关好天平门。

（4）核对零点。

（5）切断电源。

（6）罩好天平罩。

（7）在“使用天平登记本”上登记。

4、注意：

(1) 取放被称物和加减砝码时，必须关好升降枢纽，否则会使横梁或吊耳移位甚至掉落，损坏刀口和刀承，开关升降枢纽动作要轻。

(2) 被称物不得直接放在天平盘上；

(3) 称量吸湿或挥发性物品时，必须严密盖好称量瓶盖，并尽快进行称量操作；

(4) 过冷或过热的物品不能在天平上称量；

(5) 被称物和砝码应放在盘的正中；

(6) 取放砝码必须使用镊子；

(7) 称量时不要使用前门，以防呼出的热气、水汽、二氧化碳和气流影响称量。读数时，一定要关上天平两侧的门。

(8) 进行同一项分析工作的所有称量必须使用同一架天平，同一套砝码，以减少误差。

(二) 称量方法

1、 直接称量法 打开天平左门，用干净的塑料薄膜或纸条套住被称器皿（或戴手套取放物品），将在台秤上粗称过的物品放在天平称盘中央，关左门。按“称量”项下方法称量。

2、 减重称量法 将适量试样装入称量瓶中，按直接称量法称得重量为 W_1 g，然后从天平盘上取下称量瓶，在接受物品的容器上方，取下称量瓶盖，将称量瓶倾斜，用瓶盖轻敲瓶口，使试样慢慢落入接受容器中，接近所需重量时，用瓶盖轻敲瓶口，使粘在瓶口的试样落下，同时将称量瓶慢慢直立，然后盖好瓶盖。再称取称量瓶重量为 W_2 g。两次重量之差（ $W_1 - W_2$ ），即为供试样品的重量。如此继续进行，可称取多份试样。

3、 固定重量称量法 先称空容器重量，在已有砝码的重量上再加上欲称试样重量的砝码，然后用药匙将试样慢慢加入容器中，直至天平达到平衡。

(三) 称量读数

砝码的最小重量为1g，1g以下使用圈码，圈码读数盘有两圈读数，外圈为小数点后第一位读数，从100mg至900mg，内圈为小数点后第二位读数，从10mg至90mg，10mg以下的重量由光幕标尺上直接读取，可准确读至0.1 mg。称量结果将砝码、圈码、光幕标尺的读数相加，即得被称物品的重量。重复称量或零点核实时，读数误差允许 ± 0.2 mg。 ，

（四）天平的维护保养

（1）经常保持天平内部清洁。称量完毕若有物品掉落在称盘或天平厢内，应用刷子轻轻扫干净。

（2）天平厢内应放置变色硅胶，并需勤更换，以保持天平厢内干燥。

（3）称取具有腐蚀性物体时，必须注意勿将物品洒落在称盘或天平厢内，以免腐蚀天平。

（4）开关天平门、升降枢纽和取放物品与砝码时动作必须轻缓，勿使天平震动或移动位置。

（5）移动天平位置后，应对天平的计量性能作一次全面检查。

（6）天平长期不用或要搬动时，必须将称盘、横梁等零件小心取下，放入专用的包装盒内，不得随意乱拆。

（7）天平应有专人保管，负责日常维护保养

附录二、容量仪器的洗涤与校正

（一）、容量分析仪器的洗涤

容量分析仪器使用前必须仔细洗净，洗净的仪器应内外壁不挂水珠。容量分析仪器的洗涤通常采用铬酸洗液*浸泡或用合成洗涤剂洗涤，再用自来水冲洗干净，然后用蒸馏水荡洗三次。也可根据具体情况用针对性的洗涤液清洗，例仪器内壁有残留的二氧化锰时，可用盐酸溶液或过氧化氢加酸溶液进行清洗。

*铬酸洗液的配制：称取研细的重铬酸钾20g，置烧杯内，加水40mL，加热使溶解，冷却后徐徐注入350 mL硫酸中，置玻璃瓶中贮存。使用时首先用自来水冲洗器皿，除去残留有机物，沥干水分，倒入少量铬酸洗液，转动器皿，使器皿内壁被洗液充分接触，根据器皿污染的程度，也可采用温热的洗液浸泡一定时间，然后将洗液倒回洗液瓶内，供下一次继续使用，如果洗液变绿或有大量沉淀析出，表明该洗液已失效。铬酸洗液应避免与有机溶剂接触，以免铬酸还原失效，同时应注意尽量除净待洗器皿的水分，以免洗液遇水析出沉淀而失效。

（二）、容量分析仪器的校正

滴定分析仪器的容积并不一定与它所标示的值完全一致，就是说，刻度不一定十分准确。因此在实验工作前，尤其对于准确度要求较高的实验，必须予以校正。

1. 滴定管的校正 将蒸馏水装入已洗净的滴定管中，调节水的弯月面至刻度零处，记录水温。然后按照滴定速度放出一定体积的水到已称重的小锥形瓶中，再称重，两次重量之差，即为水重。用同样的方法称量滴定管其他刻度段体积的水重，用实验温度时1毫升水的重量来除每次得到的水重，即可得到相当于滴定管各部分容积的实际体积（mL）。

按国家计量局规定，常量滴定管分五段进行校正。

2. 移液管的校正 将移液管洗净，吸取蒸馏水至标线以上，调节水的弯月面至标线，将水放入已称量的锥形瓶中，再称重。两次重量之差为量出水的重量。用该实验温度时每毫升水的重量除水重，即得移液管的真实体积。

3. 容量瓶的校正 将洗净的量瓶倒置，使之自然干燥，称空瓶重。注入蒸馏水至标线，注意瓶颈内壁标线以上不能挂有水滴，再称重。两次重量之差即为瓶中的水重。用该实验温度时每毫升水的重量，除水重，即得该量瓶的真实体积。

附录三、一些特殊用水的制法

- 1、重蒸馏水——即二次蒸馏水，最好在2L蒸馏水中加0.5g铬酸钾和0.2g高锰酸钾后再重蒸馏。
- 2、无氨水——每升蒸馏水中加2mL浓硫酸后再重蒸馏。
- 3、无二氧化碳蒸馏水——煮沸蒸馏水，直至水的体积为原体积的1/4或1/5时即得。
- 4、无有机物的蒸馏水——加少量高锰酸钾的碱性溶液后重蒸馏。
- 5、无酚、无碘蒸馏水——每升蒸馏水中加1g氢氧化钠重蒸馏。