

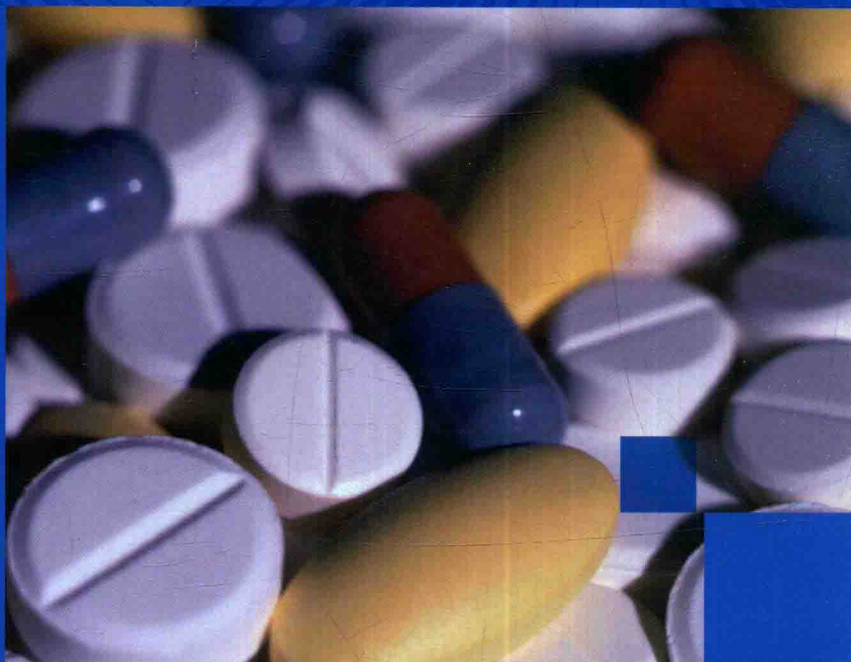
国家骨干院校建设成果

# 药 物 质 量 检 测

主 编：赵 斌  
副主编：丁 峰 刘 敬

YAOWU ZHILIANG  
JIANCE

生 物 制 药 技 术 丛 书



高等教育出版社  
Higher Education Press

7. 11  
51

国家骨干院校建设成果  
生物制药技术丛书

# 药物质量检测

主 编：赵 斌

副主编：丁 峰 刘 敬

编写人员（按姓氏笔画排序）：

丁 峰（湖南化工职业技术学院）  
王志军（广东三才医药集团有限公司）  
王建国（中山火炬职业技术学院）  
王乾蕾（中山市药品检验所）  
刘 浩（广东食品药品职业学院）  
刘 敬（中山火炬职业技术学院）  
李 荣（岭南职业技术学院）  
李晓璐（中山火炬职业技术学院）  
张 娜（中山火炬职业技术学院）  
武 彪（深圳市国源药业有限公司）  
周 立（贵阳职业技术学院）  
赵 斌（中山火炬职业技术学院）

图书在版编目 (CIP) 数据

药物质量检测. 赵斌主编. —广州: 广东高等教育出版社, 2015. 2  
(生物制药技术丛书)

ISBN 978 - 7 - 5361 - 5283 - 0

I. ①药… II. ①赵… III. ①药物 - 质量检验 IV. ①R927. 11

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 310741 号

出版发行	广东高等教育出版社
	地址: 广州市天河区林和西横路
	邮政编码: 510500 电话: (020) 87554152 87551163
	<a href="http://www.gdgjs.com.cn">http://www.gdgjs.com.cn</a>
印 刷	佛山市浩文彩色印刷有限公司
开 本	787 毫米 × 1 092 毫米 1/16
印 张	13.5
字 数	320 千
版 次	2015 年 2 月第 1 版
印 次	2015 年 2 月第 1 次印刷
定 价	30.00 元

(版权所有 翻印必究)

# 总序

课程，始终是教育最基本、最关键、最重要的部分。离开课程，教育将一事无成。可以说，课程是实现教育架构，使教育者将自身教育理念、教学目标与教学实施连接起来的桥梁，是教育最核心的要素。

与普通教育不同，职业教育至少有两个学习地点：企业和学校。这意味着，职业教育既要关注行业、企业的需求，凸显其职业性；又要关注学校、学生的需求，凸显其教育性。因此，职业教育作为一种跨界的教育，要集成职业性与教育性这两个目标，就必然要有凸显自身规律的课程开发——跨界的课程开发的方法、途径。

一般来说，课程开发要解决两个问题：一是课程内容如何选择，二是课程内容如何排序。在这里，所谓课程内容的排序，指的是课程内容的结构化问题。例如知识，只有在结构化的情况下才能传递。从某种意义上讲，课程内容的排序甚至比课程内容的选择更具决定性的作用。但是，长期以来，我们的教育却一直没有跳出基于知识存储的课程排序，亦即学科知识结构的藩篱，从而导致学习知识旨在应用知识这一根本目标的丧失——不会应用知识何以创新知识！

近年来，借鉴世界各国职业教育改革的成功经验，特别是德国“双元制”职业教育课程开发的丰硕成果，我国在职业教育课程开发领域也进行了可喜的探索。工作过程系统化课程，这一基于知识应用结构且重在人的可持续发展的课程范式的出现，就是这一积极、有益探索的主要标志。而伴随着国家骨干高等职业院校和中等职业学校的建设进程，职业教育已在百花齐放的改革尝试中，逐步完成从单纯的“围城”式的学校教育向校企合作、工学结合的跨界合作转变。且适应这一转变的工作过程系统化课程，也在改革与实践逐渐被认可、接受，并在实施中取得了许多成果。

中山火炬职业技术学院，正是在建设国家骨干高职院校过程中，紧紧抓住课程这个核心环节，开展了近三年的“深海探珠”教师下企业活动，深入

探求各职业岗位（群）对人才职业技能的要求，掌握和了解了大量职业岗位人才能力要求的第一手珍贵资料，并结合现代教育理念和教学理论开发课程。在这一卓有成效的改革中，学院对长期以来只是基于存储知识的学科体系课程进行反思，从应用知识的角度，将“高、新、特、精”的办学理念与课程开发结合，以工作过程系统化课程开发为主线，与企业一起共同开发、建设了一批在实践应用的过程中掌握专业知识的精品课程和教材。

“中山火炬职业技术学院国家骨干院校建设成果”是以职业分析和工作分析为前提，以培养与工作紧密相关的综合职业能力的课程观为指导，按照工作过程系统化课程范式开发的一系列教材和专著，是该院教师与企业技术人员合作的成果，在教育教学的理论创新和实践创新方面，都有所突破。其主要特点在于：一是课程结构以工作过程为导向，内容以完成工作任务为目标，而工作任务的设置则来自职业工作岗位（群）的能力要求，更多地关注了知识来源的应用性；二是教学目标参照了相关行业当前的技术规范和职业资格标准，增加了相关职业的具体资料和参数，以及工作内容的规范要求，更多地关注了知识内涵的实时性；三是教学实施强调“教、学、做”一体化的教学模式，以工作任务的目标完成度或达成度进行教学考核，更多地关注了知识考核的实用性；四是教材编写的承载方式有所突破，增加了直观的图形、案例，图文并茂，提高了教材的可读性，更多地关注了知识掌握的有效性。

总之，这套教材是该院教师走出校门、深入企业、实现职业教育课程开发跨界合作的集中展示，是职业教育产教融合、校企合作、工学结合的职业教育特色的整体呈现。

百尺竿头，要更进一步。在2014年开年之际，由衷祈盼中山火炬职业技术学院能有更多的收获，更多的成果，更多的欣喜！



2014年1月15日



# 前 言

基于工作过程导向的教材开发,已成为近年来高职教育教材编写的主要方向。教育部〔2006〕16号文中明确指出,高等职业院校要根据技术领域和职业岗位的任职要求,参照相关的职业资格标准,改革课程体系和教学内容,建立突出职业能力培养的课程标准,规范课程教学的基本要求,提高课程教学质量。本教材是中山火炬职业技术学院国家骨干院校建设系列成果之一,依据生物制药技术专业人才培养目标,以培养药物分析与检测综合职业能力为核心,以药品生产企业的药品检测岗位(QC岗位)任职需要为导向,以药物检验工职业标准为依据,校企紧密合作,本着“做中学才是真学,做中教才是真教”的“教、学、做一体化”的课程教授思路进行编写,以期能配合“药物质量检测”精品资源共享课程的教学改革和实践使用。

本教材在编写过程中广泛征求了专业教师及行业相关专家的意见,具有较强的岗位技能性和实用性,旨在使学生树立较强的药品质量观念,掌握药物质量检测的基本理论和实践操作技能,为将来从事药物检测工作奠定基础。全书分为两篇,上篇讲述了药物质量检测必备的基础知识,下篇介绍药物质量检测的具体操作技术,共设有6个学习情境,29个检测任务,分别包括药物检测前准备、药物的真伪鉴别、药物的杂质检查、药物不同剂型的检查、药物的含量测定及药物综合检测。为配合教师实施开放式的“教、学、做一体化”教学,本教材在每个检测任务的编写中,分成了任务下达、任务准备、检验与记录、任务考核和任务拓展等部分。前面部分围绕检验工作任务的实施、检验结果及检验过程分析、检验原理等知识来组织,即从具体的检验任务出发,确定相应的知识与技能目标;围绕检验任务,学习相关检验操作,增强感性认识;结合检验操作过程中的现象与结果,详细分析检验过程与原理,从而帮助学生消化理论知识。后面部分围绕教学评价、技能拓展来组织,即选取同类知识与技能进行拓展,使学生触类旁通,举一反三,高效地掌握药物质量检测的知识与技能。

本教材由赵斌负责编写上编,并对全书进行统稿、修改;刘敬、王乾蕾编写学习情境一;王建国、刘浩编写学习情境二;张娜、武彪编写学习情境三;丁峰编写学习情境四;李荣、王志军编写学习情境五;李晓璐、周立编写学习情境六。在此对各位老师的辛勤付出表示衷心的感谢。

本教材适合于高职高专院校药学类相关专业（如生物制药技术、药物制剂技术、化学制药技术、药品质量检测技术等）作为药物质量检测技术教材使用，也可供药品企业对从业人员进行工作规范和药物检验技能培训用书以及药品检验人员的自学用书。

限于编者水平和能力，书中难免有纰漏和不足之处，恳请广大师生和同行批评指正。

编者  
2014年12月

## 目 录

上篇 药物质量检测基本知识 .....	( 1 )
下篇 药物质量检测 .....	( 16 )
学习情境一 药物检测前准备 .....	( 16 )
知识贮备 .....	( 16 )
任务一 查阅与使用《中国药典》(2010年版) .....	( 18 )
任务二 正确使用电子分析天平 .....	( 22 )
任务三 洗涤及校正量瓶 .....	( 27 )
任务四 盐酸滴定液(0.1 mol/L)的标定 .....	( 31 )
学习情境二 药物的真伪鉴别 .....	( 37 )
知识贮备 .....	( 37 )
任务一 藿香正气口服液的相对密度测定 .....	( 38 )
任务二 甲硝唑的熔点测定 .....	( 43 )
任务三 蔗糖的比旋度测定 .....	( 48 )
任务四 甲硝唑的紫外光谱鉴别 .....	( 53 )
任务五 异烟肼的红外光谱鉴别 .....	( 58 )
任务六 复方丹参片中丹参与冰片的薄层色谱鉴别 .....	( 63 )
学习情境三 药物的杂质检查 .....	( 69 )
知识贮备 .....	( 69 )
任务一 氯化钠中硫酸盐、重金属的检查 .....	( 71 )
任务二 维生素C溶液的澄清度与颜色检查 .....	( 78 )
任务三 阿司匹林中易炭化物和炽灼残渣的检查 .....	( 83 )
任务四 肾上腺素中酮体的检查 .....	( 89 )
任务五 甲硝唑中有关物质的检查 .....	( 94 )
学习情境四 药物不同剂型的检查 .....	( 101 )
知识贮备 .....	( 101 )
任务一 利福平胶囊溶出度及装量差异的检查 .....	( 103 )
任务二 三黄片崩解时限的检查 .....	( 110 )
任务三 奋乃静片含量均匀度的检查 .....	( 115 )



任务四 维生素 B <sub>1</sub> 注射液中可见异物的检查 .....	(121)
学习情境五 药物的含量测定 .....	(125)
知识贮备 .....	(125)
任务一 盐酸左旋咪唑肠溶片的含量测定——非水溶液滴定法 .....	(130)
任务二 盐酸普鲁卡因胺注射液的含量测定——永停滴定法 .....	(136)
任务三 维生素 B <sub>1</sub> 片的含量测定——紫外-可见分光光度法 .....	(142)
任务四 甲硝唑片的含量测定——高效液相色谱法 .....	(147)
任务五 双黄连口服液中药芩的含量测定——高效液相色谱法 .....	(153)
任务六 冠心苏合丸中冰片的含量测定——气相色谱法 .....	(159)
学习情境六 药物综合检测 .....	(167)
任务一 葡萄糖的质量检测 .....	(167)
任务二 丹参的质量检测 .....	(178)
任务三 对乙酰氨基酚片的质量检测 .....	(189)
任务四 板蓝根颗粒的质量检测 .....	(198)
参考文献 .....	(206)

# 上篇

## 药物质量检测基本知识

### 学习目标

#### ◆学习目的

通过学习药物检测工作的基本程序、检验数据的处理、实验室管理与安全知识、检验原始记录及检验报告书的书写规定等内容，培养学生树立质量第一、质量为本的工作意识，并为本书后续各情境的学习以及完成各项药物检测任务准备工作打下基础。

#### ◆知识要求

1. 掌握药物质量检测概念及检验对象、检验数据的处理方法。
2. 熟悉药物检测工作的基本程序、检验原始记录及检验报告书的基本要求。
3. 了解取样的基本要求与取样数量规定，化验室的防火、防爆、安全用电和危险品管理等安全知识。

#### ◆能力要求

1. 能正确完成取样操作，并填写相关取样表格。
2. 能正确处理化验室的常见安全问题。
3. 能正确处理检验数据。

药物质量检测是指根据相应的药物质量标准，借助于化学、生物、仪器等检测手段，对药物进行鉴别、含量测定，以及对药物有效性、均一性、纯度与安全性进行检查，并将结果与规定的质量标准进行比较，判断被检测药物是否符合质量标准的一种技术活动。

药物质量检测的对象包括原辅料、中间产品、成品、制药用水、包装材料等，其中原辅料和成品的质量检测又被称为药品质量检测。

药品质量检测贯穿于药品研发、生产、经营、贮存和使用的全过程，是药品生产和经营、企业管理和质量保证体系的主要支柱，是保证药品质量的重要手段。由于药品本身的特殊性，药品质量检测成为鉴别药品真伪、优劣的唯一途径，负有保障人民用药安全有效的神圣职责。因此，作为药物质量检测工作人员，应树立起遵纪守法、爱岗敬业，质量为本、精益求精、有法必依、坚持原则等职业素质。

## 一、药物检测工作的基本程序

### (一) 取样

药品企业的质量管理部门在接到请验单后开始取样，请验单的式样见表0-1-1。取样是药物检测工作的第一步，是指从一批产品中，按取样规则抽取一定数量具有代表性的样品供检验用。取样时，应先检查品名、批号、数量、包装等情况，符合要求并与取样单信息一致后方可进行取样。所取样品应具有科学性、真实性和代表性，否则就失去了检验的意义。

表0-1-1 请验单

检品名称		生产单位	
批号		请验部门	
规格		请验者	
数量		请验日期	
检验项目			
备注			

取样方式应考虑到被取物品的特性，均匀物品可以在任意部位取样，非均匀物品一般按随机原则抽取。抽取的样品量一般不得少于检测用量的3倍量，对于原料药及其制剂，抽样数量可按以下公式进行计算：假设总包装件数为 $n$ 件（箱、袋、桶等），当 $n \leq 3$ 时，每件取样；当 $3 < n \leq 300$ 时，随机抽 $\sqrt{n} + 1$ 件取样；当 $n > 300$ 时，随机抽 $\frac{\sqrt{n}}{2} + 1$ 件取样。

抽取的原辅料除另有规定外，一般为等量混合后进行检验。制剂样品和包装材料抽样后，可不经混合再随机抽样检验。取样后必须填写取样记录，清洗取样用具，将取样容器和被取样包装封好并应贴上取样标签（证）。取样记录见表0-1-2，取样标签（证）见表0-1-3。

表0-1-2 取样记录

取样日期	样品名称	批号	样品编号	生产单位	总件数	取样件数	取样量	取样人	备注

表 0-1-3 取样标签 (证)

× × 制药公司	
取样证	
品名:	
批号:	
编号:	
取样人:	
取样日期:	

## (二) 确定质量标准或检测标准操作规程

进入药物检测工作之前, 必须根据检测目的与检测对象确定检测依据, 即确定药物质量标准或药物检测标准操作规程, 然后根据标准准备需要使用的仪器、试药以及配制检测用的各种试液。

## (三) 检验并记录

检验并记录是药物检测程序中的核心工作, 一般包括药物性状、鉴别、检查和含量测定等项目。所得到的检验数据要如实记录, 字迹应清晰, 色调一致, 不得任意涂改, 若写错时, 在错误的地方画上单线或双线, 在旁边改正重写, 并签名或盖章。在数据处理过程中, 要注意有效数字的使用及运算法则, 能用误差及标准偏差等概念准确地描述测定结果的准确度或精密度。检测原始记录一定要保证原始性、真实性、完整性和规范性, 并能有效地追溯检品的质量状况及检测情况。

## (四) 结果判定与撰写检验报告

将样品的检测结果同质量标准相比较, 确定是否符合质量标准, 进而对整批产品进行判定并做出结论, 填写检验报告书。全部检测项目须符合规定才可以判断该检品属于合格品, 在发送检验报告书的同时出具合格证, 否则出具不合格证。

在药品生产企业中对产品按检验过程实施状态管理。产品检验状态分待检、合格、不合格三种状态, 分别用黄、绿、红色标牌, 并加以必要标记, 存放在不同区域。产品等待检验, 置黄色标牌; 产品已结束检验并符合规定, 置绿色标牌; 产品已结束检验但不符合规定, 置红色标牌。

凡检验后的样品, 必须按批留样。留样应贴好标签, 写上品名、批号、日期, 并根据药品本身性质特点, 分别在不同贮存条件下保存。一般成品留样保存期限至药品失效期后 1 年, 未规定药品失效期的药品至少保存 3 年; 进厂原料和中间产品留样保存期限为 3 个月。

## 二、实验室管理与安全知识

制药企业的检验实验室一般分为理化实验室、分析仪器室和微生物检测室。实验室内有水、电、气，还有各类腐蚀性、毒性和易燃易爆的化学药品，使用各类仪器设备，稍有不慎即易引发安全事故。检验员必须熟悉并严格遵守实验室的安全操作规程，以避免事故发生。

### （一）实验室管理制度

本书重点介绍理化实验室的安全管理制度，要点如下：

- （1）进入实验室的人应按规定穿戴工作服和防护用品。
- （2）实验室内禁止饮食和吸烟，实验结束后应洗手。
- （3）实验室只允许摆放必需的试剂、试药。多余的化学试剂应储存在储存室内。
- （4）实验室内的化学试剂、试药，应分类摆放，贴好明显的标签。剧毒试剂应按要求双人双锁保管。易制毒的试剂应上锁管理。
- （5）使用试剂、试药时，应该仔细核对品名、规格、有效日期，以免出错。
- （6）严禁口尝试剂，严禁鼻子直接接近试药瓶口，以免发生事故。
- （7）开启易挥发的试剂瓶时，严禁瓶口对着自己或他人。必要时应静置或冷却后再打开。
- （8）使用有毒、有刺激性、易燃易爆的试剂、试药时，应在通风橱内进行，并且按规定戴好防护镜、口罩、乳胶手套等。
- （9）加热易挥发和易燃的试剂时，严禁用明火和电炉直接加热，应在水浴锅、油浴锅或者严密的电热板上缓慢进行。
- （10）实验过程中，实验人员不得擅自离开工作岗位，以免发生意外。
- （11）使用后的废液，应按规定倒入指定的废液桶内。废弃的毒性试剂、试药和试液应按规定处理，不得直接倒掉。
- （12）安全用电，如设备、仪器出现异常问题，应立即切断电源，并通知修理人员，不得擅自修理。
- （13）安全使用蒸气，以免发生烫伤。
- （14）安全使用高压气瓶，以免发生爆炸。
- （15）工作结束或者离开实验室，应保持室内清洁，检查并关闭室内的水、气和电源。

### （二）实验室安全知识

#### 1. 防火措施

- （1）易燃物质不宜大量存放于实验室中，应贮存在密闭容器内并放于阴凉处。
- （2）加热低沸点或中沸点等易燃液体，例如乙醚、二硫化碳、丙酮、苯、酒精等应

水浴加热，并时时察看检查，实验人员不得离开操作岗位；切不能用直火或油浴加热，因为低沸点或中沸点的蒸气是极易着火的。

(3) 在工作中使用或倾倒易燃物质时，注意要远离明火，并不得直接倒入下水道，以免引起燃爆事故。

(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) 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发着火，与水能起猛烈反应、着火，应贮存于煤油中。

(6) 定期检查电路是否安全。

(7) 实验室的所有工作人员应会使用灭火器。

## 2. 防爆措施

(1) 易发生爆炸的操作不得对着人进行。

(2) 防乙醚爆炸。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。

(3) 防无水过氯酸爆炸。无水过氯酸与还原剂和有机化合物（如纸、炭、木屑等）接触能引起爆炸，还能自发爆炸。常用的过氯酸水溶液，浓度为60%~70%，一般没有上述爆炸危险。

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

(5) 防抽滤或真空操作时抽滤瓶受压过大而炸碎。当抽滤或真空操作时，所用抽滤瓶的瓶壁要较厚，以免抽滤瓶受压过大而炸碎伤及身体。易发生爆炸的操作不得对着人进行，必要时，操作人员应戴面具或设置防护挡板。

(6) 防氢气、乙炔等气源爆炸。使用可燃性气体如氢气、乙炔等作为仪器气源时，气瓶及仪器管道的接头处不能漏气，以免漏出的气体与空气混合而发生爆炸。

## 3. 安全用电措施

(1) 应经常检查实验室内电线、电器设备有无损坏，绝缘是否良好。认真阅读仪器使用说明书，正确使用，切不可盲目接入电源，使用过程还要随时观察电器的运行情况。

(2) 用电设备的金属外壳要有牢固可靠的接地保护，使用带有接地线的三脚插头、插座。使用烘箱或高温电炉时，必须确认自动控温装置的可靠性，同时还应定期监测温度，防止因长期过热而引发火灾。

(3) 电线、保险丝、开关、灯头、插座及各类电器应使用取得许可生产并经国家检验合格的产品。如电器有破损、漏电、接头发热或绝缘损坏、带电外露等问题，应及时断电，请持有上岗证的电工检查和更换。

(4) 不要湿手湿脚触摸或搬动电气设备，更不要带电安装、移动、修理电气设备。

## 4. 常用化学试剂的安全使用

(1) 硫酸、盐酸、硝酸、冰醋酸和氢氟酸。硫酸、盐酸、硝酸、冰醋酸和氢氟酸等酸类物质皆有很强的腐蚀性，能烫伤皮肤，产生剧烈的疼痛，甚至导致皮肤发炎腐烂。



应特别注意勿使酸溅入眼中，否则，严重的能致眼睛失明。酸也能损坏衣物。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，使发炎或溃疡，因此在倾倒上述酸类物质时，应在毒气橱中进行，并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沿器壁渐渐倾注到水中，同时用玻璃棒不断搅拌，切不可把水倾注到浓硫酸中。被酸烫伤时可用大量水冲洗，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，再用5%苏打溶液洗拭，最后用甘油与氧化镁糊（2：1）的湿纱布包扎。

（2）氢氧化钠和氢氧化钾等碱类物质。氢氧化钠和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，使人流泪或患各种眼疾。被碱类物质烫伤时，应立即用大量水冲洗，然后用2%硼酸或醋酸溶液冲洗。

（3）浓过氧化氢。浓过氧化氢能引起烫伤，可用热水或硫代硫酸钠溶液敷治。

（4）苯酚。苯酚有腐蚀性，使皮肤呈白色烫伤，应立即将其除去，否则会引起皮肤局部糜烂，治愈极慢。被苯酚腐蚀，可用大量水冲洗，然后用乙醇（70%）与氯化铁（1 mol/L）（4：1）的混合液冲洗。

（5）溴。溴能严重刺激呼吸道、眼睛及烧伤皮肤。烧伤处用氨溶液（25%）、松节油与乙醇（95%）（1：1：10）的混合液处理。

（6）氰化钾、三氧化二砷、升汞、黄磷或白磷。氰化钾、三氧化二砷、升汞、黄磷或白磷皆有剧毒，应由专人专柜保管。切勿误入口中，使用后应洗手。

（7）苯、汞、乙醚、氯仿和二硫化碳。苯、汞、乙醚、氯仿和二硫化碳等试剂应贮存在密闭容器中，低温保存。人长期吸入其蒸气会引起慢性中毒。

### 三、药物检验数据的处理

在检验过程中，即使是很熟练的分析工作者，采用最完善的分析方法和最精密的仪器，对同一个样品在相同的条件下进行多次平行测量，其结果也不会完全一样。这充分说明所有测量结果都存在误差。测量的误差愈大，结果愈不可靠；误差愈小，结果的可靠性就愈大。很大的测量误差，会使结论毫无科学价值，甚至导致错误结论。因此，对测量结果一定要进行可靠性判断，并设法提高结果的可靠性。

#### （一）实验误差

##### 1. 误差的来源

（1）系统误差。系统误差是由于分析过程中某些固定的、经常性的原因所引起的误差，它具有单向性，其正负、大小具有一定的规律性，即在多次平行测定中系统误差会反复出现，使测定结果总是偏高或偏低，故又被称为可测误差。系统误差主要来源于以下几个方面：

①方法误差。由于检测方法本身不完善所造成的误差，如重量分析中，沉淀溶解损失或吸附某些杂质。

②器具、仪器和试剂误差。由于仪器未校准或仪器的精密度、灵敏度不符合要求，或试剂不合规格所引起的误差。

③主观误差。指在正常操作情况下，由于操作人员主观原因所造成的误差。例如滴定管读数的偏高或偏低，滴定终点颜色辨别偏深或偏浅等。

(2) 随机误差。随机误差是由于一些偶然的、意外的、无法控制的外界因素所引起的误差。例如，测量时环境温度、压力、湿度的突然变化，仪器性能的微小变化，分析人员操作的细小变化等。这类误差对测定结果的影响程度不确定、非单向，这类误差是不可避免又无法校正的。

## 2. 误差的减免方法

系统误差可以通过对照实验、空白实验和校准仪器等方法减免。而进行多次平行测定是减小随机误差的有效办法。严格管理、提高检验人员的操作水平，是高质量完成检验工作、减少检验误差的关键。

## 3. 准确度与误差

准确度是指测定值与真实值相接近的程度，它说明测定值的正确性，常用误差的大小来衡量。误差一般用绝对误差和相对误差来表示。

(1) 绝对误差。绝对误差 ( $E$ ) 表示测定值 ( $x_i$ ) 与真实值 ( $x_T$ ) 之间的差。绝对误差的绝对值越小，测定值与真实值越接近，测定结果越准确。一些仪器的测定准确度高低常用绝对误差的大小来表示。

$$E = x_i - x_T \quad (0-3-1)$$

(2) 相对误差。绝对误差在真实值中所占的比例称为相对误差 ( $E_r$ )，由于其能反映误差在真实值中所占的比例，故常用相对误差来表示或比较各种情况下测定结果的准确度。

$$E_r = \frac{E}{x_T} \quad (0-3-2)$$

## 4. 精密度与偏差

精密度是指在相同的条件下，一组平行测定结果之间相互接近的程度。精密度的高低常用偏差来衡量。

个别测定值 ( $x_i$ ) 与多个测定结果的平均值 ( $\bar{x}$ ) 之差称为偏差。偏差的绝对值的大小可表示分析结果的精密度，偏差的绝对值越小表明测定结果的精密度越高。与误差相似，偏差也可表示为绝对偏差 ( $d_i$ ) 和相对偏差 ( $d_r$ )。

$$d_i = x_i - \bar{x} \quad (0-3-3)$$

$$d_r = \frac{d_i}{\bar{x}} \times 100\% \quad (0-3-4)$$

绝对偏差和相对偏差只能用于衡量单次测定结果对平均值的偏差。为了更好地说明测定结果的精密度，在一般分析工作中常用平均偏差和标准偏差表示。

(1) 平均偏差。平均偏差 ( $\bar{d}$ ) 是指各次测定相对偏差的绝对值的平均值。相对平均偏差 ( $\bar{d}_r$ ) 是平均偏差与平均值的比值。

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n} \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (0-3-5)$$

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (0-3-6)$$

(2) 标准偏差。标准偏差又称均方根偏差，反映一组测定数据的离散程度，常用符号  $S$  表示（此处所指为样本标准偏差）。由于测定数值大小不同，单用标准偏差不能说明测定结果的精密程度，故又常用相对标准偏差来说明，常用符号  $RSD$  表示。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (0-3-7)$$

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (0-3-8)$$

### 5. 极差

极差是指一组数据中最大值与最小值之差，它表示偏差的范围，常以符号  $R$  表示。

$$R = x_{\max} - x_{\min} \quad (0-3-9)$$

## (二) 有效数字和数值修约规则

### 1. 有效数字

有效数字是指在检验工作中所能得到的有实际意义的数值。其最后一位数字欠准是允许的，这种由可靠数字和最后一位不确定数字组成的数值，即为有效数字。最后一位数字的欠准程度通常只能是上下差 1 个单位。

### 2. 有效位数

① 对其他十进位数，有效数字是指从非零数字最左一位向右数而得到的位数。例如：3.2、0.32、0.032 和 0.0032 均为两位有效位数，0.320 为三位有效位数，10.00 为四位有效位数，12.490 为五位有效位数。

② 非连续型数值（如个数、分数、倍数）是没有欠准数字的，其有效位数可视为无限多位。例如：分子式“ $H_2SO_4$ ”中的“2”和“4”是个数，可视为无限多位有限位数；常数  $\pi$ 、 $e$  和系数  $\sqrt{2}$  等数值的有效位数也可视为无限多位；含量测定项下“每 1 mL 的  $\times \times$  滴定液 (0.1 mol/L) ……”中的“1 mL”中的“1”为标示量，“0.1”为名义浓度，其有效位数也均为无限多位。在计算中，数值的有效位数应根据其他数值的最少有效位数而定。

③ pH 值等对数值，其有效位数是由其小数点后的位数决定的，其整数部分只表明其真数的乘方次数。例如：pH = 11.26 ( $[H^+] = 5.5 \times 10^{-12}$  mol/L)，其有效位数只有两位。

④ 有效数字的首位数字为 8 或 9 时，其有效位数可以多计一位。例如：85% 与 115%，都可以看成是三位有效位数；99.0% 与 101.0%，都可以看成是四位有效位数。

⑤ 药品质量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，是包括