



全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材

药物分析实验

YAOWU FENXI SHIYAN

主编 徐 玫



郑州大学出版社



全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材

药物分析实验

YAOWU FENXI SHIYAN

主编 徐玫



郑州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实验/徐玫主编. —郑州:郑州大学出版社,
2008.9
(全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材)
ISBN 978 - 7 - 81106 - 903 - 7

I. 药… II. 徐… III. 药物分析 - 实验 - 高等
学校 - 教材 IV. R917 - 33
中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 117140 号

郑州大学出版社出版发行

郑州市大学路 40 号

出版人:邓世平

全国新华书店经销

新乡市凤泉印务有限公司印制

开本:787 mm × 1 092 mm

印张:16.25

字数:397 千字

版次:2008 年 9 月第 1 版

邮政编码:450052

发行部电话:0371 - 66966070

1/16

印次:2008 年 9 月第 1 次印刷

书号:ISBN 978 - 7 - 81106 - 903 - 7 定价:30.00 元

本书如有印装质量问题,由本社负责调换

编委会名单

主 任 许启泰

副主任 (以姓氏笔画为序)

王 玮 宋丽丽 陈洪轩 胡国强

委 员 (以姓氏笔画为序)

严 琳 李昌勤 张忠泉 陈松林
徐 玫 凌春生 韩 光 敬永升

作者名单

主 编 徐 玫
编 委 (按姓氏笔画为序)
张东娣 郑 艳 袁 琦
徐 玫 郭新社 谢松强

内容提要

《药物分析实验》是针对高等教育药物分析实验教学编写的,全书共分四篇。主要内容有:药物分析实验课的目的、意义及基本要求;验证性及综合性实验,包括化学药物分析实验、中药分析实验、体内药物分析实验,每类实验项下均收录了多个药物的分析,可供不同实验室根据教学条件选择适当的药物安排学生实验;设计性及考核性实验,培养了学生解决实际问题的能力和创新能力;常用实验方法及常用的滴定液、缓冲液、试纸、指示液(剂)的汇总,以便学生能具备较丰富的理论知识,更好地完成实验课程的学习。本书可作为药学专业本科、专科药物分析实验教材,也可作为本专业从业人员的工具书。

序 言

实验教学是高等药学院校最基本的教学形式之一,对培养学生科学的思维方法、创新意识与能力,全面推进素质教育有着重要的作用。高等药学院校必须不断更新教学内容,以学科发展的前沿知识充实实验课程内容。高等药学实验教育,是一个多学科多方位的教育体系,为保证整个实验教育体系的完整性和连续性,建立一套自成体系、符合培养高等应用型人才要求的实验教材是十分必要的。

根据多年来的高等药学教育教学经验,结合社会医药领域对药学应用型人才的需求状况,我们组织编写了本套实验教材。本套教材共计8种:《物理化学实验》(陈松林主编)、《分析化学实验》(敬永升主编)、《药理学实验》(张忠泉主编)、《药物分析实验》(徐玫主编)、《药物化学实验》(严琳主编)、《药剂学实验》(陈洪轩主编)、《药用植物学实验》(李昌勤主编)、《天然药物化学实验》(韩光主编)。

本套教材编写以普通高等教育“十一五”国家级规划教材为基础,以着重培养学生基本理论的应用及实际操作能力为宗旨,本着“简单明了、重点突出、深入浅出、新颖实用”的编写原则,在内容安排上做到与理论教材相配套、与实际应用相结合,将药学专业多个学科相关交叉教学内容进行了融会贯通,以适应不同办学形式的教学要求。本套教材在编写上突出了以下特点:

1. 本着重视基础、突出重点,以学科发展的前沿知识充实实验课程内容的原则,精选了各学科的实验内容。

2. 根据目前全国正在进行的“全国普通高等本科教学水平评估”工作“A级”指标的要求,有“综合性”、“设计性”实验的课程应占有实验课程总数的比例不少于80%,因此,本套教材合理地安排了一定比例的“验证性”、“综合性”、“设计性”实验,有助于学生通过“综合性”、“设计性”实验对课堂理论的综合、概括,有助

于学生主动在实践中验证理论,体验如何将理论与实践相结合,培养了学生分析问题、解决问题的能力。

3. 为了适应现代药学英语教学,提高学生的科技英语水平,为国家培养出一大批既懂专业又懂英语的高素质复合型人才,以适应国际竞争的需要,我们还在本套教材中编写了部分英文实验作为双语教学实验。

本套教材可供高等药学及相关专业教学使用。

全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材编委会

2008 年 3 月

前 言

药物分析是药学专业教学计划中设置的一门主要专业课程。本课程旨在培养学生掌握药品质量研究和质量控制的基本理论知识与基本操作技能,具有基本的实验研究思路和分析问题、解决问题的能力。由于这门课是一门应用性很强的方法学科,为提高教学效果,加强理论与实践的联系,作者在河南大学药学院药物分析教研室编写的历届《药物分析实验讲义》的基础上,结合多年的理论、实验教学实践中积累的素材和经验,参照《中国药典》(2005年版)标准要求,结合我国药品检验的实际情况和高等教育改革的发展方向编写了《药物分析实验》这本教材。

近5年科学技术已突飞猛进地发展,各国药典方法有很大变化,我国新版药典已于2005年7月1日起正式实施,无论在新品种还是在现代分析方法与技术方面均有明显的增加。药品质量研究的文献资料也不断增加。因此本教材对教学内容进行有机整合,将一些药物分析研究的热点及药典中的新内容引入实验,将有利于学生了解学科前沿,把握时代热点,拓宽知识面,培养创新意识和科研能力。

全书主要内容共分四篇。第一篇为绪论,包括:药物分析实验课的目的意义、药物分析实验课的基本要求、实验报告的写作方法及要求、实验室注意事项、《中国药典》(2005年版)凡例规定、药品质量标准分析方法验证指导原则、药品杂质分析指导原则和原料药与药物制剂稳定性试验指导原则。第二篇为验证性及综合性实验,包括化学药物分析实验、中药分析实验、体内药物分析实验以及常用仪器简介;每类实验项下均收录了数个药物的分析,可供不同实验室根据教学条件选择适当的药物安排学生实验;力求通过验证性及综合性实验让学生掌握药品检验中常用操作技术,加深对课堂理论的理解。第三篇为设计性及考核性实验,希望学生通过查阅资料、撰写综述,具有利用所学知识解决药品质量控制中实际问题的能力和创新能力。这是根据目前全国正在进行的“全国普通高等学校本科教学水平评估”工作“A级”指标的要求,有“综合性”、“设计性”实验的课程应占实验课程总数的比例 $\geq 80\%$ 。因此,本教材注意根据专业课教学特点,彻底改变以往验证性实验讲义中实验原理、操作步骤、实验现象写的一清二楚,让学生“照方抓药”动手不动脑的现象,较为合理的安排了一定比例的设计性实验。在设计性实验内容的选择上,重点突出药物分析方法的选择与药物理化性质特点的关系,有助于学生通过设计性实验对课堂理论的综合、概括,有助于学生主动在实践中验证理论,体验如何

将理论与实践相结合;另外为了适应现代药学英语教学,我们还在本篇编写了三个英文实验作为双语教学实验。第四篇为实验方法总论,包括:一般鉴别实验、分光光度法、色谱法、物理常数测定法、含量测定法、杂质检查法以及其他测定方法,以便学生能具备较丰富的理论知识,更好地完成实验课的学习。最后为附录部分,常用的滴定液、缓冲液、试纸、指示液(剂),目的是为了增强和培养学生的规范意识。

本书由河南大学药学院药物分析教研室部分老师编写、审校。由于作者的水平和能力有限,书中错误和疏漏之处,恳请读者批评指正。

编 者
2008 年 3 月

目 录

第一篇 绪论

一、药物分析实验课的目的意义	3
二、药物分析实验课的基本要求	3
三、实验报告的写作方法及要求	4
四、实验室注意事项	7
五、《中国药典》(2005 年版)凡例规定	8
六、药品质量标准分析方法验证指导原则	13
七、药品杂质分析指导原则	17
八、原料药与药物制剂稳定性试验指导原则	19

第二篇 验证性及综合性实验

第一章 化学药物分析实验	27
第一节 药物的鉴别及检查	27
实验一 葡萄糖的鉴别及检查	27
实验二 巴比妥类药物的显微结晶及铜盐、银盐反应鉴别	31
实验三 阿司匹林的鉴别及检查	31
实验四 醋酸泼尼松龙中有关物质的检查	32
实验五 醋酸氟氢松中有关物质的检查	34
实验六 马来酸氯苯那敏中四氢呋喃、二氧六环、吡啶和甲苯的检查	35
实验七 异烟肼中游离肼的检查	35
第二节 原料药物的含量测定	36
实验一 苯巴比妥的含量测定(银量法)	36
实验二 泛影酸含量测定(氧瓶燃烧法)	37
实验三 泛影酸含量测定(经还原分解后测定法)	38
实验四 硫酸奎尼丁的含量测定(非水碱量法)	40
实验五 阿司匹林的含量测定(直接滴定法)	41
第三节 制剂中药物的含量测定	42

实验一	葡萄糖注射液的含量测定(旋光法与折光法)	42
实验二	阿司匹林肠溶片中阿司匹林的含量测定(双步滴定法)	44
实验三	盐酸普鲁卡因注射液中盐酸普鲁卡因的含量测定 (亚硝酸钠滴定法)	45
实验四	扑米酮片的含量测定(凯氏定氮法)	47
实验五	维生素 AD 胶丸中维生素 A 的含量测定(三点校正法)	49
实验六	维生素 B ₁ 片的含量测定(差示分光光度法)	51
实验七	维生素 B ₁ 片的含量测定(紫外分光光度法)	53
实验八	醋酸地塞米松软膏中醋酸地塞米松的含量测定 (异烟肼比色法)	54
实验九	醋酸地塞米松乳膏中醋酸地塞米松的含量测定 (高效液相色谱法)	55
实验十	复方磺胺甲噁唑片中 SMZ 及 TMP 的含量测定(双波长法)	56
实验十一	复方磺胺甲噁唑片中 SMZ 及 TMP 的含量测定 (高效液相色谱法)	58
实验十二	氯霉素滴眼液的含量测定(高效液相色谱分析法)	60
实验十三	硫酸阿托品注射液的含量测定(酸性染料比色法)	61
实验十四	维生素 E 胶丸的含量测定(气相色谱法)	63
第四节	药物的全检实验	64
实验一	苯甲酸钠的质量分析	64
实验二	维生素 C 的质量分析	66

第二章 中药分析实验 69

实验一	中药制剂的显微定性鉴别	69
实验二	中药制剂的理化定性鉴别	70
实验三	乌鸡白凤丸中重金属的检查	73
实验四	附子理中丸中乌头碱及砷盐的限量检查	74
实验五	香砂养胃丸中水分含量的测定(甲苯法)	75
实验六	西瓜霜润喉片中西瓜霜的含量测定(沉淀法)	76
实验七	龙牡壮骨颗粒剂中钙的含量测定(原子吸收分光光度法)	77
实验八	藿香正气水中乙醇含量的测定(气相色谱法)	77
实验九	九分散中士的宁的含量测定(薄层扫描法)	79
实验十	银黄口服液中绿原酸和黄芩苷的含量测定 (高效液相色谱法)	80
实验十一	牛黄解毒片中黄芩苷的含量测定(高效液相色谱法)	81
实验十二	口腔溃疡散中靛玉红的含量分析(双波长分光光度法)	81
实验十三	安神补脑液的质量分析设计方案	83

第三章 体内药物分析实验 84

实验一	兔血液中磺胺嘧啶浓度的测定(重氮化-偶合比色法)	84
实验二	兔血清中茶碱浓度的测定(高效液相色谱法)	86
实验三	尿中异烟肼及乙酰异烟肼的比色测定 (氰化钾-氯胺 T 反应)	87
实验四	尿中氧氟沙星的 HPLC 测定法	89
实验五	HPLC 法同时测定苯巴比妥、苯妥英钠及卡马西平的 血药浓度	90
实验六	薄层扫描法测定人体血液中牛磺酸的含量	91

第四章 常用仪器简介 93

第一节	薄层色谱扫描仪及其使用方法	93
一、简述		93
二、仪器		93
三、操作方法		94
四、注意事项		95
五、记录与计算		96
第二节	高效液相色谱仪及其使用方法	97
一、简述		97
二、高效液相色谱仪的使用要求		97
三、操作前的准备		97
四、操作		98
五、清洗和关机		100
六、注意事项		100

第三篇 设计性及考核性实验

第五章 设计性实验 105

实验一	药物的鉴别试验	105
实验二	药物的杂质检查	107
实验三	药物的定量分析	107

第六章 考核性实验	109
实验一 复方乙酰水杨酸片中 A、P、C 的含量测定	109
实验二 复方对乙酰氨基酚片的含量测定	111
第七章 双语教学实验	113
Experiment 1 The Description, Identification and Tests of Glucose	113
Experiment 2 The Analysis of Aspirin tablets	114
Experiment 3 The Analysis of Vitamin A in Vitamin A & D soft Capsules	116
第四篇 实验方法总论	
第八章 一般鉴别实验	121
第九章 分光光度法	126
方法一 紫外-可见分光光度法	126
方法二 红外分光光度法	128
方法三 原子吸收分光光度法	129
方法四 荧光分析法	131
方法五 火焰光度法	132
第十章 色谱法	134
方法一 纸色谱法	134
方法二 薄层色谱法	135
方法三 柱色谱法	138
方法四 高效液相色谱法	138
方法五 气相色谱法	143
方法六 电泳法	145
方法七 毛细管电泳法	149
第十一章 物理常数测定法	153
方法一 旋光度测定法	153

方法二	折光率测定法	154
方法三	pH 值测定法	154
方法四	熔点测定法	156
方法五	凝点测定法	157
方法六	相对密度测定法	158
方法七	馏程测定法	160
方法八	黏度测定法	161
第十二章 含量测定法		165
方法一	电位滴定法与永停滴定法	165
方法二	非水溶液滴定法	167
方法三	氧瓶燃烧法	168
方法四	氮测定法	169
方法五	维生素 A 测定法	170
方法六	维生素 D 测定法	172
方法七	乙醇量测定法	174
方法八	羟丙氧基测定法	174
方法九	甲氧基测定法	176
第十三章 杂质检查法		177
方法一	氯化物检查法	177
方法二	硫酸盐检查法	177
方法三	硫化物检查法	178
方法四	硒检查法	178
方法五	氟检查法	179
方法六	氰化物检查法	179
方法七	铁盐检查法	180
方法八	重金属检查法	180
方法九	砷盐检查法	182
方法十	铵盐检查法	184
方法十一	干燥失重测定法	184
方法十二	水分测定法	185
方法十三	炽灼残渣检查法	186
方法十四	易炭化物检查法	187
方法十五	残留溶剂测定法	187
方法十六	热分析法	193
方法十七	制药用水中总有机碳测定法	195

方法十八 溶液颜色检查法.....	196
方法十九 澄清度检查法.....	200
方法二十 不溶性微粒检查法.....	201
方法二十一 可见异物检查法.....	204

附录	207
----------	-----

附录一 常用滴定液的配制、标定及贮藏	209
附录二 常用缓冲液.....	217
附录三 常用试纸.....	220
附录四 常用指示液(剂)	221
附录五 试 药.....	224
附录六 试 液.....	237
附录七 原子量表.....	242

绪论

● 第一篇

