



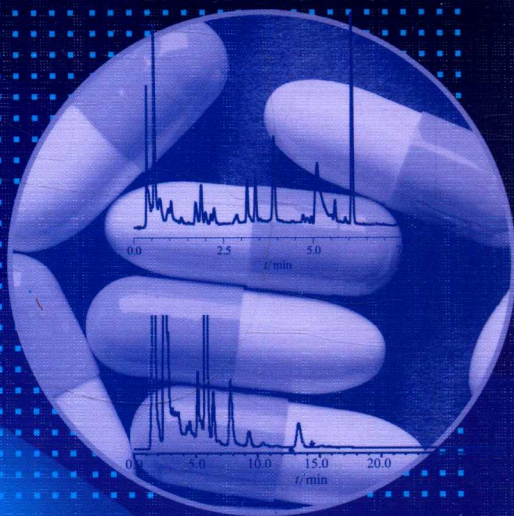
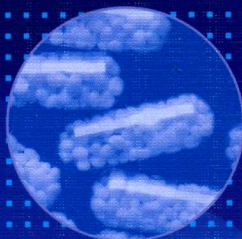
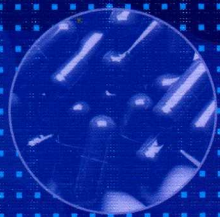
高职高专“十三五”规划教材

药物分析

周勇 杜娜 主编



YAOWU FENXI



化学工业出版社



高职高专“十三五”规划教材

药物分析

周勇 杜娜 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书按药物结构分章,包括九类化学药物分析、生化药物分析、中药制剂分析等,共计十七章。根据《中华人民共和国药典》(2015年版)的相关内容,系统、全面地介绍了化学药物的基本结构、理化性质、鉴别试验、杂质检查及含量测定等;同时为了加深学习者对理论知识的理解,精选五个实验项目二十一个实训任务供各院校根据具体情况选用。

本书紧密围绕应用型、技能型药物分析的教学目标和基本要求编写,注重培养学生的实际动手能力,充分体现职业教育特色。为了方便师生使用本书,各章节都附有知识目标、能力目标、小结和同步测试,供读者选用。

本书适用于高职高专药学、药物分析、制药技术等相关专业的学生选用,也可供相关专业的从业人员阅读参考。

医药类

化学工业出版社

图书在版编目(CIP)数据

药物分析/周勇,杜娜主编. —北京:化学工业出版社, 2017.8

ISBN 978-7-122-29683-2

I. ①药… II. ①周…②杜… III. ①药物分析
IV. ①R917

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第101055号

责任编辑:蔡洪伟 于卉 李瑾
责任校对:吴静

装帧设计:王晓宇

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:高教社(天津)印务有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张20 $\frac{3}{4}$ 字数644千字 2017年9月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价: 45.00 元

版权所有 违者必究

主 编 周 勇 杜 娜

副主编 方应权 刘 洋 袁清香

编 委 (以姓名笔画为序)

方应权 重庆三峡医药高等专科学校

刘 洋 长春职业技术学院

孙 义 天津渤海职业技术学院

杜 娜 石家庄职业技术学院

李 蓝 湖南化工职业技术学院

周 勇 重庆三峡医药高等专科学校

袁清香 河南化工职业学院

郭 君 湖南化工职业技术学院

前言

药物分析是高职高专药学专业学生的一门专业必修课程。本教材以高职高专教育培养目标为指导,体现培养具有良好职业素养、较强实践能力和岗位适应能力的应用型、技能型人才的培养模式。教材的编写以“必需、够用”为原则,重点突出社会对药学职业能力的要求。

全书内容包括:药物分析基础知识、药物物理常数的测定、药物杂质检查、九类化学药物分析、生化药物分析和中药制剂分析。根据《中华人民共和国药典》(2015年版)的相关内容,系统、全面地介绍了化学药物的基本结构、理化性质、鉴别试验、杂质检查及含量测定。为了加深学习者对理论知识的理解,精选五个实验项目二十一个实训任务。本书在编写形式上每一章开始都有知识目标和能力目标,加强学习的目的性和针对性;每一章中间穿插实例分析、知识拓展和课堂活动,调动学生的积极性和参与性,方便开展互动式教学;每一章结束都有小结、同步测试,加强课后检查,跟踪教学效果。理论教学后附有精选的实训内容,加强学生实践学习和动手能力训练,做到理论与实践相统一。

本教材由周勇、杜娜主编,方应权、刘洋、袁清香担任副主编。全书分为理论基础和实践操作两部分。其中,绪论、第一章、第三章、第五章由杜娜编写;第二章、第四章、第六章由刘洋编写;第七~十章由袁清香编写;第十一~十三章由孙义编写;第十四章、第十五章由郭君编写;第十六章、第十七章由李蓝编写;实训部分由方应权编写(其中项目一、项目二由周勇编写)。由周勇负责全书统稿工作。在本教材的编写过程中得到参编、参审单位各级领导和相关院校老师的大力支持,在此表示衷心的感谢。

药物分析的检验方法在不断发展变化,由于编者水平有限,加之时间仓促,书中疏漏之处在所难免,真诚希望使用本书的老师和学生批评指正,以便我们不断地改进和修订。

编者

2017年3月

绪论	1	第一节 水杨酸类药物的分析	75
本章小结	6	本章小结	80
同步测试	6	同步测试	80
第一章 药物分析基础知识	8	第六章 胺类药物分析	83
第一节 药物检验的基本程序	8	第一节 对氨基苯甲酸酯类药物的	
第二节 药物含量测定方法	9	分析	83
第三节 误差与数据处理	17	第二节 酰胺类药物的分析	86
本章小结	21	第三节 苯乙胺类药物的分析	88
同步测试	21	本章小结	90
第二章 药物物理常数测定法	26	同步测试	91
第一节 相对密度测定	26	第七章 巴比妥类药物分析	92
第二节 馏程测定	29	本章小结	103
第三节 熔点测定	30	同步测试	103
第四节 凝点测定	33	第八章 杂环类药物分析	106
第五节 旋光度测定	34	第一节 吡啶类药物的分析	106
第六节 折光率测定	36	第二节 吩噻嗪类药物的分析	112
第七节 黏度测定	38	第三节 苯并二氮杂草类药物的分析	116
本章小结	42	第四节 喹诺酮类药物的分析	120
同步测试	42	第五节 咪唑类药物的分析	123
第三章 药物的鉴别分析	45	本章小结	125
第一节 概述	45	同步测试	126
第二节 药物鉴别的任务	45	第九章 生物碱类药物分析	128
第三节 药物的鉴别方法	47	第一节 生物碱类药物结构与共性	128
本章小结	49	第二节 苯胺胺类生物碱类药物的	
同步测试	49	分析	129
第四章 药物的杂质检查	50	第三节 托烷类生物碱药物的分析	132
第一节 概述	50	第四节 喹啉类药物的分析	136
第二节 药物的杂质检查方法	52	第五节 异喹啉类药物的分析	138
第三节 一般杂质检查	53	第六节 吲哚类药物分析	141
第四节 特殊杂质检查	68	第七节 黄嘌呤类药物分析	144
本章小结	70	本章小结	146
同步测试	71	同步测试	147
第五章 芳香酸及其酯类药物		第十章 糖类和苷类药物分析	148
分析	74	第一节 糖类药物的分析	148
第一节 苯甲酸类药物的分析	74	第二节 苷类药物的分析	151

本章小结	152
同步测试	153
第十一章 甾体激素类药物分析	155
本章小结	163
同步测试	164
第十二章 维生素类药物分析	165
第一节 脂溶性维生素类药物的分析	165
第二节 水溶性维生素类药物的分析	173
本章小结	178
同步测试	179
第十三章 抗生素类药物分析	181
第一节 概述	181
第二节 β -内酰胺类药物的分析	182
第三节 氨基糖苷类药物的分析	186
第四节 四环素类抗生素的分析	190
本章小结	194
同步测试	195
第十四章 药物制剂分析	197
第一节 制剂分析的特点	197
第二节 片剂的分析	198
第三节 注射剂的分析	206
第四节 胶囊剂、软膏剂的分析	213
第五节 复方制剂的分析	215
本章小结	217
同步测试	218
第十五章 中药制剂分析	220
第一节 中药制剂分析的特点	220
第二节 中药制剂分析的基本方法	222
本章小结	230
同步测试	230
第十六章 生化药物分析	232
第一节 概述	232
第二节 质量检验的基本程序与方法	233
第三节 常用定量分析方法与应用	235
本章小结	239
同步测试	239
第十七章 药品质量标准的制定	240
第一节 概述	240
第二节 药品质量标准制定的主要内容	241
第三节 药品质量标准分析方法验证	245
第四节 药品质量标准的修订	248
本章小结	248

同步测试	248
------	-----

药物分析实训

项目一 物理常数的测定法	250
任务一 旋光度测定法	250
任务二 折光率测定法	254
任务三 相对密度测定法	256
任务四 黏度测定法	259
项目二 一般杂质检查	263
任务 葡萄糖原料药的杂质检查	263
项目三 特殊杂质检查	268
任务一 肾上腺素药物中肾上腺酮的检查	268
任务二 阿司匹林药物中水杨酸的检查	270
任务三 葡萄糖注射液中 5-羟甲基糠醛的检查	272
任务四 头孢噻吩钠中噻吩乙酸的检查	273
任务五 盐酸普鲁卡因中对氨基苯甲酸的检查	275
项目四 药物含量测定部分	278
任务一 阿司匹林的原料药及其片剂的含量测定	278
任务二 盐酸氯丙嗪原料药、片剂及其注射剂的含量测定	282
任务三 硫酸阿托品注射液含量测定	286
任务四 HPLC 法测定双黄连口服液黄芩苷含量	288
项目五 药物全检部分	291
任务一 对乙酰氨基酚片	291
任务二 布洛芬胶囊	294
任务三 葡萄糖氯化钠注射液	297
任务四 复方磺胺甲噁唑片	301
任务五 氢化可的松乳膏	303
任务六 银黄口服液	305
任务七 复方丹参片	308
附录	311
附录 1 常用缓冲液的配制	311
附录 2 常用滴定液的配制	312
附录 3 常用试剂及指示剂的配制	315
答案	318
参考文献	325

绪论

Introduction

【知识目标】

1. 掌握药品的定义和药物分析的性质和任务。
2. 掌握药品质量标准的分类及《中国药典》的基本结构和主要内容。
3. 熟悉局颁标准收载的药物品种。
4. 了解常用国外药典的名称和英文缩写。

【能力目标】

1. 能熟练应用现行版《中国药典》。
2. 能正确阅读和理解药品质量标准。

药物分析是研究药品及其制剂的组成、理化性质、真伪鉴别、纯度检查及其有效成分的含量测定等内容的一门学科。药物分析是药学科学领域的重要组成部分，是药学及其相关专业的课程体系中重要的一门专业课程。通过学习药物分析可以有助于保证人民群众用药安全、合理、有效；有助于提高药品质量，促进药品生产的正常化、规范化；有助于专业人员树立药品质量第一的观念。

一、药物分析的性质和任务

药品，是指用于预防、治疗、诊断人的疾病，有目的地调节人的生理机能并规定有适应证或者功能主治、用法和用量的物质，包括中药材、中药饮片、中成药、化学原料药及其制剂、抗生素、生化药品、放射性药品、血清、疫苗、血液制品和诊断药品等。

药品的特殊性就在于治病救人，是保护人的健康的特殊商品。药品质量是否合格具有与人的生命相关性；药品质量是否合格具有严格的质量要求性；药品质量是否合格具有社会公共福利性。



知识拓展

“齐二药”事件 (图 0-1)

2006年4月24日起，中山大学附属第三医院有患者使用齐齐哈尔第二制药厂生产的亮菌甲素注射液后出现急性肾衰竭临床症状。事件中共有65名患者使用了该批号亮菌甲素注射液，导致13名患者死亡，另有2名患者受到严重伤害。经食品药品监管部门、公安部门联合查明，齐二药厂原辅料采购、质量检验工序管理不善，相关主管人员和相关工序责任人违反有关药品采购及质量检验的管理规定，购进了以二甘醇冒充的丙二醇并用于生产亮菌甲素注射液，最终导致严重后果。



图 0-1 “齐二药”事件

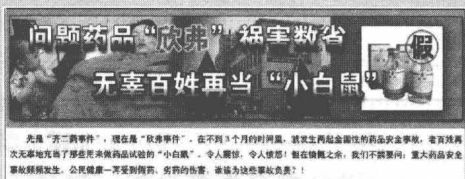


图 0-2 “欣弗”不良事件

药品的无菌检查和热原检查不符合规定。

“欣弗”不良事件 (图 0-2)

2006 年六七月，青海、广西、浙江、黑龙江和山东等省、自治区陆续有部分患者使用欣弗（克林霉素磷酸酯葡萄糖注射液）后，出现胸闷、心悸、心慌、寒战、肾区疼痛、过敏性休克、肝肾功能损害等临床症状。造成不良事件相关病例 100 余例，其中 11 人死亡。据事件调查组调查，造成欣弗事件的主要原因是

药物分析是利用分析测定手段，发展药物的分析方法，研究药物的质量规律，对药物进行全面检验与控制的科学。药物分析是运用物理、化学、物理化学、生物学以及微生物学等方法和技术研究化学结构已经明确的合成药物或天然药物及其制剂的质量控制方法，也研究中药制剂和生物制品及其制剂有代表性的质量控制方法。“哪里有药物，哪里就有药物分析”。药物分析是研究和发展药品质量控制的“方法学科”“眼睛学科”。

在实践中药物分析的具体任务如下。

(一) 药品质量检验工作

为确保药品质量，应严格按照国家法定的药品质量标准，对药品进行分析检验。为此，国家专门设立了专门负责药品检验的机构，如中国药品生物制品检定所，各省、市、自治区药检所等；从事药品生产、流通和应用的药厂、公司和医院等也有各自的药品检验部门负责本单位生产、经营或使用的药品的质量分析工作，确保流向社会和应用终端的药品质量不低于国家法定的药品质量标准。

(二) 药品生产过程的质量控制

任何药品的质量都是生产出来的，而不是单纯靠检验出来的。为了全面控制药品质量，必须对药物的生产过程进行质量控制。因此应积极开展药品从原料到成品的生产全过程的质量分析检验工作，不断促进生产工艺改进，提高药品的质量，提高药品质量的科学管理水平，以保证为临床提供优质的药品。

(三) 药品经营贮存过程中的质量考察

药品均有特定的稳定性特征，当受到外界因素如温度、湿度、光照等影响时，往往会发生一些化学变化而引起质量变化。在药品经营和贮存过程中，必须密切考察、及时检测、有效养护以确保药品的品质和安全与有效性。

(四) 临床药品质量的监测工作

药品质量优劣和临床用药是否合理均会直接影响临床疗效。为了保证临床合理用药，应利用仪器分析和计算机技术积极进行体内药物分析工作，比如：测定药物的生物利用度；研究药物在人体内的吸收、分布、生物转化和排泄，有利于更好地指导临床用药；研究药物的作用机制，为寻求开发疗效更好的新药提供信息。

二、药品质量标准与药典

(一) 药品质量标准

药品质量标准是国家对药品质量、规格及检验方法所作的技术规定，是药品生产、供应、使用、检验和药政管理部门共同遵循的法定依据。药品的质量标准是药品现代化生产和质量管理的重要组成部分，是药品生产、供应、使用和监督管理部门必须遵循的法定技术依据，具有法律的约束力。

我国现行的药品质量标准如下。

1. 《中华人民共和国药典》(2015年版)(以下简称《中国药典》)

《中国药典》是由国家药典委员会编纂,经国务院批准后,国家食品药品监督管理局颁布执行。《中国药典》收载的是疗效确切、已广泛应用、能批量生产、质量水平高、具有合理的质量控制方法的药品。

2. 国家食品药品监督管理局颁布的药品标准(简称局颁标准)

局颁标准是由药典委员会编纂出版,国家食品药品监督管理局颁布执行。局颁标准收载的是疗效确切、毒副作用小、应用广泛、质量可控的药品。局颁标准收载的药品是:①将来准备过渡到药典的品种;②上一版药典中收载而新版药典中未收载的品种。

3. 企业药品标准

由药品生产企业研究制定并用于其质量控制的标准,成为企业药品标准或企业内部标准。它仅在本企业的药品生产质量管理中发挥作用,属于非法定标准。

(二)《中国药典》

《中华人民共和国药典》(Chinese Pharmacopoeia, ChP),简称《中国药典》。

《中国药典》是我国药品质量标准的法典,是判断药品质量是否合格的标准。凡属药典中的药品,如质量不符合规定标准,一律不得出厂、销售和使用。

新中国成立后颁布的第一部药典是《中华人民共和国药典》(1953年版),其后又颁布了第二版《中国药典》(1963年版),受“文革”影响,在相当一段时间内,药典委员会工作陷于停顿,在1979年颁布第三版《中国药典》(1977年版)。从1985年开始以后每五年出一次修订版,《中国药典》最新版为第十版《中国药典》(2015年版),2015年6月5日颁布,自2015年12月1日起实施。

《中国药典》一经颁布实施,其同品种的上版标准或其原国家标准即同时停止使用。

《中国药典》各版品种概况如表0-1所示。

表0-1 《中国药典》各版品种概况

版次	分部情况	正文内容	其他情况
1953年版 (第一版)	一部	共收载品种531种,其中化学药215种,植物药与油脂类65种,动物药13种,抗生素2种,生物制品25种,各类制剂211种	
1963年版 (第二版)	两部	共收载品种1310种,分一、二两部,一部收载中药材446种和中药成方制剂197种;二部收载化学药品667种	一部记载“功能主治”; 二部增加“作用与用途”
1977年版 (第三版)	两部	共收载品种1925种,一部收载中草药(包括少数民族药材)、中草药提取物、植物油脂以及单味药制剂等882种,成方制剂(包括少数民族药成方)270种,共1152种;二部收载化学药品、生物制品等773种	
1985年版 (第四版)	两部	共收载品种1489种。一部收载中药材、植物油脂及单味制剂506种,成方制剂207种,共713种;二部收载化学药品、生物制品等776种	第一部英文版《中国药典》(1985年版)正式出版
1990年版 (第五版)	两部	共收载品种共计1751种。一部收载784种,其中中药材、植物油脂等509种,中药成方及单味制剂275种;二部收载化学药品、生物制品等967种	出版了《药品红外光谱集》

版次	分部情况	正文内容	其他情况
1995年版 (第六版)	两部	共收载品种共计 2375 种。一部收载 920 种,其中中药材、植物油脂等 522 种,中药成方及单味制剂 398 种;二部收载 1455 种,包括化学药、抗生素、生化药、放射性药品、生物制品及辅料等	出版了《药品红外光谱集》(第一卷)、《临床用药须知》(第二版)、《中药彩色图集》、《中药薄层色谱彩色图集》及《中国药品通用名称》
2000年版 (第七版)	两部	共收载品种 2691 种。一部收载中药材、植物油脂、中药成方及单味制剂 992 种,二部收载化学药、抗生素、生化药、放射性药品、生物制品及辅料等 1699 种	出版了《中国药品通用名称》(一九九八年增补本)、《药品红外光谱集》(第二卷)及《临床用药须知》(第三版)的编制
2005年版 (第八版)	三部	共收载品种 3217 种,一部收载中药材、植物油脂、中药成方及单味制剂 1146 种,二部收载化学药、抗生素、生化药、放射性药品及辅料 1970 种,三部收载生物制品 101 种	出版了《药品红外光谱集》(第三卷)、《临床用药须知》(中成药第一版、化学药第四版)
2010年版 (第九版)	三部	共收载品种 4567 种,一部收载中药材、植物油脂、中药成方及单味制剂 2165 种,二部收载化学药、抗生素、生化药、放射性药品、生物制品及辅料 2271 种,三部收载生物制品 131 种	不再收载濒危野生药材;出版了《药品红外光谱集》(第四卷)、《临床用药须知》(中药材和饮片第一版、中成药第二版、化学药第五版)、《中药材显微鉴别彩色图鉴》及《中药材薄层色谱彩色图集》(第一册、第二册)
2015年版 (第十版)	四部	共收载品种 5608 种。一部收载中药材、植物油脂、中药成方及单味制剂 2598 种,二部收载化学药、抗生素、生化药、放射性药品、生物制品 2603 种,三部收载生物制品 137 种,四部收载药用辅料 270 种和通则 317 个	出版了《红外光谱集》(第五卷)、《中国药品通用名称》、《国家药品标准工作手册》(第四版)

《中国药典》(2015年版)主要包括凡例、正文、索引三部分。

1. 凡例

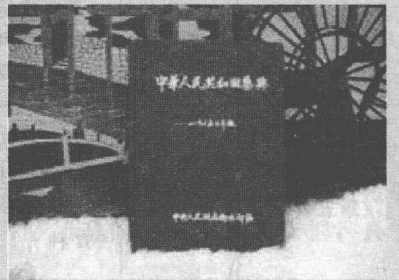
凡例是解释和使用药典,正确进行药品质量检验的基本原则,并把与正文品种、通则及质量检定有关的共性问题加以规定,避免在全书中重复说明。凡例中的条款具有法定约束力。



知识拓展

第一版药典的由来

1949年10月1日中华人民共和国成立后,当年11月卫生部召集在京有关医药专家研讨编纂药典问题。1950年1月卫生部从上海调药学专家孟目的教授负责组建中国药典编纂委员会,筹划编制新中国药典。1950年4月在上海召开药典工作座谈会,讨论药典的收载品种原则和建议收载的品种,提出新中国药典要结合国情,编出一部具有民族化、科学化、大众化的药典。随后,卫生部聘请药典委员49人,分设名词、化学药、制剂、植物药、生物制品、动物药、药理、剂量8个小组,另聘请通讯委员35人,成立了以卫生部部长李德全任主任委员的第一届中国药典编纂委员会。1951年4月24日至28日在



北京召开第一届中国药典编纂委员会第一次全体会议，会议对药典的名称、收载品种、专用名词、度量衡问题以及格式排列等作出决定。药典草案于1952年底报卫生部核转政务院文教委员会批准后，第一部《中国药典》1953年版由卫生部编印发行。1953年版药典共收载药品531种，其中化学药215种，植物药与油脂类65种，动物药13种，抗生素2种，生物制品25种，各类制剂211种。药典出版后，于1957年出版《中国药典》1953年版第一增补本。

2. 正文

正文构成了药典的主要内容，第一，收载了不同药品的质量标准，其主要内容包括药品法定名称、结构式、分子式与分子量、来源或有机物的化学名称、含量或效价规定、性状、鉴别、检查、含量测定、类别、规格、贮藏和制剂等。第二，包含了药物制剂、标准品、标准物质及试液试药相关通则，检测方法和指导原则。

3. 索引

索引用于查阅有关品种，有“中文索引”和“英文索引”两种。

(三) 国外药典简介

由于我国与世界各国的药品国际贸易数量逐年增多，使得国内的从业人员了解、学习、掌握各国药品质量标准成为必需。在此介绍以下几种可供参考学习的国外药典。

1. 美国药典

《美国药典》(U. S. Pharmacopeia, 简称 USP) 由美国药典委员会编辑出版，是美国政府对药品质量标准和检定方法作出的技术规定，也是药品生产、使用、管理、检验的法律依据。USP 于1820年出版第一版，1950年以后每5年出一次修订版。1906年，美国食品药品监督管理局(FDA)将《美国药典》指定为官方标准，经过多次版本的升级，到2016年已出版至第39版。《美国药典》从2002年起每年一版。

《美国国家处方集》(National Formulary, 简称 NF) 1883年出版第一版，1980年第15版起并入 USP，但仍分两部分，前面为 USP，后面为 NF。每一版本的《美国药典》包含4卷及2个增补版。

《美国药典》最新版为 USP39-NF34，2015年12月出版，2016年5月1日生效。

2. 英国药典

《英国药典》(British Pharmacopoeia, 简称 BP)，是英国药品委员会的正式出版物，是英国制药标准的重要来源。《英国药典》不仅为读者提供了药用和成药配方标准以及公式配药标准，而且也向读者展示了许多明确分类并可参照的欧洲药典专著。

《英国药典》最早出版于1864年，而后进行不定期的更新，最新的版本为2016年版(即 BP2016)，2015年8月出版，2016年1月生效。

3. 日本药局方

《日本药局方》(The Japanese Pharmacopoeia, 简称 JP)，由日本药局方编辑委员会编制，厚生省颁布执行。1886年6月25号颁布第一版，1887年7月1日开始实施。

最新版为2011年出版的第十六改正版(即 JP16)。

4. 欧洲药典

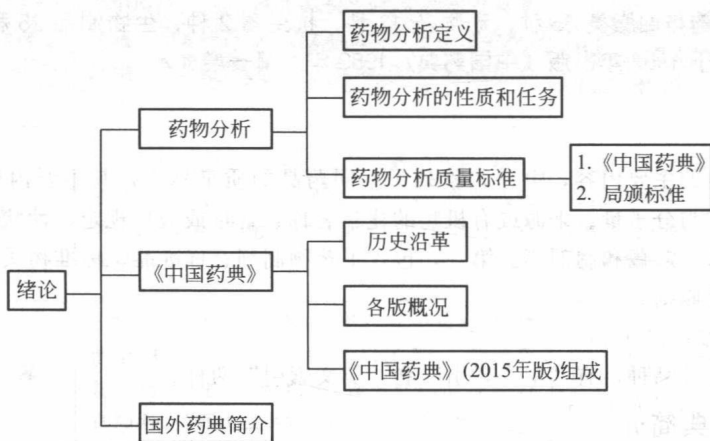
《欧洲药典》(European Pharmacopoeia, 简称 EP) 由欧洲药品质量委员会(EDQM)编辑出版。1977年发行第一版。

最新版为2013年出版的第八版《欧洲药典》(即 EP8.0)。

5. 国际药典

《国际药典》(International Pharmacopoeia, 简称 Ph. Int.) 是由世界卫生组织(WHO)国际药典和药物制剂专家咨询小组编撰，由世界卫生大会批准出版，并被建议“由药典官方机构来考虑最终收载其中的条款”。因此，除非被药典官方机构接受，《国际药典》不作为任何国家的法定药典。

本章小结



同步测试

一、A型题（单选题，每题的备选答案中只有一个最佳答案，全书余同）

1. 《中国药典》第一部在哪一年出版（ ）。
A. 1949年 B. 1950年 C. 1952年
D. 1953年 E. 1955年
2. 我国药典现行版本是（ ）。
A. 2005年版 B. 2008年版 C. 2010年版
D. 2014年版 E. 2015年版
3. 《中国药典》(2015年版)二部规定原料药的含量，如未规定上限时，系指不超过（ ）。
A. 100.5% B. 101.0% C. 101.5%
D. 105.0% E. 110.0%
4. 《中国药典》(2015年版)二部所指“精密称定”，系指称取重量应准确至所取重量的（ ）。
A. 百分之一 B. 千分之一 C. 百分之十
D. 万分之一 E. 千万分之三
5. 《中国药典》(2015年版)共分（ ）。
A. 一部 B. 二部 C. 三部
D. 四部 E. 五部
6. 《中国药典》(2015年版)规定“室温”是指（ ）。
A. 20℃ B. 25℃ C. 30℃
D. 20~30℃ E. 10~30℃

二、B型题（配伍选择题，每题只有一个正确答案，每个备选答案可重复选用，也可不选用，全书余同）

【1~5】

- A. EP B. USP C. Ph. Int. D. JP E. BP

1. 《日本药局方》的英文简称为（ ）。
2. 《美国药典》的英文简称为（ ）。

3. 《国际药典》的英文简称为 ()。

4. 《欧洲药典》的英文简称为 ()。

5. 《英国药典》的英文简称为 ()。

三、X型题 (多选题, 每题的备选答案中有2个或2个以上正确答案, 全书余同)

1. 属于法定质量标准的有 ()。

A. 《中国药典》 B. 局颁标准 C. 企业标准

D. 注册标准 E. 医院自制制剂标准

2. 药品质量标准的主要内容有 ()。

A. 性状 B. 鉴别 C. 检查 D. 含量测定 E. 剂量

【知识目标】

1. 掌握药物检验的基本程序。
2. 掌握误差的消除方法和有效数字的修约规则和运算规则。
3. 熟悉酸碱滴定法、紫外-可见分光光度法、高效液相色谱法和气相色谱法等药物含量的测定方法。
4. 了解有效数字精密度的意义。

【能力目标】

1. 能够根据药物检验的基本程序正确完成药物的取样、检验和记录。
2. 能够根据有效数字的规则正确处理药物检验的相关数据。

第一节 药物检验的基本程序

药品检验工作的基本程序有取样、检验、记录和报告。药品检验是药品质量控制的一个重要环节。药品分析检验工作者必须具有坚实的药物检验的理论基础和熟练的实践操作技能，认真负责的工作态度以及严谨求实的工作作风，才能做好药品检验工作，保证检验结果的正确性、可靠性。

一、药物的取样

任何药品的检验工作首先都是进行取样，取样时的方法应具有科学性、样品应具有真实性和代表性，否则，药品检验工作就失去了意义。取用药物样品时可使用不锈钢取样勺、不锈钢取样器、塑料样品袋、具塞三角瓶等器具。取样数量：若样品总件数（如箱、桶、袋、盒等）为 n ，当 $n \leq 3$ 时，应每件取样；当 $n \leq 300$ 时，取样的件数应为 $\sqrt{n} + 1$ ；当 $n > 300$ 时，按 $\frac{\sqrt{n}}{2} + 1$ 的件数来取样。取样应遵循均匀、合理的原则。

二、药物的检验

常规检验以国家药品标准为检验依据；按照质量标准及其方法和有关标准操作程序（SOP）进行检验，并按要求记录。检验按先观看样品的性状，再进行鉴别、检查、含量测定的顺序进行。检验结果不合格的任务或结果处于边缘的任务，除另有规定以一次检验结果为准不得复检外，一般应予复检。检品应由具备相应专业技术的人员检验，见习期人员、外来进修或实习人员不得独立进行检验分析。

三、记录与报告

在药品检验过程中，检验人员应按原始记录要求及时如实记录，严禁事先记录、补记或转抄，并逐项填写检验任务。原始记录应整洁、真实、具体，原始数据不能任意涂改，应妥善保存、备查，若

写错原始数据时，应在错误的地方划上单线或双划线，在旁边改正重写，并签名盖章。最后根据检验结果书写检验报告书。

检验报告书是药品质量检验结果的证明书，判定必须明确、肯定有依据，检验报告上的签章必须写全名，否则检验报告无效。



知识拓展

检验报告书格式

×××药品检验部门
药品检验报告书

报告书编号

检品名称			
批号		规格	
生产单位或产地		包装	
供样单位		效期	
检验目的		检品数量	
检验任务		收检日期	
检验依据		报告日期	

检验任务

标准规定

检验结果

检验结论:

检验者

复核者

负责人

第二节 药物含量测定方法

《中国药典》正文品种的含量测定或定量检查项以所刊载的用于药物含量、溶出或释放量测定的定量分析方法主要包括：容量分析法、光谱分析法和色谱分析法。

一、容量分析法

容量分析法（也称滴定法），是将已知浓度的滴定液（标准物质溶液）由滴定管滴加到被测药物的溶液中，直至滴定液与被测药物反应完全（通过适当方法指示），然后根据滴定液的浓度和被消耗的体积，按化学式计量关系计算出被测药物的含量。

当滴定液与被测药物完全作用时，反应达到化学计量点，在进行容量分析时，当反应达到化学计量点时应停止滴定，并准确获取滴定液被消耗的体积。在滴定反应过程中常常借助指示剂的颜色或电子设备的电流或电压变化来判断化学计量点。

酸碱滴定法是容量分析中最基本的、应用最广泛的定量分析方法之一。在药品含量测定方法中可以用于酸性、碱性以及能与酸碱直接或间接反应的药物。

(1) 直接滴定法 用滴定液直接滴定被测物质溶液的方式，是最基本、最常用的滴定方式。如阿司匹林原料药、苯巴比妥原料药的含量测定。

【例 1-1】阿司匹林原料药的含量测定

取本品约 0.4015g，精密称定，加中性乙醇（对酚酞指示液显中性）20ml 溶解后，加酚酞指示液 3 滴，用氢氧化钠滴定液（0.1021mol/L）滴定，终点时消耗 22.78ml。求阿司匹林的百分含量。已

知每 1ml 氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 相当于 18.02mg 的 $C_9H_8O_4$ 。

$$\text{解} \quad \text{阿司匹林的百分含量} = \frac{VTF}{m} \times 100\% \quad (1-1)$$

式中 V ——氢氧化钠滴定液消耗的体积, mL;

T ——滴定度 (18.02mg/ml);

F ——滴定液浓度校正系数 $\left(F = \frac{\text{滴定液实际摩尔浓度}}{\text{滴定液规定摩尔浓度}}\right)$;

m ——供试品取样质量, 单位 g。

$$\text{阿司匹林的百分含量} = \frac{22.78 \times 18.02 \times \frac{0.1021}{0.1}}{0.4015 \times 1000} \times 100\% = 104.4\%$$

(2) 间接滴定法 本法是先加入定量过量的滴定液 A, 使其与被测药物定量反应, 待反应完全后, 再用另一滴定液 B 回滴定反应后剩余的滴定液 A。在计算百分含量时, 需考虑滴定过程中是否进行空白试验校正。如司可巴比妥钠、维生素 C 的含量测定。

【例 1-2】司可巴比妥钠的含量测定

精密称取司可巴比妥钠 0.1053g, 置 250ml 碘瓶中, 加水 10ml, 振摇使溶解, 精密加溴滴定液 (0.05mol/L) 25ml, 再加盐酸 5ml, 立即密塞并振摇 1min, 在暗处静置 15min 后, 注意微开瓶塞, 加碘化钾试液 10ml, 立即密塞, 摇匀后, 用硫代硫酸钠滴定液 (0.1mol/L) 滴定, 至近终点时, 加淀粉指示液, 继续滴定至蓝色消失, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 滴定液 (0.05mol/L) 相当于 13.01mg 的司可巴比妥钠 ($C_{12}H_{17}N_2NaO_3$)。已知样品消耗硫代硫酸钠滴定液 (0.1003mol/L) 17.10ml, 空白消耗硫代硫酸钠滴定液 (0.1003mol/L) 25.12ml。

$$\text{解} \quad \text{司可巴比妥钠含量} = \frac{(V_0 - V)TF}{m} \times 100\% \quad (1-2)$$

式中 V_0 ——空白试验回滴定所消耗硫代硫酸钠滴定液的体积, ml;

V ——供试品回滴定所消耗硫代硫酸钠滴定液的体积, ml;

T ——滴定度 (13.01mg/ml);

F ——滴定液浓度校正系数 $\left(F = \frac{\text{滴定液实际摩尔浓度}}{\text{滴定液规定摩尔浓度}}\right)$;

m ——供试品取样质量, g。

$$\text{司可巴比妥钠含量} = \frac{(25.12 - 17.10) \times 13.01 \times \frac{0.1003}{0.1}}{0.1053 \times 1000} \times 100\% = 99.4\%$$



知识拓展

容量分析法的特点

本法所用仪器价廉易得, 操作方法简便; 影响本法测定的实验条件和环境因素少, 方法耐用性高; 测定结果准确, 相对误差在 0.2%。

本法广泛应用于化学原料药物的含量测定。

二、光谱分析法

光谱分析法是通过测定被测物质在特定波长处或一定波长范围内的吸光度或发光强度, 对该物质进行定性和定量分析的方法。《中国药典》收载的光谱分析法有: 紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、原子吸收分光光度法等, 本节主要介绍紫外-可见分光光度法。