高等院校药学与制药工程专业规划教材

药物分析

PHARMACEUTICAL ANALYSIS

主　编　姚彤炜
副主编　甄汉深　宋粉云　石　娟
主　审　傅　强

ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

需要全本请访问 www.ertongbook.com

高等院校药学与制药工程专业规划教材

药物分析实验教程

主　编　姚彤炜

编　委　（按姓氏笔画为序）

马　丽　（浙江大学）

刘　滔　（浙江大学）

吴昊姝　（浙江大学）

宋粉云　（广东药学院）

袁　弘　（浙江大学）

姚彤炜　（浙江大学）

ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实验教程/姚彤炜主编. —杭州：浙江大学出版社，2011.7
高等院校药学与制药工程专业规划教材
ISBN 978-7-308-08784-1

Ⅰ.①药… Ⅱ.②姚… Ⅲ.①药物分析－实验－医学院校－教学参考资料 Ⅳ.①R917－33

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2011）第 119717 号

内 容 简 介

本教材凝集了编者多年精品课程建设和药学实验教学改革的成果。本着以强化常规检验方法的训练、突出学生创新能力的培养为目的，结合《中国药典》方法，编写了 80 多个不同类型的实验。全书共 6 章，分别为：药物分析实验的基本知识；基础训练；综合训练；设计性实验；药物综合设计性实验；实验教学大纲与指导要点。可根据不同教学要求、实验室条件及试药获得的便利程度，选择适当的实验内容进行教学。其中第 5 章“药学综合设计性实验”是以创新药物研究的基本程序来设计实验内容与方法的，其综合了大药学不同学科的实验内容，使药物质量分析贯穿新药研究的整个过程，体现了药物分析学科在药学研究领域中的“眼睛”作用。该章内容可作为一门独立的创新性实验课程进行教学或供大学生课外科研训练，以培养学生的独立工作能力和创新能力。书后附有 SFDA 关于药物质量研究的相关指导原则（节选）和专业英语阅读理解等，可供参考学习。

药物分析实验教程
姚彤炜 主编

丛书策划 阮海潮 樊晓燕
责任编辑 严少洁
封面设计 俞亚彤
出版发行 浙江大学出版社
（杭州市天目山路 148 号 邮政编码 310007）
（网址：http://www.zjupress.com）
排 版 杭州大漠照排印刷有限公司
印 刷 浙江云广印业有限公司
开 本 787mm×1092mm 1/16
印 张 13.25
字 数 340 千
版 印 次 2011 年 7 月第 1 版 2011 年 7 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-308-08784-1
定 价 32.00 元（含光盘）

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换
浙江大学出版社发行部邮购电话（0571）88925591

内 容 简 介

本教材凝集了编者多年精品课程建设和药学实验教学改革的成果。本着以强化常规检验方法的训练、突出学生创新能力的培养为目的，结合《中国药典》方法，编写了80多个不同类型的实验。全书共6章，分别为：药物分析实验的基本知识；基础训练；综合训练；设计性实验；药物综合设计性实验；实验教学大纲与指导要点。可根据不同教学要求、实验室条件及试药获得的便利程度，选择适当的实验内容进行教学。其中第5章“药学综合设计性实验”是以创新药物研究的基本程序来设计实验内容与方法的，其综合了大药学不同学科的实验内容，使药物质量分析贯穿新药研究的整个过程，体现了药物分析学科在药学研究领域中的“眼睛”作用。该章内容可作为一门独立的创新性实验课程进行教学或供大学生课外科研训练，以培养学生的独立工作能力和创新能力。书后附有SFDA关于药物质量研究的相关指导原则(节选)和专业英语阅读理解等，可供参考学习。

高等院校药学与制药工程专业规划教材

审稿专家委员会名单

（以姓氏拼音为序）

蔡宝昌（南京中医药大学）
樊　君（西北大学）
梁文权（浙江大学）
裴月湖（沈阳药科大学）
宋　航（四川大学）
温鸿亮（北京理工大学）
徐文方（山东大学）
杨　悦（沈阳药科大学）
姚善泾（浙江大学）
于奕峰（河北科技大学）
张　珩（武汉工程大学）
赵桂森（山东大学）
周　慧（吉林大学）
宗敏华（华南理工大学）
程　怡（广州中医药大学）
傅　强（西安交通大学）
楼宜嘉（浙江大学）
沈永嘉（华东理工大学）
孙铁民（沈阳药科大学）
吴立军（沈阳药科大学）
徐　溢（重庆大学）
姚日生（合肥工业大学）
尤启冬（中国药科大学）
虞心红（华东理工大学）
章亚东（郑州大学）
郑旭煦（重庆工商大学）
朱世斌（中国医药教育协会）

需要全本请访问 www.ertongbook.com

前　言

《药物分析实验教程》是《药物分析》(姚彤炜主编)的配套教材。根据课程特点和培养目标,本教材编写采用"基础训练→综合训练→设计性实验→综合设计性实验"逐步递进的方式,编写不同层次的实验。通过基本操作训练,使学生获得较强的从事药品质量控制工作的能力,正确掌握药物分析常用法定方法及规范化操作技术;通过设计性实验,模拟科学研究的过程,培养学生独立思考和独立工作的能力,以及运用药物分析理论及有关基础与专业知识去解决实际问题的初步能力;而综合设计性实验则是以创新药物研究的基本程序来设计实验内容与方法,综合了大药学不同学科的实验内容,使药物质量分析贯穿新药研究的整个过程,体现了药物分析的"眼睛"作用,培养学生科研能力和创新思维能力,为从事新药研究打下基础。

本教材内容分为:① 药物分析实验的基本知识,包括实验要求、专业术语、标准溶液的配制与标定、分析方法的验证、分析天平与容量仪器的使用要求,以及实验室安全卫生制度。② 验证性实验,包括50个基础训练实验(16个鉴别试验、17个检查实验和17个含量测定)和10个综合训练实验。实验方法涵盖了药物分析中常用的化学分析技术、光谱分析技术和色谱分析技术;在药品的选择上,考虑典型药物试验的基础上尽量选用易得的原料药和常用制剂,以化学药为主的同时兼顾中药、生化药物和药用辅料的分析鉴定。每个实验由"目的要求、仪器与试药、实验方法、注意事项和思考题"5个方面组成。③ 设计性实验,包括物理常数测定、鉴别、检查和含量测定共20个实验,在内容安排上,以分析方法设计为主的同时考虑了学科交叉的设计性实验、体内药物分析设计性实验。每个实验内容主要由"提出问题、开题报告、方案实施、研究报告"四部分要求组成。④ 药学综合设计性实验,集合了药物化学、药理学、药剂学和药物分析学的基本理论和实验技术,引入药学科学研究思路,以创新药物研究为主线,编写了6个典型药物和2个创新药物的研制设计要求,包括化学合成、制剂制备、质量分析和药效试验,模拟新药的研制过程。该部分实验内容可作为一个独立的实验课程进行教学,采取研究生培养方式实行开放式教学。⑤ 药物分析实验教学大纲与指导要点,包括教学目的、内容与学时分配、不同类型实验的指导要点等,可供指导老师带教实验时参考。⑥ 书后附有相关参考资料,包括药物质量研究中SFDA的相关指导原则(节选)、专业英语阅读理解等,可供学生参考学习。以上内容可根据不同教学要求、实验室条件、试药获得的便利程度,选择适当的实验内容进行教学。

由于作者的水平和能力有限,书中难免有错误和疏漏之处,恳请读者批评指正。

姚彤炜

2011年5月于杭州

序

我国制药产业的不断发展、新药的不断发现和临床治疗方法的巨大进步，促使医药工业发生了非常大的变化，对既具有制药知识，又具有其他相关知识的复合型人才的需求也日益旺盛，其中，较为突出的是对新型制药工程师的需求。

考虑到行业对新型制药工程师的强烈需求，教育部于 1998 年在本科专业目录上新增了“制药工程专业”。为规范国内制药工程专业教学，教育部委托教育部高等学校制药工程专业教学指导分委员会正在制订具有专业指导意义的制药工程专业规范，已经召开过多次研讨会，征求各方面的意见，以求客观把握制药工程专业的知识要点。

制药工程专业是一个化学、药学（中药学）和工程学交叉的工科专业，涵盖了化学制药、生物制药和现代中药制药等多个应用领域，以培养从事药品制造，新工艺、新设备、新品种的开发、放大和设计的人才为目标。这类人才必须掌握最新技术和交叉学科知识、具备制药过程和产品双向定位的知识及能力，同时了解密集的工业信息并熟悉全球和本国政策法规。

高等院校药学与制药工程专业发展很快，目前已经超过 200 所高等学校设置了制药工程专业，包括综合性大学、医药类院校、理工类院校、师范院校、农科院校等。专业建设是一个长期而艰巨的任务，尤其在强调培养复合型人才的情况下，既要符合专业规范要求，还必须体现各自的特色，其中教材建设是一项主要任务。由于制药工程专业还比较年轻，教材建设显得尤为重要，虽然经过近 10 年的努力已经出版了一些比较好的教材，但是与一些办学历史比较长的专业相比，无论在数量、质量，还是在系统性上都有比较大的差距。因此，编写一套既能紧扣专业知识要点、又能充分显示特色的教材，将会极大地丰富制药工程专业的教材库。

很欣慰，浙江大学出版社已经在做这方面的尝试。通过多次研讨，浙江大学出版社与国内多所理工类院校制药工程专业负责人及一线教师达成共识，编写了一套适合于理工类院校药学与制药工程专业学生的就业目标和培养模式的系列

教材，以知识性、应用性、实践性为切入点，重在培养学生的创新能力和实践能力。目前，这套由全国二十几所高校的一线教师共同研究和编写的、名为“高等院校药学与制药工程专业规划教材”正式出版，非常令人鼓舞。这套教材体现了以下几个特点：

1. 依照高等学校制药工程专业教学指导分委员会制订的《高等学校制药工程专业指导性专业规范》（征求意见稿）的要求，系列教材品种主要以该规范下的专业培养体系的核心课程为基本构成。

2. 突出基础理论、基本知识、基本技能的介绍，融科学性、先进性、启发性和应用性于一体，深入浅出、循序渐进，与相关实例有机结合，便于学生理解、掌握和应用，有助于学生打下坚实的制药工程基础知识。

3. 注重学科新理论、新技术、新产品、新动态、新知识的介绍，注意反映学科发展和教学改革成果，有利于培养学生的创新思维和实践能力、有利于培养学生的工程开发能力和综合能力。

相信这套精心策划、认真组织编写和出版的系列教材会得到从事制药工程专业教学的广大教师的认可，对于推动制药工程专业的教学发展和教材建设起到积极的作用。同时这套教材也有助于学生对新药开发、药物制造、药品管理、药物营销等知识的了解，对培养具有不断创新、勇于探索的精神，具有适应市场激励竞争的能力，能够接轨国际市场、适应社会发展需要的复合型制药工程人才做出应有的贡献。

姚善泾

浙江大学教授

教育部高等学校制药工程专业教学指导分委员会副主任

目　　录

第 1 章　药物分析实验的基本知识 …… 1

1.1　药物分析实验课的目的与意义　/ 1
1.2　药物分析实验课的要求　/ 1
1.3　药物分析专业术语与规定　/ 2
1.4　常用标准溶液的配制与标定　/ 6
1.5　药品质量标准分析方法验证　/ 11
1.6　分析天平的使用与维护　/ 14
1.7　容量分析仪器的洗涤、校正与使用　/ 16
1.8　实验室安全卫生制度　/ 20

第 2 章　基础训练 …… 22

2.1　药物的鉴别试验　/ 22
2.1.1　一般鉴别试验　/ 22
实验 1　丙二酰脲类的鉴别试验　/ 22
实验 2　芳香第一胺的鉴别试验　/ 24
实验 3　水杨酸盐与苯甲酸盐的鉴别试验　/ 25
实验 4　有机卤化物的鉴别试验　/ 27
实验 5　钠、钾、钙、钡盐的焰色反应　/ 28
实验 6　托烷生物碱类的鉴别反应　/ 29
2.1.2　专属鉴别试验　/ 30
实验 7　典型药物的专属鉴别试验　/ 30
2.1.3　药物的综合鉴别试验　/ 31
实验 8　维生素 C 及其制剂的鉴别试验　/ 31
实验 9　醋酸泼尼松及其制剂的鉴别试验　/ 33
实验 10　硝西泮及其制剂的鉴别试验　/ 35
实验 11　辅料 DL-酒石酸的鉴别试验　/ 36
实验 12　大黄及其浸膏的鉴别试验　/ 37
实验 13　三磷酸腺苷二钠的鉴别试验　/ 39
2.1.4　复方制剂的鉴别试验　/ 40

实验 14　复方葡萄糖酸钙口服溶液的鉴别试验　/ 40
实验 15　复方磺胺甲噁唑片的鉴别试验　/ 41
实验 16　伤湿止痛膏的鉴别试验　/ 42
2.2　药物的杂质检查　/ 43
2.2.1　药物中一般杂质的检查　/ 44
实验 17　葡萄糖中一般杂质的检查　/ 44
实验 18　氯化钠中无机杂质的检查　/ 46
实验 19　注射液中重金属的检查　/ 48
实验 20　银杏叶提取物的炽灼残渣与重金属检查　/ 49
2.2.2　药物中残留溶剂的测定　/ 50
实验 21　GC 法测定左氧氟沙星中残留溶剂　/ 50
实验 22　GC 法测定地塞米松磷酸钠中残留溶剂　/ 51
实验 23　GC 法测定灯盏花素中丙酮残留物和大孔吸附树脂有机残留物　/ 52
2.2.3　药物中特殊杂质的检查　/ 53
实验 24　比色法检查药物中特殊杂质　/ 53
实验 25　药物中光学异构体杂质的检查　/ 54
实验 26　紫外光谱法检查药物中杂质　/ 55
实验 27　TLC 法检查药物中有关物质　/ 56
实验 28　HPLC 法检查药物中特殊杂质　/ 58
实验 29　GC 法检查药物中特殊杂质　/ 61
实验 30　离子色谱法检查富马酸中马来酸　/ 62
2.2.4　药物的均一性与有效性检查　/ 63
实验 31　制剂的含量均匀度试验　/ 63
实验 32　制剂的溶出度试验　/ 64
实验 33　含卤素药物的有效性试验——含卤量测定　/ 65
2.3　药物的含量测定　/ 66
2.3.1　容量法测定药物含量　/ 67
实验 34　酸碱滴定法测定药物含量　/ 67
实验 35　非水溶液滴定法测定含氮碱性药物的含量　/ 68
实验 36　氧化还原滴定法测定药物含量　/ 70
2.3.2　紫外-可见分光光度法测定药物含量　/ 71
实验 37　酸性染料比色法测定硫酸阿托品片的含量　/ 71
实验 38　紫外分光光度法测定氢化可的松片的含量　/ 72
实验 39　紫外三点校正法测定维生素 A 软胶囊的含量　/ 73
实验 40　差示分光光度法测定维生素 B_1 片的含量　/ 74
2.3.3　GC 法测定药物含量　/ 75

实验41　维生素E片的含量测定　/75
实验42　薄荷素油的含量测定　/76
实验43　十滴水的含量测定　/77
2.3.4　HPLC法测定药物含量　/78
实验44　左炔诺孕酮片的含量测定　/78
实验45　异烟肼片的含量测定　/79
实验46　盐酸二甲双胍肠溶胶囊的含量测定　/80
实验47　注射用硫酸依替米星的含量测定　/80
2.3.5　旋光法测定药物含量　/82
实验48　葡萄糖注射液的含量测定　/82
2.3.6　凯氏定氮法测定药物含量　/83
实验49　硫酸软骨素钠中含氮量测定　/83
实验50　小儿止咳糖浆中氯化铵的含量测定　/84

第3章　综合训练 …… 86

实验51　甲苯咪唑的分析　/86
实验52　盐酸苯海拉明注射液的分析　/87
实验53　醋酸地塞米松片的分析　/89
实验54　对乙酰氨基酚泡腾片的分析　/91
实验55　冰片(合成龙脑)的分析　/92
实验56　双黄连口服液的分析　/94
实验57　六味地黄丸的分析　/96
实验58　复方十一烯酸锌软膏的分析　/99
实验59　复方炔诺孕酮滴丸的分析　/100
实验60　辅料果糖的分析　/101

第4章　设计性实验 …… 104

4.1　物理常数测定设计　/104
实验61　药物的吸收系数确定　/104
实验62　药物的比旋度确定　/105
4.2　鉴别试验方法设计　/105
实验63　未知药物的确证　/105
实验64　复方制剂的鉴别试验　/106
实验65　中药材与中药制剂的鉴别试验　/106
实验66　头孢类抗生素的薄层色谱鉴别试验　/107
4.3　杂质检查方法设计　/107

需要全本请访问 www.ertongbook.com

实验 67　有关物质的色谱检查　/ 107
实验 68　合成药物的色谱纯度分析　/ 107
实验 69　药物中残留溶剂的测定　/ 108
实验 70　药物中砷盐检查方法比较　/ 108
4.4　含量测定方法设计　/ 109
实验 71　双波长法测定药物含量　/ 109
实验 72　差示光谱法测定药物含量　/ 109
实验 73　导数光谱法测定药物含量　/ 109
实验 74　同步荧光法测定药物含量　/ 110
实验 75　HPLC 法测定维生素 A 的含量　/ 110
实验 76　维生素 B_1 的含量测定方法比较　/ 110
实验 77　维生素 C 制剂处方及工艺比较　/ 111
实验 78　中药提取物中有效成分的含量测定　/ 111
4.5　体内药物分析方法设计　/ 111
实验 79　尿中氧氟沙星浓度测定　/ 111
实验 80　体液中头孢拉定浓度测定　/ 112

第5章　药学综合设计性实验 …… 113

5.1　总体要求与实验研究内容　/ 113
5.1.1　实验设计要求　/ 113
5.1.2　实验报告要求　/ 114
5.1.3　教学方式与考核　/ 115
5.2　实验方法　/ 115
5.2.1　阿司匹林及其制剂的研制　/ 115
5.2.2　贝诺酯及其制剂的研制　/ 119
5.2.3　甲苯磺丁脲及其制剂的研制　/ 120
5.2.4　盐酸苯乙双胍及其制剂的研制　/ 122
5.2.5　盐酸普萘洛尔及其制剂的研制　/ 123
5.2.6　盐酸利多卡因及其制剂的研制　/ 124
5.2.7　抗肿瘤化合物 1(查尔酮)及其制剂的研制　/ 126
5.2.8　抗肿瘤化合物 2 及其制剂的研制　/ 128
5.2.9　实验设计参考文献　/ 128
5.3　实验报告样例　/ 128
5.3.1　报告封面与目录　/ 128
5.3.2　药学部分　资料 7　/ 129
5.3.3　药学部分　资料 8　/ 131

5.3.4　药学部分　资料10　/137
5.3.5　药学部分　资料11　/146
5.3.6　药学部分　资料12　/148
5.3.7　药理毒理部分资料17　/149

第6章　药物分析实验教学大纲与指导要点 …… 151

6.1　教学大纲　/151
6.1.1　课程简介　/151
6.1.2　教学目的和基本要求　/151
6.1.3　主要内容及学时分配　/152
6.1.4　相关教学环节　/152
6.1.5　教学方式　/152
6.1.6　考试方式及要求　/152
6.1.7　主要参考书　/152
6.2　实验指导　/152
6.2.1　基础训练实验　/153
6.2.2　综合训练实验　/157
6.2.3　设计性实验　/157
6.2.4　药学综合设计性实验　/158

附　录…… 159

附录1　新药质量研究中相关指导原则　/159
1.1　化学药物质量标准建立的规范化过程技术指导原则(节选)　/159
1.2　化学药物杂质研究的技术指导原则(节选)　/167
1.3　化学药物残留溶剂研究的技术指导原则(节选)　/175
附录2　常用有机溶剂的相对密度　/183
附录3　常用酸碱浓度　/184
附录4　国际原子量表($^{12}C=12.00$)　/185
附录5　专业英语阅读理解　/186
5.1　阿司匹林及其片剂的质量标准(USP)　/186
5.2　分析方法论证(USP)　/189

参考文献…… 198

第 1 章　药物分析实验的基本知识

1.1　药物分析实验课的目的与意义

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，是根据药物理化性质及其结构，研究药物及其各种制剂的组成、真伪鉴别、纯度检查、有效成分含量测定的一门综合性应用学科。药品是用于诊断、预防、治疗疾病，增强体质的一种特殊商品，药品质量的好坏直接关系到用药的安全、有效，关系到人民的健康与生命安全。为了确保用药的安全、合理、有效，必须从药品的研制、生产、供应和临床使用等过程全面控制药品质量，药物分析在药品的质量控制中担负着重要任务。通过对药物成品的检验，判断药品是否符合药品质量标准的要求，只有符合药品质量标准的药品才能销售和供临床使用。同时在药品的生产过程中需进行中间体、半成品的质量控制，在贮存过程中需对药物的稳定性进行考察。随着药学事业的发展，药物分析学科还需配合临床医疗需要，进行治疗药物浓度监测和体内内源性物质的测定；配合临床药理学、遗传药理学进行药物动力学、代谢分型等研究；配合药剂学的剂型研究进行生物利用度以及相应的新剂型的质量标准的研究与制定；配合药物化学的化学合成和生产工艺流程的优化等进行质量监控；而天然药物或中药的活性成分的化学结构确定、中成药质量的综合评价、生化药物和基因工程药物的质量分析均需要现代化的分离、分析技术，新药研究过程中的各个阶段更离不开药物分析这双“眼睛”。因此，可以说“哪里有药物，哪里就有药物分析”。

同时，药物分析又是一门实践性很强的方法学科，从事药物分析的专业人员不仅要掌握药物分析的基本理论、基本知识，还要有扎实的操作技能和实事求是的科学态度，才能精确地分析研究一个药物的质量，并对被分析的药物作出合理、公正和客观的评价。所以，药物分析实验课是药物分析课程教学中不可缺少的组成部分，是整个教学过程中的一个重要环节。通过药物分析实验课教学，旨在培养学生熟练的分析操作技能，理论联系实际的学风，严谨、科学的工作作风和对事业的高度责任心。通过基本操作训练，获得较强的从事药品质量控制工作的能力，正确掌握药物常用法定方法及规范化操作技术，通过设计性实验的训练，模拟科学研究的整个过程，培养学生独立思考和独立工作的能力，以及运用药物分析理论和有关基础与专业知识去解决实际问题的能力，为今后从事药品检验、新药研究和开展临床药物分析工作打下基础。

1.2　药物分析实验课的要求

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”产品，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。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，弄懂原理及操作要点，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，仅可以钢笔将写错处划去(但要求能看清原来数据)，再重写一次。

(3) 实验完毕，应及时写出实验报告，并根据检验结果得出明确的结论。实验记录与实验报告书写应规范，并按时提交给指导教师批改。

(4) 在实验中要养成整洁、细致、踏实、准确而有系统的优良习惯，切实严格遵守操作规程，注意基本操作与实验现象的观察分析。

(5) 头脑里随时都要有量的概念。任何一项含量测定至少同时做两份，两次测定结果应相符，容量分析的间差不大于 0.4%；仪器分析的间差一般不大于 2.0%。绝不允许伪造或估计一个数据，两次结果不能做依据时，应重新测定一次。

$$\text{间差}(\%)=\frac{\text{含量高的值}-\text{含量低的值}}{\text{平均值}}\times 100\%$$

(6) 实验课不得随便旷课，或相互随意调课，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。

(7) 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，应以负责态度报告老师及时处理。

(8) 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。

(9) 实验期间确保安全，经常注意防火、防爆。

(10) 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，检查水、电、门、窗等安全事宜。

1.3 药物分析专业术语与规定*

1.3.1 项目与要求

(1) 性状项下记载药品的外观、臭、味、溶解度以及物理常数等。

* 摘自 2010 年版《中国药典》凡例。

1）外观性状是对药品的色泽和外表感观的规定。

2）溶解度是药品的一种物理性质。各品种项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。对在特定溶剂中的溶解性能需作质量控制时，在该品种检查项下另作具体规定。药品的近似溶解度以下列名词术语表示（表 1－1）。

表 1－1　药品的溶解度表示方法

术　语	定　义
极易溶解	系指溶质 1g（mL）能在溶剂不到 1mL 中溶解
易溶	系指溶质 1g（mL）能在溶剂 1～不到 10mL 中溶解
溶解	系指溶质 1g（mL）能在溶剂 10～不到 30mL 中溶解
略溶	系指溶质 1g（mL）能在溶剂 30～不到 100mL 中溶解
微溶	系指溶质 1g（mL）能在溶剂 100～不到 1000mL 中溶解
极微溶解	系指溶质 1g（mL）能在溶剂 1000～不到 10000mL 中溶解
几乎不溶或不溶	系指溶质 1g（mL）在溶剂 10000mL 中不能完全溶解

试验法：除另有规定外，称取研成细粉的供试品或量取液体供试品，于（25±2）℃一定容量的溶剂中，每隔 5min 强力振摇 30s；观察 30min 内的溶解情况，如无目视可见的溶质颗粒或液滴时，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；其测定结果不仅对药品具有鉴别意义，也可反映药品的纯度，是评价药品质量的主要指标之一。

（2）鉴别项下规定的试验方法，系根据反映该药品某些物理、化学或生物学等特性所进行的药物鉴别试验，不完全代表对该药品化学结构的确证。

（3）检查项下包括反映药品的安全性与有效性的试验方法和限度、均一性与纯度等制备工艺要求内容；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（如残留溶剂、有关物质）；改变生产工艺时需另考虑增修订有关项目。

对于生产过程中引入的有机溶剂，应在后续的生产环节予以有效去除。除正文已明确列有“残留溶剂”检查的品种必须依法进行该项检查外，其他未在“残留溶剂”项下明确列出的有机溶剂与未在正文中列有此项检查的各品种，如生产过程中引入或产品中残留有机溶剂，均应按附录“残留溶剂测定法”检查并应符合相应溶剂的限度规定。

（4）含量测定项下规定的试验方法，用于测定原料及制剂中有效成分的含量，一般可采用化学、仪器或生物测定方法。

（5）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；对于列有处方或标有浓度的制剂，也可同时规定装量规格。

（6）贮藏项下的规定，系为避免污染和降解而对药品贮藏与保管的基本要求，以下列名词

术语表示(表 1－2)。

表 1－2 药品贮藏与保管的术语

术 语	定 义
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℃
常温	系指 10～30℃

除另有规定外,贮藏项下未规定贮藏温度的一般系指常温。

1.3.2 检验方法和限度

(1)药典正文收载的所有品种,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)药典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)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%。

制剂的含量限度范围,系根据主药含量的多少、测定方法误差、生产过程不可避免偏差和贮存期间可能产生降解的可接受程度而制订的,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,以保证在有效期内含量能符合规定。

1.3.3 标准品、对照品

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。

需要全本请访问 www.ertongbook.com