



中职药学教育系列教材

主编 李峰洪

定量分析技术

DINGLIANG FENXI JISHU

中国医药科技出版社

中职药学教育系列教材

定量分析技术

主 编 李 峻 洪

编 者 (以姓氏笔画为序)

李 冰 李 峻 洪

杨瑞娟 赖广森

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书是由广西药科学校开发的中职药学教育系列教材。本书主要包括数据处理和分析方法验证、重量分析技术、容量分析技术、仪器定量分析技术、化学原料药定量分析技术、药物制剂定量分析技术等内容,每章都由基本知识和实践与操作两节主要内容构成。本书涉及的药品名称、检验方法、操作规范、试剂等均以《中国药典》2005年版为依据。

本书内容实用性强,富有中专特色。除可供医药中等职业学校、中等专业学校的药学类专业学生使用外,还可作为医药技工学校学生及药品相关企业初、中级工人岗位培训的教材。

图书在版编目(CIP)数据

定量分析技术/李峰洪主编. —北京:中国医药科技出版社, 2007. 1

(中职药学教育系列教材)

ISBN 978-7-5067-3580-3

I. 定... II. 李... III. 定量分析—专业学校—教材 IV. 0655

中国版本图书馆CIP数据核字(2006)第153622号

美术编辑 陈君杞

责任校对 张学军

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编 100082

电话 010-62244206

网址 www.cspyp.cn www.mpsky.com.cn

规格 787×1092mm¹/₁₆

印张 8

字数 143千字

印数 1—5000

版次 2007年1月第1版

印次 2007年1月第1次印刷

印刷 北京市后沙峪印刷厂

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-3580-3/G·0542

定价 14.00元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

中职药学教育系列教材编辑委员会

主任委员 程一波

副主任委员 周小雅

委员 (以姓氏笔画为序)

韦 超 何 东 李峰洪

陈跃华 林芝媛 崔建华

梁春贤 梁 毅

序

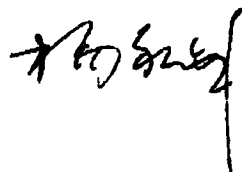
当前，我区已进入加快发展的重要战略机遇期和黄金发展期。西部大开发战略深入实施、中国—东盟自由贸易区和泛珠江三角经济区建立、中国—东盟博览会每年在南宁举办、大湄公河次区域合作深入开展等，促进了市场对药学技术人才的大幅需求，也给我区药学职业教育创造了更为广阔的发展空间。

“以市场为导向，以学生为主体，以能力为本位”是现代职业教育的基本指导思想。多年来，广西药科学校顺应形势发展，积极探索药学职业教育的创新，并以教学科研为依托，对中职课程体系进行了一系列改革，开发、编写了药学专业职业教育教材。

这套药学职业教育系列教材有四个显著特点：一是首次提出了药品行业价值链的概念，对行业内岗位设置与人才配置有现实的指导意义；二是首次开发了《药学基础》、《药品店堂推销技术》等课程，整合、开发了《医学基础》、《医药常用仪器设备基础》、《药用化学》等专业基础课程，从而创设了一个从药品行业“业外”进入“业内”的通道，也为初入行业的人员构建了新的、继续深入学习的平台；三是在准确定位一线岗位人员基本业务要求的基础上，按企业的岗位设置构建教学内容，首次将岗位的职责、任务、仪器或设备、操作步骤、质量控制等内容进行了整合，直接针对岗位操作整合多学科的知识与技能，因而具有较好的针对性和实用性，不仅适合药品行业各相关专业学历教育使用，也可供在岗人员的岗位业务相关的理论、操作技能的培训使用；四是课程、内容以模块形式进行组合，具有一定的弹性以适应不同学习者的需要，部分课程还在中职与高职的教学内容上有较好的衔接。本系列教材借鉴了国内外现代职业教育课程开发的基本理论，编写内容关注学生的心理特点和生活体验，满足了新课程的教学需要，是药学职业教育的好教材。

我相信，通过本教材的推广使用，广西药科学校一定会为广西人民及周边省市培养更多、更优秀的药学职业技术人才，为广西的医药经济发展作出更大的贡献。

广西区食品药品监督管理局副局长



2006 年 6 月 15 日

序 二

我国正处在建立社会主义市场经济体制和实现现代化建设战略目标的关键时期。我国的国情和所处的历史阶段决定了经济建设和社会发展不仅需要高层次创新人才,而且需要在各行各业进行技术传播和技术应用、具有创新精神和创业能力的高素质劳动者。中等职业教育是培养高素质劳动者的重要力量。然而在中等职业教育领域,还存在着职业教育观念和培养模式相对滞后,教学工作存在着片面强调学科体系和知识灌输,与生产和生活实际联系不紧密,对知识应用、创新精神和实践能力培养重视不够,实践和专业技能训练比较薄弱等问题,难以使学生形成熟练的职业技能和适应职业变化的能力。这些问题制约了中等职业教育的健康发展,影响了高素质劳动者的培养。

中职药学教育系列教材是广西中等职业教育教学改革项目《以能力为本位构建中职药剂专业课程体系》的研究成果。该系列教材在研究开发过程中,首先对药品生产企业、经营企业、医院、药检部门等进行了调研考察,在掌握了企业对药学中职人才知识、技能需要的基础上,借鉴加拿大 CBE 专业开发模式进行研究和开发。教材突出以能力为本位,以学生为主体这一主线,注重过程与方法,重视学生情感、态度和价值观的培养,强调“教、学、做”一体,在传递知识的同时重点培养学生发现问题、分析问题和解决问题的能力。教材体现了职业教育面向社会、面向市场办学的思想,对于推动中职药学专业的教育教学改革,促进职业教育教学与生产实践、技术推广、社会服务紧密结合,加强学生实践能力和职业技能的培养,加快医药行业生产、服务一线技能型人才的培养都具有积极的意义。

广西区卫生厅副厅长



2006 年 6 月 15 日

前 言

本书在编写过程中，弱化了学科的系统性，突出了技术性、实用性及新颖性，使学生在掌握了必需、够用的定量分析基础知识与基本理论的同时，通过加强实践操作，学会定量分析最基本和最常用的技术。本书的编写特点是，每章都由基本知识和实践与操作两节主要内容构成，在教材的适当位置穿插一些提高或扩展要求的内容素材，供学生选学，引导学生，增强趣味性、可读性，以开拓学生的视野。

基本知识部分主要是核心概念和基本原理，注重让学生掌握必需的专业概念和运用化学知识解决简单的定量分析问题。每章开始设置一系列的问题情景，激发学生的求知欲，着力体现定量分析技术、生活和社会的联系，以培养学生的社会责任感和学习兴趣。

实践与操作内容的组织以药典常用的分析方法为主，倡导以实验为主的边学边做活动，实践与操作内容循序渐进，多样、生动，有利于学生掌握。通过实验、操作、观察、运算、讨论等活动，引导学生重视科学方法，培养严谨求实的作风，力求从知识与技能、过程与方法、情感态度与价值观三大方面培养学生的科学素养。

本书涉及的药品名称、检验方法、操作规范、试剂等均以《中国药典》2005年版为依据。

由于本书编写时间仓促，编者水平有限，书中错误和不妥之处在所难免，恳请广大师生在使用过程中批评指正。

编 者

2006 年 11 月

目 录

第一章 绪言	(1)
一、定量分析的任务	(1)
二、定量分析的分类	(1)
三、定量分析的程序	(3)
阅读与拓展 药品质量与质量标准	(4)
第二章 数据处理和分析方法验证	(7)
第一节 测量的准确度和精密度	(7)
一、误差	(7)
二、准确度与精密度的关系	(11)
三、提高分析结果准确度的方法	(11)
第二节 有效数字及其应用	(13)
一、有效数字	(13)
二、有效数字的运算规则	(15)
三、有效数字的运算在药物分析实验中的应用	(17)
阅读与拓展 药典凡例摘要	(18)
第三节 药品质量标准方法验证 *	(20)
一、准确度	(20)
二、精密度	(21)
三、检测限	(21)
四、定量限	(21)
五、专属性	(22)
六、线性	(22)
七、范围	(22)
八、耐用性	(22)



第三章 重量分析技术	(25)
第一节 基本知识	(25)
一、沉淀的制备	(25)
二、沉淀的过滤	(26)
三、沉淀的洗涤与转移	(28)
四、沉淀的干燥与灼烧	(29)
五、沉淀重量法结果的计算	(31)
阅读与拓展 恒重、灼烧、干燥	(32)
第二节 实践与操作 玄明粉中硫酸钠的含量测定	(33)
一、操作方法	(33)
二、操作步骤	(34)
第四章 容量分析技术	(36)
第一节 基本知识	(36)
一、滴定液	(36)
二、滴定液浓度	(36)
三、滴定度	(38)
四、滴定液的配制	(38)
五、滴定液的标定	(40)
六、指示剂	(41)
阅读与拓展 紫罗兰的启示——玻义耳发现化学指示剂的故事	(43)
七、常用滴定液的配制和标定	(44)
第二节 实践与操作	(46)
一、常用器皿及其使用	(46)
二、氢氧化钠滴定液的配制和标定	(53)
第五章 仪器定量分析技术	(56)
第一节 紫外分光光度法	(56)
一、基本知识	(56)
二、实践与操作	(57)



阅读与拓展 吸光光度法	(63)
第二节 旋光分析技术	(65)
一、基本知识	(65)
二、实践与操作	(66)
第三节 折光分析技术	(69)
一、基本知识	(69)
二、实践与操作	(70)
阅读与拓展 色谱定量分析技术	(74)
 第六章 化学原料药定量分析技术	(78)
第一节 基本知识	(78)
一、醇、醛、酮和醚类	(78)
二、巴比妥类	(78)
三、芳酸及其酯类	(79)
四、芳香胺类	(79)
五、磺胺类	(80)
六、杂环类	(80)
七、维生素类	(81)
八、甾体激素类	(82)
九、抗生素类	(83)
第二节 实践与操作	(86)
一、苯甲酸的含量测定	(86)
二、氯化钙的含量测定	(88)
阅读与拓展 生化药物和基因工程药物定量分析概述	(90)
 第七章 药物制剂定量分析技术	(93)
第一节 制剂定量分析技术	(93)
一、基本知识	(93)
二、实践与操作	(99)
第二节 制剂快速定量分析技术	(104)



目 录

一、基本知识	(104)
二、实践与操作	(109)
阅读与拓展 中药及其制剂定量分析技术概述	(109)



第一章 绪 言

在用药治病时,除了对症选择药物以外,药物用量大小也是一个重要的问题。确定剂量应从药物的治疗作用、可能发生的副作用和毒性,以及患者的年龄、性别、体重、病理状态等方面来考虑。一般来说,应用药物必须达到一定的剂量才能产生预防或治疗效果。通常所说的和药物说明书上规定的剂量,也称作常用量,是指成人(18~60岁)一次的平均用量。如果少于这个量,一般就不能产生治疗效果;如用量过多,到一定程度时会引起中毒现象,这种过大的用量,叫做中毒量。据统计表明:病人用药后引起的不良反应,90%以上都是由于用药过量而引起的。例如过量服用四环素或扑热息痛,都会损害肝脏;链霉素用量过大,可引起头晕、耳聋;庆大霉素用量过大,可引起蛋白尿和血尿等。在使用药物的时候要绝对避免使用这样的剂量。

各国药典对药物所规定的常用量有一定的剂量范围。药品不仅要按规定的剂量范围来生产、制备和使用,还需要按规定的方法进行含量测定,符合规定才能使用。

一、定量分析的任务

药物定量分析的任务是测定药物有效成分的相对含量。药物有效成分含量的测定是评价药品质量优劣的重要手段。药物有效成分含量的测定需要在有效成分鉴别无误,药物杂质检查合格的基础上进行。药物定量分析的方法多种多样,容量分析法、光谱分析法和色谱分析法是《中国药典》2005年版收载最多的方法。



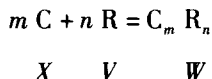
二、定量分析的分类

药物定量分析是建立在化学定量分析基础之上的一项运用技术,具有很强的实践性。按照分析原理分类,可分为化学分析和仪器分析;按照试样用量分类可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析;按照分析要求分类,可分为常规分析、快速分析和仲裁分析等。

(一) 化学分析与仪器分析

1. 化学分析

化学分析方法历史悠久,是经典分析法。化学分析是以物质的化学反应为基础的分析方法,利用试样中被测组分与试剂定量进行的化学反应来测定该组分的相对含量。化学定量分析又分为重量分析与滴定分析。例如,某定量分析反应为:



C 为被测组分, R 为试剂。可根据生成物 $C_m R_n$ 的量 W , 与组分 C 反应所需的试剂 R 的量 V , 求出组分 C 的量 X 。如果用称量的方法求得生成物 $C_m R_n$ 的重量, 进而求得组分 C 的含量, 这种方法属于重量分析。如果从与组分反应的试剂 R 的浓度和体积求得组分 C 的含量, 这种方法称为滴定分析或容量分析。

化学分析所用仪器较简单, 结果准确, 应用范围广, 但对于药物中极微量的成分, 如药物杂质、某些生物样品及其代谢物试样的分析不够灵敏, 也常常不能满足快速分析的要求, 需用仪器分析方法来解决。

2. 仪器分析

仪器分析归属于物理和物理化学分析。根据被测物的某种物理性质(如相对密度、折光率、旋光度及光谱特征等)与组分的关系, 不经化学反应直接测定的方法, 称为物理分析。根据被测物质在化学变化中的某些物理性质与组分之间的关系进行分析的方法, 称为物理化学分析, 如电位法等。由于进行物理和物理化学分析时, 大都需要精密仪器, 故这类分析方法又称为仪器分析。仪器分析是灵敏、快速、准确的分析方法, 发展很快, 应用广泛。仪器分析主要包括电化学分析、光学分析、质谱分析、色谱分析等。

仪器分析常是在化学分析的基础上进行的。如试样的溶解, 干扰物质的沉淀分离、掩蔽作用等, 都是化学分析的基本步骤; 同时, 仪器分析大都需要化学分析纯品作标准, 而这些化学纯品的成分, 多半需要用化学分析方法来确定。所以化学分析方法和仪器分析方法是相辅相成, 互相配合的。



(二) 常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析

根据试样用量的多少, 分析方法又可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析, 各种分析方法所需样品的量列于表 1-1。

表 1-1 各种分析方法的取样量

方法	试样重量	试样体积
常量分析	$>0.1\text{g}$	$>10\text{ml}$
半微量分析	$0.1\sim0.01\text{g}$	$10\sim1\text{ml}$
微量分析	$10\sim0.1\text{mg}$	$1\sim0.01\text{ml}$
超微量分析	$<0.1\text{mg}$	$\leq 0.01\text{ml}$

在化学定量分析中,一般采用常量分析方法,在进行微量和超微量分析时,多采用仪器分析方法。

还需指出,根据被测组分的百分含量可粗略地分为常量组分($>1\%$)、微量组分($0.01\%\sim1\%$)和痕量组分($<0.001\%$),这些组分的分析又称为常量组分分析、微量组分分析及痕量组分分析。这种分类法与按取样量分类的角度不同,两种概念不可混淆。采用哪种取样量的分析方法,应考虑组分的含量,但两者并不存在直接对应关系。例如,常量组分分析可用常量分析法,也可用半微量或微量分析法,主要取决于取样量。

(三) 常规分析、快速分析、仲裁分析

常规分析是指一般化验室对日常生产中的原材料或产品所进行的分析,又叫例行分析。

快速分析是利用现有可行而简单的化学分析方法或物理化学分析方法对物质进行验证分析的一种方法。它是在常规分析的基础上发展起来的,其基本理论和常规分析相同。

仲裁分析则是指不同单位对某一试样的分析结果发生争议时,要求权威部门用指定的方法进行准确的分析,并以此做出裁定。显然,仲裁分析对分析方法和分析结果的准确度有很高的要求。例如《中国药典》指定的分析方法,就是药物仲裁分析的依据。

三、定量分析的程序

定量分析一般步骤为:取样、试样的溶解、干扰物质的分离、测定方法的选择及分析数据的处理及结果的评价等。

(一) 试样的采取

采取的试样必须保证其具有代表性,即试样的组成和其整体的平均水平相一致。对于性质、性态、均匀度、稳定性不同的试样,应采取不同的取样方法,要根据具体物质的不同来源和分析目的的不同严格取样。

(二) 试样的处理

试样的处理主要包括试样的溶解、干扰物质的分离等步骤。大多数的分析样品都可选用适宜的溶剂将其溶解后,对试样溶液直接测定。

干扰物质的分离最简单和最常用的方法是过滤。由于有机药物的组成、结构较复杂,



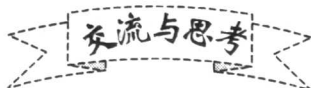
简单的方法不仅不能排除干扰，甚至无法测定药物的含量，必须经过特殊的处理，将药物或组分转为适宜测定方式后，才能进行定量分析。例如某些含金属或卤素的有机药物，如盐酸碘胺酮的含量测定需用氧瓶燃烧法，将盐酸碘胺酮在氧气中燃烧分解，分解产物用吸收液氢氧化钠吸收反应后，转变为碘化物和碘酸盐，适当处理后，可用碘量法测定。

（三）测定方法的选择

应根据测定的目的和要求，包括组分的含量、准确度及完成测定的时间，确定采用分析方法。

（四）数据处理及分析结果的评价

对分析过程中得到的数据进行分析及处理，计算出被测组分的含量，并对测定结果的准确度和精密度做出评价。



1. 为什么要对药物进行定量分析？
2. 药物定量分析的任务是什么？
3. 为什么在化学定量分析时，多采用常量分析方法？为什么在进行微量和超微量分析时，多采用仪器分析方法？
4. 定量分析的步骤主要有那些？
5. 正确进行试样的采取对定量分析有何意义？



阅读与拓展

一、药品质量标准

国家和政府为了确保药品质量，制定出每种药品的管理依据，即质量标准。一个有科学依据、切合实际的药品质量标准应该是从药物的研究试制开始，直至临床使用整个过程中研究工作的成果。但是要确保药品的质量能符合药品质量标准的要求，对药物存在的各个环节加强管理是必不可少的，许多国家都根据本国的实际情况制定了一些科学管理规范 and 条例。我国对药品质量控制的全过程起指导作用的法令性文件有：

《药品非临床研究质量管理规定》（Good Laboratory Practice, GLP）、《药品生产质量管理规范》（Good Manufacture Practice, GMP）、《药品经营质量管理规范》（Good Supply

药品质量与质量标准



Practice, GSP)、《药品临床试验管理规范》(Good Clinical Practice, GCP)。

GLP、GMP、GSP、GCP 四个科学管理规范的执行,加强了药品的全面质量控制,有利于加速我国医药产业的发展,提高了药业的国际竞争力。

除了药品研究、生产、供应和临床各个环节的科学管理外,有关药品检验工作本身的质量管理更应受到重视,《分析质量管理》(Analytical Quality Control, AQC)既用于检验分析结果的质量。

二、国家药品标准

《中华人民共和国药品管理法》已由中华人民共和国第九届全国人民代表大会常务委员会第十二次会议于 2001 年 2 月 28 日修订通过,2002 年 9 月 1 日实施。本法明确规定“药品必须符合国家药品标准”;国务院药品监督管理部门颁布的《中华人民共和国药典》和药品标准为国家药品标准。

药典是国家监督管理药品质量的法定技术标准。药品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、经营、使用和行政、技术监督管理各部门应共同遵循的法定技术依据,也是药品生产和临床用药水平的重要标志。对保证药品质量,保障人民用药的安全、有效和维持人民身体健康起着极其重要作用。

《中华人民共和国药典》为我国药典的全称,简称《中国药典》,其后以年份注明是哪一年版,如最新版药典可以表示为《中国药典》2005 年版;如用英文表示,则为 Chinese Pharmacopoeia (缩写为 Ch. P)。建国以来,我国已经出版了八版药典(1953、1963、1977、1985、1990、1995、2000 和 2005 年版)。

一般来说,药品标准中收载的药品,其检验的具体操作步骤都应按药品标准的规定进行,检验结果也必须按药品标准进行确定。作为一名药品检验工作者,就应能正确地使用药典与药品质量标准,熟练地掌握药物分析的方法与操作技能。

三、《中国药典》概况

《中华人民共和国药典》简称《中国药典》2005 年版,经第八届药典委员会执行委员会审议通过,并经国家食品药品监督管理局批准颁布实施,为建国以来的第八版药典。本版药典分一部、二部和三部。药典一部收载药材及饮片、植物油脂和提取物、成方制剂和单味制剂等;药典二部收载化学药品、抗生素、生化药品、放射性药品以及药用辅料等;药典三部收载生物制品,首次将《中国生物制品规程》并入药典。

《中国药典》的内容分为凡例、正文、附录和索引四部分。

(一) 凡例

