



高职高专工学结合医药类规划教材

仪器分析

Instrumental
Analysis

■ 主 编 张晓敏



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

Instrumental Analysis

仪 器 分 析

主 编 张晓敏

副主编 罗明可

编 者 (以姓氏笔画为序)

丁 丽 (浙江医药高等专科学校)

马铭研 (浙江医药高等专科学校)

吕少峰 (新昌制药厂质检部)

李士敏 (浙江医药高等专科学校)

张晓敏 (浙江医药高等专科学校)

罗明可 (福建生物工程职业技术学院)

胡晓渝 (浙江医药高等专科学校)

俞松林 (浙江医药高等专科学校)



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析 / 张晓敏主编. —杭州: 浙江大学出版社, 2012. 8

ISBN 978-7-308-10334-3

I. ①仪… II. ①张… III. ①仪器分析 IV. ①0657

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 178374 号

仪 器 分 析

主 编 张晓敏

丛书策划 阮海潮 (ruanhc@zju.edu.cn)

责任编辑 阮海潮

封面设计 春天书装

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 杭州好友排版工作室

印 刷 德清县第二印刷厂

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 16.75

字 数 418 千

版 印 次 2012 年 8 月第 1 版 2012 年 8 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-10334-3

定 价 37.00 元

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

总 序

近几年,医药高职高专教育发展势头迅猛,彰显出了强大的生命力和良好的发展趋势。《国家中长期教育改革和发展规划纲要(2010—2020年)》指出,要大力发展职业教育,培养创新型、实用型、复合型人才,培养学生适应社会和就业创业能力。高职教育培养生产、服务、管理等一线岗位的高端技能型人才,目标科学明确,满足适应了医药行业企业发展的迫切需要。而培养面向一线工作的高端技能型人才不仅要有扎实的理论基础,更要掌握熟练的实践操作技能,同时还应具备良好的职业素养和心理素质。

医药行业是涉及国民健康、社会稳定和经济发展的一个多学科先进技术和手段高度融合的高科技产业群体。医药类高职院校学生更应树立医药产品质量第一的安全意识、责任意识,更要着重强调培养学生钻研业务的研究能力、质量控制方面的职业知识及一专多能的职业能力。

为创新医药高职高专教育人才培养模式,探索职业岗位要求与专业教学有机结合的途径,浙江医药高等专科学校根据高端技能型人才培养的实际需要,以服务为宗旨,以就业为导向,依托宁波市服务型重点建设专业“医药产销人才培养专业群”的建设,推进教育教学改革,组织教学和实践经验丰富的相关教师及行业企业专家编写了一套体现医药高职高专教育教学理念的优质教材,贴近岗位、贴近学生、贴近教学。

本套教材具有以下几个特点:一是内容上强调需求。在内容的取舍上,根据医药学生就业岗位所需的基本知识技能和职业素养来选择和组织教材内容;二是方法上注重应用。教材力求表达简洁、概念明确、方法具体,基本技能可操作性强,让学生易于理解、掌握和实践。三是体例上实现创新。教材内容编排实现项目化,按照工学结合的教学模式,突出“案例导入”、“任务驱动”、“知识拓展”、“能力训练”等模块。

浙江医药高等专科学校作为教育部药品类专业教指委的核心院校,在医药高职高专教育中不断探索,不断前行,取得了一系列标志性的成果,教育质量不断提高,校企合作不断深入。本套教材是学校教师多年教学和实践经验的体现,教材体现了新的高职高专教育理念,满足了专业人才培养的需要。



《高职高专工学结合医药类规划教材》

编委会名单

主 任 崔山风

委 员 (以姓氏笔画为序)

丁 丽 王国康 王麦成

叶丹玲 叶剑尔 纪其雄

吴 锦 何军邀 张佳佳

张晓敏 夏晓静 秦永华

虞 峰

秘 书 陈汉强

前 言

本教材在内容的选择上,本着实用性、针对性及可持续性的原则,紧扣高职高专培养目标,着眼行业通用技术,结合课程特点和“工学结合”教学需要;在形式上以项目化及工作任务为载体,以工作过程为主线展开,力求体现高职特色。内容组织上兼顾学科和技能,以“模块、项目、工作任务”组织教材的核心内容,融知识和技能为一体,使其达到高级技术应用性人才培养标准。

全书共分四个模块、16个项目、46个学习任务。内容包括:常用的光学分析技术(紫外-可见、红外、原子吸收、荧光灯等)、电学分析技术(电位分析技术、永停滴定技术)、色谱分析技术(薄层色谱、高效液相色谱、气相色谱)的技术基础、仪器与操作技术、典型应用技术,对学生注重可持续发展及通用实验操作技能的训练,内容展开与行业资格证书要求相同,在课程上实现双证融通。

本书由浙江医药高等专科学校张晓敏老师负责编写模块一,项目二、三、十一、十三和项目十六,并对全书进行统稿、修改;浙江医药高等专科学校俞松林老师负责编写模块三;浙江医药高等专科学校丁丽老师负责编写项目四、六;福建生物工程职业技术学院罗明可老师负责编写项目五和项目十二;浙江医药高等专科学校胡晓渝老师参与项目五的编写;浙江医药高等专科学校马铭研老师、新昌制药厂质检部吕少峰老师负责编写项目十四;浙江医药高等专科学校李士敏老师负责编写项目十五。

本书在修改过程中得到了钱江老师、吴惠芳老师和章璐幸老师的热心帮助,在此对各位参编老师及提供帮助教师的辛苦付出表示衷心地感谢。

本教材适合高职高专院校药品质量检测技术、生物制药技术、药物制剂、化学制药技术等专业学生使用,也可供其他检验机构有关人员参考。

本教材知识性任务和实践性任务分别以不同的形式展开,实践任务的编写包括十一部分的内容,以工作过程为主线展开。由于初次采用新形式,加之编写时间仓促、编者水平有限,书中不妥之处在所难免,恳请广大师生批评指正。

编 者

2012年7月

目 录

模块一 仪器分析技术基础	1
项目一 认识仪器分析及技术	1
任务一 仪器分析概述	1
任务二 仪器分析实验基础知识及技能	4
模块二 光学分析技术	12
项目二 光学分析技术基础	12
任务三 光学分析基础知识	12
项目三 紫外-可见分光光度技术	17
任务四 紫外-可见分光光度技术基础	17
任务五 紫外-可见分光光度计与操作技术	23
任务六 紫外-可见分光光度计的性能检查	29
任务七 有机物的紫外-可见吸收光谱的绘制	33
任务八 测定维生素 B ₁₂ 注射液含量——吸收系数法	35
任务九 邻二氮菲光度法测定水样中铁含量——标准曲线法	40
任务十 复方 SMZ 片含量测定——双波长分光光度法	46
任务十一 紫外-可见分光光度技术注意事项	49
任务十二 物质结构与紫外-可见吸收光谱的关系	50
项目四 原子吸收分光光度技术	58
任务十三 原子吸收分光光度技术基础与通则	58
任务十四 原子吸收分光光度计与操作技术	64
任务十五 水中钙离子含量的测定——标准加入法	73
任务十六 维生素 C 中铜、铁的检查——标准加入法	76
项目五 红外吸收光谱技术	85
任务十七 红外吸收光谱技术基础与通则	85
任务十八 红外光谱仪与操作技术	99
任务十九 聚苯乙烯薄膜红外光谱的绘制	104
任务二十 对乙酰氨基酚的红外光谱绘制(压片法)	107
任务二十一 解析未知样品的红外光谱图	109
项目六 分子荧光光谱技术	120
任务二十二 分子荧光光谱技术基础	120
任务二十三 荧光光度计及操作技术	128

任务二十四 荧光法测维生素 B ₂ 的含量	130
模块三 电化学分析技术	133
项目七 电化学分析技术	133
任务二十五 电化学分析技术基础	133
项目八 直接电位法	138
任务二十六 溶液 pH 的测定	138
任务二十七 酸度计性能检查及矿泉水 pH 测定	143
项目九 电位滴定技术	146
任务二十八 电位滴定技术基础	146
任务二十九 电位滴定法测定药用辅料(磷酸氢二钠)的含量	151
项目十 永停滴定技术	153
任务三十 永停滴定技术基础	153
任务三十一 药物中水分的测定	155
模块四 色谱分析技术	158
项目十一 色谱分析技术	158
任务三十二 色谱分析技术基础	158
项目十二 薄层色谱技术	167
任务三十三 薄层色谱技术基础	167
任务三十四 薄层色谱操作技术	172
任务三十五 环丙沙星胶囊的鉴别——薄层色谱法	176
项目十三 高效液相色谱技术	180
任务三十六 高效液相色谱技术基础	180
任务三十七 高效液相色谱仪(HPLC 系统)与操作技术	188
任务三十八 高效液相色谱仪的性能检查	201
任务三十九 环丙沙星胶囊的质量检验	205
任务四十 高效液相色谱法操作注意事项(用于药物分析)	210
项目十四 气相色谱技术	214
任务四十一 气相色谱技术基础	214
任务四十二 气相色谱仪与操作技术	217
任务四十三 维生素 E 的检验	234
任务四十四 丁醇异构体混合物的 GC 分析——归一化法	244
项目十五 离子色谱技术	250
任务四十五 离子色谱技术基础	250
项目十六 电泳技术	256
任务四十六 电泳技术基础	256
参考文献	260

模块一 仪器分析技术基础

项目一 认识仪器分析及技术

任务一 仪器分析概述

学习目标

知识目标

- 熟悉仪器分析的内容及分类;
- 熟悉仪器分析技术的应用范围及特点;
- 了解仪器分析技术的发展趋势。

技能目标

- 能够区别不同的分析仪器;
- 熟悉仪器分析一般检测的步骤。



【背景知识】

为适应社会发展的迫切需要,随着物理学、物理化学、电子技术、精密仪器制造技术等科学技术的发展,仪器分析逐渐产生并发展。一般认为,分析化学的发展经历三次巨大变革,第一次变革在 20 世纪 30 年代,建立了溶液的四大平衡理论,使分析化学真正发展成为一门科学;第二次变革是在 20 世纪 40—60 年代,物理学和电子学的发展促进分析化学从以化学分析为主的经典分析化学,发展成为以仪器分析为主的现代分析化学;第三次变革是在 20 世纪 70 年代至今,生物学、信息学、计算机科学、物理学、数学等学科的新成就的继续引入,丰富了分析化学的内容,使现代分析化学得到了飞速的发展。仪器分析方法吸收了当代科学技术的最新成就,不仅强化和改善了原有仪器的性能,而且推出了很多新的分析测试仪器,为科学研究和生产实际提供了更多、更新、更全面的信息,成为现代分析检测技术的重要支柱。

常用的仪器分析方法的一些基本原理和实验技术是每位分析人员和相关研究人员需要掌握的基础知识和基本技能。



【任务内容】

一、仪器分析的内容和应用

1. 仪器分析的分类

仪器分析又称为现代分析化学,是以测量物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法,因其在分析过程中要使用特殊仪器而得名。一般地说,仪器分析是指采用比较复杂或特殊的仪器设备,通过测量物质的某些物理或物理化学性质的参数及其变化来获取物质的化学组成、成分含量及化学结构等信息的一类方法。这些方法一般都有独立的方法原理及理论基础。通常将仪器分析和化学分析看成分析化学的两个分支。

仪器分析技术的内容繁多、各成体系。根据其分析检测原理一般将仪器分析方法分为四大类,包括:利用物质电化学特征参数进行定性、定量分析的电化学分析法;利用物质光谱特征进行定性、定量分析的光学分析法;利用色谱技术分离分析的色谱分析法及其他分析法。每类方法又包含多种具体的分析检测方法。常用的仪器分析方法概况列于表 1-1。

表 1-1 常用的仪器分析方法

方法分类	分析方法		分析过程及原理
电化学分析法	电位分析法	直接电位法	利用物质的电化学性质的特征参数(电位、电导、电流、电量等)与物质浓度之间的定量关系进行定量分析的方法
		电位滴定法	
	电解分析法	电重量法	
		库仑法	
		库仑滴定法	
	电导分析法	直接电导法	
		电导滴定法	
	伏安法	极谱法	
		溶出伏安法	
		电流滴定法 (含永停滴定法)	
光学分析法	光谱法	吸收光谱法(紫 外、红外等)	利用物质的光谱特征进行定性、定量及结构分析的方法称为光谱法或光谱分析法
		发射光谱法	
		散射光谱法	
	非光谱法	折射法	检测被测物质的某种物理光学性质进行定量、定性分析的方法
		旋光法	
		浊度法	
		X射线衍射法等	
色谱分析法	薄层色谱法		使用相关的色谱仪器,利用混合物中的各组分在互不相溶的两相之间相互作用(吸附、溶解等)的不同而产生的差速迁移进行分离、分析的方法
	气相色谱法		
	液相色谱法		
	其他色谱法		
其他分析法			质谱法、热分析法、放射分析等

本书在结合各分析技术的通用检测应用的基础上,重点讲述常用仪器分析技术在药品检测方面的应用。以直接电位法、电位滴定法、紫外吸收分光光度法、红外光谱法、气相色谱法、高效液相色谱法等为重点系统讲解进行分析检测的理论和技能。

2. 仪器分析的应用范围

仪器分析技术用于获取分析数据、鉴定物质的化学组成、测定物质中有关组分的含量、确定物质的结构和形态、解决关于物质体系构成及其性质的问题。各种仪器分析方法各有其特点和内在规律,适用于不同的分析检测情况。仪器分析技术可以应用到生活、生产、科研等多个方面,简单表示于表 1-2。

表 1-2 仪器分析技术的应用

技术	应 用		
仪器分析	化学学科方面	新化合物的结构表征;分子层次上的分析方法	
	科学技术方面	生命科学、材料科学、环境科学、资源和能源科学	
	经济建设方面	在农业生产中	土壤成分和性质测定,化肥、农药的分析等
		在工业生产中	油田、煤矿等资源的勘探、工业原料的选择、工业流程的控制、成品检验等
	社会生活方面	体育(兴奋剂)、生活产品质量(鱼新鲜度、农药残留量)、环境污染实时检测、法庭化学(DNA 技术、物证)	
	医药卫生事业方面	临床检验、疾病诊断、新药研制、药品质量全面控制、中草药有效成分的分离和测定、药物代谢和药物动力学研究、制剂的稳定性、生物利用度和生物等效性研究等	
	药学专业教育方面	药物分析、药物化学、天然药物化学、药剂学、药理学、中药学等多个学科都有广泛的应用	

二、仪器分析的特点

仪器分析用于试样组分的分析具有操作简便、快速的特点,特别是对于低含量组分的测定有独特之处,比一般的化学分析有较大的优势、较低的检出限;仪器分析易于实现自动化和智能化,使人们摆脱传统的实验室手工操作,可以加快分析速度;仪器分析还能提供较多的检测信息,如物质结构、组分价态等;但是仪器分析与化学分析相比准确度不够高,通常相对误差达百分之几,甚至更高,可满足低含量分析的要求,对常量组分的分析其准确度就不如化学分析高,所以在选择分析方法时要考虑到这一点;此外,在进行仪器分析之前,通常要进行样品处理,使样品达到适宜测定的状态。总之,仪器分析与化学分析相比各有其特点(表 1-3)。

表 1-3 仪器分析特点

特点	化学分析	仪器分析
优点	1. 仪器简单; 2. 结果准确,误差小于千分之几; 3. 应用广泛	1. 灵敏度高,检出限量低; 2. 选择性好; 3. 简便,快速,可自动化; 4. 应用广泛
缺点	1. 费时; 2. 难测极微量杂质	1. 误差大; 2. 贵

三、仪器分析的发展趋势

仪器分析的主要发展趋势表现在下列几个方面:

1. 方法改进及创新 进一步提高方法的灵敏度、选择性及准确度是所有分析检测方法追求的目标。另外,各种选择性检测技术及多组分同时分析的技术等也是当前仪器分析研究的热点问题。

2. 分析仪器智能化 计算机在仪器分析技术中不仅仅用于处理数据,而且可以储存分析方法和标准数据、控制仪器的操作,实现分析的自动化和智能化。

3. 新型动态分析检测、在线实时分析检测和非破坏性分析检测是其发展的主流 离线的分析检测不能及时、直接、准确地反映生产实际和生命环境的实时情况,不利于及时解决和控制生产问题。目前,生物传感器、免疫传感器、DNA 传感器、细胞传感器、电化学传感器、生物芯片的出现为实时、在线、新型的动态分析,甚至是活体分析的发展带来了机遇。

4. 多种方法联用技术是仪器分析发展的另一重要发展方向 不同仪器联用可以使不同方法的优点较好地发挥,克服单种仪器使用时的局限性。

5. 扩展时空多维信息 随着其他科学的发展,仪器分析技术已经不再局限于对物质进行表征和测量,而是要为物质提供尽可能多的信息。

6. 仪器分析的另一个发展趋势,是分析仪器的大众化、个性化、日用品化及贵重仪器的网络化。

总之,仪器分析正朝着高敏、高选择性、快速、在线、原位分析、活体、无损分析等方向发展。

四、仪器分析课程的学习方法

仪器分析技术有其基本技术基础和通则,然后这些技术基础应用到不同领域的不同分析对象,其核心技术是不变的。我们可以将其分成样品处理部分及使用仪器采集数据,然后利用公式处理数据,得出结果的过程。所以在学习中要达到下列要求:

弄懂记住基本概念,清楚理解方法原理。

掌握分清仪器装置,重点熟悉关键部件。

知晓方法计算公式,熟练使用常用公式。

提炼方法核心技术,扩展应用通用技术。

任务二 仪器分析实验基础知识及技能

学习目标

知识目标

- 掌握实验室规则;
- 熟悉实验室的安全要求;
- 熟悉实验用水的要求;
- 熟悉实验数据记录和处理方法。

技能目标

- 遵守实验室规则;
- 安全、规范完成实验;
- 正确、规范记录实验数据。



【背景知识】

仪器分析实验是仪器分析课程的重要内容,学习时,学生在教师指导下,以分析仪器为工具,亲自动手获得所需要的数据并根据数据得出实验结论的教学实践活动。通过仪器分析实验,使学生加深对有关方法原理的理解,掌握仪器分析的基本知识和技能,学会正确使用分析仪器、合理选择实验条件、正确处理实验数据和表达实验结果,培养学生严谨求实的工作态度和独立工作的能力。但是,仪器分析实验室中仪器比较贵重、使用化学试剂、气体钢瓶等,有时有一定的不安全因素,所以学生一定要遵守相关的规章制度,安全、有效地完成实验,训练养成较高的职业素养,为以后的学习和工作打下坚实的基础。为了达到相关的教学目的,必须掌握仪器分析实验室的有关基础知识。



【任务内容】

一、分析实验室规则

1. 仪器分析实验室仪器一般都比较贵重,各种仪器使用都要征得实验室负责人同意后,方可使用。
2. 学生在实验前,应认真预习有关内容,明确实验目的和要求,了解实验步骤及注意事项。
3. 使用仪器在开机前,首先应检查仪器清洁卫生,仪器是否损坏。接通电源后,检查是否运转正常,发现问题及时报告指导教师或仪器管理人员。
4. 使用时要严格遵守相关《仪器操作规程》,详细了解仪器性能、使用范围及安全防范措施,严格按操作规程使用仪器设备,防止损坏仪器或发生安全事故。违反仪器操作规程造成仪器损坏的,按有关规定赔偿。
5. 仪器设备使用完毕后,须立即取出样品,做好仪器内外的环境卫生,切断电源,各种按钮恢复原位,填写仪器使用记录;清洗器皿,摆放整齐,经指导教师同意后方可离开。
6. 仪器设备不得擅自搬动,如情况特殊确需搬动者,必须经管理人员同意,才可搬动;使用完毕后,立即放回原处,并经管理人员检查。
7. 严禁在实验内喝水、抽烟、吃东西,饮食用具不得带到实验室内。离开实验室时要洗净双手。
8. 实验室应保持安静、整洁,禁止大声喧哗、打闹和乱扔杂物,自觉爱护实验仪器和用品,未经教师同意不得擅自用其他仪器。最后离开实验室者应关好水、电、门、窗。

二、实验室安全知识

实验室安全包括人身安全及实验室仪器及设备的安全。仪器分析实验室主要应预防实验中使用的可燃气体、高压气体、电源、易燃易爆化学品可能发生的火灾、爆炸事故、跑水事故。

1. 用电安全

- (1)所有电器的金属外壳都应保护接地。电源裸露部分,应有绝缘装置。
- (2)不用潮湿的手接触电器。实验时应先接好线路再接通电源。实验结束后,先切断电

源,再拆线路。

(3)不能用试电笔去试高压电。使用高压电源应有专门的防护措施。

(4)如果有人触电,应迅速切断电源,然后抢救。

(5)线路中各接点应牢固,电路组件两端接头不要互相接触,以防短路。

(6)修理或安装电器时,应先切断电源。

3. 防火安全

(1)使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。

(2)要特别注意氢气、乙炔气、煤气等可燃气体的正确使用,严防泄露。在使用燃气加热过程中,气源要与其他物品保持适当距离,人不得长时间离开,防止熄火漏气。用后要关闭燃气管道上的小阀门,离开实验室前还要再查看一遍,以确保安全。

(3)实验过程中万一发生火灾,不要惊慌,应尽快切断电源和气源,用石棉布或湿抹布盖住火焰。如果遇到电线起火,用沙或二氧化碳灭火器灭火,禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应立即用灭火器灭火,并根据火情决定是否要报告消防部门。

三、实验用水

纯水是仪器分析实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。仪器分析中根据分析目的和要求的不同,实验用水的要求也不相同。一般的化学实验用一次蒸馏水或去离子水;一般的检测工作采用蒸馏水或去离子水即可;超纯分析或精密实验中,需要水质更高或特殊要求的蒸馏水等。

1. 规格

国家标准(GB6682-92)中明确规定了实验室用水的级别、主要技术指标及检验方法。我国将分析实验室用水分为一、二、三级。药典规定药品检测实验用水,除另有规定外,均系纯化水。酸碱度检查所用的水,均系指新沸并放冷至室温的水。

2. 纯水的制备方法

实验室制备纯水一般可用蒸馏法、离子交换法和电渗析法。蒸馏法是将自来水在蒸馏器中加热汽化,水蒸气冷凝即得蒸馏水。离子交换法是用阴阳离子交换树脂除去水中杂质离子的方法,故制得的水也叫去离子水。电渗析法是在外电场的作用下,利用阴阳离子交换膜对溶液中的离子进行选择透过,使杂质离子从水中分离出来的方法。

现在多数仪器室使用超纯水机将蒸馏水或去离子水再净化使用。

3. 纯水的检验方法

纯水的检验有物理方法(测定电导率)和化学方法两类。制备出的纯水水质,一般以电导率为主要质量指标。一般的检验也可进行,如pH值、重金属离子、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 的浓度检验等。对药用和医用的纯水,则需要进行生化及其他特殊项目的检验。

国家标准(GB6682-92)要求的指标及检验方法见表2-1。

表 2-1 实验用水要求指标及检测方法

名称		一级	二级	三级	检测方法
pH 值范围(25℃)		—	—	5.0~7.5	仪器法
电导率(25℃), mS/m	≤	0.01	0.01	0.50	仪器法
可氧化物质(以 O 计), mg/L	<	—	0.08	0.4	高锰酸钾限量法
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤	0.001	0.01	—	紫外分光光度法
蒸发残渣(105±2℃), mg/L	≤	—	1.0	2.0	重量法
可溶性硅(以 SiO ₂ 计), mg/L	<	0.01	0.02	—	硅钼蓝比色法

说明:①由于在一级、二级水的纯度下,难以测定其真实的 pH 值,因此,对 pH 值范围不作规定。②由于在一级水的纯度下,难以测定其可氧化物质和蒸发残渣,因此对其限量不作规定,可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

四、分析检验原始记录书写细则

检验记录是出具检验报告书的依据,是进行科学研究和技术总结的原始资料。为了保证药品检验工作的科学性和规范化,检验记录必须做到:记录原始、真实;内容完整、齐全;书写清晰、整洁。

1. 检验记录的基本要求

(1) 记录的原始性 检验记录应边实验、边记录,严禁事后补记或转抄。原始记录应在检验过程中,可按检验顺序依次记录各检验项目,内容包括:项目名称,检验日期,操作方法,实验条件(如实验温度、仪器名称型号和校正情况等),观察到的现象(不要照抄标准,而应简要记录检验过程中观察到的真实情况;若遇反常现象,则应详细记录,并鲜明标出,以便进一步研究),实验数据,计算(注意有效数字和数值的修约及其运算)和结果判断等;均应及时、完整地记录。

(2) 记录的规范性

①人员签名 原始记录应有试验人员签名,所有签名必须由本人完成,不能代签。

②项目结论 每个试验项目开始前应首先记录该试验的项目或目的。试验结束后应对结果进行分析,并得出明确的结论。检验或试验结果,无论成败(包括必要的复试),均应详细记录、保存。对废弃的数据或失败的实验,应及时分析其可能的原因,并在原始记录上注明。

③记录书写 原始记录的书写应字迹清晰、用字规范,所有的记录须用蓝黑色字迹的钢笔或签字笔书写(显微绘图可用铅笔),不得使用铅笔或其他易褪色的书写工具书写。原始记录应使用规范的专业术语,不要出现不确定量(如 1~2 滴,5~10ml),计量单位应采用国际计量单位,有效数字的取舍应符合试验要求;常用的外文缩写(包括试验试剂的外文缩写)应符合规范,首次出现时必须用中文加以注释;属外文译文的应注明其外文全称。

④记录修改 原始记录不得随意删除、修改或增减数据。如必须修改,可用单线划去并保持原有的字迹可辨,不得涂改;应在修改处签名盖章,以示负责。必要时注明修改时间及原因。

⑤试验依据 检验记录中,应先写明检验的依据。凡按中国药典、部(局)颁等标准的,应列出标准名称、版本、页数或标准批准文号。

(3) 记录的可追溯性

①溶液 常用的溶液有标准滴定液、标准 pH 缓冲液、标准比色液、标准铅溶液、标准砷

溶液等等。使用到这些溶液时,要在原始记录中注明其来源,并应能在另外的记录本中追溯到配制、标定等记录。

②仪器 试验过程中应做好仪器的使用记录,原始记录应与仪器的使用登记相对应。

③试药 一些特殊试药(毒、麻、精、放)的领用登记应与试验原始记录相对应。

④对照品 应记录其来源、批号和使用前的处理;用于含量(或效价)测定的,应注明其含量(或效价)和干燥失重(或水分)。

⑤照片 试验中的照片应粘贴在实验原始记录的相应位置上,底片或电子版应妥善保管。拍照时应做好标识记录,可以在旁边放一小纸条,把相应的名称、简要信息等一起拍下来保存。

⑥图谱、表格 随着分析仪器的进步,数据采集和处理软件的功能越来越多,每次检测,系统可以记录下很多信息,一般选择项目包括:样品编号、采集时间、存盘路径、打印时间、方法、操作者等信息。打印出来后应剪贴于记录的适宜处,并有操作者签名;不宜粘贴的,另行整理装订成册,并加以编号,同时在记录本上相应处注明。用热敏纸打印的记录,为防止日久褪色难以识别,应以蓝黑墨水或碳素笔将主要数据记录于记录纸上,或复印后保存。

2. 对具体检验项目记录的要求

(1)紫外-可见分光光度法 记录仪器型号,检查溶剂是否符合要求的数据,吸收池的配对情况,供试品与对照品的称量(平行试验各2份)及其溶解和稀释情况,核对供试品溶液的最大吸收峰波长是否正确,狭缝宽度,测定波长及其吸光度(或附仪器自动打印记录),计算式及结果。必要时应记录仪器的波长校正情况。

做鉴别检查时,对于吸收系数及紫外-可见吸收光谱特征则要求:记录仪器型号与狭缝宽度,供试品的称量(平行试验2份)及其干燥失重或水分,溶剂名称与检查结果,供试液的溶解稀释过程,测定波长(必要时附波长校正和空白吸光度)与吸光度值(或附仪器自动打印记录),以及计算式与结果等。

(2)红外光吸收图谱 记录仪器型号,环境温度与湿度,供试品的预处理和试样的制备方法,对照图谱的来源(或对照品的图谱),并附供试品的红外光吸收图谱。

(3)原子吸收分光光度法 记录仪器型号和光源,仪器的工作条件(如波长、狭缝、光源灯电流、火焰类型和火焰状态),对照溶液与供试品溶液的配制(平行试验各2份),每一溶液各3次的读数,计算结果。

(4)薄层色谱(或纸色谱) 记录室温及湿度,薄层板所用的吸附剂(或层析纸的预处理),供试品的预处理,供试液与对照液的配制及其点样量,展开剂、展开距离、显色剂,色谱示意图;必要时,计算出 R_f 值。

(5)气相色谱法 记录仪器型号,检测器及其灵敏度,色谱柱长与内径,柱填料与固定相,载气和流速,柱温,进样口与检测器的温度,内标溶液,供试品的预处理,供试品与对照品的称量(平行试验各2份)和配制过程,进样量,测定数据,计算式与结果,并附色谱图。标准中如规定有系统适用性试验者,应记录试验的数据(如理论板数,分离度,校正因子的相对标准偏差等)。

(6)高效液相色谱法 记录仪器型号,检测波长,色谱柱与柱温,流动相与流速,内标溶液,供试品与对照品的称量(平行试验各2份)和溶液的配制过程,进样量,测定数据,计算式与结果,并附色谱图。如标准中规定有系统适用性试验者,应记录该试验的数据(如理论板

数,分离度,校正因子的相对标准偏差等)。

鉴定时如为引用检查或含量测定项下所得的色谱数据,记录可以简略;但应注明检查(或含量测定)项记录的页码。

(7)pH 值(包括原料药与制剂采用 pH 值检查的“酸度、碱度或酸碱度”) 记录仪器型号,室温,定位用标准缓冲液的名称,校准用标准缓冲液的名称及其校准结果,供试溶液的制备,测定结果。

(8)容量分析法 记录供试品的称量(平行试验 2 份),简要的操作过程,指示剂的名称,滴定液的名称及其浓度(mol/L),消耗滴定液的毫升数,空白试验的数据,计算式与结果。电位滴定法应记录采用的电极;非水滴定要记录室温;用于原料药的含量测定时,所用的滴定管与移液管均应记录其校正値。

(9)重量分析法 记录供试品的称量(平行试验 2 份),简要的操作方法,干燥或灼烧的温度,滤器(或坩埚)的恒重值,沉淀物或残渣的恒重值,计算式与结果。

(10)水分(费休氏法) 记录实验室的湿度,供试品的称量(平行试验 3 份),消耗费休氏试液的毫升数,费休氏试液标定的原始数据(平行试验 3 份),计算式与结果,以平均值报告。

五、实验数据记录和处理方法

1. 列表法

列表法是以表格的形式表示数据的方法,具有直观、简明的特点。记录实验数据多用此法。列表需标明表格名称,表格的纵列一般为实验编号或因变量,横列为自变量。首行或首列应写上名称和量纲。名称尽量用符号表示,单位的写法采用斜线制,如该列的数据是表示体积 V ,则该列首应写成“ V/ml ”。记录数据应符合有效数字的规定。书写时应整齐统一,小数点要上下对齐,以利于数据的比较分析。表中的某个数据需特殊说明时,可在数据上做标记,再在表格的下方加注说明。

2. 图解法

图解法是将实验数据按自变量与因变量的对应关系绘成图形,能够把变量间的变化趋势更加直观地显示出来,便于分析研究,从而在图上找出所需数据或发现某种规律等。在各种仪器中广泛使用记录仪或计算机工作软件直接获得测量图形,快速得到分析结果。

常用的图解法有:①标准曲线法:求未知物浓度;②连续标准加入法:作图外推求组分含量;③用滴定曲线的折点求电位滴定的终点;④用图解积分法求色谱峰面积等。绘制图形时,应注意以下几点:

(1)坐标纸的选择 一般情况下选用直角毫米坐标纸,有时也用对数和半对数坐标纸。

(2)坐标标度的选择 用 x 轴代表可严格控制的自变量(如溶液的浓度、滴定体积等), y 轴代表因变量(如仪器的响应值)。坐标轴应标明名称和单位,单位的写法采用斜线制。坐标轴的分度应与仪器的精度一致,以便于从图上读取任一点的数据。直角坐标的两个变量变化范围在两轴上表示的长度应该相近,以便于正确反映图形特征。直线图应处在坐标分角线附近,常不必一定以坐标原点为分度的零点。若一张图上要绘制多条曲线,各组数据点应选用不同符号标记,需要标明时尽量用阿拉伯数字或英文字母标注。在图的下方标明图名和必要的图注。若变量之间的关系为非线性,尽可能通过数据变换将其变为线性关系。