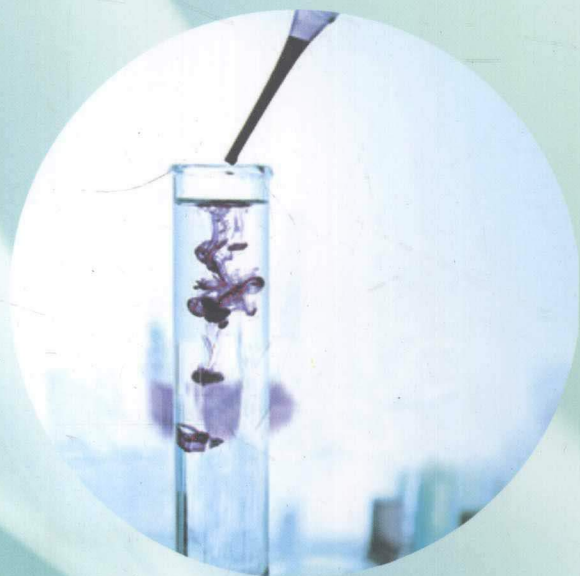


高职高专药学类专业实训教材

药品检验综合实训

YAOPIN JIANYAN ZONGHE SHIXUN

张宝成 訾少锋 主编



东南大学出版社
SOUTHEAST UNIVERSITY PRESS

高职高专药学类专业实训教材

药品检验

综合实训



主 编 张宝成 訾少锋

副主编 王启海 朱影影

编 者(以姓氏笔画为序)

王启海(安徽中医药高等专科学校)

叶六平(淮南市食品药检所)

纪从兰(安徽中医药高等专科学校)

吴寅子(安徽医学高等专科学校)

张宝成(安徽中医药高等专科学校)

张黎娟(亳州职业技术学院)

金齐武(淮南职业技术学院)

黄 靖(皖西卫生职业学院)

程 正(铜陵市食品药检所)

訾少锋(亳州职业技术学院)



东南大学出版社

SOUTHEAST UNIVERSITY PRESS

· 南京 ·

图书在版编目(CIP)数据

药品检验综合实训 / 张宝成, 訾少锋主编. —南京:
东南大学出版社, 2013. 7

高职高专药学类专业实训教材 / 王润霞主编

ISBN 978-7-5641-4367-1

I. ①药… II. ①张… ②訾… III. ①药品检定—高等职业教育—教材 IV. ①R927.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 147262 号

药品检验综合实训

出版发行 东南大学出版社

出版人 江建中

社址 南京市四牌楼 2 号

邮编 210096

经销 江苏省新华书店

印刷 常州市武进第三印刷有限公司

开本 787 mm×1 092 mm 1/16

印张 11

字数 270 千字

版次 2013 年 7 月第 1 版第 1 次印刷

书号 ISBN 978-7-5641-4367-1

定价 25.00 元

* 本社图书若有印装质量问题, 请直接与营销部联系, 电话: 025—83791830。

高职高专药学类专业实训教材编审委员会

成员名单

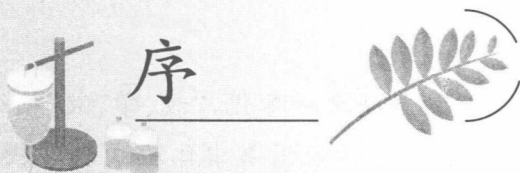
主任委员:陈命家

副主任委员:方成武 王润霞 余建华 程双幸
张伟群 曹元应 韦加庆 张又良
王 平 甘心红 朱道林

编委会成员:(以姓氏笔画为序)

王万荣 王甫成 刘 丽 刘 玮
刘修树 闫 波 江 勇 杨冬梅
宋海南 张宝成 范高福 郝枝花
周建庆 俞晨秀 夏成凯 徐 蓉
訾少锋 褚世居

秘 书 组:周建庆 胡中正



《教育部关于“十二五”职业教育教材建设的若干意见》(教职成[2012]9号)文中指出:“加强教材建设是提高职业教育人才培养质量的关键环节,职业教育教材是全面实施素质教育,按照德育为先、能力为重、全面发展、系统培养的要求,培养学生职业道德、职业技能、就业创业和继续学习能力的重要载体。加强教材建设是深化职业教育教学改革的有效途径,推进人才培养模式改革的重要条件,推动中高职协调发展的基础工程,对促进现代化职业教育体系建设、切实提高职业教育人才培养质量具有十分重要的作用。”按照教育部的指示精神,在安徽省教育厅的领导下,安徽省示范性高等职业技术学院合作委员会(A联盟)医药卫生类专业协作组织全省10余所有关院校编写了《高职高专药学类实训系列教材》(共16本)和《高职高专护理类实训系列教材》(13本),旨在改革高职高专药学类专业和护理类专业人才培养模式,加强对学生实践能力和职业技能的培养,使学生毕业后能够很快地适应生产岗位和护理岗位的工作。

这两套实训教材的共同特点是:

1. 吸收了相关行业企业人员参加编写,体现行业发展要求,与职业标准和岗位要求对接,行业特点鲜明。
2. 根据生产企业典型产品的生产流程设计实验项目。每个项目的选取严格参照职业岗位标准,每个项目在实施过程中模拟职场化。护理专业实训分基础护理和专业护理,每项护理操作严格按照护理操作规程进行。
3. 每个项目以某一操作技术为核心,以基础技能和拓展技能为依托,整合教学内容,使内容编排有利于实施以项目导向为引领的实训教学改革,从而强化了学生的职业能力和自主学习能力。
4. 每本书在编写过程中,为了实现理论与实践有效地结合,使之更具有实践性,还邀请深度合作的制药公司、药物研究所、药物试验基地和具有丰富临床护理经验的行业专家参加指导和编写。

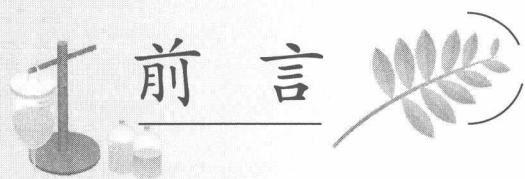
5. 这两套实训教材融合实训要求和岗位标准使之一体化,“教、学、做”相结合。在具体安排实训时,可根据各个学校的教学条件灵活采用书中体验式教学模式组织实训教学,使学生在“做中学”,在“学中做”;也可按照实训操作任务,以案例式教学模式组织教学。

成功组织出版这两套教材是我们通过编写教材促进高职教育改革、提高教学质量的一次尝试,也是安徽省高职教育分类管理和抱团发展的一项改革成果。我们相信通过这次教材的出版将会大大推动高职教育改革,提高实训质量,提高教师的实训水平。由于编写成套的实训教材是我们的首次尝试,一定存在许多不足之处,希望使用这两套实训教材的广大师生和读者给予批评指正,我们会根据读者的意见和行业发展的需要及时组织修订,不断提高教材质量。

在教材编写过程中,安徽省教育厅的领导给予了具体指导和帮助,A联盟成员各学校及其他兄弟院校、东南大学出版社都给予大力支持,在此一并表示诚挚的谢意。

安徽省示范性高等职业技术学院合作委员会

医药卫生协作组



前言

为了适应高等职业教育改革与发展的需要,体现工学结合的教学模式,安徽省A联盟医药卫生类专业协作组在2012年底就实训教材开发进行了研讨,在此基础上,根据教育部2013年发布的《高等职业院校药学专业教学标准》,确定了本教材编写形式与内容。本教材以工学结合为出发点,以技能培养为核心,以就业为导向,以提高学生的实践技能为目的。

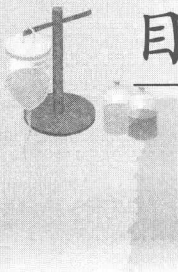
该教材的特色在于有别于传统实验、实训教材,后者是以仪器使用教学为中心,而本教材采用项目化实训教学方式,实训要点以实例操作的方式展开,并以图文并茂的形式呈现,便于学生学习。每个仪器操作实训项目设置了操作技能考核评分标准,其独立成页,易于从书中分离,以方便教师对学生进行技能的量化考核。全书内容丰富、深入浅出、实用性强,教学过程采用教、学、做一体化模式。在教材编写过程中,仪器分析的教学内容坚持吐故纳新,制剂分析紧扣2010版《中国药典》,全书编者全部来自于长期在教学一线的教师,以及来自于行业从事药物分析一线的技术人员,体现了校企合作开发实训教材的精神。

本教材包括仪器分析技能实训和制剂分析技能实训两个部分。仪器分析技能实训部分精选电子天平、pH计、永停滴定仪、电位滴定仪、旋光仪等药物分析与检测的常用仪器,设置了16个实训项目;药品质量检测技能实训部分按照2010版《中国药典》规定的片剂、注射液、胶囊剂、栓剂、颗粒剂等剂型检测方法,设置了6个实训项目。本教材在内容体系上趋于完整,增强教材的通用性,以方便各院校根据各自的教学需要进行适当取舍。

由于编者水平有限,缺点错误在所难免,恳请读者批评指正!

编者

2013年5月



目 录



目录

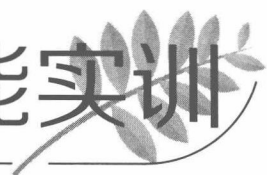
目录

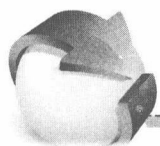
第一部分 仪器分析技能实训	(1)
实训一 仪器分析实训的基本知识	(3)
实训二 电子天平操作技能实训	(7)
实训三 pH 计操作技能实训	(15)
实训四 永停滴定仪操作技能实训	(23)
实训五 电位滴定仪操作技能实训	(31)
实训六 旋光仪操作技能实训	(39)
实训七 熔点测定仪操作技能实训	(51)
实训八 阿贝折射仪操作技能实训	(58)
实训九 高效液相色谱仪操作技能实训	(65)
实训十 气相色谱仪操作技能实训	(73)
实训十一 紫外-可见分光光度计操作技能实训(一)	(82)

实训十二	紫外-可见分光光度计操作技能实训(二)	(89)
实训十三	红外分光光度计操作技能实训	(97)
实训十四	荧光分光光度计操作技能实训	(111)
实训十五	原子吸收分光光度计操作技能实训	(121)
实训十六	溶出度测定仪操作技能实训	(134)
第二部分	药品质量检测技能实训	(139)
实训十七	药品质量检测实训的基本知识	(141)
实训十八	片剂质量检测技能实训	(143)
实训十九	注射液质量检测技能实训	(148)
实训二十	胶囊剂质量检测技能实训	(152)
实训二十一	栓剂质量检测技能实训	(156)
实训二十二	颗粒剂质量检测技能实训	(160)
参考文献		(164)

第一部分

仪器分析技能实训





实训一 仪器分析实训的基本知识

一、仪器分析实训的基本要求

(一) 仪器分析实训的教学目的

仪器分析作为现代的分析测试手段,日益广泛地为科研和生产提供大量的物质组成、结构等方面的信息,因而仪器分析实训或实验已成为高等学校中许多专业的重要课程之一。要学好仪器分析,必须认真做好仪器分析实训。仪器分析实训是学生在教师指导下,以分析仪器为工具,以项目化教学为载体亲自动手获得所需物质化学组成和结构等信息的教学实践活动。通过仪器分析实训,使学生加深对有关仪器分析方法基本原理的理解,掌握仪器分析实训的基本知识和技能;学生会正确地使用分析仪器;合理地选择实验条件;正确处理数据和表达实验结果;培养学生严谨求是的科学态度、敢于科技创新和独立工作的能力。

(二) 仪器分析实训的基本要求

1. 做好课前预习 仪器分析实训最大的特点是离不开各种各样的分析仪器。这些仪器精密度高,价格昂贵,实验室不可能购置多套同类仪器设备,因此仪器分析实训教学一般多采用轮转的方式。在这种情况下,实验前的预习就显得尤为重要。学生在实验前必须做好预习工作,仔细阅读仪器分析实训教材,掌握分析方法和分析仪器工作的基本原理、仪器主要部件的功能、操作程序和注意事项。预习时,针对实验原理部分,应结合理论知识相关内容,广泛查阅参考资料,真正做到实践与理论融会贯通;针对操作步骤中初次接触的操作技术,应认真查阅实验教材中相关的操作方法,了解这些操作的规范要求,保证实验中操作的规范化。如有条件,教师可组织学生观看多媒体教学短片。

2. 学会正确使用仪器,爱护仪器设备 学生要在教师指导下熟悉和使用仪器,勤学好问,未经教师允许不得随意开动或关闭仪器,更不得随意旋转仪器按钮、改变仪器工作参数等。要详细了解仪器的性能,防止损坏仪器或发生安全事故。实验中如发现仪器工作不正常,应及时报告教师处理。每次实验结束,应将所用仪器复原,清洗好使用过的器皿,整理好实验室。

3. 养成良好的实验习惯 实验者要准备好记录本,在记录本上拟定好实验方案和操作步骤。在实验过程中,要认真地学习有关分析方法的基本要求,细心观察实验现象,仔细记录实验

条件和分析测试的原始数据;学会选择最佳实验条件;积极思考、勤于动手;使用的药品、试剂、水、电、气等都应本着节约原则,不得浪费。培养良好的实验习惯和科学作风。

4. 遵守实验室纪律 学生应严格遵守实验纪律,不缺席,不早退,有事要请假,并跟老师约好时间,另行补做。每次实验应提前 10 分钟进实验室。保持室内安静,禁止在实验室内嬉闹。

5. 严谨操作

(1) 认真听取实验前的课堂讲解,进一步明确实验原理、操作要点和注意事项。仔细观察教师的示范操作,保证基本操作规范化。

(2) 按拟定的实验步骤操作,既要胆大又要细心。仔细观察实验现象,认真测定数据。每个测定指标至少要做 3 个平行样。有意识地培养自己高效、严谨、有序的工作作风。

(3) 观察到的现象和数据要如实记录,做到边实验、边思考、边记录。不得用铅笔记录,原始数据不得涂改或用橡皮擦拭,如有记错可在原数据上划一横杠,再在旁边写上正确值。

如发现实验现象或测定数据与理论不符,应尊重实验事实,并认真分析和检查原因。也可以通过做对照实验、空白实验或自行设计实验来核对。

6. 认真写好实验报告 撰写实验报告是仪器分析实训的延续和提高,实验报告应简明扼要,图表清晰。实验数据的处理与分析都要在报告中体现出来。实验报告应包括以下项目:实验名称、实验日期、简明实验原理、实验仪器类型与型号、主要实验步骤、实验数据及其处理、讨论等。写实验报告时要忠实原始记录,不得涂改数据。报告中所列实验数据要符合有效数字的表示方式。各种数据与结论表达要简明正确,符合逻辑、有条理性,需要时还要附上应有的图表。对实验结果的分析与讨论是实验报告的重要部分,其内容无固定模式,可以涉及诸如对实验原理的进一步深化理解、做好实验的关键、失败的原因分析、实验现象的解释、结果的误差分析以及对该实验的改进意见等各个方面。学生可就其中体会较深者讨论一项或几项。

二、实训数据的处理

数据处理是指从获得数据开始到得出最后结论的整个加工过程,包括数据记录、整理、计算、分析和绘制图表等。数据处理是实验工作的重要内容,涉及的内容很多,这里仅介绍一些基本的数据处理方法。

(一) 可疑数据的取舍

分析测定中常常有个别数据与其他数据相差较大,成为可疑数据(或称离群值、异常值)。对于有明显原因造成的可疑数据,应予舍去。但是对于找不出充分理由的可疑数据,则应慎重处理,应借助数理统计方法进行数据评价后再行取舍。常用的检验方法有 Q 检验法、Dixon 检验法和 Grubbs 检验法等。往往通过对异常数据的观察,可以发现引起系统误差的原因,进而改进过程和试验。

(二) 有效数字及其运算规则

由于误差的存在,任何测量的准确度都是有限的,因此在记录数据时既不可随意多写数字的位数,夸大测量的精度,也不可轻率少写数字的位数,降低测量的精度。在小数点后的“0”也



不能任意增加或删除。在进行运算时,还须注意遵守下列规则:

(1) 有效数字的修约按国家标准文件《数值修约规则》进行:在拟舍弃的数字中,若左边的第一个数字 ≤ 4 ,则舍去;在拟舍弃的数字中,若左边的第一个数字 ≥ 6 ,则进一;在拟舍弃的数字中,若左边的第一个数字为 5,其右边的数字并非全部为 0,则进一;在拟舍弃的数字中,若左边的第一个数字为 5,其右边的数字皆为 0,所拟保留的末位数字为奇数时,则进一,若为偶数(包括“0”)时,则不进;有效数字的修约应一次完成,不得连续进行多次修约。

(2) 加减运算结果中,保留有效数字的位数应与绝对误差最大的相同;乘除运算结果中,保留有效数字的位数应以相对误差最大的数据为准。

(3) 对数计算中,对数小数点后的位数应与真数的有效数字位数相同。

(4) 计算式中用到的常数如 π 、 e 以及乘除因子等,可以认为其有效数字的位数是无限的,不影响其他数据的修约。

(三) 分析结果的表示方法

取得实验数据后,应以简明的方法表达出来,通常有列表法、图解法、数学方程表示法等三种方法,可根据具体情况选择一种表示方法。

列表法是将一组实验数据中的自变量和因变量的数值按一定形式和顺序一一对应列成表格,是最常用的数据表达方式,比较简明、直观。列表时应有完全而又简明的表名,在表名不足以说明表中数据含义时,则在表名或表格下面再附加说明,如获得数据的有关实验条件、数据来源等。表中数据有效数字位数应取舍适当,小数点应上下对齐,以便比较分析。

图解法是将实验数据按自变量与因变量的对应关系标绘成图形,直观反映变量间的各种关系,便于进行分析研究。每个图应有简明的标题,并注明取得数据的主要实验条件、作者姓名以及实验日期。图解法是整理实验数据的重要方法,通常借助标准工作曲线法、曲线外推法、图解微分法和图解积分法直接或间接获得样品的有关信息。这些处理方法与基础化学分析课程中介绍的相似,本教材不再赘述。

数学方程表示法是对数据进行回归分析,以数学方程式描述变量之间关系的方法。仪器分析实训数据的自变量与因变量之间多成直线关系,或是经过适当变换后,使之呈现直线关系,因此仪器分析中比较常用的是一元线性回归分析,多采用平均值法和最小二乘法完成。

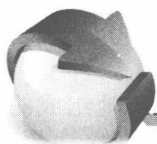
仪器分析实训和化学分析实验相比,实验数据和信息量要大得多,要注意利用先进的计算机技术进行分析处理,例如大家熟悉的 Microsoft Excel、Origin 等系列软件就可以根据一套原始数据,在数据库、公式、函数、图表之间进行数据传递、链接和编辑等操作,从而对原始数据进行汇总列表、数据处理、统计计算、绘制图表、回归分析及验证等。

三、仪器分析实训室的安全常识

在仪器分析实训中,经常使用有腐蚀性的易燃、易爆或有毒的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器,实验过程中也不可避免用到电、水等。为确保实验的正常进行和人身及设备安全,必须严格遵守实验室的安全规则:

- (1) 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口,实验完毕须洗手;水、电用后应立即关闭;离开实验室时,应仔细检查水、电、门、窗是否均已关好。
- (2) 了解实验室的基本情况,有哪些危险品;关注实验台、洗涤、通风、废液回收、电源、钢瓶等基本设施;了解实验室的灭火细沙和灭火器、淋洗器、洗眼器等。
- (3) 使用电气设备时,应特别细心,切不可用潮湿的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不可使用,以免触电。
- (4) 使用精密分析仪器时,应严格遵守操作规程,仪器使用完毕后,将仪器各部分复原,并关闭电源,拔去插头。
- (5) 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,使用时均应在通风橱中操作,注意戴上安全手套,佩戴护目镜防止其溅入眼中。
- (6) 使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火焰和热源。使用完毕后,将试剂瓶塞好,放在阴凉(通风)处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源上加热,而应用水浴加热。
- (7) 储备试剂、试液的瓶上应贴有标签,严禁将非标签上的试剂装入试剂瓶。自试剂瓶中取用试剂后,应立即盖好试剂瓶盖。决不可将已取出的试剂或试液倒回试剂瓶中。
- (8) 将温度计或玻璃管插入胶皮管或胶皮塞前,用水或甘油润滑,并用毛巾包好再插,两手不要分得太开,以免折断划伤手。
- (9) 加热或进行反应时,人不得离开。
- (10) 保持水槽清洁,禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽,以免造成下水道堵塞。
- (11) 发生事故时,要保持冷静,针对不同的情况采取相应的应急措施,防止事故扩大。

(吴寅子)



实训二 电子天平操作技能实训



实训目标

1. 了解电子天平的基本结构与测量原理。
2. 掌握电子天平的操作技能。
3. 规范记录数据,并能对数据进行正确分析与处理。



实训原理

1. 电子天平的基本工作原理 电子天平是用于称量物体质量的一种精密分析仪器,如图 2-1 为 FA1104B 型电子天平。电子天平一般采用应变式传感器、电容式传感器、电磁感应式传感器。应变式传感器结构简单、造价低,但精度有限,目前不能做到很高精度;电容式传感器称量速度快,性价比较高,但也不能达到很高精度;电磁感应式电子天平是利用电磁力平衡的原理进行设计的,根据电磁力公式:

$$F = BLI \sin \theta$$

其中, F 为电磁力; B 为磁感应强度; L 为受力导线的长度; I 为流过导线的电流强度; θ 为通电导体与磁场的夹角。由以上公式可知, F 的大小与 B 、 L 、 I 及 $\sin \theta$ 均成正比,由于传感器设计好后,其感应线圈的规格尺寸已固定,故其 B 、 L 均不再改变,而 θ 为 90° ,则 $\sin \theta = 1$,因此, F 的大小与 I 成对应关系。

2. 电子天平的基本结构 电子天平的基本结构包括:

(1) 秤盘:秤盘一般由金属材料制成,安装在天平的传感器上,是天平进行称量的承物装置。



图 2-1 FA1104B 型电子天平



(2) 模数(A/D)转换器:模数转换器的转换精度高,易于自动调零,抗干扰能力强,能将输入信号转换成数字信号。

(3) 微计算机:该部件是电子天平的数据处理部件,极为关键。它具有记忆、计算和查表等功能。

(4) 传感器:传感器也是关键部件之一,它由外壳、磁钢、极靴和线圈等组成,装在秤盘的下方。它的精度、灵敏度都很高。

(5) 位置检测器:位置检测器是由高灵敏度的远红外发光管 and 对称式光敏电池组成的。它的作用是将秤盘上的载荷转变成电信号输出。

(6) PID 调节器:PID 调节器的作用是保证传感器快速而稳定地工作。

(7) 功率放大器:它的作用是将微弱的信号放大,以保证天平的精度和工作要求。

(8) 低通滤波器:它的作用是排除外界和某些电器元件产生的高频信号的干扰。

(9) 显示器:它的作用是将输出的数字信号显示在显示屏幕上。

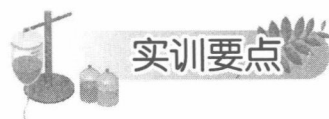
(10) 机壳:它是电子元件的基座,同时也能保护电子天平不受到灰尘等物质的侵害。

(11) 底脚:是电子天平的支撑部件,同时也是电子天平的水平调节部件,一般通过后面两个调整脚来调节天平的水平位置。

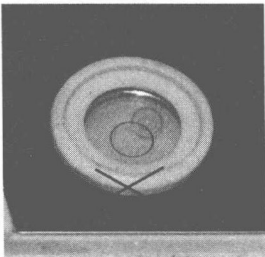
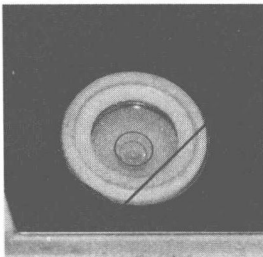


实训用品

1. 实训仪器 电子天平、称量瓶(内装试剂)、称量纸、钥匙、小烧杯等。
2. 试剂 氯化钠粉末。



实训要点

操作要点及注意事项	图 解
1. 准备工作 (1) 整理天平 ①操作要点:通过旋转天平背面的两个脚调节天平水平位置。如图 2-2、图 2-3 所示。	 图 2-2 图 2-3