



全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材

配套教材

(供药学类专业用)

药物分析

实验指导

□ 主编 张振秋 马宁

国医药科技出版社



全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材配套教材

药物分析实验指导

(供药学类专业用)

主 编 张振秋 马 宁

副主编 齐永秀 张开莲 倪丹蓉 沈报春

编 委 (以姓氏笔画为序)

马 宁(长沙医学院)

王 超(大连医科大学)

丘 琴(广西中医药大学)

向 一(华中科技大学药学院)

孙长海(佳木斯大学药学院)

沈报春(昆明医科大学)

张开莲(西南医科大学)

范 辉(广东药学院)

倪丹蓉(牡丹江医学院)

麻秋娟(河南中医药大学)

马 涛(蚌埠医学院)

王 静(辽宁中医药大学)

冯雪松(中国医科大学)

齐永秀(泰山医学院)

杨 洁(南方医科大学)

张 楠(郑州大学药学院)

张振秋(辽宁中医药大学)

胡 爽(山西医科大学)

崔力剑(河北中医学院)

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书是全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材配套教材之一。全书包括药物分析实验基本要求、药物的鉴别与检查、中药的鉴别与检查、药物的含量测定、中药的含量测定、生物制品药物分析、体内药物分析、综合性实验与设计性实验等八章共 70 个实验。

本书主要供普通高等医学院校药学、药剂学专业学生使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

药物分析实验指导 / 张振秋, 马宁主编. —北京: 中国医药科技出版社, 2016. 10

全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5067-7927-2

I. ①药… II. ①张… ②马… III. ①药物分析-实验-医学院校-教材 IV. ①R917-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 254329 号

中国医药科技出版社官网	www.cmstp.com	医药类专业图书、考试用书及 健康类图书查询、在线购买
网络增值服务官网	textbook.cmstp.com	医药类教材数据资源服务

美术编辑 陈君杞

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 发行: 010-62227427 邮购: 010-62236938

网址 www.cmstp.com

规格 787×1092mm $\frac{1}{16}$

印张 8

字数 165 千字

版次 2016 年 10 月第 10 版

印次 2016 年 10 月第 1 次印刷

印刷 廊坊市广阳区九洲印刷厂

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-7927-2

定价 20.00 元

版权所有 盗版必究

举报电话: 010-62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材

出版说明

全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材,是在深入贯彻教育部有关教育教学改革和我国医药卫生体制改革新精神,进一步落实《国家中长期教育改革和发展规划纲要》(2010-2020年)的形势下,结合教育部的专业培养目标和全国医学院校培养应用型、创新型药学专门人才的教学实际,在教育部、国家卫生和计划生育委员会、国家食品药品监督管理总局的支持下,由中国医药科技出版社组织全国近100所高等医学院校约400位具有丰富教学经验和较高学术水平的专家教授悉心编撰而成。本套教材的编写,注重理论知识与实践应用相结合、药学与医学知识相结合,强化培养学生的实践能力和创新能力,满足行业发展的需要。

本套教材主要特点如下:

1. 强化理论与实践相结合,满足培养应用型人才需求

针对培养医药卫生行业应用型药学人才的需求,本套教材克服以往教材重理论轻实践、重化工轻医学的不足,在介绍理论知识的同时,注重引入与药品生产、质检、使用、流通等相关的“实例分析/案例解析”内容,以培养学生理论联系实际的应用能力和分析问题、解决问题的能力,并做到理论知识深入浅出、难度适宜。

2. 切合医学院校教学实际,突显教材内容的针对性和适应性

本套教材的编者分别来自全国近100所高等医学院校教学、科研、医疗一线实践经验丰富、学术水平较高的专家教授,在编写教材过程中,编者们始终坚持从全国各医学院校药学教学和人才培养需求以及药学专业就业岗位的实际要求出发,从而保证教材内容具有较强的针对性、适应性和权威性。

3. 紧跟学科发展、适应行业规范要求,具有先进性和行业特色

教材内容既紧跟学科发展,及时吸收新知识,又体现国家药品标准[《中国药典》(2015年版)]、药品管理相关法律法规及行业规范和2015年版《国家执业药师资格考试》(《大纲》、《指南》)的要求,同时做到专业课程教材内容与就业岗位的知识 and 能力要求相对接,满足药学教育教学适应医药卫生事业发展要求。

4. 创新编写模式,提升学习能力

在遵循“三基、五性、三特定”教材建设规律的基础上,在必设“实例分析/案例解析”

模块的同时,还引入“学习导引”“知识链接”“知识拓展”“练习题”(“思考题”)等编写模块,以增强教材内容的指导性、可读性和趣味性,培养学生学习的自觉性和主动性,提升学生学习能力。

5. 搭建在线学习平台,丰富教学资源、促进信息化教学

本套教材在编写出版纸质教材的同时,均免费为师生搭建与纸质教材相配套的“爱慕课”在线学习平台(含数字教材、教学课件、图片、视频、动画及练习题等),使教学资源更加丰富和多样化、立体化,更好地满足在线教学信息发布、师生答疑互动及学生在线测试等教学需求,提升教学管理水平,促进学生自主学习,为提高教育教学水平和质量提供支撑。

本套教材共计29门理论课程的主干教材和9门配套的实验指导教材,将于2016年1月由中国医药科技出版社出版发行。主要供全国普通高等医学院校药学类专业教学使用,也可供医药行业从业人员学习参考。

编写出版本套高质量的教材,得到了全国知名药学专家的精心指导,以及各有关院校领导和编者的大力支持,在此一并表示衷心感谢。希望本套教材的出版,将会受到广大师生的欢迎,对促进我国普通高等医学院校药学类专业教育教学改革和药学类专业人才培养作出积极贡献。希望广大师生在教学中积极使用本套教材,并提出宝贵意见,以便修订完善,共同打造精品教材。

中国医药科技出版社
2016年1月

全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材

书 目

序号	教材名称	主编	ISBN
1	高等数学	艾国平 李宗学	978-7-5067-7894-7
2	物理学	章新友 白翠珍	978-7-5067-7902-9
3	物理化学	高 静 马丽英	978-7-5067-7903-6
4	无机化学	刘 君 张爱平	978-7-5067-7904-3
5	分析化学	高金波 吴 红	978-7-5067-7905-0
6	仪器分析	吕玉光	978-7-5067-7890-9
7	有机化学	赵正保 项光亚	978-7-5067-7906-7
8	人体解剖生理学	李富德 梅仁彪	978-7-5067-7895-4
9	微生物学与免疫学	张雄鹰	978-7-5067-7897-8
10	临床医学概论	高明奇 尹忠诚	978-7-5067-7898-5
11	生物化学	杨 红 郑晓珂	978-7-5067-7899-2
12	药理学	魏敏杰 周 红	978-7-5067-7900-5
13	临床药物治疗学	曹 霞 陈美娟	978-7-5067-7901-2
14	临床药理学	印晓星 张庆柱	978-7-5067-7889-3
15	药物毒理学	宋丽华	978-7-5067-7891-6
16	天然药物化学	阮汉利 张 宇	978-7-5067-7908-1
17	药物化学	孟繁浩 李柱来	978-7-5067-7907-4
18	药物分析	张振秋 马 宁	978-7-5067-7896-1
19	药用植物学	董诚明 王丽红	978-7-5067-7860-2
20	生药学	张东方 税丕先	978-7-5067-7861-9
21	药剂学	孟胜男 胡容峰	978-7-5067-7881-7
22	生物药剂学与药物动力学	张淑秋 王建新	978-7-5067-7882-4
23	药物制剂设备	王 沛	978-7-5067-7893-0
24	中医药学概要	周 晔 张金莲	978-7-5067-7883-1
25	药事管理学	田 侃 吕雄文	978-7-5067-7884-8
26	药物设计学	姜凤超	978-7-5067-7885-5
27	生物技术制药	冯美卿	978-7-5067-7886-2
28	波谱解析技术的应用	冯卫生	978-7-5067-7887-9
29	药学服务实务	许杜娟	978-7-5067-7888-6

注：29 门主干教材均配套有中国医药科技出版社“爱慕课”在线学习平台。

全国普通高等医学院校药学类专业“十三五”规划教材

配套教材书目

序号	教材名称	主编	ISBN
1	物理化学实验指导	高 静 马丽英	978-7-5067-8006-3
2	分析化学实验指导	高金波 吴 红	978-7-5067-7933-3
3	生物化学实验指导	杨 红	978-7-5067-7929-6
4	药理学实验指导	周 红 魏敏杰	978-7-5067-7931-9
5	药物化学实验指导	李柱来 孟繁浩	978-7-5067-7928-9
6	药物分析实验指导	张振秋 马 宁	978-7-5067-7927-2
7	仪器分析实验指导	余邦良	978-7-5067-7932-6
8	生药学实验指导	张东方 税丕先	978-7-5067-7930-2
9	药剂学实验指导	孟胜男 胡容峰	978-7-5067-7934-0

前言

PREFACE

药物分析实验是药物分析课程的重要组成部分,是运用各种分析技术研究和检验药物及其制剂质量的实践性课程。本教材根据《中国药典》和国外药典选择代表性药物进行分析,包括化学药物、中药材及中成药、生化药物与生物制品和生物体内样品;既包括原料药物分析,也包括片剂、胶囊剂、注射剂等多种制剂的分析;涉及的分析方法有典型的容量分析法、紫外分光光度法、薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱法、质谱等;实验类型可以分为验证性实验、综合型实验和设计型实验。

本课程要求学生加深对药物分析学科基本理论和专业知识的认识和理解,掌握《中国药典》常用的分析方法、实验技术的基本原理及常用仪器的正确使用,熟悉各种分析方法的操作技术及分析方法的建立和效能指标的评价,以培养学生具有科学的实验态度和操作技能,为从事药品质量研究与检验工作奠定基础。

为了完成教学大纲的实验教学内容,要求学生实验课前必须认真预习,明确实验目的,了解实验内容和方法,并结合课堂教学理解实验的基本原理,必要时需要查阅文献并自行设计实验方案;实验中要有严谨的科学态度和实事求是的科学作风;严格操作,正确使用仪器,认真观察实验现象,详细作好原始记录;实验报告要求书写正确规范;严格遵守实验室规章制度,注意安全,保持室内卫生。

本实验教材主要供药学、药剂学专业学生使用,其他专业可酌情选用。由于作者水平有限,加之时间仓促,如有不当之处,恳请读者提出宝贵意见。

编者

2016年7月

目录

CONTENTS

第一章 药物分析实验基本要求	1
一、药物分析实验课的任务与要求	1
二、实验室安全常识	1
三、实验记录与报告	2
四、化学试剂的分类	3
第二章 药物的鉴别与检查	4
实验一 葡萄糖杂质检查	4
实验二 芳酸类药物的鉴别	6
实验三 阿司匹林的杂质检查	8
实验四 贝诺酯中游离水杨酸的杂质检查	9
实验五 硫酸奎宁的鉴别	10
实验六 硝苯地平的鉴别	11
实验七 维生素 C 及其制剂的鉴别	12
实验八 异烟肼中游离肼的检查	14
实验九 硝苯地平的有关物质检查	15
第三章 中药的鉴别与检查	18
实验一 木香槟榔丸的紫外-可见分光光度法鉴别	18
实验二 二妙丸的薄层色谱法鉴别	19
实验三 十香返生丸的薄层色谱法及气相色谱法鉴别	20
实验四 七叶神安片的高效液相色谱法鉴别	22
实验五 大黄药材中土大黄苷的检查	23
实验六 附子理中丸中乌头碱的限量检查	24
实验七 黄连上清丸中重金属的检查	25

实验八 冰片中砷盐的限量检查	26
第四章 药物的含量测定	28
实验一 盐酸二甲双胍的含量测定	28
实验二 荧光分光光度法测定维生素 B ₂ 片的含量	29
实验三 高效液相色谱法测定盐酸四环素片含量	30
实验四 高效液相色谱法测定苯巴比妥片的含量	33
实验五 气相色谱法测定樟脑含量	34
实验六 苯甲酸钠的含量测定	35
实验七 阿司匹林原料药的含量测定	36
实验八 非水溶液滴定法测定硫酸奎宁片的含量	37
实验九 酸性染料比色法测定硫酸阿托品片的含量	38
实验十 离子色谱法测定氢溴酸东莨菪碱的含量	40
实验十一 紫外-可见分光光度法测定奥沙西洋片的含量	41
实验十二 铈量法测定硝苯地平的含量	43
实验十三 高效液相色谱法测定尼莫地平分散片的含量	44
实验十四 维生素 E 片的含量测定	45
实验十五 高效液相色谱法测定醋酸地塞米松片的含量	47
实验十六 高效液相色谱法测定头孢克洛胶囊的含量	48
实验十七 高效液相色谱法测定阿莫西林胶囊的含量	49
第五章 中药的含量测定	51
实验一 比色法测定槐花药材中总黄酮含量	51
实验二 高效液相色谱法测定牛黄解毒片中黄芩苷含量	52
实验三 高效液相色谱法测定三黄片中大黄素和大黄酚含量	54
实验四 气相色谱法测定十滴水中的樟脑和桉油精含量	55
第六章 生物制品药物分析	57
实验一 血红蛋白的醋酸纤维薄膜电泳	57
实验二 血清蛋白质的含量测定	58
实验三 血清脂蛋白的琼脂糖凝胶电泳分析	59
实验四 酶联免疫吸附测定 BSA 抗体效价	60
第七章 体内药物分析	63
实验一 LC-MS/MS 同时检测人尿中巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥、 司可巴比妥	63
实验二 血浆中阿司匹林的高效液相色谱法测定	64

实验三	LC-MS/MS 测定血浆中的盐酸伪麻黄碱含量	66
实验四	高效液相色谱法测定人血浆中的地西泮含量	67
实验五	固相萃取反相高效液相色谱法测定人血浆中辛伐他汀含量	70
实验六	高效液相色谱-质谱联用法测定人血浆中硝苯地平含量	72
实验七	超滤法测定龙胆苦苷的血浆蛋白结合率	73
实验八	高效液相色谱法测定血浆中黄芩苷含量	75
 第八章 综合性实验与设计性实验		77
实验一	注射用苯巴比妥钠的鉴别及含量测定	77
实验二	区别常用的巴比妥类药物	79
实验三	司可巴比妥钠胶囊的鉴别及含量测定	80
实验四	注射用硫喷妥钠的鉴别、检查和含量测定	82
实验五	阿司匹林肠溶片的质量分析	85
实验六	阿司匹林栓的质量分析	86
实验七	盐酸普鲁卡因胶片的鉴别及含量测定	87
实验八	盐酸利多卡因注射液的鉴别、检查及含量测定	90
实验九	盐酸克仑特罗栓的鉴别、检查及含量测定	92
实验十	盐酸卡替洛尔滴眼液的鉴别、检查及含量测定	94
实验十一	盐酸异丙嗪的质量分析	96
实验十二	维生素 A 软胶囊的质量分析	98
实验十三	复方左炔诺孕酮片的质量分析	100
实验十四	甲睾酮片的质量分析	102
实验十五	盐酸克林霉素的质量分析	104
实验十六	各种色谱分析方法用于盐酸罗哌卡因的光学纯度检查的研究	106
实验十七	桂枝茯苓胶囊质量标准研究	107
实验十八	万氏牛黄清心丸质量标准研究	110
实验十九	杞菊地黄丸质量分析方案设计	112
实验二十	双黄连口服液质量分析方案设计	113
 参考文献		114

第一章 药物分析实验基本要求

一、药物分析实验课的任务与要求

药物分析是一门实验技术性很强的课程。药物分析实验中的一些基本操作比较复杂、影响因素较多、信息量大、技术要求高,还需要通过对大量实验数据与图谱的细致分析获取有用的信息。药物分析实验所用设备一般都比较多且昂贵,实验教学多采用循环使用的方式进行。

通过对药物分析实验的学习使学生加深对药物分析理论的理解,掌握常用药物分析的基本操作,仪器的使用方法,操作技能和正确地获取实验数据;培养学生对药物中化学成分分离分析的基本思路;树立严格“量”的概念,学会实验数据的处理方法;规范书写实验报告,养成良好的科学作风。

在实施药物分析实验教学时,要求学生做到如下几点。

1. 学生在实验前,应做好预习工作,仔细阅读实验教材,明确实验目的、原理、实验操作的程序、实验注意事项和安全事项。尽量找出实验可能的误差来源及消除方法,预估实验中可能发生的问题及处理办法。
2. 在使用仪器前,不得随意开动或关闭仪器、旋转仪器旋钮、改变工作参数等。在熟悉仪器性能和了解其基本原理的基础上,仔细阅读仪器的标准操作规程。
3. 在实验过程中,应严格地遵守实验操作规程,认真学习仪器的基本操作技术,细心观察实验现象、仔细记录实验条件和测定数据、现象。实验中发现仪器工作异常,及时报告处理。
4. 实验结束后,按照仪器操作规程将仪器复原,认真清理试验现场。
5. 规范书写实验报告,包括实验日期、题目、目的、原理、仪器名称及型号、主要工作参数、简要步骤、实验数据和附图、表以及数据分析和结果处理、讨论等内容。

二、实验室安全常识

实验时必须尽可能避免溅出化学试剂、打碎玻璃仪器以及火灾等危险的发生。保护实验人员健康和安,保护周围环境是进行化学实验的基本规范要求。

1. 实验室安全规则 每个实验者必须严格遵守以下实验室安全规则。

- (1) 穿实验服和不露趾的鞋。
- (2) 实验室内禁止饮食、吸烟。
- (3) 若不小心打碎玻璃仪器,应将碎玻璃丢弃在合适的容器中,统一处理。
- (4) 实验废液应放入指定容器,统一妥善处理。不可随意将溶剂倒入下水道。

(5) 火警响起, 应立刻离开实验室。

(6) 实验室出口通道必须保持畅通, 勿将个人物品放在地面。

(7) 未经同意不得擅自进行实验。

(8) 发生实验室意外事故, 切勿惊慌失措, 应沉着冷静及时采取措施, 防止事故扩大。若化学试剂溅入眼睛, 应立即张开眼睛用大量冷水冲洗。如果发生割伤立刻用大量水冲洗后按压止血。若出血量大, 抬高患处, 立刻送往医院。轻微烫伤则可用冷水冲患处, 再涂上烫伤油膏, 必要时应到医院治疗。实验过程中万一发生火灾, 不要惊慌, 首先尽快切断电源或燃气源, 再根据起火原因针对性灭火。①乙醇及其他可溶于水的液体着火时, 可用水灭火。②有机溶剂或油类着火时, 绝对不能用水灭火, 这反而会造成火势蔓延, 应用沙土隔绝氧气扑灭火焰。③衣服着火时, 切忌奔跑, 应就地躺下滚动, 同时用湿衣服在身上抽打灭火。如果发生烫伤, 应在实验室简单处理后去医院医治, 严重者应立刻送医院治疗。

(9) 实验中配制的溶液均应贴上清晰的标签。

2. 实验室安全标志 化学实验室中有很多安全标志, 常见安全标志见图 1-1。

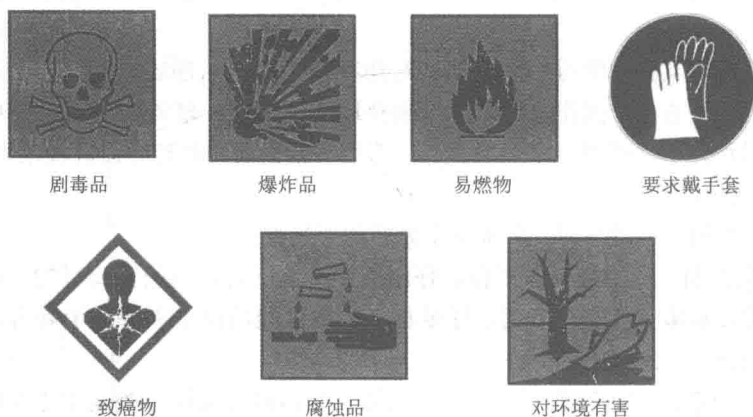


图 1-1 实验室常见安全标志

三、实验记录与报告

1. 实验记录的注意事项 实验记录是科研和书写论文的原始资料, 应是可被查阅的永久记录。在实验记录和书写实验报告时要注意以下几点。

(1) 注意实验原始数据的可读性和真实性, 决不能拼凑数据。

(2) 必须用墨水笔记录实验数据。

(3) 在实验中应直接将数据填入实验记录本, 不可在实验结束后填写数据。

(4) 实验中应记录获得的所有数据, 包括已知为无效的数据, 且不得随意涂改。

(5) 记录数据和计算结果时应注意有效数字的取舍。

2. 实验报告内容 药物分析实验报告一般包括以下内容。

(1) 实验日期, 天气, 温度, 湿度。

(2) 实验名称。

(3) 实验目的。

(4) 实验原理。

- (5) 仪器和试剂（所用试剂级别也应列出）。
- (6) 实验步骤（须表述详细，使其他人能重复实验）。
- (7) 数据记录与处理（实验数据以表格形式给出）。
- (8) 实验结论。
- (9) 讨论。

四、化学试剂的分类

化学试剂分为无机试剂和有机试剂两大类。按用途分为标准试剂、高纯试剂、特效试剂、指示剂和生化试剂等。我国化学试剂产品有国家标准（GB）、行业标准（ZB）和企业标准（QB）等。选用试剂时，应根据具体要求取用，不要盲目追求纯度。取用试剂时要注意保持清洁，以免被腐蚀。

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的，一般可分为四个等级，其规格和适用范围见表 1-1。此外，还有一些特殊用途的高纯试剂，如光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

表 1-1 化学试剂规格

等级	名称	英文名称	符号	标签标志
一等品	优级纯（保证试剂）	Guaranteed reagent	GR	绿色
二等品	分析纯（分析试剂）	Analytical reagent	AR	红色
三等品	化学纯	Chemical reagent	CP	蓝色
四等品	实验试剂	Laboratorial reagent	LP	棕色等
	生物试剂	Biological reagent	BR	黄色等

第二章 药物的鉴别与检查

实验一 葡萄糖杂质检查

一、实验目的

1. 掌握药物一般杂质检查原理和实验方法、杂质限度试验的概念和计算方法。
2. 熟悉一般杂质检查的项目和意义。

二、实验原理

1. 酸碱度检查 系采用《中华人民共和国药典》(2015年版)(以下简称《中国药典》)规定的酸度、碱度或酸碱度检查方法对药物酸碱性杂质进行检查。检查时应以新沸并放冷至室温的水为溶剂。不溶于水的药物,可用中性乙醇等有机溶剂溶解。常用的方法有酸碱滴定法,指示剂法以及 pH 值测定法。

2. 乙醇溶液的澄清度 用于控制糊精。葡萄糖溶于热乙醇,糊精在乙醇中不溶。

3. 氯化物检查法 氯化物在硝酸溶液中与硝酸银反应,生成氯化银沉淀而显白色浑浊,与一定量的标准氯化钠溶液和硝酸银在同样条件下生成的氯化银浑浊程度相比较,判定供试品中氯化物是否符合限量规定。

反应离子方程式: $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \longrightarrow \text{AgCl} \downarrow$ (白色)

4. 硫酸盐检查法 药物中微量硫酸盐与氯化钡在酸性溶液中反应,生成硫酸钡沉淀而显白色浑浊,与一定量标准硫酸钾溶液与氯化钡在同样条件下生成的浑浊程度比较,判断药物中含硫酸盐是否符合限量规定。

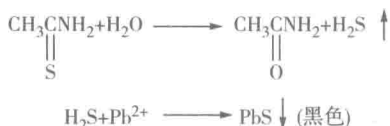
反应离子方程式: $\text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} \longrightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow$ (白色)

5. 亚硫酸盐与可溶性淀粉 葡萄糖加碘试液应显黄色,如有亚硫酸盐存在则碘会褪色;如有可溶性淀粉,则成蓝色。

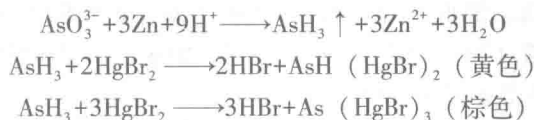
6. 铁盐检查法 三价铁盐在硝酸酸性溶液中与硫氰酸盐反应生成红色可溶性的硫氰酸铁络离子,与一定量标准铁溶液用同法处理后进行比色。

反应离子方程式: $\text{Fe}^{3+} + 3\text{SCN}^- \longrightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3$ (红棕色)

7. 重金属检查法 常用硫代乙酰胺法。硫代乙酰胺在弱酸性条件下,水解产生硫化氢,与重金属反应生成黄色至棕黑色的硫化物混悬液,与一定量标准铅溶液经同法处理后所呈颜色比较,判定供试品中重金属是否符合限量规定。pH3.0~3.5 时,沉淀较完全。反应式如下:



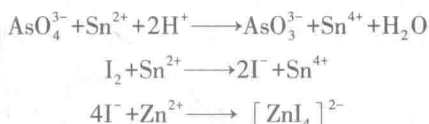
8. 砷盐检查法 采用古蔡氏法, 金属锌与酸作用产生新生态的氢, 新生态的氢与药物中微量砷盐反应生成具有挥发性的砷化氢气体, 遇溴化汞试纸产生黄色至棕色的砷斑, 与一定量标准砷溶液在同样条件下生成的砷斑比较, 来判定药物中砷盐的限量。反应式如下:



KI 的作用:



SnCl₂ 的作用:



三、仪器与试药

- 1. 仪器** 纳氏比色管 (50、25ml)、验砷仪。
- 2. 试药** 稀硝酸、稀盐酸、硝酸银、氯化钠、碘试液、硫氰酸铵、标准铁溶液、标准铅溶液、硫代乙酰胺试液、标准砷溶液、浊度标准溶液、醋酸盐缓冲液 (pH3.5)。

四、实验内容

1. 酸度 取本品 2.0g, 加水 20ml 溶解后, 加酚酞指示液 3 滴与氢氧化钠滴定液 (0.02mol/L) 0.20ml, 应显粉红色。

2. 乙醇溶液的澄清度 取本品 1.0g, 加乙醇 20ml, 置水浴上加热回流约 40min, 溶液应澄清。

3. 溶液的澄清度与颜色 取本品 5.0g, 加热水溶解后放冷, 用水稀释至 10ml, 溶液应澄清无色; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液比较, 不得更浓; 如显色, 与对照液 (取比色用氯化钴液 3.0ml, 比色用重铬酸钾液 3.0ml 与比色用硫酸铜液 6.0ml, 加水稀释成 50ml) 1.0ml 加水稀释成 10ml 比较, 不得更深。

4. 氯化物 取本品 0.60g, 加水溶解使成 25ml (如显碱性可滴加硝酸使成中性), 再加稀硝酸 10ml; 溶液如不澄清, 应滤过; 置 50ml 纳氏比色管中, 加水适量使成约 40ml, 摇匀, 即得供试品溶液。另取标准氯化钠溶液 (每 1ml 相当于 10μg 的 Cl) 6.0ml, 置 50ml 纳氏比色管中, 加稀硝酸 10ml, 加水使成 40ml, 摇匀, 即得对照溶液。于供试品溶液与对照溶液中, 分别加入硝酸银试液 1.0ml, 用水稀释至 50ml, 摇匀, 在暗处放置 5min, 同置黑色背景上, 从比色管上方向下观察, 比较, 不得更浓 (0.01%)。

5. 硫酸盐 取本品 2.0g, 加水溶解使成 40ml (如显碱性可滴加盐酸使成中性), 溶液如不澄清, 应滤过; 置于 50ml 纳氏比色管中, 加稀盐酸 2ml, 摇匀, 即得供试品溶液。另取标准硫酸钾溶液 (每 1ml 相当于 100μg 的 SO₄²⁻) 2.0ml, 置于 50ml 纳氏比色管中, 加水使成 40ml, 加稀盐酸 2ml, 摇匀, 即得对照溶液。于供试品溶液与对照溶液中, 分别加入 25% 氯化钡溶液 5ml, 用水稀释至 50ml, 充分摇匀, 放置 10min, 同置黑色背景上, 从比色管上方向下

观察,比较,不得更深(0.01%)。

6. 亚硫酸盐与可溶性淀粉 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,加碘试液 1 滴,应即显黄色。

7. 铁盐 取本品 2.0g,加水 20ml 溶解,加硝酸 3 滴,缓慢煮沸 5min,放冷,用水稀释制成 45ml,加硫氰酸铵溶液(30→100) 3.0ml,摇匀,如显色,与标准铁溶液 2.0ml 用同一方法制得的对照液比较,不得更深(0.001%)。

8. 重金属 取 25ml 纳氏比色管 3 支,甲管中加标准铅溶液(每 1ml 相当于 $10\mu\text{g}$ 的 Pb) 2.0ml,醋酸盐缓冲溶液(pH3.5) 2ml,加水稀释成 25ml;乙管中加入本品 4.0g,加水适量溶解,加醋酸盐缓冲溶液(pH3.5) 2ml,加水稀释成 25ml;丙管中加入本品 4.0g,加水适量溶解,加标准铅溶液(每 1ml 相当于 $10\mu\text{g}$ 的 Pb) 2.0ml,加醋酸盐缓冲溶液(pH3.5) 2ml,加水稀释成 25ml。各管中分别加硫代乙酰胺试液 2ml,摇匀,再放置 2min,同置白纸上,自上向下观察,当丙管中显出的颜色不浅于甲管时,乙管中显示的颜色与甲管比较,不得更深,含重金属不得超过百万分之五(0.0005%)。

9. 砷盐 取本品 2.0g,置检砷瓶中,加水 5ml 溶解后,加稀硫酸 5ml 与溴化钾溴试液 0.5ml,置水浴上加热约 20min,使保持稍过量的溴存在,必要时,再补加溴化钾溴试液适量,并随时补充蒸发的水分,放冷,加盐酸 5ml 与适量水使成 28ml,再加碘化钾试液 5ml 及酸性氯化亚锡试液 5 滴,在室温放置 10min 后,加锌粒 2g,迅速将瓶塞塞紧(瓶盖上已安放好装有醋酸铅棉花及溴化汞试纸的检砷管),保持反应温度在 $25\sim 40^{\circ}\text{C}$ (视反应快慢而定,但不应超过 40°C)。反应 45min 后,取出溴化汞试纸,将生成的砷斑与标准砷斑比较,不得更深,含砷盐重量不得超过百万分之一(0.0001%)。

标准砷斑制备:精密量取标准砷溶液 2ml,置检砷瓶中,加盐酸 5ml 与水 21ml,照供试品制备自“再加碘化钾试液 5ml”起,依法操作即得。

五、注意事项

1. 选择配对的纳氏比色管,用清洁液洗涤除去油污,再用水冲洗干净,采用旋摇的方法使管内液体混合均匀。

2. 如使用的锌粒较大时,用量需酌量增加。

3. 标准管与样品管必须平行操作,观察室两管受光照程度必须一致,使光线从正面照入,比色时置白色背景上,比浊时置黑色背景上,自上而下观察。

4. 注意刻度吸管的正确使用和观察。

六、讨论

1. 葡萄糖杂质检查中标准溶液的取用量如何确定?

2. 标准对照法操作应遵循的原则是什么?

实验二 芳酸类药物的鉴别

一、实验目的

掌握常见芳酸及其酯类药物鉴别的原理和操作。