



全国药、中、药学类专业实验实训『十三五』规划教材
总主编 张大方 朱俊义 张立祥 方成武 张震云 张彦文 马波



YAOPIN FENXI JIANYAN SHIYAN CAOZUO JISHU

药品分析检验 实验操作技术

徐 晶 谭洪臣 杜学勤◎主编

北京科学技术出版社



全国药学、中药学类专业实验实训“十三五”规划教材

总主编 张大方 朱俊义 张立祥 方成武 张震云 张彦文 马 波

YAOPIN FENXI JIANYAN SHIYAN CAOZUO JISHU

药品分析检验 实验操作技术

徐 晶 谭洪臣 杜学勤◎主编

北京科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

药品分析检验实验操作技术 / 徐晶, 谭洪臣, 杜学勤主编. —北京: 北京科学技术出版社, 2016.8

(全国药学、中药学类专业实验实训“十三五”规划教材)

ISBN 978-7-5304-8332-9

I. ①药… II. ①徐… ②谭… ③杜… III. ①药物分析—实验—医学院校—教材 ②药品检定—实验—医学院校—教材 IV. ① R917-33 ② R927.1-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 082156 号

药品分析检验实验操作技术

主 编: 徐 晶 谭洪臣 杜学勤

策划编辑: 王 微

责任编辑: 袁 茵 张晓雪

责任校对: 贾 荣

责任印制: 李 茗

封面设计: 异一设计

版式设计: 天露霖文化

出 版 人: 曾庆宇

出版发行: 北京科学技术出版社

社 址: 北京西直门南大街16号

邮政编码: 100035

电话传真: 0086-10-66135495 (总编室)

0086-10-66113227 (发行部) 0086-10-66161952 (发行部传真)

电子信箱: bjkj@bjkjpress.com

网 址: www.bkydw.cn

经 销: 新华书店

印 刷: 三河市国新印装有限公司

开 本: 787mm × 1092mm 1/16

字 数: 214千字

印 张: 11.25

版 次: 2016年8月第1版

印 次: 2016年8月第1次印刷

ISBN 978-7-5304-8332-9 / R · 2100

定 价: 29.00 元



京科版图书, 版权所有, 侵权必究。
京科版图书, 印装差错, 负责退换。

全国药学、中药学类专业实验实训“十三五”规划教材

总主编

张大方

教育部高等学校中药学类专业教学指导委员会 副主任委员

朱俊义

通化师范学院 副院长

张立祥

山东中医药高等专科学校 校长

方成武

亳州职业技术学院 院长

张震云

山西药科职业学院 院长

张彦文

天津医学高等专科学校 校长

马 波

安徽中医药高等专科学校 副校长

《药品分析检验实验操作技术》

编者名单

主 编 徐 晶 谭洪臣 杜学勤

副主编 王蕾蕾 纪从兰 孙仁爽 王 庆
李玉梅 王迪涵

编 者 (以姓氏笔画为序)

王 庆 (亳州职业技术学院)

王 蓉 (亳州职业技术学院)

王迪涵 (东北师范大学人文学院)

王蕾蕾 (山东中医药高等专科学校)

刘天娇 (东北师范大学人文学院)

孙仁爽 (通化师范学院)

纪从兰 (安徽中医药高等专科学校)

杜学勤 (山西药科职业技术学院)

李玉梅 (长春中医药大学)

张晓燕 (通化师范学院)

张黎娟 (亳州职业技术学院)

孟 军 (通化市药品检验所)

郝晶晶 (山西药科职业技术学院)

徐 晶 (通化师范学院)

蔡喜生 (通化市食品药品检验所)

谭洪臣 (通化市食品药品检验所)

总前言

为贯彻李克强总理在高等教育改革创新座谈会上的讲话精神和教育部有关高校实验教学改革的要求,即“注重增强学生实践能力,培育工匠精神,践行知行合一,多为学生提供动手机会,提高解决实际问题的能力”,满足培养应用型人才的迫切需求,解决目前国内尚无统一的、成体系的、符合当前实验实训教学改革要求的相关教材的问题,我们组织全国20余所院校、企业和医院的优秀教师、行业专家联合编写了这套“全国药学、中药学类专业实验实训‘十三五’规划教材”,旨在打造一套紧跟国家教育教学改革发展方向,创新药学、中药学类专业实验实训教学方法的精品教材,从而为“十三五”期间落实国家以培养应用型人才为主的教育主导思想提供优秀的教育资源。

本套教材以基本技能与方法为主线,归纳每门课程的共性技术,以制定规范化操作为重点,将典型实验实训项目引入课程之中,这是本套教材改革创新点之一;将不同课程的重点内容纳入综合性实验与设计性实验,培养学生独立工作的能力与综合运用知识的能力,体现了“传承有特色,创新有基础,服务有能力”的人才培养要求,这是本套教材改革创新点之二;在专业课实验实训中设置了企业生产流程、在基础课中设置了科学研究案例,注重课堂教学与生产、科研相结合,提高人才培养质量,改变了以往学校学习与实际应用的脱节现象,这是本套教材改革创新点之三;注重培养学生综合素质,结合每门课程的特点,将实验实训中的应急处置纳入教材内容之中,提高学生的专业安全知识水平与应用能力,将实验实训后的清理工作与废弃物的处理列入章节,增强学生的责任意识与环保意识,这是本套教材改革创新点之四。

作为药学、中药学类专业实验实训的全国性规划教材,为了充分保证本套教材的创新性和权威性,我们遴选了国家示范院校及具有显著专业特色并处于国内领先水平的院校、企业、医院等单位的优秀教师和行业专家,组成了编写委员会。根据教学改革的需要,我们还将陆续组织相关单位联合编写具有创新价值的实验实训教材,以供全国药学、中药学、医学、护理等专业教育教学使用,同时也为相关企业和医院的从业人员提供参考用书。

北京科学技术出版社始终坚持“创新、精品”的教材出版理念，并将这种理念落实到严谨、高效的工作之中，感谢他们创新性、专业性的工作！各参编单位在本套教材的前期调研论证工作中给予了大力的支持，各位编者在教材的编写过程中做了大量开拓性的工作，在本套教材即将面世之际，特向他们表示衷心的感谢！

教学改革是一项长期的任务，尤其是实验实训教学，更需要在实践中不断探索。对本套教材编写中可能存在的缺点与不足，恳请各位读者在使用过程中提出宝贵意见和建议，以期不断完善。

张大方

2016年7月

前言

《药品分析检验实验操作技术》是“全国药学、中药学类专业实验实训‘十三五’规划教材”之一。本教材紧紧围绕医药企业的工作实际和药品行政管理部门质量标准的要求,根据药品分析的基本方法和根本任务安排教材内容。教材内容充分体现标准化和规范化,严格遵守《中华人民共和国药典》2015版和药品检验仪器操作规程,突出实验内容的及时化、情景化、职场化,适应药品质检工作等岗位的要求,突显药品分析在药学类专业中的重要性和在实际工作中的实用性。

本教材内容包括上、中、下三篇。上篇为药品分析检验基础知识与基本技能,并将药学类专业的分析化学实验、仪器分析实验、中药制剂分析实验和药物分析实验课程进行有机结合和系统整合,系统介绍了药品分析实验基础知识、药品分析实验基本技能及项目训练等实验内容,训练和培养学生的基本分析技能,使学生掌握药品分析实验中常用仪器、设备的规范操作,树立严格的“量”的概念,能正确记录和处理实验数据,并对实验结果做出科学评价。中篇为综合性及设计性实验,主要是为了培养学生分析问题和解决问题的能力,使其能够依据药典独立完成原料药、中成药、化学药品的质量分析,并能够根据药物的基本性状选择合适的方法,对已知或未知的药物进行鉴别和定量测定,使学生综合运用知识和技能的能力、设计实验的能力和独立工作的能力得到进一步提高。下篇为实践与应用,以五加参蛤蚧精的质量标准草案为例,详细阐述了药品分析在质量标准起草过程中的实际运用,突出教学与科研的衔接,为学生从事科学研究和进一步学习深造奠定了基础。

本教材可作为药学及相关专业仪器分析、中药制剂分析和药物分析课程的实验实训教材,也可以作为药学工作者研究和工作的参考书籍。

本教材的编写得到了北京科学技术出版社的大力支持和各位编者的积极配合,在此表示衷心的感谢。由于编者水平有限,书中可能有不妥或疏漏之处,恳请有关专家和读者提出宝贵意见,以使本教材不断完善。

编者

2016年6月

目 录

上篇 · 基础知识与基本技能

第一章 基础知识

第二章 基本技能

第一节 常用玻璃器皿操作技能训练 / 12

- 实验一 玻璃器皿的洗涤、干燥和存放 / 19
- 实验二 容量瓶的使用与校准 / 20
- 实验三 滴定管的使用与校准 / 23

第二节 分析天平操作技能训练 / 26

- 实验四 片剂重量差异检查 / 27
- 实验五 丸剂重量差异检查 / 29
- 实验六 颗粒剂装量差异检查 / 32
- 实验七 颗粒剂干燥失重检查 / 34
- 实验八 干混悬剂干燥失重检查 / 37
- 实验九 散剂干燥失重检查 / 38
- 实验十 散剂的烘干法水分测定 / 41
- 实验十一 白芍的水分检查 / 43
- 实验十二 白芍的灰分检查 / 46

第三节 滴定分析操作技能训练 / 47

- 实验十三 阿司匹林原料药的含量测定 / 50
- 实验十四 二氧化硫残留量检查 / 51
- 实验十五 碘量法测定维生素 C 的含量 / 55
- 实验十六 葡萄糖酸钙口服溶液含量测定 / 58

○ 实验十七 生理氯化钠溶液含量测定 / 60

○ 实验十八 枸橼酸钠含量测定 / 63

第四节 常用仪器分析法操作技能训练 / 65

○ 实验十九 对乙酰氨基酚片含量测定 / 66

○ 实验二十 维生素 B₁₂ 注射液含量测定 / 68

○ 实验二十一 苯甲酸红外光谱测定 / 70

○ 实验二十二 火焰原子吸收分光光度法测定黄芪中的铜 / 74

○ 实验二十三 明胶空心胶囊中铬的测定 / 75

○ 实验二十四 薄层色谱法鉴别枸杞子的实验研究 / 78

○ 实验二十五 薄层色谱法鉴别六味地黄丸中的牡丹皮 / 79

○ 实验二十六 大山楂丸中熊果酸含量的测定 / 81

○ 实验二十七 气相色谱法测定藿香正气水中乙醇（甲醇）的含量 / 84

○ 实验二十八 高效液相色谱法测定双黄连口服液中黄芩苷的含量 / 88

○ 实验二十九 高效液相色谱法测定金银花中绿原酸的含量 / 90

○ 实验三十 高效液相色谱法测定诺氟沙星滴眼液含量 / 92

○ 实验三十一 白酒中塑化剂的测定 / 94

○ 实验三十二 药品及保健食品中茶碱添加量的测定 / 98

○ 实验三十三 费休法测定注射用头孢西丁钠的水分含量 / 101

○ 实验三十四 磺胺甲噁唑片含量的测定 / 103

第五节 常用物理常数测定操作技能训练 / 104

○ 实验三十五 甘油相对密度的测定 / 106

○ 实验三十六 银黄口服液相对密度的测定 / 108

○ 实验三十七 阿胶补血膏相对密度的测定 / 110

○ 实验三十八 小儿百部止咳糖浆相对密度的测定 / 112

○ 实验三十九 维生素 E 折光率的测定 / 114

○ 实验四十 乙酰半胱氨酸熔点的测定 / 120

○ 实验四十一 葡萄糖注射液 pH 的测定 / 124

中篇 · 综合性及设计性实验

第三章 综合性实验

- 实验四十二 大黄原料药的质量分析 / 128
- 实验四十三 心血宁胶囊的质量分析 / 135
- 实验四十四 板蓝根颗粒的质量分析 / 138
- 实验四十五 阿司匹林原料药的质量分析 / 141
- 实验四十六 诺氟沙星滴眼液的质量分析 / 145

第四章 设计性实验

- 实验四十七 蜂蜜质量分析的实验设计 / 150
- 实验四十八 六味地黄丸质量分析的实验设计 / 150
- 实验四十九 金果饮咽喉片质量分析的实验设计 / 151
- 实验五十 苯巴比妥、异烟肼、维生素 C 三种原料药的区分与鉴别 / 152

下篇 · 实践与应用

第五章 五加参蛤蚧精的质量标准草案

附录 / 167

上 篇

基础知识与基本技能

第一章 基础知识

一、化验室基本要求

企业检测化验室是企业生存发展中质量保证的重要环节，承担着质量检查和研发检验的重要任务，是企业预防质量事故发生的有力保障。所有的检验及验证数据都由化验室出具，化验室的工作与药品生产质量管理规范（GMP）密切相关，可以说化验室是企业技术进步的重要支柱，在企业质量管理和技术改进工作中都具有重要地位。

根据化验室的重要性、职责及 GMP 要求，对医药企业化验室的管理有以下几点要求及注意事项。

（一）文件管理

化验室的管理体系是通过管理体系文件系统来实现的。设立管理体系文件系统的目的一方面是保证文件的现行有效性，检验标准要现行有效，要根据药典的更新而更新；另一方面要保证能够满足使用的要求，确保有效文件的贯彻执行，防止工作人员误用无效和作废的文件。管理体系文件的架构一般分为四层：第一层为质量手册，第二层为程序文件，第三层为作业指导书及标准操作规程，第四层为记录表格。

（二）合理布局

办公区域和实验区域要明确隔离分开，以下主要针对相关检验所用精密仪器及特殊实验间进行说明和举例。

1. 电子天平室 电子天平室应避免或减少阳光直射造成的温度变化对天平元件和称量的影响；百分之一及以上精度的天平间面积应为 $3\sim 5\text{m}^2$ ，十万分之一及以下的精密天平间面积应为 $10\sim 20\text{m}^2$ ；工作温度保持在 $15\sim 30^\circ\text{C}$ ，最好是 25°C ，相对湿度保持在 $45\%\sim 60\%$ 为最佳；光源以冷光源为最佳，如日光灯和节能灯；有稳固的实验台面，最好为全大理石平台，避免产生振动及静电干扰；避免与热源距离太近，避免与离心机等高、低频振动的仪器距离太近，避免与有磁性的仪器及样品距离太近；安装好的天平要进行水平调节，调节好的天平不得擅自移动；电源 220V，需接地线，

消除或减小静电带来的影响。

2. 红外光谱仪实验室 红外光谱仪实验室不得与其他无关实验设备在同一房间内使用；进入实验仪器区要有缓冲间；工作温度应控制在 15~30℃，相对湿度应小于 60%，适当通风换气，以避免积聚过量的二氧化碳和有机溶剂蒸气；台面稳定，无振动。

3. 原子吸收分光光度计实验室 原子吸收分光光度计实验室应有良好的排风设备；所用钢瓶应有钢瓶柜或独立的存放间；实验室应有专门的消解室；石墨炉法应有相应的冷却水设施。

4. 理化实验室 理化实验室的实验区面积应满足实验品种检验项目的要求，上下水及电源位置合理、充足，应设置通风橱和良好的排风设施。

5. 微生物限度及无菌检验实验室 微生物限度及无菌检验实验室的实验操作间应与其他理化实验室完全隔离，并有相应的空气净化消毒设施。实验室布局设计的基本原则是既要最大可能地防止微生物的污染，又要防止检验过程对人员和环境造成危害。一般情况下，药品微生物检验的实验室应有符合无菌检查法和微生物限度检查要求的，可用于开展无菌检查、微生物限度检查、无菌采样等检测活动的独立设置的洁净室（区）或隔离系统，并配备相应的阳性菌实验室、培养室、实验结果观察区、培养基及实验用具（包括灭菌）准备区、样品接收和贮藏室（区）、标准菌株贮藏室（区）、污染物处理区和文档处理区等辅助区域。同时，应对上述区域进行明确标识。无菌检查应在 B 级背景下的 A 级单向流洁净区域或隔离系统中进行，微生物限度检查应在不低于 D 级背景下的 B 级单向流空气区域内进行。A 级和 B 级区域的空气供给应通过终端高效空气过滤器，滴定液的保存、配制需在独立实验室中进行。

（三）仪器设备管理

仪器设备必须满足检验的需求，包括原辅料、成品及药包材检验。《中华人民共和国药典》2015 版（以下简称《中国药典》2015 版）实施后，应及时增加必要的检验设备，强检仪器设备必须按时进行检定，非强检仪器有些要进行自检，计量玻璃仪器需按国家标准进行检定和校正。记录检验数据的仪器需要做期间核查，必要时进行仪器比对实验。保持仪器处于正常工作状态，仪器上应有仪器状态标识、设备管理标识、仪器使用记录、标准操作规程、检定证书复印件、仪器维护及保养记录。

（四）标准物质、菌种、试剂及样品管理

应订购足够数量的标准物质；要按照要求存放；干燥与低温是必要条件；要从正

规渠道采购标准物质；自制的标准物质要慎用；配制后的标准物质存放时间不宜过长（配制后的标准物质存放时间应通过验证获得）；标准溶液按标准物质管理；菌种购入、传代、使用、灭活记录要齐全、完整；菌种应单独存放，应按照每个菌种的要求在特定温度下保存，并由专人管理（双人双锁）。

二、实验室守则

- （1）所有实验室的检验人员必须严格遵守实验室守则。
- （2）实验室必须保持清洁、安静和良好的工作秩序。
- （3）外来人员不得随意进入受控实验室。外来人员参观需经领导批准，由专人陪同。
- （4）进入实验室应按要求更换衣鞋，穿白大衣。
- （5）严禁在实验室存放个人物品、会客、饮食、吸烟、大声喧哗或从事与实验无关的其他活动。
- （6）大型精密仪器要按化验员授权范围合理使用。
- （7）要严格按照检验标准及方法开展检验工作，确保实验数据的科学性、准确性。
- （8）标准物质、菌种及剧毒试剂的配制和使用要有记录。对需特殊管理的毒、麻、限、剧试剂，要严格执行相关的使用规定。
- （9）实验室内不得存放大量易燃、易爆、易挥发和剧毒物品。
- （10）实验结束后，应及时清理实验仪器、设备、试剂等，将强腐蚀性溶剂及有机溶媒进行妥善处理，毒性试剂及实验残液应做减毒处理。
- （11）做好安全“四防”工作。离开实验室前应做好四项检查，即检查电源是否断电，检查气源是否关闭，检查水源是否拧紧关闭，检查门窗是否关好。如仪器设备需要连续工作，离开实验室前应为其连续工作做好一切准备。

三、实验室安全与防护

推行实验室安全规则，以防止实验事故的发生。事故发生会造成实验室人员的伤亡、设备损毁，甚至使家庭、公司及社会蒙受重大损失。

（一）危险化学品试剂防护

实验用的剧毒物品如砷化物、氰化物等，应由单位库房统一管理；易制毒试剂如三氯甲烷、盐酸等在实验室内保管时，应有双人双锁，专人管理。领用剧毒物品准备实验时，领用人必须详细写明用途、领取数量，并经实验管理负责人签字同意后，方

可领取。实验结束后，剧毒物品如有剩余，应当及时退还给库房管理。在实验中必须使用有毒物品时应事先了解其性质及危害，做到安全使用。使用挥发性强及易产生有刺激性、腐蚀性、有毒气体的试剂的实验应在通风柜内进行操作，并尽可能密闭。

（二）防火、防水、防爆

实验室内电源导线的容量应符合用电设备要求，如发生超负荷使用，应及时拆下过多的用电设备或根据需要改造线路及容量，以防止超负荷引起火灾。所有设备在使用前必须进行安全检查。严格执行电气设备使用规程，定期维护、保养，需要用水的电气设备应防止水流入导线及设备内部而导致短路。有人触电时，应立即断电，用绝缘体将导线与人体分离。上、下水及冷却水使用过程中，应随时检查水道和排水管路是否畅通，输水管必须使用橡胶管，不得使用乳胶管。使用易燃、易爆物质时，要严格遵守操作规程，定期检查，防止自燃或其他意外事故；实验人员必须事先熟悉其特性，防止发生意外，发生意外时应做到及时处理。使用氢气、乙炔气等易燃、易爆气体进行实验的实验室必须符合有关要求，通风良好，钢瓶管路必须密闭，使用前需进行试漏检查，以防气体泄露而发生意外。实验室使用的压缩气体钢瓶应保持最少的数量。钢瓶必须牢牢固定，以免被碰倒而发生意外，绝不能在靠近暖气、直接日晒等温度可能急剧升高的地方使用。钢瓶用压力表必须经检定合格后使用，搬运压缩气体钢瓶时必须要小心，注意轻拿轻放。

（三）防菌

微生物检测实验室应定期进行消毒灭菌及环境监测，以达到实验要求的环境级别。微生物检测实验后的废弃物需进行灭菌处理，并应集中放置，不得随意丢弃。控制菌及致病菌检验及传代时必须细心、谨慎，杜绝向容器外繁衍的可能。操作完毕后应立即进行清洁、灭菌。菌种的申购、传代、使用、灭活等相关记录要完备，菌种管理要由专人负责，实行双人双锁制。

（四）人员防护

实验人员在上岗前须进行实验室安全常识培训，熟悉安全实验操作。对实验人员要有相应的安全保护穿戴，根据实验需要配备护目镜、耐酸碱手套及防护面罩、口罩等。理化实验台附近应配备应急用洗眼器及喷淋装置。

（五）消防安全

实验室内及过道等处应常备合格期内的消防器材。针对不同消防要求，分别配备干粉灭火器、泡沫灭火器及二氧化碳灭火器。一般非危险品着火可用通常的灭火方法；

危险品着火时,应根据其理化特性采取不同的灭火方法,否则不仅起不到灭火的作用,反而会造成更大的火灾及人身伤害事故。

(六) 相关实验室安全负责人要全面负责相关实验室的安全工作

实验室安全负责人应定期检查本实验室的安全工作,保证各项安全规章制度的贯彻执行。实验人员在工作完毕离开实验室时,要确实做到断电、断水、关闭门窗。凡遇节假日,均应进行一次全面安全检查并填写检查记录。

四、实验室废弃物处理

(1) 为加强实验室危险废弃物的处置管理,防止环境污染,实现实验室危险废弃物处置管理的制度化、规范化,实验室应设有废弃物存放室,并有废弃物管理制度、危险化学品及危险废弃物意外事故防范措施和应急预案。

(2) 实验室废弃物处置包括收集、暂存、转移及处理等环节。产生废弃物的实验室应按废弃物类别配备相应的收集容器,容器不能有破损或其他可能引起废弃物泄漏的隐患。废弃物收集容器应粘贴危险废弃物标签,明显标示废弃物名称、主要成分及性质,并保持清晰可见。

(3) 实验室废弃物应各自投放在相应的收集容器中,严禁将实验室危险废弃物与生活垃圾混放,避免日晒、雨淋,远离火源。

(4) 相关部门应定期收取实验室危险废弃物,并负责转运到指定暂存处暂存,提供名称、性质及数量等相关信息,填写实验室危险废弃物转移记录单,办理签字手续,并委托有资质的公司及单位转移及处理实验室废弃物。

(5) 微生物实验检测后的培养基要进行灭活处理。菌种不再使用或废弃后也要进行灭活处理。

(6) 毒性试剂、试液使用后一般要做减毒处理。

五、药品的取样、转移与贮存

(一) 取样的原则

对药品进行检验时首先要取样,即从一批样品中取出少量样品进行检验,应考虑取样的科学性、真实性和代表性,否则就失去了检验的意义。因此,取样的基本原则应为均匀、合理。

(二) 取样单元及数量的确认

取样时首先要确定取样单元及数量,即确定从一批样品中哪些独立包装中进行取