



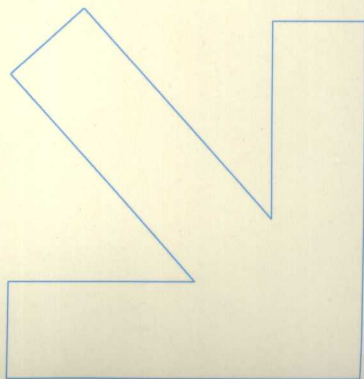
21 世纪农业部高职高专规划教材

药物 分析与检验

葛竹兴 主编



中国农业出版社



21 世纪农业部高职高专规划教材

药物分析与检验

葛竹兴 主编

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

药物分析与检验/葛竹兴主编. —北京: 中国农业出版社, 2007. 12

21 世纪农业部高职高专规划教材

ISBN 978 - 7 - 109 - 11966 - 6

I. 药… II. 葛… III. ①药物分析-高等学校: 技术学校-教材②药物-检验-高等学校: 技术学校-教材
IV. R917 R927.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 172113 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100026)

责任编辑 武旭峰 李 恒

中国农业出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行

2007 年 12 月第 1 版 2007 年 12 月北京第 1 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 16.5

字数: 285 千字

定价: 23.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

主 编 葛竹兴（江苏畜牧兽医职业技术学院）
副主编 王 锋（江苏联合职业技术学院徐州生物工程分院）
参 编 周 博（杨凌职业技术学院）
王加才（山东畜牧兽医职业学院）
杨东来（黑龙江畜牧兽医职业学院）
彭晓培（北京农业职业学院）
审 稿 孙 玲（江苏畜牧兽医职业技术学院）
陆竟恒（江苏省泰州市药品检验所）

前 言

为贯彻落实《教育部关于全面提高高等职业教育教学质量的若干意见》（教高〔2006〕16号）文件精神，进一步推动高职高专课程体系和教材建设，适应社会对高职高专培养应用型人才的要求，我们组织编写了《药物分析与检验》这部实用性教材。

本教材紧扣高职高专“工学结合”人才培养模式，结合专业特点和项目课程教学需要，体现职业教育特色。首先，精简教材内容，在最小的篇幅里反映药品分析与检测最核心、最实用、最前沿的内容；其次突出应用能力培养，重点放在药物分析与检验实用技术上，可操作性强；最后，突破了传统的药物分析课程体系框架，以分析方法为主线，按药物检验程序进行章节编排，贴近工作实际，使得教材难度适当降低，但实用性有所增强。

本教材的第一章及第二章由王锋编写，第三章及第四章第五节由周博编写，第四章第一节到第四节由杨东来编写，第五章第三节由彭晓培编写，第六章由王加才编写，第五章第一节到第二节及实训指导部分由葛竹兴编写。全书由葛竹兴统稿。

本教材在编写过程中得到了中国农业出版社、杨凌

职业技术学院、江苏联合职业技术学院徐州生物工程分院、北京农业职业学院、山东畜牧兽医职业学院、黑龙江畜牧兽医职业学院、江苏畜牧兽医职业技术学院、江苏省泰州市药品检验所有关领导的关怀和支持，在此表示衷心感谢！

教材中遗漏与不妥之处敬请同行和读者批评指正。

编 者

2007年7月

郑 重 声 明

中国农业出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其行为人将承担相应的民事责任和行政责任，构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人给予严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话：(010) 65005894, 64194974, 64194971

传 真：(010) 65005926

E - mail: wlxyaya@sohu.com

通信地址：北京市朝阳区农展馆北路 2 号中国农业出版社教材出版中心

邮 编：100026

购书请拨打电话：(010) 64194972, 64195117, 64195127

数码防伪说明：

本图书采用出版物数码防伪系统，用户购书后刮开封底防伪密码涂层，将 16 位防伪密码发送短信至 106695881280，免费查询所购图书真伪，同时您将有机会参加鼓励使用正版图书的抽奖活动，赢取各类奖项，详情请查询中国扫黄打非网 (<http://www.shdf.gov.cn>)。

短信反盗版举报：编辑短信“JB，图书名称，出版社，购买地点”发送至 10669588128

短信防伪客服电话：(010) 58582300/58582301

目 录

前 言

第一章 药物分析与检验概述	1
第一节 药物分析与检验的性质和任务	1
一、药物分析与检验的性质	1
二、药物分析与检验的任务	2
第二节 药物分析与检验工作的依据和程序	3
一、药物分析与检验工作的依据	3
二、药物检验工作的程序	3
第三节 药物分析与检验课程的基本内容 with 要求	6
一、课程内容	6
二、课程要求	7
三、学习本课程的意义	7
习题	7
第二章 药品质量和质量标准	9
第一节 药品的质量特性	9
第二节 药品质量标准	10
一、现行国家标准	11
二、现行中国药典内容解读	14
三、外国药典	21
第三节 药品质量标准的制定	22
一、制定药品质量标准的原则	22
二、药品质量标准的主要内容	23
习题	24
第三章 药物鉴别	26
第一节 常用鉴别方法	26

一、药物鉴别的目的和特点	26
二、常用鉴别方法	27
第二节 一般鉴别试验	33
一、水杨酸盐的鉴别	34
二、丙二酰脲类的鉴别	35
三、有机氯化物的鉴别	36
四、亚硫酸盐与亚硫酸氢盐的鉴别	36
五、托烷生物碱类的鉴别	37
六、亚汞盐与汞盐的鉴别	38
七、芳香族第一胺类的鉴别	39
八、苯甲酸盐的鉴别	39
九、乳酸盐的鉴别	40
十、枸橼酸盐的鉴别	40
十一、钙盐的鉴别	41
十二、钠盐的鉴别	41
十三、钡盐的鉴别	42
十四、酒石酸盐的鉴别	42
十五、铋盐的鉴别	43
十六、钾盐的鉴别	44
十七、铁盐的鉴别	44
十八、铵盐的鉴别	45
十九、银盐的鉴别	46
二十、铜盐的鉴别	47
二十一、硫酸盐的鉴别	47
二十二、硝酸盐的鉴别	48
二十三、锌盐的鉴别	48
二十四、铈盐的鉴别	49
二十五、铝盐的鉴别	49
二十六、氯化物的鉴别	50
二十七、溴化物的鉴别	50
二十八、碘化物的鉴别	51
二十九、硼酸盐的鉴别	51
三十、碳酸盐与碳酸氢盐的鉴别	52
三十一、镁盐的鉴别	53

三十二、醋酸盐的鉴别	53
三十三、磷酸盐的鉴别	54
习题	54
第四章 药物杂质的检查	56
第一节 概述	56
一、药物杂质的来源	56
二、杂质的分类	57
第二节 药物的杂质检查方法及限量计算	58
一、药物杂质限量检查法	58
二、限量计算	59
三、限量杂质检查注意事项	60
第三节 一般杂质的检查	61
一、氯化物检查法	61
二、硫酸盐检查法	63
三、铁盐检查法	64
四、重金属检查法	66
五、砷盐检查法	70
六、溶液颜色检查法	75
七、易炭化物检查法	77
八、澄清度检查法	78
九、炽灼残渣检查法	79
十、硒检查法	80
十一、氰化物检查法	81
十二、氟检查法	83
十三、干燥失重测定法	85
十四、水分测定法	87
第四节 特殊杂质的检查	89
一、特殊杂质检查的种类	89
二、特殊杂质的检查方法	90
第五节 药物制剂检查	92
一、重(装)量差异检查法	93
二、崩解时限检查法	95
三、溶出度检查法	97

四、最低装量检查法	100
五、无菌检查法	101
六、热原检查法	105
七、细菌内毒素检查法	108
八、可见异物检查法	111
九、不溶性微粒检查法	115
十、含量均匀度检查法	117
十一、微生物限度检查法	118
习题	118
第五章 药物含量测定	120
第一节 化学测定法	120
一、酸碱滴定法	120
二、非水酸碱滴定法	132
三、配位滴定法	137
四、氧化还原滴定法	139
五、银量法	147
第二节 生物测定法	149
一、概述	149
二、管碟测定法	150
三、浊度法	159
第三节 仪器分析法	162
一、电位滴定法与永停滴定法	162
二、紫外-可见分光光度法	167
三、气相色谱法与高效液相色谱法	171
习题	185
第六章 制剂分析与检验	189
第一节 制剂分析与检验的特点	189
第二节 片剂的分析	190
一、片剂分析的基本步骤	190
二、片剂的常规检查	190
三、片剂的含量测定	192
第三节 注射剂的分析	196

一、注射剂分析的基本步骤	196
二、注射剂的常规检查	196
三、注射剂的含量测定	197
第四节 可溶性粉剂	201
一、可溶性粉剂分析的基本步骤	202
二、可溶性粉剂的常规检查	202
三、可溶性粉剂的含量测定	203
第五节 复方制剂的分析	204
一、复方制剂分析的特点	205
二、复方制剂分析示例	205
习题	211
实训指导	212
实训一 药物的一般鉴别试验	212
实训二 药物的一般杂质检查	214
实训三 药物的特殊杂质检查	217
实训四 片剂的重量差异及崩解时限检查	219
实训五 阿司匹林片的溶出度测定	221
实训六 硫酸阿托品片含量均匀度检查	223
实训七 乌洛托品的含量测定	225
实训八 盐酸左旋咪唑片的含量测定	226
实训九 硫酸镁注射液的含量测定	227
实训十 药用硫酸亚铁的含量测定	229
实训十一 维生素 C 注射液的含量测定	230
实训十二 氯化钠注射液的含量测定	231
实训十三 抗生素微生物检定法测定土霉素的效价	232
实训十四 永停滴定法测定磺胺对甲氧嘧啶的含量	234
实训十五 紫外-可见分光光度法测定维生素 B ₂ 注射液的含量	235
实训十六 气相色谱法测定维生素 E 片的含量	236
实训十七 高效液相色谱法测定金银花中绿原酸的含量	238
实训十八 阿司匹林的质量分析与检验	239
实训十九 盐酸普鲁卡因注射液的质量分析与检验	242
主要参考文献	246

第一章 药物分析与检验概述

[教学目标]

1. 了解药物分析与检验的性质和任务；
 2. 掌握药品分析与检验工作的依据和程序。
-

第一节 药物分析与检验的性质和任务

一、药物分析与检验的性质

药品是指用于预防、治疗、诊断人的疾病，有目的地调节人的生理机能并规定有适应症和用法、用量的物质。世界各国对药品的定义各不相同，在我国药品专指人用药品。兽药是指用于预防、治疗、诊断动物疾病或者有目的地调节动物生理机能的物质（含药物饲料添加剂）。药品主要包括：血清制品、疫苗、诊断制品、微生态制品、中药材、中成药、化学药品、抗生素、生化药品、放射性药品及外用杀虫剂、消毒剂等。在我国，鱼药、蜂药、蚕药也列入兽药管理。

药品是一种关系人体健康的重要特殊商品，只有符合法定质量标准的合格药品才能保证疗效。药品的质量优劣，既直接影响预防与治疗的效果，又密切关系到人体的健康和安全。因此，必须对药品的质量实行严格的监督管理，以保证用药的安全、有效、合理。药物分析与检验正是一门研究和发展药品全面质量控制的“方法学科”。

药物分析与检验是研究、检测药物的性状，鉴定药物的化学组成，检查药物的杂质限量和测定药物组分含量的原理和方法的一门应用学科。它主要运用化学、物理化学或生物化学的方法和技术研究化学结构已经明确的合成药物或天然药物及其制剂的质量控制方法，也研究中药制剂和生化药物及其制剂有代表性的质量控制方法。

药物分析与检验的研究对象是药物，主要包括：①化学结构已经明确的天然药物；②合成药物及其制剂；③合成药物的原料、中间体、副产品；④各种制剂的赋形剂和附加剂；⑤药物降解产物和体内代谢产物等。

二、药物分析与检验的任务

药物分析与检验通常包括研究药物及其制剂的组成、理化性质，辨别药物的真伪，检查药物的纯度和测定药物的含量。随着科学的发展和学科间的互相渗透，药物分析与检验已由单纯的质量监督检查工作转向药物质量的全面控制，从而更好地保证药物的质量。药物分析与检验工作应与生产单位紧密配合，进行药物生产过程的质量控制，从而发现问题、促进生产、提高质量；与供应管理部门密切协作，注意药物贮存过程的质量监控，从而研究改进药物的稳定性，采用科学合理的管理条件与方法，以保证和提高药物的质量；配合医疗需要，开展临床药物分析，研究药物进入生物体内的吸收、分布、代谢、排泄等过程，研究药物的作用特性和机制，从而确保合理用药，更好地发挥药效。

从药学研究的全局来看，在新药的研制，药品的生产质量控制和生产工艺的改进，药品稳定性的考察以及在研究药物的吸收、分布、代谢过程中，在研究药物的作用特性和作用机制时，都会对药物分析与检验工作提出各种各样的任务和要求。从方法学的角度看，不断改进和提高药物分析与检验技术，创立新的药物分析与检验方法，以满足生产和科研的需求，都是药物分析与检验的任务。

兽药分析与检验的主要任务是全面控制兽药的质量，保证用药的安全有效。因此，在兽药的生产、保管、供应、调配以及兽医临床使用过程中都应该经过严格的分析检测。如在兽药生产中，为了提高成品的质量，必须对药品的原料、中间体及成品的质量进行检测。在研究改进生产工艺时也需要对药品的原料、中间体及成品的质量进行检测，并应用检测技术控制反应程度，选择各种条件，以使生产不断向优质方向发展，对质量不稳定的产品及新产品需做留样观察。在兽药的经销、储存中，药品也必须经过检测合格才能销售等。

随着科学技术的发展，兽药分析与检验技术也在不断向前发展。兽药检测方法将更加准确、灵敏和专属，仪器的联用、自动化、智能化，将使兽药检测工作的质量和效率进一步提高，各种新方法、新技术的应用将会为兽药分析与检验工作者提供更广阔的空间。这无疑也大大促进了兽药质量的提高，进一步确保兽药的安全性，有效地防治畜禽等动物疾病，促进畜牧业的快速发展和维

护人体健康。

综上所述,药物分析与检验的主要任务是根据药品质量标准及药品生产质量管理规范(GMP)或兽药生产质量管理规范(兽药GMP)的有关规定,采用各种有效分析方法,进行药品质量检验、药物生产过程的质量控制、药物贮存过程的质量考察和临床药物分析,从各个环节全面地保证、控制与研究提高药品质量,保证用药的安全有效。

第二节 药物分析与检验工作的依据和程序

一、药物分析与检验工作的依据

药物分析与检验工作的依据是药品质量标准。国内生产的药品进行常规检验时,以国家药品标准为依据。我国的国家药品标准包括《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)、卫生部标准和国家食品药品监督管理局药品标准。生产企业为了保证产品质量,往往以自订的内控质量标准为依据,但内控标准的各项指标必须高于国家药品标准。医疗单位自制的制剂按药品监督管理部门批准的质量标准进行检验。进出口药品由口岸药检所按有关质量标准或合同规定进行检验。

《中华人民共和国药品管理法》(第六条)规定“药品监督管理部门设置或者确定的药品检验机构,承担依法实施药品审批和药品质量监督检查所需的药品检验工作。”国家药品监督管理局领导下的国家级药品检验所是中国药品生物制品检定所,各省、市、自治区药品检验所均承担各辖区内的药品检验工作。

兽药在进行常规检验时,以《中华人民共和国兽药典》(以下简称《中国兽药典》)和部颁标准等为依据。兽药生产企业为了保证产品质量,往往以自订企业内控质量标准 as 检测依据,但在仲裁时应以国家标准为依据。

药品检验工作的基本目的是保证公众用药安全、有效。药物分析工作者必须具备严谨求实和一丝不苟的工作态度,必须具有熟练、正确的操作技能以及良好的科学作风,从而保证药品检验工作的公正性。

二、药物检验工作的程序

药品检验工作是药品质量控制的重要组成部分,其检验程序一般分为取样、性状观测、鉴别、检查、含量测定和填写检验报告书。

(一) 取样

分析任何药品首先要取样, 要从大量的样品中选取能代表样本整体质量的少量样品进行分析, 必须按照国家“药品质量抽查检验管理规定”或兽药检验操作规程中有关取样的规定进行操作, 要考虑取样的科学性、真实性和代表性, 否则就失去了检验的意义。

(1) 样品的取样环境应与生产环境相一致。如生产有洁净要求的药品, 取样时应在具有相应净化级别的取样室进行。

(2) 样品的取样量应符合药品质量标准的要求。取样量一般规定: 样品按批取样。设总件数为 X , 当 $X \leq 3$ 时逐件取样; 当 $X \leq 300$ 时, 按 $\sqrt{X}+1$ 取样量随机取样; 当 $X > 300$ 时, 按 $\frac{\sqrt{X}}{2}+1$ 取样量随机取样。

(3) 取样用具及容器应清洁、干燥, 在使用或贮藏过程中防止受潮或异物混入。

(4) 取样时必须填写取样记录, 内容应包括品名、规格、批号、数量、来源、编号、取样日期、必要的取样说明、被抽样单位、被抽样单位经手人、取样人签名等。每件取样容器和被取样包装上都应贴有取样标志。

(二) 检验

1. 性状观测 药物的性状是药品质量重要表征之一。它包括药品应具有的外观(如色泽、臭、味、黏度等)以及各项物理常数(如熔点、沸点、密度、折射率、比旋光度、吸收系数等), 也就是药品的应有的物理性质。根据药品质量标准中有关性状的规定, 注意观察记录供试品的外观、溶解度、物理常数等, 不仅对药品具有鉴别意义, 而且也反映药品的纯度, 是评价原料药质量的主要指标之一。

2. 鉴别 进行药物分析时, 首先应对供试品进行鉴别。药物的鉴别是依据药物的化学结构和理化性质进行某些化学反应, 测定某些理化常数或光谱、色谱特征, 来判断药物及其制剂的真伪。选用鉴别方法的原则是准确灵敏、简便快速、正确无误。通常某一项鉴别试验, 如官能团反应、焰色反应等, 只能表示药物的某一特征, 绝不能作为判断的惟一依据。因此, 药物的鉴别不会由一项试验就能完成, 而要采用一组(两个或两个以上)试验项目全面评价一个药物, 确保结论正确无误。例如, 《中国药典》(2005年版)在醋酸可的松鉴别项下规定了一个母核呈色反应, 一个官能团反应, 一个色谱特征和一个红外吸收光谱特征。《中国兽药典》(2005年版)在磺胺间甲氧嘧啶鉴别项下规定了一个呈色反应, 一个红外吸收光谱特征, 一个官能团反应。

3. 检查 根据药品质量标准中检查项下的规定,对待检项目逐项地进行检查。药品质量标准的检查项主要是检查药物的纯度,即检查药物在生产和贮存过程中引入的杂质是否超过了限量。此外还有药品制剂的检查以及药物有效性和安全性的检查。

4. 含量测定 药物在通过性状观测、鉴别、检查的基础上,根据药品质量标准中规定的含量测定法进行测定,准确测定药物中主要有效成分的含量。通常采用的含量测定方法主要有化学测定法、仪器分析法和生物检定法,以确定药物的含量是否符合药品质量标准中规定的要求,这是控制药物中有效成分的含量、保证疗效的重要手段。

(三) 检验记录与报告

1. 检验记录

(1) 总体要求。真实、完整、科学、具体、清晰。

(2) 记录内容。①供试品情况:主要包括名称、批号、规格、数量、来源、取样方法、外观性状、包装等;②日期:主要包括收到、取样、检验、报告日期等;③检验情况:主要包括检验依据、项目、操作步骤、现象、数据、结果、结论、处理意见等。

(3) 记录复核。记录完成后,需复核。复核后的记录,属内容和计算错误的,由复核人负责;属检验操作错误的,由检验人负责。若需涂改,要在错误的地方划两条细线,在上方写出正确内容,重写后要签名。

2. 检验报告

(1) 总体要求。完整简洁、结论明确、表述清晰。

(2) 报告内容。①记录内容;②检验结果、结论;③处理意见(对不符合规定的药品)。检验报告书格式见表1-1。

表1-1 江苏倍康药业有限公司成品检验报告书

检验报告书号: bk-C-01-2005-001

品 名	盐酸环丙沙星注射液		规 格	10ml: 环丙沙星 200mg、葡萄糖 500mg	
包装情况	完好	批号	050218-1	数 量	68 000 支
请验部门	生产部	取样日期	2005 年 02 月 19 日	有效期至	2007 年 02 月
检验项目	全项	检验日期	2005 年 02 月 20 日	报告日期	2005 年 03 月 02 日
检验依据	农业部《兽药质量标准》(2003 年版)				
检验项目	标准规定		检验结果		单项判断
【性状】	应为微黄绿色澄明液体		微黄绿色澄明液体		符合规定
【鉴别】					
(1)	应呈正反应		呈正反应		符合规定
(2)	应呈正反应		呈正反应		符合规定
(3)	应呈正反应		呈正反应		符合规定