

YAOPIN JIANYAN ZHINAN

药品检验

指南

主编 禹凤英 张惠霞 黄声凤

河南医科大学出版社

药品检验指南

主 编 禹凤英 张惠霞 黄声凤

河南医科大学出版社
·郑州·

药品检验指南

主 编 禹凤英 张惠霞 黄声凤

责任编辑 李龙传

责任监制 何 芹

责任校对 周 敏

河南医科大学出版社出版发行

郑州市大学路40号

邮政编码 450052 电话 (0371)6988300

郑州市邙山书刊商标装潢厂印刷

开本 787×1092毫米 1/16 印张 30.5 字数 723千字

1998年9月第1版 1998年9月第1次印刷

印数 1~2150册

ISBN 7-81048-280-7/R·265

定价:46.00元

内 容 提 要

本书共分 31 章,内容包括实验室的基本知识、化学分析法、仪器分析法、中药检验法、生物测定法和抗生素检定法等,系统介绍了中国药典(1995 年版)常用仪器和分析方法的原理、操作注意事项。本书理论与实践相结合,注意介绍新方法和新技术,重点在于实用性。可供药品检验、生产、销售、医院等药品检验人员及医药科研、化工部门技术人员参考,也可供药学院(系)师生学习参考。

《药品检验指南》编委名单

主 编	禹风英	张惠霞	黄声凤	
副主编	郭瑞峰	宋汉敏	杨子光	詹新卫
	王秋生	赵文峰	王 炎	黄铁桥
	王巨才	赵长敏	吕玉奇	杨永芳
	汪 诚	王秀娥	卢超然	付小六
	刘小文			
编 委	(以姓氏笔画为序)			
	王巨才	王 炎	王秀娥	王秋生
	石规划	卢超然	付小六	孙轶梅
	吕玉奇	刘小文	刘宝兰	汪 诚
	宋汉敏	张惠霞	杨子光	杨永芳
	周 刚	赵长敏	赵文峰	禹风英
	郭瑞峰	黄声凤	黄铁桥	韩 琳
	詹新卫			

序

药品是人类防病治病的重要武器,药品的质量与临床治疗效果和人类的健康水平密切相关,因此,控制药品的质量对于促进人民身体健康,提高人民生命质量,具有重要意义。

药品检验是保证药品质量的重要环节,并为药品的监督管理提供重要的技术依据。我国政府从维护人民身体健康的利益出发,颁布施行了《药品管理法》等一系列法律、法规和政策,使药品检验步入法制化轨道。药品检验不仅具有法定性,而且具有很强的技术性,因此,准确掌握药品检验的方法与提高药品检验的技术水平,对于保证药品质量十分重要。随着现代科学技术的迅猛发展,新技术和新方法在药品检验工作领域中,不断地得到推广和应用,光谱、色谱和生物技术等的应用,使药品检验的技术性愈来愈强,方法的准确性不断提高。本书作者结合自己多年的实践经验,系统地、全面地介绍了药品检验方法的原理和操作,在阐述经典方法的同时,并注重介绍了新技术和新方法在该领域中的应用。

本书可供广大药品检验工作者、医药科研人员、药学院校师生学习。相信,本书的出版,将会对药学工作者正确地掌握药品检验方法,提高药品检验技术水平,进而推动药品检验事业的发展,产生有益的作用。

张沛山
二〇〇〇年三月

前 言

药品质量与疾病的预防、治疗和诊断效果密切相关,药品检验是保证药品质量的重要组成部分。随着社会进步,药品的生产、销售和使用不断发展,药品检验在药品质量管理工作中有待进一步加强。为了提高药品检验人员的技术水平,强化药品检验工作的技术性和法定性,我们结合多年药品检验工作经验,编写了《药品检验指南》一书,希望对药品检验技术人员的工作有所启示和借鉴。

本书从药品检验工作的实验室条件到检验技术等都有了详细介绍,对药品检验中的常用技术,从方法学原理到具体实验操作,作了比较系统的叙述。在介绍国家药品标准常用检验方法的同时,对一些新方法和新技术亦做了适当的介绍。本书内容丰富、全面,是一部实用性较强的药品检验技术参考书。

本书在编写过程中得到了许多专家和同仁,特别是作者单位各级领导的热情支持和帮助,并参考引用了有关文献和技术资料,在此一并表示诚挚的感谢。

由于作者水平有限,书中错误和遗漏之处在所难免,敬请读者批评指正。

编者

1998年7月于郑州

目 录

1 实验室的安全知识	(1)
1.1 防火	(1)
1.2 防爆	(1)
1.3 有腐蚀性、毒性的药品	(2)
1.4 用电安全	(2)
1.5 气瓶的安全使用	(3)
1.5.1 气瓶内装气体的分类	(3)
1.5.2 气瓶的存放及安全使用	(3)
2 分析天平与称量	(5)
2.1 天平的分类及性能指标	(5)
2.1.1 天平的分类	(5)
2.1.2 天平的性能指标	(6)
2.2 分析天平的称量原理	(6)
2.2.1 等臂天平的称量原理	(6)
2.2.2 不等臂天平的称量原理	(6)
2.2.3 电子天平的称量原理	(7)
2.3 常用分析天平	(7)
2.3.1 等臂天平	(7)
2.3.2 不等臂天平	(8)
2.3.3 电子天平	(8)
2.4 分析天平的一般知识	(8)
2.4.1 名词解释	(8)
2.4.2 分析天平应具备的条件	(9)
2.4.3 分析天平的检查与校正	(9)
2.4.4 分析天平的简单调整方法	(10)
2.5 称量方法及称量误差的减免	(12)
2.5.1 称量方法	(12)
2.5.2 称量误差的减免	(12)
2.6 分析天平的使用方法	(14)

2.6.1	天平安装的位置与条件	(14)
2.6.2	使用前的准备	(14)
2.6.3	使用时注意事项	(14)
2.6.4	天平的维护保养	(15)
3	容量仪器的使用与校正	(16)
3.1	容量仪器的使用	(16)
3.1.1	滴定管的使用方法	(16)
3.1.2	容量瓶的使用方法	(18)
3.1.3	移液管的使用方法	(19)
3.1.4	刻度吸管的使用方法	(19)
3.2	容量仪器的校正	(19)
3.2.1	容量瓶的校正	(20)
3.2.2	移液管的校正	(20)
3.2.3	滴定管的校正	(20)
3.2.4	校正容量仪器的注意事项	(23)
3.2.5	常用容量仪器的容量允差	(23)
3.3	玻璃仪器的洗涤方法	(24)
3.3.1	洗涤剂及其使用范围	(24)
3.3.2	洗液的配制及使用	(24)
3.3.3	玻璃仪器的洗涤与要求	(25)
4	药品的一般鉴别试验	(26)
4.1	概述	(26)
4.2	一般鉴别方法	(26)
4.2.1	干法鉴别	(26)
4.2.2	湿法鉴别	(26)
4.3	鉴别试验注意事项	(27)
4.3.1	控制适合反应进行的条件	(27)
4.3.2	提高反应的灵敏性和进行空白试验	(28)
4.4	各项鉴别试验	(28)
5	物理常数测定	(44)
5.1	相对密度测定法	(44)
5.1.1	原理	(44)
5.1.2	测定方法	(44)
5.2	馏程测定法	(47)

5.2.1	原理	(47)
5.2.2	仪器装置	(47)
5.2.3	测定方法	(47)
5.2.4	注意事项	(48)
5.3	熔点测定法	(48)
5.3.1	简述	(48)
5.3.2	测定方法	(48)
5.3.3	结果与判定	(50)
5.3.4	温度计的校正	(51)
5.4	凝点测定法	(51)
5.4.1	原理	(51)
5.4.2	仪器装置	(52)
5.4.3	测定法	(52)
5.4.4	注意事项	(52)
5.5	粘度测定法	(53)
5.5.1	简述	(53)
5.5.2	仪器	(53)
5.5.3	测定法	(53)
5.6	pH值测定法	(56)
5.6.1	pH值的概念	(56)
5.6.2	原理	(57)
5.6.3	常用电极	(58)
5.6.4	测定方法	(59)
5.6.5	注意事项	(60)
5.7	旋光度测定法	(61)
5.7.1	原理	(61)
5.7.2	测定方法	(61)
5.7.3	注意事项	(62)
5.8	折光率测定法	(62)
5.8.1	原理	(62)
5.8.2	测定方法	(63)
5.8.3	注意事项	(63)
6	杂质检查法	(65)
6.1	概述	(65)

6.2 各类杂质检查法	(65)
6.2.1 氯化物检查法	(65)
6.2.2 硫酸盐检查法	(67)
6.2.3 铁盐检查法	(67)
6.2.4 重金属检查法	(68)
6.2.5 砷盐检查法	(72)
6.2.6 干燥失重测定法	(76)
6.2.7 炽灼残渣检查法	(78)
6.2.8 硫化物检查法	(79)
6.2.9 硒检查法	(80)
6.2.10 氟检查法	(81)
6.2.11 氰化物检查法	(81)
6.2.12 易炭化物检查法	(83)
6.2.13 铵盐检查法	(84)
6.2.14 有机溶剂残留量测定法	(84)
7 重量分析法	(85)
7.1 概述	(85)
7.2 重量分析常用的方法	(85)
7.2.1 挥发重量法	(85)
7.2.2 萃取重量法	(85)
7.2.3 沉淀重量法	(85)
7.3 重量分析的操作步骤及注意事项	(86)
7.3.1 供试品的称取与溶解	(86)
7.3.2 沉淀的制备	(87)
7.3.3 沉淀的过滤与洗涤	(89)
7.3.4 沉淀的干燥或灼烧	(90)
7.3.5 分析结果的计算	(91)
7.4 应用实例	(91)
8 滴定分析法概述	(95)
8.1 滴定分析法的特点与种类	(95)
8.2 滴定分析法的一般要求	(95)
8.2.1 滴定分析对反应的要求	(95)
8.2.2 滴定方式	(96)
8.3 滴定液浓度的表示方法	(96)

8.4	滴定液与基准物质	(97)
8.4.1	基准物质的要求	(97)
8.4.2	滴定液的配制方法	(97)
8.4.3	滴定液的标定	(97)
8.4.4	滴定液配制及标定的注意事项	(98)
8.5	滴定分析的计算	(100)
8.5.1	溶液浓度的计算和稀释	(100)
8.5.2	求算称取物质的质量	(100)
8.5.3	分析结果的计算	(101)
9	酸碱滴定法(中和法)	(103)
9.1	概述	(103)
9.2	指示剂	(103)
9.2.1	指示剂的主要类型	(103)
9.2.2	指示剂的特性	(103)
9.2.3	指示剂的选择	(104)
9.2.4	指示剂的用量	(104)
9.3	滴定液的配制与标定	(104)
9.3.1	盐酸滴定液(1、0.5、0.2或0.1 mol/L)	(105)
9.3.2	硫酸滴定液(0.5、0.25、0.1或0.05 mol/L)	(107)
9.3.3	氢氧化钠滴定液(1、0.5、或0.1 mol/L)	(108)
9.4	应用实例	(109)
10	非水滴定法	(111)
10.1	概述	(111)
10.2	溶剂的分类及选择	(112)
10.2.1	溶剂的分类	(112)
10.2.2	溶剂的选择	(114)
10.3	指示剂	(114)
10.4	滴定液的配制与标定	(117)
10.4.1	高氯酸滴定液(0.1 mol/L)	(117)
10.4.2	甲醇钠滴定液(0.1 mol/L)	(120)
10.5	应用实例	(121)
10.5.1	原料药含量测定	(121)
10.5.2	片剂含量测定	(122)
10.5.3	注射液含量测定	(123)

11 氧化还原滴定法	(124)
11.1 概论	(124)
11.1.1 基本概念	(124)
11.1.2 指示剂	(124)
11.1.3 氧化还原反应的速度	(126)
11.1.4 滴定前的预处理	(127)
11.2 碘量法	(128)
11.2.1 原理	(128)
11.2.2 分类	(128)
11.2.3 指示剂	(130)
11.2.4 碘量法的误差来源	(131)
11.2.5 滴定液的配制与标定	(131)
11.2.6 应用实例	(133)
11.3 高锰酸钾法	(136)
11.3.1 概述	(136)
11.3.2 滴定液的配制与标定	(136)
11.3.3 应用实例	(137)
11.4 溴酸钾法及溴量法	(138)
11.4.1 概述	(138)
11.4.2 滴定液的配制与标定	(138)
11.4.3 应用实例	(139)
11.5 重铬酸钾法	(140)
11.5.1 概述	(140)
11.5.2 滴定液的配制与标定	(141)
11.5.3 应用实例	(141)
11.6 铈量法	(142)
11.6.1 概述	(142)
11.6.2 滴定液的配制与标定	(142)
11.6.3 应用实例	(143)
11.7 高碘酸钾法	(144)
11.7.1 概述	(144)
11.7.2 应用实例	(145)
11.8 费休水分测定法	(146)
11.8.1 概述	(146)

11.8.2	费休试液的制备与标定	(146)
11.8.3	测定方法	(147)
11.8.4	测定注意事项	(147)
12	络合(配位)滴定法	(148)
12.1	概述	(148)
12.2	氨羧螯合剂	(149)
12.3	影响氨羧络合物稳定性的因素	(151)
12.3.1	pH 值的影响	(151)
12.3.2	它种络合剂的影响	(152)
12.4	指示剂	(152)
12.4.1	作用原理	(152)
12.4.2	指示剂应具备的条件	(152)
12.4.3	常用金属指示剂	(153)
12.5	滴定液的配制与标定	(158)
12.5.1	乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05 mol/L)	(158)
12.5.2	锌滴定液(0.05 mol/L)	(159)
12.6	应用实例	(160)
13	亚硝酸钠滴定法	(162)
13.1	概述	(162)
13.2	重氮化滴定条件	(162)
13.3	指示终点的方法	(164)
13.3.1	外指示剂法	(164)
13.3.2	内指示剂法	(164)
13.4	滴定液的配制与标定	(165)
13.5	应用实例	(166)
14	沉淀滴定法(银量法)	(168)
14.1	概述	(168)
14.1.1	沉淀反应的条件	(168)
14.1.2	沉淀滴定法的种类	(168)
14.2	铬酸钾指示剂法(摩尔法)	(168)
14.2.1	原理	(168)
14.2.2	测定注意事项	(169)
14.3	铁明矾指示剂法(富尔哈特法)	(170)
14.3.1	原理	(170)

14.3.2	测定注意事项	(171)
14.4	吸附指示剂法(法扬司法)	(172)
14.4.1	原理	(172)
14.4.2	指示剂	(172)
14.4.3	测定注意事项	(173)
14.5	滴定液的配制与标定	(174)
14.5.1	硝酸银滴定液(0.1mol/L)	(174)
14.5.2	硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)	(175)
14.6	应用实例	(175)
15	四苯硼钠法	(177)
15.1	概述	(177)
15.2	滴定液的配制与标定	(177)
15.2.1	四苯硼钠滴定液(0.02 mol/L)	(177)
15.2.2	烃铵盐滴定液(0.01 mol/L)	(178)
15.3	应用实例	(178)
16	定氮法	(180)
16.1	原理	(180)
16.2	测定步骤	(180)
16.2.1	消化	(180)
16.2.2	蒸馏	(182)
16.2.3	滴定	(182)
16.3	操作方法	(183)
16.3.1	常量法	(183)
16.3.2	半微量法	(183)
16.4	计算	(184)
17	电位滴定法和永停滴定法	(185)
17.1	电位滴定法	(185)
17.1.1	电位滴定法的原理	(185)
17.1.2	仪器装置和计量点确定方法	(186)
17.1.3	电极的选用	(189)
17.1.4	应用实例	(190)
17.2	永停滴定法	(191)
17.2.1	永停滴定法的原理	(191)
17.2.2	仪器装置与操作	(192)

17.2.3	电极	(193)
17.2.4	应用实例	(193)
18	一般制剂检查法	(194)
18.1	片剂的重量差异及崩解时限检查	(194)
18.1.1	片剂重量差异检查法	(194)
18.1.2	片剂崩解时限检查法	(195)
18.2	注射剂的装量限度和澄明度检查	(196)
18.2.1	注射液的装量检查法	(196)
18.2.2	注射用无菌粉末的装量差异检查法	(196)
18.2.3	注射剂的澄明度检查法	(197)
18.3	乙醇量测定法	(200)
18.3.1	简述	(200)
18.3.2	乙醇量的测定方法	(200)
18.4	溶出度检查法	(202)
18.4.1	概述	(202)
18.4.2	溶出度测定方法	(204)
18.4.3	注意事项	(205)
18.4.4	结果计算	(206)
18.4.5	结果判定标准	(206)
18.4.6	仪器校正	(206)
18.5	含量均匀度检查法	(208)
18.5.1	概述	(208)
18.5.2	测定法	(209)
18.6	注射液中不溶性微粒检查法	(209)
18.6.1	概述	(209)
18.6.2	检查法	(210)
18.7	融变时限检查法	(212)
18.7.1	栓剂融变时限检查	(212)
18.7.2	阴道片融变时限检查	(213)
19	分析中的误差及数值的运算规则	(214)
19.1	分析中的误差	(214)
19.1.1	误差种类及产生原因	(214)
19.1.2	误差表示方法	(215)
19.2	有效数字及运算规则	(216)

19.2.1	有效数字	(216)
19.2.2	数值修约及进舍规则	(217)
19.2.3	运算规则	(218)
20	紫外—可见分光光度法	(220)
20.1	概述	(220)
20.2	分光光度法的基本知识	(220)
20.2.1	光与光波	(220)
20.2.2	光的本性	(221)
20.2.3	物质对光选择性的吸收	(223)
20.2.4	吸收光谱	(224)
20.2.5	光吸收基本定律和吸收系数	(226)
20.2.6	紫外吸收光谱与分子结构的关系	(228)
20.3	紫外—可见分光光度计的基本构造	(233)
20.4	紫外—可见分光光度计的几种常见类型	(237)
20.5	紫外—可见分光光度计的校正与检定	(238)
20.5.1	波长准确度	(239)
20.5.2	吸收度的准确度和仪器的线性范围	(241)
20.5.3	分辨率	(243)
20.5.4	杂散光	(243)
20.6	影响分光光度法测定的一些因素	(244)
20.7	应用实例	(247)
20.7.1	定性鉴别	(247)
20.7.2	纯度检查	(248)
20.7.3	含量测定	(249)
21	红外分光光度法	(257)
21.1	概述	(257)
21.1.1	红外吸收光谱的区划	(257)
21.1.2	红外吸收光谱的表示方法	(257)
21.1.3	红外吸收光谱与紫外吸收光谱的区别	(258)
21.1.4	红外吸收光谱与有机化合物分子结构的关系	(259)
21.2	红外分光光度计的基本构造	(260)
21.3	仪器的安装和性能检查	(261)
21.4	样品的制备方法	(262)
21.4.1	固体样品	(262)