

主编 马剑文 韩永平 沈克温

现代药品检验学

XIANDAI
YAOPIN
JIANYANXUE

人民军医出版社

现代药品检验学

XIANDAI YAOPIN JIANYANXUE

主 编

马剑文 韩永平 沈克温

主编助理

潘 力

编 者

(以姓氏笔画为序)

王绪明	文德秀	左德全	刘承业
刘敬琦	朱凤娟	杜占明	周如真
苗惠珠	郭登祥	梁秉钧	梁 君

人民军医出版社

1994. 北京

内 容 提 要

本书分化学测定法、色谱法和仪器分析法、中药材鉴定法、生物测定法等4篇,共46章,系统、全面地介绍了药品检验的理论和技術方法,包括经典及常用的技术方法、近几年应用的新仪器、新技术,例如磁共振、质谱、药物的溶出度及均匀度测定、气相色谱液相色谱质谱的联用、药品卫生学检验、小角激光光散射仪、电子计算机在药品检验中的应用等。本书理论与实际相结合,注重新技术的介绍,突出实用性,可供药品检验所和药厂质量检验科、医院药检室及各级药学工作者参考,也可供药学院(系)师生参考、学习。

责任编辑 姚 磊
陈旭光

现代药品检验学

马剑文等 主编

*

人民军医出版社出版

(北京复兴路22号甲3号)

(邮政编码:100812 电话:8222916)

总参通信部印刷厂印刷

新华书店总店北京发行所发行

*

开本:787×1092mm 1/16·印张:56.125·字数:1382千字

1994年10月第1版 1994年10月(北京)第1次印刷

印数:1~6000 定价:65.00元

ISBN 7-80020-364-6/R·306

[科技新书目:285-240①]

(购买本社图书,凡有缺、损、倒、脱页者,本社负责调换)

序

药品检验是加强药品监督管理、保证药品质量的重要环节,对于保障用药安全、提高治疗效果,具有重要意义。自《药品管理法》颁布实施以来,各级医药卫生机构都十分重视这项工作。随着科学技术的飞速发展,药品检验技术的发展也相当快,新仪器、新技术、新方法不断涌现,为了反映和推广这一领域新的技术成果,提高药品检验工作质量,我们组织编写了《现代药品检验学》一书。

本书的作者大部分是从事药品检验工作数十年的专业工作者,具有较高的理论水平和丰富的实践经验。书中系统、全面地介绍了药品检验的各个主要方面的专业内容,特别是新技术、新仪器、新方法和新经验,基本上反映了当前我国、我军在这一领域的技术水平。本书的出版,为各级药品检验所、药厂和医院药房药品检验室的有关专业人员,以及药学院(系)的师生,提供了一部良好的专业参考书。

总后卫生部药品器材局

1993年10月

前 言

药品检验工作是一项十分重要的工作,历来受到人们的重视。10多年前,本书的主要作者马剑文、韩永平、沈克温同志,曾编写过一部参考书《药品检验》,由总后卫生部内部发行,受到了国内许多药检所、药厂、医院、教学和科研单位的普遍欢迎和好评,至今仍有单位和个人来函求购。

自我国《药品管理法》颁布实施以来,各部门对药品检验工作的重视有了进一步加强。根据这一领域当前业务工作上的迫切需要,特别是根据药品检验的理论与技术在近十年又有了长足的进展、有必要对新的理论与技术加以推广、普及的新情况,我们十多位作者,在广泛参阅国内外文献和技术资料、认真总结实际经验的基础上,联合编写了这部《现代药品检验学》,由人民军医出版社出版,提供给有关专业人员参考。

本书对药品检验常用的技术,从原理到实际操作,作了比较系统的介绍。在详细介绍经典和常用的技术方法的同时,注重介绍具有广泛应用前景的新理论和新技术,内容比较丰富、全面。

总后卫生部领导和有关同志对本书出版给予了极大的关怀和支持。本书编写工作还得到了许多专家和同志们,特别是作者所在单位的有关专家和同志们的鼓励和热情帮助。刘朝平、孟云仙两同志为本书作了不少文字整理工作。本书参考引用了许多国内外文献资料。对此,作者一并表示深切感谢!

由于作者学识水平有限,书中难免会有错误和缺点,恳请读者予以批评指正。

作 者

1993年10月

于北京丰台总后卫生部药品仪器检验所

目 录

第一篇 化学测定法	(1)
第一章 药品的一般鉴别试验	(3)
第二章 药品的物理常数测定	(14)
一、 相对密度测定法	(14)
二、 沸程测定法	(16)
三、 熔点测定法	(17)
四、 凝点测定法	(21)
五、 粘度测定法	(22)
第三章 一般杂质检查法	(25)
一、 氯化物检查法	(25)
二、 硫酸盐检查法	(26)
三、 铁盐检查法	(27)
四、 重金属检查法	(28)
五、 砷盐检查法	(29)
六、 干燥失重测定法	(32)
七、 炽灼残渣测定法	(34)
八、 硫化物检查法	(35)
九、 氰化物检查法	(36)
十、 易碳化物检查法	(37)
十一、 氟检查法	(38)
第四章 天平	(39)
一、 天平的安装	(39)
二、 天平的检定	(40)
三、 砝码的检定	(42)
四、 单盘天平	(47)
五、 电子天平	(48)
六、 天平的正确使用与维护保养	(49)
第五章 重量分析	(50)
一、 重量分析常用的方法	(50)
二、 重量分析的操作步骤	(50)
三、 重量分析法的应用	(54)
第六章 容量分析概述	(57)
一、 容量分析的种类	(57)
二、 容量分析的仪器及其校正	(57)

三、 滴定液浓度表示法和容量分析计算	(62)
第七章 中和法	(68)
一、 滴定过程中氢离子浓度的变化情况	(68)
二、 酸碱指示剂	(72)
三、 中和法的应用	(76)
四、 滴定液的配制和标定	(82)
五、 应用实例	(83)
第八章 非水滴定法	(88)
一、 非水滴定的基本理论	(88)
二、 溶剂的特性及类别	(90)
三、 指示剂	(93)
四、 滴定方法	(95)
五、 操作中注意事项	(96)
六、 非水溶液酸碱滴定法的应用	(97)
七、 滴定液的配制与标定	(101)
八、 应用实例	(103)
第九章 银量法	(105)
一、 概述	(105)
二、 滴定曲线	(105)
三、 铬酸钾指示剂法(摩尔法)	(106)
四、 铁明矾指示剂法(富尔哈特法)	(107)
五、 吸附指示剂法(法扬司法)	(108)
六、 银量法的应用	(109)
七、 滴定液的配制和标定	(111)
八、 应用实例	(112)
第十章 四苯硼钠法	(115)
一、 概述	(115)
二、 四苯硼钠法的应用	(115)
三、 滴定液的配制和标定	(117)
四、 应用实例	(118)
第十一章 络合量法	(121)
一、 氨羧络合剂法的滴定反应	(121)
二、 影响氨羧络合物稳定性的因素	(124)
三、 络合滴定的指示剂——金属指示剂	(127)
四、 指示剂的变色域和滴定曲线	(131)
五、 络合量法的应用	(134)
六、 滴定液的配制和标定	(134)
七、 应用实例	(135)
第十二章 氧化还原法	(138)
第一节 氧化还原法概论	(138)
一、 氧化还原法的实质与分类	(138)
二、 基本概念	(138)
三、 滴定曲线	(141)

四、氧化还原法的指示剂	(143)
第二节 碘量法	(144)
一、碘量法的实质和分类	(144)
二、使反应完全的措施	(145)
三、碘量法的指示剂	(145)
四、碘量法滴定时注意事项	(146)
五、碘量法的应用	(146)
六、滴定液的配制和标定	(151)
第三节 高锰酸钾法	(153)
一、概述	(153)
二、滴定液的配制和标定	(153)
三、高锰酸钾法的应用	(154)
四、应用实例	(155)
第四节 重铬酸钾法	(155)
一、概述	(155)
二、重铬酸钾液(0.01667mol/L)的配制	(155)
三、重铬酸钾法的应用	(156)
四、应用实例	(156)
第五节 硫酸铈法	(157)
一、概述	(157)
二、硫酸铈液(0.1mol/L)的配制和标定	(157)
三、应用实例	(158)
第六节 溴酸钾法及溴量法	(158)
一、概述	(158)
二、应用实例	(161)
三、滴定液的配制与标定	(162)
第七节 碘酸钾法	(162)
第八节 高碘酸钾法	(163)
一、概述	(163)
二、应用实例	(164)
第九节 费休氏水分测定法(碘液溶液法)	(165)
一、原理	(165)
二、费休氏试剂的制备与标定	(165)
三、供试品中水分的测定	(166)
四、水分测定操作注意事项	(167)
五、应用实例	(167)
第十三章 重氮化法(亚硝酸钠法)	(168)
一、概述	(168)
二、重氮化滴定条件	(168)
三、指示终点的方法	(169)
四、重氮化法的应用	(171)
五、亚硝酸钠液(0.1mol/L)的配制和标定	(174)
第十四章 旋光度测定法	(175)
一、普通光和偏光	(175)

二、物质的旋光性	(175)
三、旋光度测定的基本原理	(176)
四、旋光计的构造及使用	(176)
五、241型旋光计简介	(183)
六、旋光度测定法在药物分析上的应用	(184)
第十五章 折光率测定法	(187)
一、折光的一般原理	(187)
二、折光计的构造原理	(188)
三、折光计测定折光率的原理	(188)
四、折光计的校正和使用	(189)
五、折光率测定法的应用	(190)
第十六章 一般制剂分析	(192)
一、片剂的重量差异及崩解时限检查	(192)
二、注射剂的装量限度及澄明度的检查	(194)
三、滴眼剂的澄明度检查	(197)
四、乙醇量测定法	(197)
五、溶出度检查法	(200)
六、含量均匀度检查法	(206)
七、注射液中不溶性微粒检查法	(209)
第十七章 化学分析中的数据处理	(214)
一、有效数字与计算规则	(214)
二、误差及其表示方法	(214)
三、化学分析结果的简单数理统计方法	(216)
第十八章 医院制剂的快速检验	(237)
一、概述	(237)
二、各种含量测定方法简介	(239)
第二篇 色谱法和仪器分析法	(253)
第十九章 色谱法概述	(255)
第二十章 柱色谱法	(257)
一、吸附柱色谱法	(257)
二、分配柱色谱法	(263)
三、聚酰胺柱色谱法	(265)
四、凝胶柱色谱法	(268)
第二十一章 纸色谱法	(273)
一、原理	(273)
二、色谱纸	(273)
三、展开剂	(274)
四、纸色谱操作	(275)
五、影响 R_f 值的因素	(278)
六、定量	(279)
七、应用	(279)
第二十二章 薄层色谱法	(282)
一、薄层色谱法的基本原理	(283)

二、	吸附剂(载体)	(283)
三、	薄层的制备	(287)
四、	薄层色谱法操作	(291)
五、	吸附剂(载体)、展开剂的选择以及与被分离化合物性质的关系	(298)
六、	鉴别及影响 R_f 值的因素	(306)
七、	定量	(307)
八、	薄层色谱法制备纯品	(312)
九、	高效薄层色谱法	(313)
十、	薄层色谱法在药物分析和中草药中的应用	(316)
第二十三章	电泳法	(329)
一、	原理	(329)
二、	影响迁移率的因素	(329)
三、	纸电泳	(330)
四、	醋酸纤维薄膜电泳	(332)
五、	聚丙烯酰胺凝胶电泳	(333)
六、	SDS 聚丙烯酰胺凝胶电泳法测蛋白及酶的分子量	(336)
第二十四章	离子交换色谱法	(338)
一、	概述	(338)
二、	离子交换树脂的分类	(339)
三、	离子交换树脂的性能	(342)
四、	离子交换的操作技术	(344)
五、	离子交换法的应用	(348)
第二十五章	气相色谱法	(350)
一、	概述	(350)
二、	气相色谱仪器	(359)
三、	色谱柱	(363)
四、	检测器	(379)
五、	定性和定量	(388)
六、	制备气相色谱	(391)
七、	气相色谱法在药物分析上的应用	(392)
八、	测定血药浓度时样品的预处理	(401)
九、	故障分析	(402)
第二十六章	高效液相色谱法	(413)
一、	引言	(413)
二、	基本术语和概念	(414)
三、	高效液相色谱仪器	(419)
四、	高效液相色谱的分离类型和固定相	(440)
五、	高效液相色谱的流动相	(445)
六、	离子对色谱	(450)
七、	实验方法的讨论	(451)
八、	定性分析	(458)
九、	定量分析	(459)
十、	应用实例	(460)

十一、 中国药典 1990 年版收载高效液相色谱法概述	(469)
第二十七章 pH 值测定法	(473)
一、 基本概念	(473)
二、 电位法测定 pH 值的基本原理	(475)
三、 测定 pH 值常用的电极和标准电池	(475)
四、 pH 测定仪	(481)
五、 标准缓冲液	(484)
六、 使用 pH 计的几点经验	(486)
七、 酸度计的常见故障及排除方法	(487)
第二十八章 电位滴定法、永停滴定法和离子选择性电极测定法	(489)
一、 电位滴定法	(489)
二、 永停滴定法	(495)
三、 离子选择性电极测定法	(497)
第二十九章 紫外—可见分光光度法	(506)
第一节 光波、光谱的基础知识和理论	(506)
一、 光谱	(506)
二、 光波	(507)
三、 有机化合物的结构与紫外—可见吸收光谱的关系	(509)
第二节 分光光度法的基本原理和紫外—可见分光光度计	(530)
一、 分光光度法的基本原理	(530)
二、 紫外—可见分光光度计	(533)
三、 影响光度测定的一些因素	(541)
四、 仪器性能的检定	(547)
第三节 紫外—可见分光光度法在药品检验中的应用	(555)
一、 吸收系数	(555)
二、 鉴别	(555)
三、 纯度检查	(555)
四、 含量测定	(557)
第三十章 红外分光光度法	(587)
第一节 红外光谱的基本原理	(587)
一、 量子学说和分子内部的能级	(588)
二、 分子的转动光谱	(588)
三、 分子的振动光谱	(589)
四、 分子的振—转光谱	(589)
五、 多原子分子振动和自由度	(590)
六、 分子振动分类	(592)
第二节 红外分光光度计的基本结构和主要部件	(594)
一、 基本结构	(594)
二、 红外分光光度计的主要部件	(596)
第三节 样品制备方法	(600)
一、 固体	(600)
二、 液体	(602)
三、 气体	(603)

第四节	红外分光光度计的安装和性能检查	(603)
一、	安装	(603)
二、	仪器的性能检查	(604)
第五节	红外光谱解析	(609)
一、	吸收峰波数与基团对应关系	(610)
二、	影响谱带位置移动和强度的因素	(612)
第六节	定量分析简介	(616)
一、	定量分析的影响因素	(616)
二、	测定条件的选择	(616)
第三十一章	荧光光度法	(619)
第一节	引言	(619)
一、	荧光与荧光光谱	(619)
二、	有机化合物的结构与荧光光谱的关系	(621)
第二节	荧光分光光度测定法和仪器	(621)
一、	荧光强度与浓度的关系	(621)
二、	定量测定方法	(622)
三、	影响荧光测定的因素	(623)
四、	荧光光度计和荧光分光光度计	(626)
五、	仪器性能的测试	(628)
第三节	荧光光度法在药物分析中的应用	(629)
第三十二章	原子吸收分光光度法	(631)
一、	引言	(631)
二、	原子吸收法的基本原理	(631)
三、	仪器	(632)
四、	干扰及其消除	(636)
五、	操作	(637)
第三十三章	核磁共振波谱法	(640)
第一节	概述	(640)
第二节	基本原理	(640)
第三节	实验技术	(641)
一、	仪器	(641)
二、	样品的测定	(642)
第四节	核磁共振波谱的基本要素	(643)
一、	化学位移	(643)
二、	偶合常数	(649)
三、	积分面积	(653)
第五节	应用	(653)
一、	药物的鉴别	(653)
二、	药物化学结构的测定	(654)
三、	含量测定	(655)
第三十四章	质谱法	(658)
第一节	概述	(658)
第二节	基本原理	(658)

第三节 实验技术	(659)
一、 仪器	(659)
二、 操作方法	(661)
第四节 质谱中的离子类型	(664)
一、 分子离子	(664)
二、 碎片离子	(666)
三、 重排离子	(667)
四、 亚稳离子	(667)
第五节 各类有机化合物的裂解方式	(668)
一、 烷烃	(668)
二、 烯烃	(668)
三、 炔烃	(668)
四、 醚类	(668)
五、 醇类	(669)
六、 酚类	(669)
七、 羰基化合物	(670)
八、 酸和酯类	(671)
九、 胺类	(671)
十、 酰胺类	(672)
十一、 腈类	(673)
十二、 硝基化合物	(673)
十三、 含卤化合物	(674)
十四、 有机硫化合物	(674)
十五、 杂环化合物	(675)
第六节 应用	(676)
一、 分子量的测定	(676)
二、 化学结构的测定	(676)
三、 药品质量的检测	(677)
四、 药物代谢的分析	(677)
第三篇 中药材鉴定法	(679)
第三十五章 中药材性状鉴定法	(685)
一、 概述	(685)
二、 性状鉴定的一般内容	(685)
三、 各类药材性状鉴定的注意事项	(686)
四、 药材性状鉴定实例	(687)
第三十六章 中药材显微鉴定法	(689)
一、 概述	(689)
二、 试剂与染色剂及其应用	(689)
三、 显微鉴定的材料处理和切片制备	(690)
四、 显微仪器的应用	(691)
五、 药材组织显微鉴定	(693)
六、 等离子体灰化法在药材鉴定中的应用	(698)
七、 药材粉末显微鉴定	(699)
八、 药材鉴定表述方法	(707)

第四篇 生物测定法	(709)
第三十七章 生物检定法概述	(711)
一、生物检定的应用范围	(711)
二、标准品	(711)
三、生物差异性	(712)
四、生物反应类型	(712)
五、剂量和反应的关系	(713)
第三十八章 洋地黄生物检定法	(715)
一、供试用动物	(715)
二、操作	(715)
第三十九章 胰岛素生物检定法	(719)
一、供试用动物	(719)
二、试剂准备(均用 AR 规格)	(719)
三、操作	(719)
第四十章 缩宫素生物检定法	(723)
一、供试用动物	(723)
二、操作	(723)
第四十一章 促皮质激素生物检定法	(728)
一、供试用动物	(728)
二、操作	(728)
第四十二章 肝素生物检定法	(734)
一、供试用动物	(734)
二、操作	(734)
三、注意事项	(738)
第四十三章 抗生素效价的微生物检定法	(739)
一、稀释法	(739)
二、比浊法	(740)
三、琼脂扩散法——管碟法	(740)
四、带菌凝胶电泳——生物显影法	(764)
第四十四章 药品微生物限度检验	(768)
一、微生物学的一般知识	(768)
二、检验基本概念及技术要求	(772)
三、供试品的制备	(775)
四、微生物限度检查方法	(776)
五、有抑菌作用药品的菌检方法	(785)
第四十五章 生物统计	(789)
第一节 生物统计的基础	(789)
一、生物统计的意义	(789)
二、常态曲线和生物差异的规律	(792)
三、均数和标准差	(793)
四、抽样误差与标准误	(794)
五、可信限及其在生物测定中的应用	(794)
六、显著性测验	(794)

七、	直线回归与相关	(813)
第二节	生物检定统计法	(819)
一、	概述	(819)
二、	直接测定法	(820)
三、	量反应平行线测定法	(820)
第四十六章	药品的安全检查	(832)
第一节	热原检查法	(832)
一、	热原的来源、化学本质及消除法	(832)
二、	热原的检查方法及影响因素	(833)
第二节	毒性试验法	(836)
一、	急性毒性试验	(837)
二、	长期毒性试验	(847)
三、	蓄积毒性	(848)
四、	特殊毒性试验	(849)
第三节	刺激性试验	(853)
一、	皮肤刺激性试验	(854)
二、	肌肉刺激性试验	(854)
三、	家兔眼急性刺激性试验	(855)
四、	滴鼻剂和吸入剂刺激性试验	(856)
五、	应用于直肠、阴道制剂的刺激性试验	(856)
第四节	过敏试验	(856)
一、	速发型过敏反应	(856)
二、	皮肤过敏试验	(857)
第五节	对红细胞影响试验	(858)
一、	2%兔血生理盐水混悬液的配制	(858)
二、	供试品稀释液的制备	(858)
三、	试验方法	(859)
四、	注意事项	(859)
第六节	升压物质检查法	(859)
一、	供试用动物	(859)
二、	试剂与器材	(859)
三、	实验操作	(860)
第七节	降压物质检查法	(861)
一、	供试用动物	(861)
二、	试剂与器材	(861)
三、	实验操作	(861)
	参考文献	(863)
	索引	(871)

第一篇

化学测定法

