

全国中等卫生职业学校配套教材

供 药剂 专业用

# 药物分析化学 学习指导

主 编 李培阳



人民卫生出版社

审图号

审图号

审图号

ISBN 7-117-02869-7

全国中等卫生职业学校配套教材 第二版

供药剂专业用

# 药物分析化学学习指导

主 编 李培阳

编 者 (以姓氏笔画为序)

王玮瑛 (黑龙江省卫生学校)

毕承翠 (山东省莱阳卫生学校)

冯丽华 (江西省卫生学校)

李培阳 (山东省莱阳卫生学校)

李兰英 (云南省楚雄卫生学校)

葛淑兰 (山东省卫生学校)

谢庆娟 (重庆市药剂学校)

人民卫生出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

药物分析化学学习指导/李培阳主编. —北京:  
人民卫生出版社, 2004. 1

ISBN 7-117-05896-X

I. 药... II. 李... III. 药物分析 - 分析化学 - 医学院校 - 教学参考资料 IV. R917

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 000467 号

药物分析化学学习指导

主 编: 李培阳

出版发行: 人民卫生出版社 (中继线 67616688)

地 址: (100078) 北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼

网 址: <http://www.pmph.com>

E-mail: [pmph@pmph.com](mailto:pmph@pmph.com)

印 刷: 三河市富华印刷包装有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787 × 1092 1/16 印张: 20.25

字 数: 462 千字

版 次: 2004 年 2 月第 1 版 2004 年 2 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号: ISBN 7-117-05896-X/R·5897

定 价: 26.00 元

著作权所有, 请勿擅自用本书制作各类出版物, 违者必究

(凡属质量问题请与本社发行部联系退换)



# 前 言

本书是以卫生部颁布的中等职业学校医药卫生类专业(药剂专业)教学计划和教学大纲为指导,以国家规划教材《药物分析化学》为基本内容,结合编者的教学经验,为中等职业学校药剂专业学生学习和教师教学参考而编写的实用性辅导书。

本书在《药物分析化学》的基础上,对有关知识作了适当补充和延伸,与原教材密切配合。全书共分为二十九章,每章内容包括:①学习指导,即把学生需要掌握、理解的内容,简明扼要的列出来,以加深知识印象,同时,提纲挈领地概括了该章的知识要点,并通过一定的形式加以解释,因而对启发学生的思维和加深理解很有帮助;②试题和参考答案,这些试题题材广泛而充实,既有理论问题,亦有实际问题;题目类别多样,富有启发思考力;紧扣教学大纲,针对性强,重点突出,难易适度,可以帮助学生在学习中找出自己的错误和不足,为教师反馈真实、准确的教学信息,进行教学补偿,减少或消除缺陷积累,对促进教学质量的全面提高有一定的帮助。另外,本书还安排了20个实验,其内容包括实验目的、实验要求、实验原理、实验准备、操作步骤、注意事项、实验报告。由于本书根据教学大纲的要求确定了实验目的和实验要求,因此,师生可以此为依据进行教与学。再则把实验报告编入教材中,目的是便于学生填写和有利于教师的批改,这样可以加强学生书写实验报告的规范化和提高实验数据的真实性。

由于编写时间较为仓促及编者水平有限,疏漏不妥之处在所难免。敬请读者在使用过程中提出宝贵意见,以便进一步修订完善。

李培阳

2003年8月

# 目 录

第一章 药物分析化学概论	1
学习指导	1
一、药物分析化学的任务与发展	1
二、药物分析的基础知识	2
三、统计学的有关知识	2
试题	4
参考答案	15
第二章 分析天平与称量	18
学习指导	18
一、分析天平的称量原理和分类	18
二、双盘半机械加码电光天平的主要结构	18
三、分析天平的计量性能	18
四、分析天平常用的称量方法	19
五、分析天平的使用规则	19
试题	19
参考答案	24
*第三章 重量分析法	26
学习指导	26
一、挥发法	26
二、萃取法	26
三、沉淀法	26
试题	28
参考答案	31
第四章 滴定分析法概论	33
学习指导	33
一、概述	33
二、滴定分析器皿的使用与操作	34
三、滴定液	34
四、滴定分析计算	35
试题	36
参考答案	39

<b>第五章 酸碱滴定法</b> .....	42
学习指导 .....	42
一、酸碱指示剂 .....	42
二、酸碱滴定曲线和指示剂的选择 .....	42
三、酸碱滴定液的配制和标定 .....	43
四、应用 .....	44
试题 .....	44
参考答案 .....	49
<b>第六章 非水溶液酸碱滴定法</b> .....	53
学习指导 .....	53
一、溶剂的分类及选择 .....	53
二、溶剂的性质 .....	53
三、调平效应与区分效应 .....	54
四、碱的滴定 .....	54
五、非水滴定的有关计算公式 .....	54
试题 .....	54
参考答案 .....	59
<b>第七章 沉淀滴定法</b> .....	62
学习指导 .....	62
一、三种沉淀滴定法的比较 .....	62
二、滴定液的配制与标定 .....	63
三、应用 .....	63
四、计算 .....	63
试题 .....	63
参考答案 .....	67
<b>第八章 配位滴定法</b> .....	70
学习指导 .....	70
一、乙二胺四醋酸 .....	70
二、EDTA 与 M 配位特点 .....	70
三、酸度对配位平衡移动的影响 .....	70
四、掩蔽方法 .....	71
五、配位滴定方式及应用 .....	71
六、金属指示剂 .....	71
七、滴定液 .....	72
试题 .....	72
参考答案 .....	76
<b>第九章 氧化还原滴定法</b> .....	79

学习指导	79
一、氧化还原反应的基础理论	79
二、氧化还原滴定法	80
试题	81
参考答案	86
<b>第十章 电化学分析法</b>	<b>89</b>
学习指导	89
一、电位法的测定原理	89
二、直接电位法	90
*三、电位滴定法	90
四、永停滴定法	90
试题	91
参考答案	96
<b>第十一章 旋光度测定法</b>	<b>98</b>
学习指导	98
一、概述	98
二、测定方法与应用	98
试题	99
参考答案	102
<b>*第十二章 折光率测定法</b>	<b>105</b>
学习指导	105
一、基本原理	105
二、影响折光率测定的因素	105
三、折光法的应用	106
试题	106
参考答案	109
<b>第十三章 分光光度法</b>	<b>111</b>
学习指导	111
一、基本概念与基础知识	111
二、紫外-可见分光光度法	112
*三、荧光分析法	113
*四、红外分光光度法	114
试题	115
参考答案	120
<b>第十四章 色谱法</b>	<b>123</b>
学习指导	123

87	一、薄层色谱法	123
87	二、高效液相色谱法	125
02	*三、气相色谱法	128
18	*四、电泳法	129
08	五、高效液相色谱与气相色谱比较	129
	试题	130
09	参考答案	137
08	<b>第十五章 药物的鉴别</b>	140
06	学习指导	140
02	一、概述	140
00	二、药物的一般鉴别试验	141
10	试题	142
05	参考答案	146
	<b>第十六章 药物的杂质检查</b>	148
81	学习指导	148
80	一、概述	148
80	二、一般杂质检查	148
00	三、特殊杂质检查	151
01	试题	151
	参考答案	156
01	<b>第十七章 醇、醛、酮和醚类药物的分析</b>	158
21	学习指导	158
00	一、醇类药物的分析	158
00	二、醛类药物的分析	158
00	三、酮类药物的分析	159
00	四、醚类药物的分析	159
	试题	159
1	参考答案	161
11	<b>第十八章 酚类、芳酸类药物的分析</b>	163
5	学习指导	163
01	一、酚类药物的分析	163
01	二、水杨酸类药物的分析	163
01	三、苯甲酸类药物的分析	164
05	试题	165
	参考答案	169
11	<b>第十九章 胺类药物的分析</b>	171



学习指导	171
一、芳胺类药物的分析	171
二、苯乙胺类药物的分析	172
三、氨基醚衍生物类药物的分析	172
试题	173
参考答案	176
<b>第二十章 糖类和苷类药物的分析</b>	178
学习指导	178
一、葡萄糖的分析	178
二、强心苷类药物的分析	178
试题	179
参考答案	182
<b>第二十一章 巴比妥类药物的分析</b>	184
学习指导	184
一、结构特点和主要化学性质	184
二、鉴别反应	184
三、苯巴比妥中特殊杂质的检查	185
四、含量测定	185
试题	185
参考答案	188
<b>第二十二章 磺胺类药物的分析</b>	189
学习指导	189
一、根据结构特点分析其酸碱性	189
二、根据结构分析其鉴别方法	189
三、含量测定	190
试题	191
参考答案	196
<b>第二十三章 杂环类药物的分析</b>	198
学习指导	198
一、吡啶类药物分析	198
二、吩噻嗪类药物分析	198
三、苯并二氮杂卓类药物分析	199
试题	199
参考答案	203
<b>第二十四章 甾类激素药物的分析</b>	205
学习指导	205

171	一、结构特点	205
171	二、鉴别反应	205
172	三、其他甾体检查	206
172	四、含量测定	206
173	试题	206
173	参考答案	209
<b>第二十五章 维生素类药物的分析</b>		211
181	学习指导	211
181	一、维生素 A 的分析	211
181	二、维生素 E 的分析	211
181	三、维生素 B <sub>1</sub> 的分析	212
182	四、维生素 C 的分析	212
	试题	213
182	参考答案	217
<b>第二十六章 抗生素类药物的分析</b>		219
182	学习指导	219
182	一、 $\beta$ -内酰胺类抗生素	219
182	二、氨基糖苷类抗生素	220
182	三、四环素类抗生素	220
182	试题	221
182	参考答案	225
<b>第二十七章 药物制剂分析</b>		227
182	学习指导	227
182	一、概述	227
190	二、片剂的含量测定	227
191	三、注射剂的含量测定	228
191	四、复方制剂分析	230
	* 五、胶囊剂和软膏剂的分析	230
191	试题	231
191	参考答案	235
<b>* 第二十八章 医院制剂分析法</b>		238
191	学习指导	238
191	一、概述	238
192	二、定性分析	238
192	三、定量分析	238
192	四、分析实例	240
192	五、定量分析方法的拟定	240

试题 .....	241
参考答案 .....	246
<b>*第二十九章 药品质量标准的制订 .....</b>	<b>248</b>
学习指导 .....	248
一、概述 .....	248
二、药品质量标准制订的主要内容 .....	248
试题 .....	251
参考答案 .....	257
<b>实验 .....</b>	<b>259</b>
实验课要求 .....	259
实验室安全规则 .....	260
实验一 天平称量练习 .....	261
实验二 滴定分析仪器的洗涤和使用练习 .....	264
实验三 酸碱滴定液的配制和标定 .....	267
实验四 苯甲酸的含量测定 .....	269
实验五 乳酸钠注射液的含量测定 .....	270
实验六 氯化钠注射液的含量测定 .....	271
实验七 氯化钙注射液的含量测定 .....	273
*实验八 氯化钾溶液的含量测定 .....	274
实验九 马来酸氯苯那敏注射液的含量测定 .....	275
实验十 异烟肼中游离肼的检查 .....	277
实验十一 药物的一般鉴别试验 .....	278
实验十二 碳酸氢钠中杂质的检查 .....	282
实验十三 纯化水的杂质检查 .....	285
实验十四 葡萄糖注射液的质量检查 .....	289
实验十五 磺胺嘧啶钠注射液的含量测定 .....	292
实验十六 维生素 C 注射液的含量测定 .....	295
*实验十七 黄体酮注射液的含量测定 .....	297
实验十八 阿司匹林片的含量测定 .....	300
*实验十九 注射用青霉素钠的含量测定 .....	302
*实验二十 医院制剂分析法 .....	305

# 第一章 药物分析化学概论

## 学习指导

### 一、药物分析化学的任务与发展

药物分析化学是研究药典常用分析方法、化学药物及其制剂的组成、真伪鉴别、纯度检查及有效成分的含量测定等内容的一门学科。学习时应理解其含义,明确药物分析化学的性质和主要任务,初步建立起学习药物分析化学的兴趣;掌握化学药物的质量和质量标准;掌握药典对控制药品质量的重要性和药典的主要内容,树立药品法制观念,建立起药物分析的整体观念。

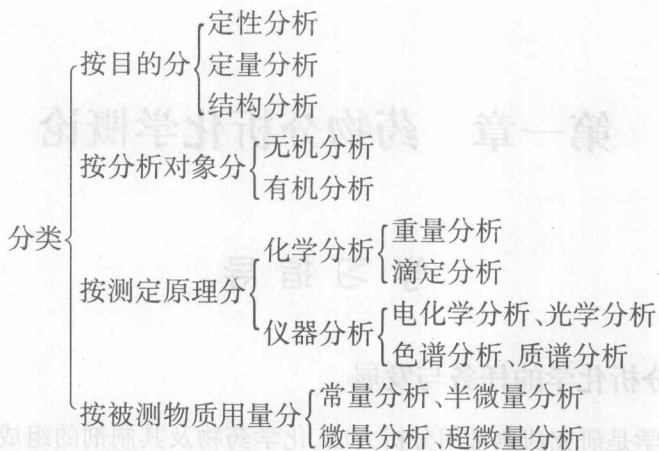
(一) 药物分析化学的性质和任务 药物分析化学主要是运用化学、物理化学或生物化学的方法和技术研究化学结构已经明确的天然药物和合成药物及其制剂的质量控制方法。药物分析化学的主要任务有两方面:一是根据药品质量标准的规定及药品生产质量管理规范的有关规定,全面控制药品质量,保证用药安全有效。二是临床药物分析工作。

(二) 化学药物的质量和质量标准 药品质量的好坏直接影响着人民身体健康和生命安全。因此,树立药品质量第一的观念是非常重要的。化学药物的质量和质量标准是重点学习内容之一。着重从评定化学药物的质量原则(可从药物疗效、副作用及药物纯度考虑)、制定药物纯度的依据(引入的杂质及其生理作用和危害性、制剂的特点和临床应用的特点、生产实际和科技水平)及我国控制药品质量的标准——《中国药典》这几方面去学习。

《中国药典》是我国药品质量标准的最高法典。药典由五部分(凡例、品名目次、正文品种、附录和索引)组成。药品质量标准是药品生产、供应和监督管理部门共同遵循的法定技术依据,也是药品生产和临床用药水平的重要标志。

(三) 药物分析化学课程的特点与要求 药物分析化学研究的内容较广,学生在学习该课程时,应该综合运用以往所学的知识,始终围绕药品质量问题,在掌握药物分析方法的原理和操作技能的基础上,熟悉药物的理化性质和质量指标,全面控制药品质量。

(四) 分析方法的分类 在分析方法分类中,要能区别化学分析与仪器分析的异同点。



## 二、药物分析的基础知识

**(一) 药品检验工作的基本程序** 药品检验工作是药品质量控制的重要组成部分,因此要了解药品检验工作的基本程序,了解药品质量标准分析方法验证的项目、内容。药品检验的基本程序一般为供试品的审查、取样、分析、整理记录和写报告四个步骤。

供试品的审查着重是确定检验依据,并根据检验依据观察外观性状是否符合要求等。取样应具有科学性、真实性与代表性。通常药物的外观性状观察在检品审查中进行,物理常数的测定并入药物鉴别中进行。因此,供试品的分析只需做鉴别、检查和含量测定三部分内容。记录整理必须真实、简明、完整、具体,并不得涂改;检验报告是对药品质量检验结果的证明书,结论必须明确、肯定、有依据。此二者要着重从其重要性讲,如不认真书写原始记录或伪造假报告,将会对工作和社会带来不可估量的危害性。

**(二) 药品质量标准分析方法的验证** 药品质量标准分析方法验证的目的,是证明所采用的分析方法是否适合于相应的检测要求。验证的内容有:精密度、准确度、检测限、专属性、定量限、线性与范围、耐用性等。

精密度是表示该法测量的重现性。准确度是表示分析方法测量的正确性。

## 三、统计学的有关知识

定量分析的目的是要测出试样符合实际的准确结果,错误的分析结果会直接影响药品质量和用药效果,甚至危及人民的健康和生命安全。因此要了解药物分析中测量误差产生的原因;掌握误差的表示法及减少误差的方法;熟悉有效数字的概念;掌握有效数字的运算规则在药物分析实验中的应用。

### (一) 误差

#### 1. 系统误差

(1) 定义:由分析过程中某些固定因素引起的,对分析结果的影响有比较固定的误差。

(2) 来源:由固定因素引起。

(3) 特点:①影响因素固定,有重现性;②误差的大小、正负是固定的,且可以测定。

(4) 分类及减小方法:①方法误差:用对照试验进行校正。②仪器误差:进行仪器校

正。③试剂误差:用空白试验进行校正。④操作误差:用对照试验或操作者提高技能进行校正。

## 2. 偶然误差

(1)定义:由某些偶然因素引起的。

(2)来源:原因不定。

(3)特点:误差的大小、正负、方向不定,服从统计规律。

(4)减小方法:多次平行测定后取算术平均值。

## 3. 误差的表示法

(1)准确度与误差的意义及有关计算公式

意义:误差是指测定值与真实值之间的差值;准确度是指测定值与真实值符合的程度;准确度的高低用误差来衡量。

表示方法:

$$\text{绝对误差 } E = X - T \text{ (有正、负之分)}$$

$$\text{相对误差 } RE = \frac{E}{T} \times 100\% \text{ (有正、负之分)}$$

(2)精密度与偏差的意义及有关计算公式

意义:精密度是多次平行测定值彼此接近的程度;偏差是表示分析测定的重现性;精密度的高低用偏差来衡量。

绝对偏差  $d = \chi_i - \bar{\chi}$  (有正、负之分)

表示方法 { 相对偏差  $\% = \frac{d}{\bar{\chi}} \times 100\%$

平均偏差  $\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |\chi_i - \bar{\chi}|}{n}$  (正值)

相对平均偏差  $Rd = \frac{\bar{d}}{\bar{\chi}} \times 100\%$

标准偏差(均方根偏差)  $S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\chi_i - \bar{\chi})^2}{n - 1}}$

相对标准偏差  $RSD = \frac{S}{\bar{\chi}} \times 100\%$

## 4. 准确度与精密度的关系

(1)只要是误差,就会影响准确度;系统误差直接影响准确度,偶然误差影响精密度,同时也影响准确度。

(2)精密度高,只表明偶然误差小,但有可能存在系统误差,所以精密度高,准确度不一定高。

(3)精密度低,说明偶然误差大,准确度肯定低。

(4)消除系统误差后,方可用精密度的高低来衡量准确度的高低。

## 5. 提高分析结果准确度的方法

(1)选择适当的分析方法。

(2) 减小测量误差。

(3) 增加平行测定次数。

(4) 检验并消除测量过程中的系统误差:①做对照试验;②做回收试验;③做空白试验;④校准仪器。

## (二) 有效数字及其应用

1. 有效数字的概念 是指在实际分析工作中能测量到的数字。包括所有的准确数字和一位可疑数字(不定数字)。

2. 有效数字的运算规则

(1) 修约规则:四舍六入五留双。

(2) 运算规则:①加减法:几个数相加减时,它们的和或差的有效数字的保留位数,应该以各数中小数点后位数最少(即绝对误差大)的数据为依据。②乘法:几个数相乘除时,所得的积或商的有效数字的保留位数,应以各数中所含有效数字位数最少(即相对误差最大)的数据为依据。

3. 有效数字的运算在药物分析化学实验中的应用

(1) 正确记录测定数据。

(2) 根据对测定结果准确度的要求,正确称取试样和选用适当的仪器。

(3) 正确的表示分析结果。

(4) 若  $Rd \leq 0.2\%$ , 则测定结果符合要求,以  $\bar{x}$  写出报告;若  $Rd > 0.2\%$ , 则此次实验不符合要求应重做。

\* (三) 可疑测定值的取舍 对于重复多次的各数据中,若有可疑值(逸出值),不应主观地取舍,而应用 G 检验法或四倍法等进行处理确定后,方可取舍。

1. G 检验法

$$G = \frac{|\chi_{\text{可疑}} - \bar{x}|}{S}$$

若计算的 G 值大于表中查到的临界值,就可把可疑值舍弃。

2. 四倍法

$$\frac{|\text{可疑值} - \bar{x}|}{d} \geq 4$$

适用于 3 次以上的平行测定。

## 试 题

### 一、选择题

(一) A 型题(最佳选择题,由一个题干和五个备选答案组成。答题时只能选择其中一个符合题意要求的最佳答案)

1. 药物分析化学研究的最终目的应该是

A. 提高药品的生产效益

B. 提高药物分析化学学科的水平

C. 保证药物的纯度

D. 保证用药的安全、合理、有效

- E. 降低药物的毒副作用
2. 为保证药品质量,故在生产时必须严格地执行
- A. 药品质量标准      B. 疗效标准  
C. 需求量              D. 理化性质  
E. A 项和 B 项均是
3. 从生理角度来看,药物中一定数量的某些杂质的存在,则
- A. 严重危害人体健康      B. 严重影响药物质量  
C. 促使药物变质          D. 使副作用明显增大  
E. 并不妨碍用药效果
4. 药物纯度合格是指
- A. 含量符合药典的规定      B. 符合分析纯的规定  
C. 绝对不存在杂质          D. 对病人无害  
E. 不超过该药物杂质限量的规定
5. 为保证药品质量,必须对药品进行严格地检验,其检验工作应遵循
- A. 药物分析              B. 国家药典  
C. 制剂分析              D. 物理化学手册  
E. 体内药物分析
6. 关于中国药典,最正确的说法是
- A. 一部药物分析的书      B. 收载所有药物的法典  
C. 一部药物词典          D. 我国制定的药品标准的法典  
E. 我国中草药的法典
7. 关于中国药典,下列说法不正确的是
- A. 药典是判断药品质量的准绳,具有法律作用  
B. 凡是药典收载的药品称为法定药品  
C. 凡是药典收载而又不符合药典规定的药品不得使用  
D. 中国药典是记载我国药品质量标准的国家法典  
E. 凡是药典收载的药物,其品种和数量是不变的
8. 我国药典的全称应该是
- A. 中国药典              B. 中国药品标准(2000 年版)  
C. 中华人民共和国药典(2000 年版)      D. 药典  
E. 中华人民共和国药典
9. 我国解放后第一版药典出版于
- A. 1951 年              B. 1950 年  
C. 1952 年              D. 1953 年  
E. 1955 年
10. 至今我国共出版了多少版药典
- A. 3 版      B. 5 版      C. 7 版      D. 8 版      E. 6 版
11. 我国药典几年修订一次
- A. 1 年      B. 3 年      C. 5 年      D. 6 年      E. 10 年



12. 我国现行的最新版药典是
- A. 93 年版      B. 95 年版  
C. 98 年版      D. 2000 年版  
E. 2001 年版
13. 我国药典的英文缩写为
- A. BP      B. CP      C. JP      D. ChP      E. CA
14. 查阅药品质量标准时,应先查药典的
- A. 正文品种      B. 索引  
C. 附录      D. 品名目次  
E. 凡例
15. 药品质量标准应在药典的
- A. 凡例      B. 品名目次  
C. 索引      D. 正文品种  
E. 附录
16. 药物的测定方法收载于药典的
- A. 品名目次      B. 凡例  
C. 正文品种      D. 附录  
E. 索引
17. 如果根据被测组分的含量来选择分析方法,对于含量大约为 10% 的被测组分,常选择的分析方法为
- A. 重量分析法      B. 仪器分析法  
C. 滴定分析法      D. A 项和 B 项  
E. A 项和 C 项
18. 如果根据被测组分的含量来选择分析方法,对于含量小于 1% 的被测组分,常选择的方法为
- A. 重量分析法      B. 滴定分析法  
C. 仪器分析法      D. 定性分析法  
E. 定量分析法
19. 药物分析化学所说的组分是
- A. 元素      B. 离子      C. 官能团      D. 化合物      E. 以上均是
20. 药物分析方法,如按分析目的分类可分为
- A. 无机分析和有机分析      B. 定性分析、定量分析和结构分析  
C. 常量分析和微量分析      D. 化学分析和仪器分析  
E. 滴定分析和光学分析
21. 供试品的采取,应保证供试品具有
- A. 真实性      B. 代表性  
C. 完整性      D. 准确性  
E. A 项和 B 项均是
22. 在药物分析中,准确度是表示