



高职高专“十二五”规划教材

药物分析 与检验

徐亚杰 王笃学 林 锐 主编

YAOWU FENXI YU JIANYAN



化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

药物分析与检验

徐亚杰 王笃学 林 锐 主 编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是全国高职高专“十二五”规划教材。根据药物分析与检验及同类课程的教学目标和基本要求编写。

本书较全面地介绍了药物分析与检验的基本程序和常用方法,较系统地介绍了各类药物的基本结构、理化性质、鉴别试验、杂质检查及含量测定等,并提供了常见典型药物的分析检验实训指导。全书紧密围绕药品生产企业中药物分析与检验工作所必须掌握的理论、方法,注重培养学生的实际动手能力,以充分体现职业教育特色。

本书除作为高职高专院校药学类、生物技术类及相关专业教学用书外,也可作为企业员工的技能培训教材,亦可供有关从事药物分析与检验工作人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

药物分析与检验/徐亚杰,王笃学,林锐主编. —北京:化学工业出版社,2012.8
高职高专“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-14904-6

I. ①药… II. ①徐…②王…③林… III. ①药物分析-高等教育-教材②药物-检验-高等教育-教材
IV. ①R917②R927.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第163070号

责任编辑:刘阿娜 梁静丽 李植峰
责任校对:宋 夏

文字编辑:李 瑾
装帧设计:关 飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:三河市延风印装厂
787mm×1092mm 1/16 印张16 $\frac{1}{2}$ 字数431千字 2012年10月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:32.00元

版权所有 违者必究

《药物分析与检验》编写人员

主 编 徐亚杰 王笃学 林 锐

副主编 李 伟 王伟青 董悦涵

编写人员 (按姓氏笔画排序)

王伟青 (北京农业职业学院)

王笃学 (郑州牧业工程高等专科学校)

韦 丽 (广西工业职业技术学院)

李 伟 (黄冈职业技术学院)

张 晶 (三门峡职业技术学院)

张立飞 (浙江医药高等专科学校)

林 锐 (盐城卫生职业技术学院)

赵 毅 (长春职业技术学院)

徐亚杰 (长春职业技术学院)

董悦涵 (浙江经贸职业技术学院)

前言

药品质量的内涵包括三个方面：真伪、纯度、品质优良度。药品质量的优劣，既直接影响到预防与治疗的效果，又密切关系到消费者的健康和生命安危，因此必须严格控制药品的质量。药物分析与检验是药品在研究、生产、流通及临床使用中监控药品质量的“眼睛”，对药品的质量控制起着至关重要的作用。

药物分析与检验是一门采用化学、物理化学或生物化学的方法和技术，研究、探索 and 解决药物质量控制及相关问题的综合性应用学科。本教材根据全国高职高专药物分析与检验课程的教学目标和基本要求进行编写。教学内容的组织与编写紧密围绕高等职业教育目标，结合高职高专学生的文化基础，在注重突出学生实践技能的培养及职业特色的同时，力求通俗易懂，更具实用性。

本教材由徐亚杰、王笃学、林锐主编，李伟、王伟青、董悦涵担任副主编。全书包括药物分析与检验基础、典型药物分析、实践操作三篇。其中，第一章、第二章、第十三章、第十五章由徐亚杰编写；第三章、第四章、第十二章由赵毅编写；第五章、实践操作部分由王笃学编写；第六章、第八章由林锐编写；第七章由韦丽编写；第九章由李伟编写；第十章由王伟青编写；第十一章由董悦涵编写；第十四章由张立飞编写；第十六章由张晶编写。

本教材涵盖了药物分析与检验的基本理论与技术、各类药物中典型药物的分析及实践指导，各院校在使用时可根据实际需要增减教学内容。

药物分析与检验的内容和分析方法在不断发展变化，由于编者水平有限，加之时间仓促，书中疏漏之处在所难免，真诚希望使用本书的老师和学生批评指正，以期使本书更加完善。

编者
2012年5月

目 录

第一篇 药物分析与检验基础 / 1

第一章 绪论 / 1

第一节 药物分析的性质、任务	1	第三节 药典	3
一、药品的定义	1	一、我国药典	3
二、药物分析的性质和任务	1	二、外国药典	3
第二节 药品质量标准	2	第四节 全面控制药品质量的科学管理	4
一、药品质量标准的定义	2	课后练习题	4
二、药品质量标准	2		

第二章 药物分析与检验的通用知识 / 6

第一节 药物分析与检验工作的基本程序	6	一、概述	7
一、取样	6	二、不经有机破坏的方法	7
二、鉴别	6	三、经有机破坏的方法	8
三、检查	6	第三节 误差及数据处理	11
四、含量测定	6	一、误差	11
五、检验记录与检验报告	7	二、有效数字	14
第二节 样品分析前处理	7	课后练习题	15

第三章 药物的性状观测 / 17

第一节 概述	17	一、熔点测定法	18
一、外观	17	二、黏度测定法	20
二、溶解度	17	三、比旋度测定法	22
三、物理常数	18	课后练习题	24
第二节 物理常数测定	18		

第四章 药物的鉴别 / 25

一、概述	25	三、鉴别方法及试验条件	25
二、鉴别项目	25	课后练习题	26

第五章 药物的杂质检查 / 28

第一节 概述	28	七、硒、氟及硫化物检查法	40
一、药物的纯度要求	28	八、干燥失重测定法	41
二、杂质的来源	29	九、水分测定法	43
第二节 药物的杂质检查方法	30	十、炽灼残渣检查法	45
一、对照法	30	十一、易炭化物检查法	45
二、灵敏度法	31	十二、溶液颜色检查法	45
三、比较法	31	十三、澄清度检查法	47
第三节 一般杂质的检查方法	31	第四节 特殊杂质检查	48
一、氯化物检查法	32	一、物理法	48
二、硫酸盐检查法	33	二、化学法	49
三、铁盐检查法	34	三、光谱法	49
四、重金属检查法	35	四、色谱法	51
五、砷盐检查法	36	课后练习题	53
六、酸碱度检查法	40		

第六章 药物的含量测定 / 55

第一节 概述	55	一、化学分析法	57
一、定义	55	二、光谱分析法	62
二、表示方法	55	三、色谱分析法	65
三、含量限度	57	四、电化学分析	68
第二节 药物含量测定常用的分析方法	57	课后练习题	69

第七章 药物制剂及工艺用水分析 / 72

第一节 药物制剂检查	72	二、注射剂的常规检查	92
一、概述	72	第五节 软膏剂的分析	97
二、药物制剂检查的主要项目	72	一、软膏剂概况	97
第二节 片剂分析	88	二、软膏剂的常规检查	97
一、分析步骤	88	第六节 工艺用水的分析	101
二、片剂的常规检查	89	一、饮用水	101
第三节 胶囊剂分析	90	二、纯化水	103
一、胶囊剂分类	90	三、注射用水	105
二、胶囊剂常规检查	90	四、灭菌注射用水	105
第四节 注射剂分析	91	课后练习题	106
一、注射剂概况	91		

第二篇 典型药物分析 / 108

第八章 芳酸类药物的分析 / 108

第一节 水杨酸类药物的分析	108	一、典型药物结构	113
一、典型药物结构	108	二、性质与鉴别	113
二、性质与鉴别	109	三、含量测定	113
三、杂质检查	110	课后练习题	114
四、含量测定	111		
第二节 苯甲酸类药物的分析	113		

第九章 芳香胺类药物分析 / 116

第一节 概述	116	三、对乙酰氨基酚的含量测定	120
一、对氨基苯甲酸酯类药物	116	第三节 盐酸普鲁卡因及其注射剂的质量	
二、芳酰胺类药物	116	检验	121
三、芳香胺类药物	117	一、盐酸普鲁卡因的鉴别	121
第二节 对乙酰氨基酚及其片剂的质量		二、盐酸普鲁卡因的杂质检查	122
检验	118	三、盐酸普鲁卡因的含量测定	123
一、对乙酰氨基酚的鉴别	118	课后练习题	124
二、对乙酰氨基酚的杂质检查	119		

第十章 巴比妥类药物的分析 / 126

第一节 概述	126	第三节 含量测定	131
一、巴比妥类药物的基本结构	126	一、银量法	131
二、巴比妥类药物的物理性质	127	二、溴量法	132
三、巴比妥类药物的化学性质	127	三、非水酸量法	132
第二节 鉴别试验与特殊杂质检查	130	四、紫外分光光度法	133
一、鉴别试验	130	五、HPLC 法	133
二、特殊杂质检查	131	课后练习题	133

第十一章 杂环类药物的分析 / 136

第一节 吡啶类药物的分析	136	一、典型药物结构	142
一、典型药物结构	136	二、性质与鉴别	142
二、性质与鉴别	137	三、杂质检查	144
三、杂质检查	139	四、含量测定	145
四、含量测定	141	课后练习题	146
第二节 吩噻嗪类药物的分析	141		

第十二章 生物碱类药物的分析 / 148

第一节 概述	148	第四节 特殊杂质检查	154
第二节 典型药物的结构与性质	148	一、有关药物中存在的主要特殊杂质	154
一、苯烃胺类	148	二、检查方法	154
二、托烷类	149	第五节 含量测定	156
三、喹啉类	149	一、非水溶液滴定法	156
四、异喹啉类	149	二、提取中和法	158
五、吲哚类	150	三、酸性染料比色法	161
六、黄嘌呤类	150	四、紫外-可见分光光度法	161
第三节 鉴别试验	150	五、高效液相色谱法	163
一、一般鉴别试验	150	课后练习题	163
二、特征鉴别反应	152		

第十三章 维生素类药物的分析 / 165

第一节 维生素 A	165	三、特殊杂质	168
一、结构与性质	165	四、含量测定	168
二、鉴别试验	166	第三节 维生素 C	169
三、含量测定	166	一、结构与性质	169
第二节 维生素 E	167	二、鉴别试验	169
一、结构与性质	167	三、含量测定	170
二、鉴别试验	167	课后练习题	171

第十四章 甾体激素类药物的分析 / 173

第一节 结构与鉴别试验	173	四、有关物质	179
一、典型药物结构	173	第三节 含量测定	180
二、鉴别试验	174	一、紫外分光光度法	180
第二节 特殊杂质检查	178	二、比色法	181
一、游离磷酸	178	三、高效液相色谱法	183
二、残留溶剂	178	课后练习题	184
三、硒	179		

第十五章 抗生素类药物的分析 / 186

第一节 概述	186	二、庆大霉素	198
第二节 β -内酰胺类抗生素	188	第四节 四环素类抗生素	200
一、结构与性质	188	一、结构与性质	200
二、鉴别试验	191	二、鉴别试验	201
三、含量测定	193	三、特殊杂质检查	202
第三节 氨基糖苷类抗生素	196	四、含量测定	202
一、链霉素	196	课后练习题	203

第十六章 生化药物分析 / 205

第一节 概述	205	四、含量(效价)测定	211
一、生化药物的定义	205	第三节 常用定量分析法与应用	211
二、生化药物的种类	205	一、理化法	211
三、生化药物的特点	207	二、电泳法	214
第二节 检验的基本程序与方法	207	三、酶法	216
一、鉴别试验	207	四、生物检定法	221
二、杂质检查	209	课后练习题	222
三、安全性检查	209		

第三篇 实践操作 / 223

基础训练 (容量仪器的校正) / 223

一、常用容量仪器的校正方法	223	三、操作注意点	236
二、操作注意点	224	任务五 盐酸普鲁卡因的检验	236
三、校正记录	224	一、质量标准	236
四、附注	225	二、原理	237
任务一 纯化水水质检测	226	三、操作注意点	237
一、质量标准	226	任务六 硫酸阿托品与硫酸阿托品注射液的 检验	238
二、原理	227	一、质量标准	238
三、操作注意点	228	二、原理	239
任务二 阿司匹林的检验	228	三、操作注意点	239
一、质量标准	228	任务七 维生素C与维生素C注射液的 检验	240
二、原理	229	一、质量标准	240
三、操作注意点	230	二、原理	241
任务三 对乙酰氨基酚与对乙酰氨基酚片的 检验	231	三、操作注意点	241
一、质量标准	231	任务八 地塞米松磷酸钠的检验	243
二、原理	233	一、质量标准	243
三、操作注意点	233	二、原理	243
任务四 苯巴比妥的检验	235	三、操作注意点	243
一、质量标准	235		
二、原理	235		

附 常用试剂的配制 / 244

附录Ⅳ B 试液	244	附录Ⅴ E 指示剂与指示液	245
附录Ⅳ C 试纸	245	附录Ⅴ F 滴定液	246
附录Ⅳ D 缓冲液	245		

参考文献 / 251

第一篇 药物分析与检验基础

第一章

绪 论

【学习目标】

1. 了解药品的定义。
2. 熟悉药物分析与检验工作的性质和任务。
3. 掌握药品质量标准的分类及《中国药典》的结构。

第一节

药物分析的性质、任务

一、药品的定义

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证或者功能主治、用法和用量的物质，包括中药材、中药饮片、中成药、化学原料药及其制剂、抗生素、生化药品、放射性药品、血清、疫苗、血液制品和诊断药品等。

二、药物分析的性质和任务

药物分析是运用化学、物理化学或生物化学的方法和技术研究药品及其制剂的质量控制以及相关问题的综合性应用学科，是药学学科的一个重要组成部分。

药品质量的内涵是：真伪；纯度；品质优良度。药品质量的优劣，既直接影响到预防与治疗的效果，又密切关系到消费者的健康和生命安危，因此必须严格控制药品的质量。药物分析是药品在研究、生产、流通及临床使用中监控药品质量的“眼睛”，为了全面控制药品的质量，药物分析工作应与生产单位紧密配合，积极开展药品及其制剂在生产过程中的质量控制，严格控制中间体的质量，优化生产工艺条件，促进生产和提高质量；也应与供应、管理部门密切协作，注意药品贮藏过程中的质量考察，以便进一步改进药品的稳定性并采取科学、合理的管理条例和方法，以保证和提高药品的质量。另外，药品质量的优劣和临床用药是否合理，均会直接影响临床征象和疗效，因此，配合医疗的需要，开展体内药物分析显得

十分重要,它既可以正确指导临床用药,减少药物的毒、副作用,同时通过研究药物分子与受体之间的关系,为药物的分子结构改造及高效、低毒药物的定向合成提供依据。

随着整个药学科日新月异的的发展,相关学科对药物分析学科提出了新的要求,如控缓释制剂、靶向制剂等释药系统的研制与开发,对于这些制剂质量标准以及生物利用度、药代动力学的研究和制定,必须运用适当的分析方法;天然药物和中成药活性物质的化学结构的确定及综合评价,必须采用多种光谱解析技术和计算机技术的配合。因此,多种分析技术的联用及分析方法的连续化、自动化、最优化、智能化是药物分析今后发展的必然趋势。

第二节 药品质量标准

一、药品质量标准的定义

药品质量标准是对药品质量、规格及检验方法所作的技术规定。

二、药品质量标准

为了确保药品的质量,应严格遵循药品质量标准进行药品检验和质量控制工作。根据使用范围不同,我国的药品质量标准分为以下几类。

1. 国家标准

(1)《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》)是我国用于药品生产和管理的法典,由国家食品药品监督管理局药典委员会编纂,经国务院批准后,国家食品药品监督管理局颁布执行。新中国成立以来,《中国药典》至今已出版了九部,分别为1953年版、1963年版、1977年版、1985年版、1990年版、1995年版、2000年版、2005年版及2010年版。其中1953年版和1963年版各为一册;1977年版起分成一部、二部两册,一部收载药材、中成药、由天然产物提取的药品纯品和油脂,二部收载化学合成药、抗生素、生化药品、放射性药品以及药品制剂、血清疫苗;2005年版起首次将《中国生物制品规程》并入药典,一部收载药材及饮片、植物油脂和提取物、成方制剂和单味制剂等,二部收载化学药品、抗生素、生化药品、放射性药品以及药用辅料等,三部收载生物制品。《中国药典》收载的为疗效确切、已广泛应用、能批量生产、质量水平高、有合理的质量控制手段的药品质量标准。

(2)《中华人民共和国药品监督管理局标准》(简称《局颁标准》或《局标准》)由药典委员会编纂出版,国家食品药品监督管理局颁布执行。《局标准》主要收载疗效较好、在国内广泛应用、准备今后过渡到药典中的药品及不准备上升到药典、但国内又有多家药厂生产的药品的质量标准。另外,《局标准》中还收载了一些新版药典中未收载、而上一版药典中收载的药品质量标准。

2. 临床研究用药品质量标准

临床研究用药品质量标准是临床研制的新药,在进行临床试验或使用之前,为了保证临床用药的安全和临床结论的可靠,由新药研制单位根据药品临床前的研究结果制定的一个临时性的质量标准,该标准一旦获得国家食品药品监督管理局的批准,即为临床研究药品质量标准。该标准仅在临床试验期间有效,并仅供研制单位与临床试验单位使用。

3. 暂行或试行药品标准

新药经临床试验或使用后,报试生产时所制定的药品质量标准称“暂行药品标准”。该标准执行两年,如药品质量稳定,则药品转为正式生产,此时药品标准称为“试行药品标准”。该标准执行两年,如药品的质量仍很稳定,则“试行药品标准”再经国家食品药品监

督局批准上升为《局标准》。

4. 企业标准

企业标准是由药品生产企业自行制定并用于控制相应药品质量的标准，称为企业标准或企业内部标准。属非法定标准。国外较大的企业都有自己的企业标准，这些标准对外是保密的。企业标准必须高于法定标准。

第三节 药典

一、我国药典

我国药典的全称为《中华人民共和国药典》，简称《中国药典》(Chinese Pharmacopoeia, Ch. P)。药典是记载药品标准的法典，一般由国家卫生行政部门主持编纂、颁布实施，并且和其他法令一样具有约束力。凡属药典中的药品，如质量不符合规定标准，一律不得出厂、销售和使用。

药典的内容一般包括凡例、正文、附录和索引四部分。

1. 凡例

凡例是解释和使用药典，正确进行药品质量检定的基本原则，它把与正文品种、附录及质量检定相关的共性问题加以统一规定，有关规定具有法定的约束力。

2. 正文

正文部分为所收载药品或制剂的质量标准，又称各论。药品质量的内涵包括三个方面：真伪、纯度、品质优良度，具体体现在使用过程中的有效性和安全性。因此，药品质量标准的内容一般包括以下项目：法定名称、来源、性状、鉴别、纯度检查、含量测定、类别、剂量、规格、贮藏、制剂等。

3. 附录

附录包括制剂通则、一般鉴别试验、一般杂质检查方法、分光光度法、色谱法、物理常数测定法、试药试液、生物测定法、生物检定统计法、制药用水、灭菌法等。同时，还收载了药品质量标准分析方法验证指导原则、药物制剂人体生物利用度和生物等效性试验指导原则等相关的指导原则。

4. 索引

为了方便查找，药典附有中文索引和英文索引。使用药典时，既可以通过前面的品名目次查找，也可通过中文索引或英文索引查找。

二、外国药典

目前，世界上已有很多国家编订了国家药典，发展中国家，尤其是没有药典的国家，可以世界卫生组织(WHO)编定的《国际药典》(The International Pharmacopoeia, 缩写为 Ph. Int.)作为药品的质量标准或供参考。在药品分析中可供参考的国外药典主要有：

《美国药典》/《国家处方集》(The United States Pharmacopoeia/The National Formulary, 简称 USP/NF)，由美国药典委员会编辑出版，USP 于 1820 年出第 1 版，1950 年以后每 5 年出一次修订版，从 2002 年 (USP 25 版)起每年出一次修订版；NF 1883 年出第 1 版，1980 年第 15 版并入 USP，但仍分两部分，前面为 USP，后面为 NF。最新版是 USP35-NF30。

《英国药典》(British Pharmacopoeia, 简称 BP)，为英国药品委员会的正式出版物，是

英国制药标准的重要来源。最新版为 BP2012。

《日本药局方》(The Japanese Pharmacopoeia, 简称 JP), 由日本药局方編集委员会编纂, 由厚生省颁布执行。最新版是 2011 年出版的第 16 改正版。

第四节

全面控制药品质量的科学管理

药品是一种特殊的商品, 国家和政府为了确保药品质量, 制定出每种药品的管理依据, 即药品质量标准。中华人民共和国第九届全国人民代表大会常务委员会第二十次会议修订、通过的《中华人民共和国药品管理法》明确规定: “药品必须符合国家药品标准。”

一个有科学依据、切合实际的药品质量标准应该是从药品的研究试制直至临床使用整个过程研究的成果。但是要确保药品的质量能符合药品质量标准的要求, 在药品的研制、生产、供应、临床以及检验等环节加强管理是必不可少的, 许多国家都根据本国的实际情况制定了一些科学管理规范 and 条例。我国先后公布了以下具有指导性作用的法令文件。

《药品非临床研究质量管理规范》(Good Laboratory Practices, 简称 GLP): 主要针对为申请药品注册而进行的非临床药品安全性评价。

《药品生产质量管理规范》(Good Manufacturing Practices, 简称 GMP): 是药品生产和质量管理的基本准则。

《药品临床试验质量管理规范》(Good Clinical Practices, 简称 GCP): 目的是保证药品临床试验的规范、科学和可靠以及志愿受试者和病人的安全和权利。

《药品经营质量管理规范》(Good Supply Practices, 简称 GSP): 要求药品供应部门保证药品在运输、贮存和销售过程中的质量和效力, 以保护消费者合法权益。

课后练习题

一、最佳选择题

1. 《中国药典》目前共出版了 () 版药典
A. 9 版 B. 8 版 C. 5 版 D. 7 版 E. 6 版
2. 《中国药典》(2010 年版) 规定称取 2.0g 药物时, 系指称取 ()
A. 2.0g B. 2.1g C. 1.95~2.05g D. 1.9g E. 1.9~2.1g
3. 在药品质量标准中, 药品的外观、臭、味等内容归属的项目为 ()
A. 性状 B. 鉴别 C. 检查 D. 含量测定 E. 类别
4. 《中国药典》(2010 年版) 将生物制品列入 ()
A. 第一部 B. 第二部 C. 第三部 D. 第一部附录 E. 第二部附录

二、多项选择题

1. 《中国药典》(2010 年版) 索引包括 ()
A. 中文索引 B. 英文索引 C. 拉丁文索引
D. 汉语拼音索引 E. 化学名称索引
2. 《中国药典》(2010 年版) 附录的主要内容有 ()
A. 药品通则 B. 通用检测方法 C. 标准规定
D. 检验方法的限度 E. 制剂通则

三、配伍选择题

[1~3]

A. JP

B. USP

C. BP

D. Ch. P

E. Ph. Eur

以下外国药典的缩写是：

1. 《美国药典》()
2. 《日本药局方》()
3. 《欧洲药典》()

[4~6]

A. 1.5~2.5g

B. $\pm 10\%$

C. 1.95~2.05g

D. 百分之一

E. 千分之一

4. 《中国药典》(2010年版)规定“标定”时，指称取重量应准确至所取重量的()
5. 取用量为“约”若干时，指该量不得超过规定量的()
6. 称取“2g”指称取重量可为()

四、简答题

1. 什么是药品质量标准？我国药品质量标准主要有哪些类别？
2. 《中国药典》由哪几部分构成？各部分的主要内容是什么？
3. 药品分析的性质与任务是什么？
4. 药品质量的内涵是什么？

第二章

药物分析与检验的通用知识

【学习目标】

1. 了解药物分析与检验工作的基本程序。
2. 熟悉样品分析前处理的方法。
3. 掌握误差及数据处理的方法。

第一节 药物分析与检验工作的基本程序

药物分析与检验工作的根本目的就是保证消费者用药的安全、有效，其基本程序一般为取样、鉴别、检查、含量测定、出具检验报告。

一、取样

取样是分析任何药物的首要工作，为保证分析结果的真实性和科学性，应考虑取样的科学性、真实性和代表性，取样应遵循随机、客观的原则，同时应对供试品名称、批号、规格、数量、供试品来源（取样和送样部门或单位）、取样方法和送样日期做详细记录。

二、鉴别

药物的鉴别是依据药物的化学结构和理化性质，来判断药物及其制剂的真伪。它不是对未知物结构、组成的分析，而是对已知物的证实。一个药物通常具有多个特征，如官能团反应、焰色反应，某一个鉴别试验只能证明其一个特征，因此，药品质量标准中均规定一组试验（通常2~4个）来全面评价药物的真伪。

三、检查

药物的检查包括杂质检查和其他项目检查。在不影响药物有效性和用药安全的前提下，通常允许药品生产和贮藏过程中引入微量的杂质，并在质量标准中规定杂质的最大允许量，只要药物中杂质不超过此限度即可判定其纯度符合规定。因此，杂质检查亦称为“限量检查”或“纯度检查”。

四、含量测定

药物的含量测定是指药物中主要有效成分含量的测定。通常采用化学分析或理化分析方法来确定药物含量是否符合质量标准的要求。

五、检验记录与检验报告

在药物分析与检验过程中,必须如实填写检验记录,并不得随意涂改;全部项目检验后应根据检验结果出具检验报告,结论应明确。通常会出现以下四种情况:全面检验后,各项指标均符合要求,合格;全面检验后,个别项目不符合规定,但尚可药用;全面检验后,不符合规定,不可药用或关键项目不符合规定,不可药用;根据送检者要求,针对个别项目进行检验并给出是否符合要求的结论。

第二节 样品分析前处理

一、概述

含金属或卤素的药物,如葡萄糖酸锑钠、硬脂酸镁、碘苯酯、磺溴酞钠等,由于所含金属或卤素在药物分子中结合状态不同,在分析前需要经过不同方法处理之后,方可进行测定。

处理方法根据结合的牢固程度而异,如有机卤素药物,所含卤素原子均直接与碳原子相连,但不同药物中卤素所处的位置不同,则与碳原子结合的牢固程度就有差异。如果卤素和芳环相连接,则结合牢固;与脂肪链的碳原子相连接,则结合不牢固。而含金属的有机药物,有两种情况:一是金属原子不直接与碳原子相连,通常为有机酸及酚的金属盐或配位化合物,称为含金属的有机药物,其分子结构中的金属原子结合不够牢固,在水溶液中即可解离出金属离子,若有机结构部分不干扰分析时,可在溶液中直接进行其金属的鉴别或含量测定;二是金属原子直接与碳原子以共价键相连接,结合状态比较牢,称为有机金属药物,在溶液中其金属一般不能解离成离子状态,应该根据共价键的牢固程度,经适当处理,将其金属转变为适于分析的状态(多转变为无机的金属盐或离子),方可进行其金属的鉴别或含量测定。

由此可见,在分析含金属或卤素的有机药物之前,需要做适当地处理。其方法可分为两大类:①不经有机破坏的分析方法;②经有机破坏的分析方法。下面分别做简要叙述。

二、不经有机破坏的方法

(一) 直接测定法

凡金属原子不直接与碳原子相连的含金属药物或某些 C—M (金属原子直接与碳原子相连) 键结合不牢固的有机金属药物,在水溶液中可以电离,因而不需有机破坏,可直接选用适当的方法进行测定。

【例 2-1】 富马酸亚铁的含量测定

本品在水中几乎不溶而能溶于热稀矿酸,同时分解释放出亚铁离子,可选用硫酸铈滴定液进行滴定,指示剂邻二氮菲与亚铁离子形成红色配位化合物,遇微过量氧化剂(硫酸铈)被氧化生成浅蓝色高铁离子配位化合物指示终点。此时所生成的富马酸没有干扰。

(二) 经水解后测定法

1. 直接回流后测定法

将含卤素的有机药物溶于适当溶剂(如乙醇)中,加氢氧化钠溶液或硝酸银溶液后,加热回流使其水解,将有机结合的卤素经水解作用转变为无机的卤素离子,然后选用间接银量法进行测定。本法适用于含卤素有机药物结构中卤素原子结合不牢固的药物,如卤素和脂肪碳链相连者。