



卫生部“十二五”规划教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材

全国高等学校药学专业第七轮规划教材



• 供药学类专业用 •

药物分析 实验指导

主 编 范国荣



人民卫生出版社
PEOPLE'S MEDICAL PUBLISHING HOUSE

卫生部“十二五”规划教材
全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材
全国高等学校药学专业第七轮规划教材
供药学类专业用

药物分析实验指导

主 编 范国荣

编 委 (以姓氏笔画为序)

王 巧 (河北医科大学)

李晓妮 (山西医科大学)

杨广德 (西安交通大学药学院)

杨新颖 (山东大学药学院)

宋 敏 (中国药科大学)

张 楠 (郑州大学药学院)

陈晓颖 (广东药学院)

范国荣 (第二军医大学)

赵云丽 (沈阳药科大学)

段更利 (复旦大学药学院)

闻 俊 (第二军医大学)

富 戈 (北京大学药学院)

靳红卫 (重庆医科大学)

图书在版编目 (CIP) 数据

药物分析实验指导/范国荣主编. —北京: 人民卫生出版社, 2011. 11

ISBN 978-7-117-14794-1

I. ①药… II. ①范… III. ①药物分析-实验-医学院校-教学参考资料 IV. ①R917-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 189428 号

门户网: www.pmph.com	出版物查询、网上书店
卫人网: www.ipmph.com	护士、医师、药师、中医师、卫生资格考试培训

版权所有, 侵权必究!

药物分析实验指导

主 编: 范国荣

出版发行: 人民卫生出版社 (中继线 010-59780011)

地 址: 北京市朝阳区潘家园南里 19 号

邮 编: 100021

E-mail: pmph@pmph.com

购书热线: 010-67605754 010-65264830

010-59787586 010-59787592

印 刷: 北京人卫印刷厂

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 印张: 16

字 数: 389 千字

版 次: 2011 年 11 月第 1 版 2011 年 11 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号: ISBN 978-7-117-14794-1/R·14795

定 价: 28.00 元

打击盗版举报电话: 010-59787491 E-mail: WQ@pmph.com

(凡属印装质量问题请与本社销售中心联系退换)

卫生部“十二五”规划教材 全国高等学校药学类专业第七轮规划教材

出版说明

全国高等学校药学类专业本科卫生部规划教材是我国最权威的药学类专业教材,于1979年出版第一版,1987年、1993年、1998年、2003年、2007年进行了5次修订,并于2007年出版了第六轮规划教材。第六轮规划教材主干教材29种,全部为卫生部“十一五”规划教材,其中22种为教育部规划的普通高等教育“十一五”国家级规划教材;配套教材25种,全部为卫生部“十一五”规划教材,其中3种为教育部规划的普通高等教育“十一五”国家级规划教材。本次修订编写出版的第七轮规划教材中主干教材共30种,其中修订第六轮规划教材28种。《生物制药工艺学》未修订,沿用第六轮规划教材;新编教材2种,《临床医学概论》、《波谱解析》;配套教材21种,其中修订第六轮配套教材18种,新编3种。全国高等学校药学专业第七轮规划教材及其配套教材均为卫生部“十二五”规划教材、全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材,具体品种详见出版说明所附书目。

该套教材曾为全国高等学校药学类专业惟一套统编教材,后更名为规划教材,具有较高的权威性和一流水平,为我国高等教育培养大批的药学专业人才发挥了重要作用。随着我国高等教育体制改革的不断深入发展,药学类专业办学规模不断扩大,办学形式、专业种类、教学方式亦呈多样化发展,我国高等药学教育进入了一个新的时期。同时,随着国家基本药物制度建设的不断完善及相关法律法规政策、标准等的出台,以及《中国药典》(2010年版)的颁布等,对高等药学教育也提出了新的要求和任务。此外,我国新近出台的《医药卫生中长期人才发展规划(2011—2020年)》对我国高等药学教育和药学专门人才的培养提出了更高的目标和要求。为跟上时代发展的步伐,适应新时期我国高等药学教育改革和发展的要求,培养合格的药学专门人才,以满足我国医药卫生事业发展的需要,从而进一步做好药学类专业本科教材的组织规划和质量保障工作,全国高等学校药学专业教材第三、第四届评审委员会围绕药学专业第六轮教材使用情况、药学教育现状、新时期药学领域人才结构等多个主题,进行了广泛、深入地调研,并对调研结果进行了反复、细致地分析论证。根据药学专业教材评审委员会的意见和调研、论证的结果,全国高等医药教材建设研究会、人民卫生出版社决定组织全国专家对第六轮教材进行修订,并根据教学需要组织编写了部分新教材。

药学类专业第七轮规划教材的编写修订,坚持紧紧围绕全国高等学校药学类专业(本科)教育和人才培养目标要求,突出药学专业特色,以教育部新的药学教育纲要为基础,以国家执业药师资格准入标准为指导,按照卫生部等相关部门及行业用人要求,强调培养目标与用人要求相结合,在继承和巩固前六轮教材建设工作成果的基础上,不断创新

和发展,进一步提高教材的水平和质量。同时还特别注重学生的创新意识和实践能力培养,注重教材整体优化,提高教材的适应性和可读性,更好地满足教学的需要。

为了便于学生学习、教师授课,在做好传承的基础上,本轮教材在编写形式上有所创新,采用了“模块化编写”。教材各章开篇,以普通高等学校药学本科教学要求为标准编写“学习要求”,正文中根据课程、教材特点有选择性地增加“知识链接”“实例解析”“知识拓展”“小结”。为给希望进一步学习的学生提供阅读建议,部分教材在“小结”后增加了“选读材料”。

需要特别说明的是,全国高等学校药学专业第三届教材评审委员会成立于2001年,至今已10年,随着教育教学改革的发展和专家队伍的发展变化,根据教材建设工作的需要,在修订编写本轮规划教材之初,全国高等医药教材建设研究会、人民卫生出版社对第三届教材评审委员会进行了改选换届,成立了第四届教材评审委员会。无论新老评审委员,都为本轮教材工作做出了重要贡献,在此向他们表示衷心的感谢!

由于众多学术水平一流和教学经验丰富的专家教授都积极踊跃和严谨认真地参与本套教材的编写,从而使教材的质量得到不断完善和提高,并被广大师生所认同。在此我们对长期支持本套教材编写修订的专家和教师及同学们表示诚挚的感谢!

本轮教材出版后,各位教师、学生在使用过程中,如发现问题请反馈给我们,以便及时更正和修订完善。

全国高等医药教材建设研究会
人民卫生出版社
2011年5月

卫生部“十二五”规划教材 全国高等学校药学类专业 第七轮规划教材书目

序号	教材名称	主编	单位
1	药学导论(第3版)	毕开顺	沈阳药科大学
2	高等数学(第5版)	顾作林	河北医科大学
	高等数学学习指导与习题集(第2版)	王敏彦	河北医科大学
3	医药数理统计方法(第5版)	高祖新	中国药科大学
4	物理学(第6版)(配光盘)	武 宏	山东大学物理学院
	物理学学习指导与习题集(第2版)	武 宏	山东大学物理学院
5	物理化学(第7版)(配光盘)	李三鸣	沈阳药科大学
	物理化学学习指导与习题集(第3版)	李三鸣	沈阳药科大学
	物理化学实验指导(第2版)(双语)	崔黎丽	第二军医大学
6	无机化学(第6版)	张天蓝	北京大学药学院
		姜凤超	华中科技大学同济药学院
	无机化学学习指导与习题集(第3版)	姜凤超	华中科技大学同济药学院
7	分析化学(第7版)(配光盘)	李发美	沈阳药科大学
	分析化学学习指导与习题集(第3版)	赵怀清	沈阳药科大学
	分析化学实验指导(第3版)	赵怀清	沈阳药科大学
8	有机化学(第7版)	陆 涛	中国药科大学
	有机化学学习指导与习题集(第3版)	陆 涛	中国药科大学
9	人体解剖生理学(第6版)	岳利民	四川大学华西基础医学与法医学院
		崔慧先	河北医科大学
10	微生物学与免疫学(第7版)	沈关心	华中科技大学同济医学院
11	生物化学(第7版)	姚文兵	中国药科大学
12	药理学(第7版)	朱依淳	复旦大学药学院
		殷 明	上海交通大学药学院
	药理学学习指导与习题集(第2版)	程能能	复旦大学药学院
13	药物分析(第7版)	杭太俊	中国药科大学
	药物分析学习指导与习题集***	于治国	沈阳药科大学
	药物分析实验指导***	范国荣	第二军医大学
14	药用植物学(第6版)	张 浩	四川大学华西药学院
	药用植物学实践与学习指导***	黄宝康	第二军医大学

续表

序号	教材名称	主编	单位
15	生药学(第6版)	蔡少青	北京大学药学院
	生药学实验指导(第2版)	刘塔斯	湖南中医药大学
16	药物毒理学(第3版)	楼宜嘉	浙江大学药学院
17	临床药物治疗学(第3版)	姜远英	第二军医大学
18	药物化学(第7版)(配光盘)	尤启冬	中国药科大学
	药物化学学习指导与习题集(第3版)	孙铁民	沈阳药科大学
19	药剂学(第7版)	崔福德	沈阳药科大学
	药剂学学习指导与习题集(第2版)	王东凯	沈阳药科大学
	药剂学实验指导(第3版)	崔福德	沈阳药科大学
20	天然药物化学(第6版)	吴立军	沈阳药科大学
	天然药物化学习题集(第3版)	吴立军	沈阳药科大学
	天然药物化学实验指导(第3版)	吴立军	沈阳药科大学
21	中医学概论(第7版)	王 建	成都中医药大学
22	药事管理学(第5版)(配光盘)	杨世民	西安交通大学医学院
	药事管理学学习指导与习题集(第2版)	杨世民	西安交通大学医学院
23	药学生物学(第4版)	张景海	沈阳药科大学
24	生物药剂学与药物动力学(第4版)	刘建平	中国药科大学
	生物药剂学与药物动力学学习指导与习题集(第2版)	李 高	华中科技大学同济药学院
25	药学英语(上、下册)(第4版)(配光盘)	史志祥	中国药科大学
	药学英语学习指导(第2版)	史志祥	中国药科大学
26	药物设计学(第2版)	徐文方	山东大学药学院
27	制药工程原理与设备(第2版)	王志祥	中国药科大学
28	生物技术制药(第2版)	王凤山	山东大学药学院
29	生物制药工艺学★	何建勇	沈阳药科大学
30	临床医学概论★★	于 锋	中国药科大学
31	波谱解析★★	孔令义	中国药科大学

★为第七轮未修订,直接沿用第六轮规划教材;★★为第七轮新编教材;★★★为第七轮新编配套教材。

全国高等学校药学专业第四届 教材评审委员会名单

顾 问

郑 虎 四川大学华西药学院

主任委员

毕开顺

副主任委员

姚文兵 朱家勇 张志荣

委 员 (以姓氏笔画为序)

王凤山	山东大学药学院
刘俊义	北京大学药学院
朱依淳	复旦大学药学院
朱家勇	广东药学院
毕开顺	沈阳药科大学
张志荣	四川大学华西药学院
张淑芳	中国执业药师协会
李 高	华中科技大学同济药学院
李元建	中南大学药学院
李勤耕	重庆医科大学
杨世民	西安交通大学医学院
杨晓红	吉林大学药学院
陆 涛	中国药科大学
陈 忠	浙江大学药学院
罗光明	江西中医学院
姚文兵	中国药科大学
姜远英	第二军医大学
曹德英	河北医科大学
黄 民	中山大学药学院
彭代银	安徽中医学院
潘卫三	沈阳药科大学

前 言

药物分析是药学及相关专业教学计划中设置的主要专业课程之一，是一门研究和
发展药品全面质量控制的“方法学科”，具有很强的实践性和应用性。

药物分析实验是药物分析教学中不可缺少的组成部分，在药物分析教学过程中，
通过理论课程与实验训练的有机结合，使学生达到充分体会和理解全面控制药品质量
的意义和重要性；理解和熟悉药品质量控制与药物分析方法学之间的关系；掌握药品
质量标准中收录的典型药物及其制剂的鉴别、检查、含量测定方法。

根据药物分析教学大纲，要求学生通过药物分析实验掌握《中国药典》常用的分
析方法和实验技术，包括药物鉴别、检查和含量测定等的基本原理及常用仪器的正确
使用，培养学生严谨的科学态度、缜密的研究思路和独立完成实验的技能。

本书选择具有代表性的药物分析对象，包括化学药物及其制剂、中药材及其制剂、
生化药物与生物制品和生物体内样品；涉及的分析方法有化学分析、光谱分析、色谱
分析及其联用技术。通过药物分析实验课程的学习，既增强了学生对药物分析理论知
识的理解，又培养了学生对药物分析实验中条件选择、操作规范和常用仪器使用和维护
方法的掌握。

本实验教材注重科学性、先进性、实用性、规范性和启发性，主要参照《中国药
典》（2010年版）标准的要求，结合我国药物分析技术发展与药品检验工作的技术方
法进行编写，通过典型药物、典型方法与典型实验，使学生全面掌握药品检验的基本
程序与内容、操作规程与要求、数据分析与处理，养成符合规范要求的良好操作习惯。
全书内容分为八章。第一章为药物分析实验基本知识，以端正学生科研态度、规范学
生实验操作。第二章为药物的鉴别与检查，通过对典型类型药物进行鉴别或检查方法
的训练，以掌握药物分析真伪检验与杂质检查实验中的常用方法。第三章为化学药物
及其制剂分析，验证典型药物及其常用剂型针对性的质量分析方法，以加强化学药品
鉴别、检查和含量测定三个重要环节的质量控制方法的实验技能。第四章为中药材及
其制剂的质量分析，涉及中药主要化学成分类型及部分常见中药制剂的质量控制，强
调现代分析方法在中药定性鉴别、杂质检查及定量分析等方面的应用。第五章为生化
药物与生物制品分析，选择代表药物胃蛋白酶、重组人生长激素、人血白蛋白及人胰
岛素，熟悉生物药物质量控制的基本内容与方法优势。第六章为体内药物分析实验，
典型实验选取兼顾生物样品预处理方法及定量分析方法的技术特点，着重规范生物体
内药物分析的方法学评价。第七章为综合性实验与设计性实验，综合性实验进一步强
化药物质量全面控制的实验方法与操作技能，设计性实验注重培养解决药品质量控制
实际问题的综合能力和药物分析方法学研究的创新能力。第八章为药物质量分析与评
价指导原则，列举《中国药典》及《美国药典》主要药品标准规定、药品质量控制的

方法评价与指导原则。本实验教材还编入了 5 个代表性药物质量评价内容的英文示例,将有助于提高学生专业英语阅读能力和写作水平。

全书由范国荣、王巧、李晓妮、杨广德、杨新颖、宋敏、张楠、陈晓颖、赵云丽、段更利、闻俊、富戈、靳红卫共 13 位同志编写。在本书修订过程中,范国荣教授课题组老师与研究生赵鑫、孙范露、高方圆、刘珍仁、李霁、张鹏、吴吉洋等做了大量的材料补充、实验验证、文字校对等工作,在此一并表示诚挚的谢意。

本书的编写和出版,始终得到第二军医大学和《药物分析》第 7 版主编杭太俊教授的关怀和支持,各位编委在教材编写过程中都得到了所在院校领导的积极支持和热忱关心,在此表示衷心的感谢!

本书可供药学类本科、专科及其他生物医药类学生药物分析实验教学使用,同时可供从事药品生产、研究、检验和应用的有关专业人员参考。

由于编者的水平所限,编写时间仓促,书中难免存在疏漏、错误之处,敬请广大读者批评指正。

编 者

2011 年 6 月

目 录

第一章 药物分析实验基本知识	1
一、药物分析实验基本要求	1
二、电子天平的使用及有效数字的处理	2
三、药物分析实验记录与报告	4
第二章 药物的鉴别与检查	8
实验 2-1 氧瓶燃烧法鉴别含卤素有机药物	8
实验 2-2 维生素类药物的化学鉴别	11
实验 2-3 紫外-可见分光光度法鉴别喹诺酮类抗菌药	15
实验 2-4 盐酸四环素有关物质的高效液相色谱法检查	18
实验 2-5 地塞米松磷酸钠中残留溶剂的气相色谱法检查	23
实验 2-6 青霉素钠中青霉素聚合物的分子排阻色谱法检查	28
实验 2-7 手性高效液相色谱法检查左氧氟沙星光学异构体	31
Experiment 2-8 Related Substances and Enantiomeric Purity Tests of Levodopa by Achiral and Chiral Liquid Chromatography	34
第三章 化学药物及其制剂分析	40
实验 3-1 阿司匹林原料药与肠溶片的质量分析	40
实验 3-2 苯巴比妥原料药及片剂的质量分析	46
实验 3-3 硝苯地平原料药及片剂的质量分析	50
实验 3-4 头孢克洛原料药和片剂的质量分析	55
实验 3-5 硫酸阿托品原料药及片剂的质量分析	59
实验 3-6 盐酸普鲁卡因注射液的质量分析	63
实验 3-7 复方左炔诺孕酮片的质量分析	65
实验 3-8 维生素 A 软胶囊的质量分析	68
实验 3-9 维生素 E 软胶囊的质量分析	70
Experiment 3-10 Analysis of Paracetamol and its Tablets	73
第四章 中药材及其制剂的质量分析	82
实验 4-1 槐花药材中总黄酮的质量分析	82

实验 4-2 华山参的质量分析	84
实验 4-3 积雪草总苷的质量分析	88
实验 4-4 元胡止痛片的质量分析	92
实验 4-5 双黄连口服液的质量分析	94
Experiment 4-6 Analysis of St. John's Wort	97
第五章 生化药物与生物制品分析	107
实验 5-1 胃蛋白酶及其片剂的质量分析	107
实验 5-2 重组人生长激素及其注射剂的质量分析	109
实验 5-3 人血白蛋白及其冻干制剂的质量分析	115
Experiment 5-4 Analysis of Insulin Human and its Injection	123
第六章 体内药物分析实验	136
实验 6-1 兔血浆中茶碱的紫外光谱法测定	136
实验 6-2 高效液相色谱-荧光法测定人尿液中氧氟沙星的浓度	138
实验 6-3 犬血浆中阿司匹林代谢产物水杨酸的高效液相色谱法测定	142
实验 6-4 固相萃取-高效液相色谱法测定血浆中对乙酰氨基酚的浓度	145
实验 6-5 血浆中 5-单硝酸异山梨酯的气相色谱法测定	148
实验 6-6 液相色谱-质谱联用法测定血浆中氨氯地平的含量	151
Experiment 6-7 Determination of Aripiprazole and Dehydroaripiprazole in Human Plasma by LC-MS/MS	155
第七章 综合性实验与设计性实验	170
实验 7-1 葡萄糖原料药及其注射液的质量分析	170
实验 7-2 布洛芬原料药及其缓释胶囊的质量分析	177
实验 7-3 黄连药材质量分析	180
实验 7-4 山楂叶提取物的质量分析	183
实验 7-5 六味地黄丸的质量分析	187
实验 7-6 药物的鉴别方法设计性实验	191
实验 7-7 药物的检查方法设计性实验	196
实验 7-8 药物的含量测定方法设计性实验	203
第八章 药物质量分析与评价指导原则	211
原则 8-1 农药残留量测定法	211
原则 8-2 中药质量标准分析方法验证指导原则	213
原则 8-3 药品质量标准分析方法验证指导原则	216
原则 8-4 药物制剂人体生物利用度和生物等效性试验指导原则	219

原则 8-5 原料药与药物制剂稳定性试验指导原则	225
原则 8-6 药品杂质分析指导原则	230
Principle 8-7 VALIDATION OF COMPENDIAL PROCEDURES	232
主要参考文献	241

一、药物分析实验基本要求

药物分析是一门研究和发展药品全面质量控制的学科,它综合运用现代分析分离技术,研究药品性质、制定药品标准、控制药品质量,具有实践性和应用性强的特点。药物分析实验是对理论课程的有力补充,让学生在实践中巩固药物分析鉴别、检查、含量测定的原理与方法,熟悉药品检验程序,具有检验常用药物及制剂的能力;能够从药物结构出发,正确选择分析方法,并进一步根据药品特点解决质量控制中的问题,形成初步的科研能力。

通过药物分析实验课严谨的实验操作训练,学生要熟练掌握药品质量分析所需的各种技能,包括:

各种玻璃仪器的洗涤与正确使用;各种天平的适用范围及规范使用;常用的光谱及色谱仪器的规范使用;药物鉴别、检查、含量测定的实验基本操作方法;药品的称量、溶液的配制、转移、稀释等;熟悉《中国药典》中凡例和附录的相关内容,能够根据实验要求准备相应的试剂等;进一步强化“量”的概念,熟练掌握试剂、药品浓度的计算及杂质限量、药品含量、制剂标示量百分含量等的计算等,并能对分析结果进行正确判断。

同时也需要加强创新能力基本素养的培养,包括:

对于不同的分析样本,能够合理选择最佳分析方法;熟悉药品质量标准制定的基本原则、内容与方法;能够根据质量标准内容合理设计方法学验证的项目,并能够按照实验步骤进行实验,合理分析数据。

为了提高药物分析实验教学质量,学生应达到以下基本要求:

1. 端正学习态度 药物分析实验课程的任务是要求学生掌握药品质量分析所需的各种技能,熟悉药品检验程序,同时进行一定创新能力的培养,因此要求学生要在有机化学、分析化学、药物化学等课程的基本理论和基本方法的基础上,结合药物分析基本原理与方法进行实验,并且在实验过程中要具备强烈的药品质量观念,端正学习态度,高度重视实验过程,严格训练,努力掌握知识和技术要领,养成严谨的实验作风。

2. 课前认真预习 为了提高实验课的学习效果,保障实验进程的安全高效,课前必须充分预习,未预习者不得进入实验室进行实验。实验预习主要包括以下内容:

(1) 认真阅读实验教材、课程教材及相关的参考书目,查阅相关的文献资料为实验内容做准备,包括可能需要的数据、常数、公式及化学反应方程式等。

(2) 明确每次实验的目的和要求,弄清实验原理与操作要点,预先安排好实验进程,估计实验中可能发生的问题及处理方法,特别需要注意实验过程中涉及的取样量等信息。

(3) 了解实验仪器的结构与使用方法,详细阅读本书各章节附录中常用仪器的规范使用方法与注意事项。

(4) 熟悉本次实验中所使用试剂的性质及相关安全及环保常识,防止实验中出现事故。

(5) 根据自己对实验的理解,简明扼要地写出实验预习报告,主要包括实验原理、实验方法、操作步骤以及注意事项;尽可能地以流程图或者简洁的文字形式表示,并根据原始记录的要求设计好原始记录的图表。

(6) 对于综合性、设计性实验,学生需要在与指导老师交流的基础上,通过查阅文献,逐步修改并完成实验设计方案,经过指导老师审定后方可实施。

3. 课堂严谨实验 严格遵守实验室各项规章制度,穿上实验工作服,在老师的指导下,按照要求严谨认真地完成实验。

(1) 明确每一步实验的原理与目的,操作过程中胆大、心细、准确、规范;清楚辨别药品及试剂的摆放位置与实验场所,防止药品、试剂取用的交叉污染与浪费。

(2) 进入药物分析实验室以及天平室、仪器分析室时,必须携带实验原始记录本,并且事先根据预习要求设计好原始记录图表;无原始记录本者不得进行实验;实验过程中不得随意将原始记录写在除原始记录本外的其他任何载体上。

(3) 如实、准确、详细地记录实验过程中的每一个步骤、观察到的实验现象、获得的实验数据,并根据所得信息对药品的质量进行合理判断;所得数据及现象均为原始记录,不得随意涂改编造原始记录,如有记录错误,按照要求进行更正。

(4) 按照仪器使用标准操作过程使用各种精密仪器,必要时听从指导老师安排,使用完毕后按要求进行仪器使用登记。

(5) 爱护各种实验仪器,小心谨慎地使用各种仪器、设备,实验过程中注意用电、煤气等的安全,具有挥发性的溶液倾倒或者试剂配制应在通风橱内完成;使用强酸、强碱时注意戴好手套;必要时戴好护目镜;及时清理实验台面。

(6) 对于验证性实验,实验现象或者数据与理论不相符合的,要善于思考,认真分析和寻找原因,与指导老师进行讨论,必要时可以重做实验,但是必须找到错误原因;对于综合性与设计性实验,实验过程中需要合理安排时间,注重团结协作,并能够根据实验结果及时修正实验方案,在不断分析问题和解决问题的过程中完成实验内容。

4. 独立完成报告 实验报告是概括实验过程和总结实验结果的重要资料,是将直观的实验现象、原始数据按照实验要求,以理论性较强的文字形式体现出来的一种表达方式,也是从实验回归理论的自我学习过程体现,是对学生进行药物分析专业素养训练重要的组成部分,有助于学生规范表达能力、专业思维能力、科研能力的初步养成,因此要求学生必须按时、认真、独立地完成实验报告。

药物分析实验报告包括药品质量分析检验报告书和研究性实验报告两种形式,学生可以按照本书规定的格式完成,也可以根据实验老师的要求完成。

二、电子天平的使用及有效数字的处理

电子天平(electronic balance)是以电磁力或电磁力矩平衡被称物体重力的天平,其特点是称量准确可靠、显示快速清晰并且具有自动检测系统、简便的自动校准装置以及超载保护等装置,是人们在实际分析中不可缺少的测量仪器。

电子天平按精度可分为超微量电子天平、微量天平、半微量天平、常量电子天平和分析天平,分析天平是常量天平、半微量天平、微量天平和超微量天平的总称。一般常用的分析天平是万分之一精度的天平和十万分之一精度的天平。

(一) 电子天平的使用

1. **调节水平** 天平开机前,应观察天平后部水平仪内的水泡是否位于圆环的中央,通过天平的地脚螺栓进行调节。

2. **预热** 天平在初次接通电源或长时间断电后开机时,至少需要 30 分钟的预热时间。因此,实验室电子天平在通常情况下不要经常切断电源。

3. **称量** 放置称量纸,按显示屏两侧的 Tare 键去皮,待显示器显示零时,在称量纸上加所要称量的试剂称量。

(二) 电子天平使用注意事项

1. 将天平置于稳定的工作台上,避免震动、气流及阳光照射,防止腐蚀性气体侵蚀。

2. 称量易挥发和具有腐蚀性的物品时,要盛放在密闭的容器中,以免腐蚀和损坏电子天平。

3. 防止超载,注意被称物体的质量应在天平的最大载量以内。

4. 勿把待称量样品洒落在天平内,若不慎洒落,要用干净柔软的刷子扫出。称量瓶外和称量盘上不能沾有粉末,以免影响称量的准确性并污染天平。

5. 定期对电子天平进行自校,保证其处于最佳状态。

(三) 有效数字的处理

有效数字是指在分析工作中实际上能测量到的数字。保留有效数字的原则是:

1. 在记录测量数据时,只允许保留 1 位可疑数(欠准数),其误差是末位数的 ± 1 个单位。例如用万分之一精度天平称量某试样的重量,可以准确称量到 0.001 g,小数点后第 4 位有 ± 1 的误差,为欠准值,但记录时应保留它。

2. 在数据中数字 1 至 9 均为有效数字,但数字 0 则有可能不是有效数字。0 在数字前面时,是定位用的无效数字,其余都是有效数字。当数据首位为 8 或 9 时,要多计 1 位有效数字。例如 90.0% 与 110.0%,都可以看成是 4 位有效数字。

3. 常量分析结果一般要求要达到千分之一的准确度,需保留 4 位有效数字,以表明分析结果的准确度是 1‰。

4. pH、lgK 等对数数值,小数点后的位数为有效数字。pH 等对数值,其有效位数是由其小数点后的位数决定的,其整数部分只表明其真数的乘方次数。 $\text{pH} = 11.26$ ($[\text{H}^+] = 5.5 \times 10^{-12} \text{ mol/L}$),其有效位数只有两位。

(四) 数字修约规则

1. **采用“四舍六入五留双”规则** 即当多余尾数的首位 ≤ 4 时舍去;多余尾数的首位 ≥ 6 时进位;等于 5 时,若 5 后数字不为 0 则进位,若 5 后数字为 0,则视 5 前数字是奇数还是偶数,采用“奇进偶舍”的方式进行修约。例如将下列数字修约为 4 位有效数字:14.1447 $\rightarrow$ 14.14, 14.4863 $\rightarrow$ 14.49, 14.0250 $\rightarrow$ 14.02, 14.0150 $\rightarrow$ 14.02, 14.0251 $\rightarrow$ 14.03。

2. **禁止分次修约** 例如将数据 1.2456 修约为两位有效数字,应该是 1.2456 $\rightarrow$ 1.2,不可以 1.2456 $\rightarrow$ 1.246 $\rightarrow$ 1.25 $\rightarrow$ 1.3。

3. **运算中可多保留 1 位有效数字,算出结果后再按规定修约** 在运算过程中,为减

少舍入误差,其他数值的修约可以暂时多保留1位,等运算得到结果时,再根据有效位数弃去多余的数字。特别是运算步骤长,涉及数据多的情况下,尤其需要。

4. 修约标准偏差值或其他表示不确定度时,只要有效数字后面还有数字,都进位。例如 $S = 0.213$,若取两位有效数字,宜修约为0.22。

(五) 运算法则

1. 加减运算 多个数值相加减时,所得和或差的绝对误差必较任何一个数值的绝对误差大,因此相加减时应以各数值中绝对误差最大的数值为准,确定其他数值在运算中保留的位数和决定计算结果的有效位数。即按小数点后位数最少的数保留。

2. 乘除运算 多个数值相乘除时,所得积或商的相对误差必较任何一个数值的相对误差大,因此相乘除时应以各数值中相对误差最大的数值为准,确定其他数值在运算中保留的位数和决定计算结果的有效位数。即按有效数字位数最少的数保留。

(六) 注意事项

1. 根据样品称量的要求,选择相应的量具 “精密称定”系指称取重量应准确至所取重量的千分之一;“称定”系指称取重量应准确至所取重量的百分之一;“精密量取”系指量取体积的准确度应符合国家标准中对该体积移液管的精密度要求;“约”系指取用量不得超过规定量的 $\pm 10\%$ 。取样量的精度未作特殊规定时,应根据其数值的有效位数选用与之相应的量具。如规定量取5 ml时应选用5~10 ml的量筒,量取5.00 ml时应选用5 ml的移液管进行量取。

2. 正确记录数值 应根据取样量、量具的精度、检测方法的允许误差和标准中的限度规定,确定数字的有效位数,记录全部准确数字和1位欠准数字。

3. 数值计算时必须执行修约规则和运算规则 在判定药品质量是否符合规定之前,应将全部数据根据有效数字和数值修约规则进行运算,并将计算结果修约到标准中所规定的有效位数,而后进行判定。

例:胰岛素的干燥失重,规定不得过10.0%,今取样0.2031 g,干燥后减失重量0.0178 g,请判定是否符合规定?

本例中0.0178的有效数字最少,为3位有效数字,故在计算过程中可暂多保留1位(即保留4位有效数字)计算:

$$0.0178 \div 0.2031 \times 100.0\% = 8.76\%$$

因《中国药典》规定的限度为不得过10.0%,故将计算结果8.76%修约为8.8%,小于10.0%,应判为符合规定。

三、药物分析实验记录与报告

药物分析实验记录与报告针对验证性实验、综合性实验与设计性实验各有不同的格式,其中验证性实验和综合性实验的记录与报告,按照药品质量检验规范的原始记录和报告书的格式书写,旨在培养学生规范填写检验原始记录能力、正确处理检验数据与报告结果的能力;设计性实验的记录与报告按照科研训练的要求书写,旨在培养学生养成严谨的实验态度、缜密的实验思路和合理的分析问题、解决问题能力。实验中根据所使用的仪器性能与特点,按照实验要求做好相关仪器登记,记录实验过程中仪器的相关参数。