

药品、食品

仪器分析实验实训

郑 萍 主编



科学出版社

药品、食品仪器分析实验实训

郑 萍 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

《药品、食品仪器分析实验实训》是一部适用于高职本科应用化学专业的实验教材,是在结合编者多年科研、生产和教学经验的基础上编写的。

全书从分析方法上覆盖了光学分析法、电化学分析法、色谱分析法等;在内容取舍上兼顾药物分析与食品分析,原料分析和制剂分析等;包括了定性分析、定量分析、结构分析等。全书包括两章,第一章绪论,介绍仪器分析实验的基本知识;第二章仪器分析技能实训,包括 16 个实训。在编写过程中力求体现高职本科教育的特点,紧贴专业培养目标,强调掌握基本理论知识和实践技能,实现教学中的可操作性。

本书可作为高职本科院校化学系、应用化学系仪器分析实验课的教材,也可供药学类、食品类的各专业学生使用和参考。

图书在版编目(CIP)数据

药品、食品仪器分析实验实训/郑萍主编. —北京:科学出版社, 2014.10

ISBN 978-7-03-042245-3

I. ①药… II. ①郑… III. ①药物分析—仪器分析 ②食品分析—仪器分析—教材 IV. ①R917②TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 245536 号

责任编辑:郝玉龙/责任校对:朱光兰
责任印制:余少力/封面设计:墨创文化

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

成都创新包装印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014 年 10 月第 一 版 开本: B5 (720×1000)

2014 年 10 月第一次印刷 印张: 8

字数: 170 000

定价: 29.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

仪器分析是化学及相关专业的一门主要专业课程,也是一门实践性和应用性很强的方法学科。仪器分析实验是分析化学教学中不可或缺的组成部分,对培养学生的科学思维方法、创新能力及全面掌握基本操作技能,全面推进素质教育有着重要的作用。在国家大力发展职业教育和高等职业教育办学指导思想不断成熟、培养目标逐步明确的新形势下,作为高职本科应用化学专业的仪器分析实验教材,力图跟上高等职业教育发展的步伐,符合教学改革的要求,因此本教材的编写紧扣与仪器分析职业岗位群相关的药品及食品质量标准、质检岗位的职业技能鉴定的实际要求,立足本科教育,注重对学生基本实验操作技能的训练。每一个实训内容强调可操作性,保证可完成性,即在 4~5 个学时内所有学生都能顺利完成实验,包括数据处理、清洁仪器设备,使学生初步具备独立完成分析检验工作的能力,突出高职本科注重理论联系实际的特点。同时选择环保、安全,试剂药品易购的实训内容,既达到了实训的目的,又保证了最小的环境污染和学生的人身安全。

本实验教材经对多届应用化学专业学生的实践教学后,广泛听取有关专家的意见,几易其稿,不断完善。本教材更注重科学性、规范性、启发性、现代性和适用性,增设了原始数据记录表格,解释了难度大的计算方法,便于学生理解和掌握。本教材内容分两部分。第一部分为仪器分析实训课的目的与要求。第二部分为药物或食品的质量分析实训,包括 16 个仪器分析实训。实训设置主要依据理论教学内容和《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》,2010 年版),尽量选择常用药品和常见剂型,强调现代分析方法的应用。本教材还编入了与实训相关的药典操作规范及常见仪器操作规程,目的是增强和培养学生的规范意识。

本教材通过典型实验和操作规范的训练,使学生掌握仪器分析的基本程序和主要内容,养成符合规范要求的良好操作习惯及提出问题、独立思考、解决实际问题的能力,提高学生的综合素质。每个仪器操作实训项目设置了操作技能考核评价标准,其独立成页,易于从书中分离,以便教师对学生进行技能的量化考核。为了更好地体现应用化学专业高职本科教学体系的特点,在教材中始终贯彻创新性、实践性、应用性、顶岗性等原则。

需要特别说明的是,本书在形成过程中,参考或引用了部分已出版的教材和

有关著作，从中借鉴了许多有益的内容，在此谨向有关作者和出版社表示感谢。

由于作者的编著水平和条件有限，本书难免有不妥之处，敬请专家和同行以及使用本教材的老师 and 同学批评指正。

郑 萍

2014年6月

目 录

第一章 绪论	1
第一节 仪器分析实训的基本要求	1
第二节 原始记录与实验报告	3
第三节 实验数据的处理	4
第四节 实验成绩的评定	7
第五节 仪器分析实验室的安全常识	8
第二章 仪器分析技能实训	9
第一节 溶出度测定法	9
实训一 甲硝唑片溶出度的测定	14
第二节 高效液相色谱法	18
实训二 RP-HPLC 法测定醋酸地塞米松片的含量	23
实训三 饮料中防腐剂山梨酸和苯甲酸的液相色谱法测定	28
第三节 气相色谱法	33
实训四 气相色谱法测定维生素 E 的含量	35
实训五 毛细管气相色谱法测定食品中的甜蜜素	40
第四节 亚硝酸钠滴定法	44
实训六 磺胺嘧啶的重氮化滴定	46
实训七 非水滴定法测定水杨酸钠的含量	51
第五节 紫外-可见分光光度法	56
实训八 维生素 B ₁ 注射液含量的紫外分光光度法测定	60
实训九 双波长分光光度法测定复方磺胺甲噁唑片的含量	65
实训十 茶叶中茶多酚的测定	72
第六节 红外分光光度法	76
实训十一 阿司匹林红外吸收光谱的测定	81
第七节 薄层色谱法	86
实训十二 薄层扫描法测定卷烟中尼古丁的含量	89
实训十三 薄层扫描法测定茶多酚中咖啡因的含量	95
第八节 荧光分析法	99
实训十四 荧光分光光度法测定维生素 B ₂ 片的含量	100

第九节 原子吸收光谱法概述	106
实训十五 原子吸收分光光度法测定药物的含量	111
实训十六 水中镉含量的测定——原子吸收分光光度法	118
参考文献	122

第一章 绪 论

第一节 仪器分析实训的基本要求

一、仪器分析实训课的目的

仪器分析作为现代的分析测试手段,日益广泛地为科研、生产、安全监测等应用,由于其能够提供大量的物质组成、结构及含量等方面的信息,因而仪器分析实训或实验已成为高等学校中许多专业的重要课程之一。仪器分析实训是学生在教师指导下,以分析仪器为工具,以项目化教学为载体,亲自动手获得所需物质化学组成和结构等信息的教学实践活动。通过仪器分析实训,使学生加深对有关仪器分析方法基本原理的理解,掌握仪器分析实训的基本知识和技能,正确地使用分析仪器,合理地选择实验条件,正确处理数据和表达实验结果;培养学生严谨求是的科学态度、敢于科技创新和独立工作的能力,为今后从事相关工作打下坚实的基础。

二、仪器分析实训课的要求

为了达到上述目的,要求做到:

(一) 实验前

仪器分析实训中使用到的各种仪器精密度高,价格昂贵,实验室不可能购置多套同类仪器设备,因此仪器分析实训教学多采用小组循环、多位教师同时分别指导各种仪器使用的方式,才能保证每个学生具有实际动手上机操作的机会。在这种情况下,实验前的预习就十分重要。学生在实验前必须仔细阅读仪器分析实训教材,掌握分析方法和分析仪器工作的基本原理、仪器主要部件的功能、操作程序和注意事项;广泛查阅参考资料,准备好每个实训课思考题的答案,真正做到理论与实践融会贯通;如有条件,教师可组织学生观看多媒体教学短片;通过预习,明确实验目的,领会实验原理,了解实验方法和注意事项,预先安排好实验进程,估计实验中可能发生的问题及处理办法;并在预习的基础上写好预习报告。

(二) 实验中

(1) 进入实验室,应穿白色工作服,不得将与实验无关的任何物品带入实

验室。

(2) 应熟悉实验室及其周围的环境, 熟悉灭火器材的使用和放置的地方, 以及安全通道。

(3) 自觉遵守实验室的有关规章、制度。

(4) 学会正确使用仪器, 爱护仪器设备, 严格按实验规程操作, 虚心接受教师的指导, 认真掌握操作技术, 不要为了贪图方便、省事而不按规范进行操作。学生要在教师指导下熟悉和使用仪器, 勤学好问, 未经教师允许不得随意开动或关闭仪器, 更不得随意旋转仪器按钮、改变仪器工作参数等。要详细了解仪器的性能, 防止损坏仪器或发生安全事故。实验中如发现仪器工作不正常, 应及时报告教师处理。

(5) 经常保持实验室的整洁、安静。注意实验台面的整洁, 仪器放置需有次序。

(6) 为防止试剂、药品污染, 取用时应仔细观察标签和取用工具上的标志, 杜绝错盖瓶盖或不随手加盖的现象发生。当不慎发生试剂污染时, 应及时报告指导教师。公用试剂、药品应在指定位置取用。此外, 取用的试剂、药品不能再倒回原瓶。

(7) 爱护仪器, 小心使用, 破损仪器应及时登记报损、补发。使用精密仪器, 需经教师同意, 用毕登记签名。未经允许不得擅自用实验室任何物品。

(8) 爱护公物, 节约水电、药品和试剂。可回收利用的废溶剂应回收至指定的容器中, 不可任意弃去。其他废液应倒入废液缸中, 待进一步处理, 切勿倒进水槽, 以免腐蚀下水道。

(9) 进入实验室要随带实验记录本。实验过程中应聚精会神, 认真操作, 仔细观察实验现象, 并及时记录。如实验过程所发生的现象与教材叙述不一致, 应根据实际情况如实记录。

(10) 实验中既要动手, 又要勤于、善于思考, 不要匆匆忙忙赶进度, 要理论联系实际, 用有关的理论解释实验中的问题, 并研究实验中可能出现的问题, 如尚有疑惑, 可与指导教师讨论, 或写入实验报告中。

(11) 原始记录要当堂交指导教师签名后才可带回书写实验报告。

(12) 如发生意外, 立即报告指导教师, 按有关规定及时处理。

总之, 要真正掌握好每一个基本操作, 得出每一个准确的实验数据, 做出正确的判断结论, 并有意识地培养自己分析问题和解决问题的能力。

(三) 实验后

实验后要做好结束工作。结束工作包括:

(1) 按照规定的方法洗涤用过的试管、容器等, 放回原处, 检查仪器是否齐全。将试剂放在原来位置。

(2) 药物分析中使用的各种精密仪器, 使用完后应将仪器各旋钮恢复至原来的位置, 在仪器使用记录本上签名并记录仪器状态。

(3) 实验台面要擦拭干净。值日生还应负责整理公用试剂台、打扫地面卫生、清除垃圾及废液缸中污物, 并检查水、电、门窗等安全事宜。

(4) 认真总结实验结果, 按指定格式完成实验报告, 并按规定时间上交实验报告。

第二节 原始记录与实验报告

一、原始记录

(1) 原始记录是实验报告的一部分, 尊重原始记录是必要的科学态度。

(2) 进入实验室要随身携带一本预先编好页码的实验记录本。

(3) 实验过程中应尊重实验事实, 及时做好完整而确切的原始记录, 并应直接记于实验记录本上, 绝不允许记于纸条上、手上或其他地方再誊写, 也不允许与下一个数据一起记录。记录实验数据时, 要有严谨的科学态度, 要实事求是, 决不能随意拼凑和伪造数据。

(4) 原始记录必须真实、规范、完整、具体, 应字迹清晰, 色调一致, 不得任意涂改。记录本不准撕页, 如记录有误, 只能将写错处用单线或双线划去, 在旁边改正重写, 不得随意涂改, 涂改的原始记录无效。

(5) 记录内容一般包括供试药品名称、来源、批号、数量、规格、外观性状、包装情况、实验中观察到的现象、实验数据等。

(6) 记录实验数据时, 保留几位有效数字应与所用仪器的准确程度相适应。实验过程中涉及的各种仪器的型号和标准溶液浓度等, 应及时准确记录下来。

(7) 实验记录上的每一个数据都是测量结果, 所以重复测定时, 即使数据完全相同, 也应记录下来。

(8) 记录时, 文字记录, 应整齐清洁。数据记录, 可用一定的表格形式, 这样表达更为清楚明白。

二、实验报告

写好实验报告, 是科学训练的重要内容之一。报告要求整洁、条理清晰、简明扼要。

内容包括:

- (1) 实验题目、日期;
- (2) 实验的原理;
- (3) 实验方法: 可用流程图表示, 也可写出具体操作步骤;
- (4) 实验原始记录, 包括称量、滴定体积等及实验特殊现象的记录;
- (5) 结果与数据处理: 数据处理是指从获得数据开始到得出最后结论的整个加工过程, 包括数据记录、整理、计算、分析和绘制图表等。可用表格形式列出, 并附上计算公式; 打印图谱和工作曲线等。
- (6) 结论: 必须对实验结果作出明确结论;
- (7) 讨论实验结果的误差来源、经验教训或心得体会等。

以上几项内容的繁简、取舍, 应根据各个实验的具体情况而定。报告中的一些内容, 如原理、表格、计算公式等, 要求在实验预习时准备好, 其他内容可在实验过程中或实验完成后填写。

第三节 实验数据的处理

一、可疑数据的取舍

分析测定中常常有个别数据与其他数据相差较大, 成为可疑数据 (或称离群值、异常值)。对于有明显原因造成的可疑数据, 应予舍去。但是对于找不出充分理由的可疑数据, 则应慎重处理, 应借助数理统计方法进行数据评价后再行取舍。常用的检验方法有 Q 检验法、Dixon 检验法和 Grubbs 检验法等。往往通过对异常数据的观察, 可以发现引起系统误差的原因, 进而改进过程和试验。

二、有效数字

由于误差的存在, 任何测量的准确度都是有限的, 因此在记录数据时既不可随意多写数字的位数, 夸大测量的精度, 也不可轻率少写数字的位数, 降低测量的精度。在分析工作中实际能测量到的数字即为有效数字。

(1) 有效数字包括所有准确数字和一位可疑数字 (不定数字), 其可疑程度为 ± 1 。例如, 25mL 移液管量取的液体体积为 (25.00 ± 0.01) mL; 用 50mL 量筒量取 25mL 溶液, 应记成 25mL, 取两位有效数字, 因为末位上的 5 已可能有 ± 1 mL 的误差。

(2) 常量分析要达到千分之一的准确度, 需保留四位有效数字。

(3) 0 在数字前面时, 是定位用的无效数字, 其余都是有效数字。例如, 3.2、0.32、0.032 和 0.0032 均为两位有效数字, 0.0320 为三位有效数字, 10.00 为四位

有效数字, 12.490 为五位有效数字。

(4) 单位改变时, 有效数字的位数不变。

(5) 首位为 8 或 9 的数, 可多计一位有效数字。有效数字的首位数字为 8 或 9 时, 其有效位数可以多计一位。如 85% 与 115%, 都可以看成是三位有效数字; 99.0% 与 101.0% 都可以看成是四位有效数字。

(6) 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。如 $\text{pH}=11.26$ ($[\text{H}^+]=5.5\times 10^{-12}\text{mol/L}$), 其有效位数只有两位。

三、数字修约规则

(1) 四舍六入五成双。若 5 后还有数, 宜进位。拟舍弃数字的最左一位数字小于 5 时, 则舍去, 即保留的各位数字不变。

例: 将 12.1498 修约到一位小数, 得 12.1。

拟舍弃数字的最左一位数字大于 5, 或者是 5, 而其后跟有并非全部为 0 的数字时, 则进 1, 即保留的末位数字加 1。

例: 将 1268 修约到百数位, 得 13×10^2 。

拟舍弃数字的最左一位数字为 5, 而其后无数字或皆为 0 时, 若所保留的末位数为奇数 (1, 3, 5, 7, 9) 则进 1, 为偶数 (2, 4, 6, 8, 0) 则舍弃。

(2) 原测量值要一次修约至所需位数, 不可分次修约。

例: 将 2.1549 修约为三位数, 不能先修约成 2.155, 再修成 2.16, 只能为 2.15。

(3) 运算中可多保留一位有效数字, 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一位, 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的数值时, 只要有效数字后面还有数字, 都进位。

例: $S=0.213$, 若取两位有效数字, 宜修约为 0.22, 取一位有效数字, 宜修约为 0.3。总之修约的结果应使准确度的估计值变得更差一些。

四、运算法则

在进行数学运算时, 对加减法和乘除法中有效数字的处理方式不同。

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。

因此相加减时应以诸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。

例: 计算 $13.65+0.00823+1.633$ 。

本例是数值相加减, 在三个数值中 13.65 的小数点后位数最少, 其最末一位数为百分位 (小数点后第二位), 因此将其他各数均暂先保留至千分位, 即把 0.00823 修约成 0.008, 1.633 不变, 进行运算:

$$13.65+0.008+1.633=15.291$$

最后对计算结果进行修约, 15.291 应只保留至百分位, 而修约成 15.29。

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。因此相乘除时应以诸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。

例: 计算 $14.131\times0.07654\div0.78$ 。

本例是数值相乘除, 在三个数值中, 0.78 的有效数字位数最少, 仅为两位有效数字, 因此各数值均应暂保留三位有效数字进行运算, 最后结果再修约为两位有效数字:

$$14.131\times0.07654\div0.78$$

$$\rightarrow 14.1\times0.0765\div0.78$$

$$=1.08\div0.78$$

$$=1.38$$

$$\rightarrow 1.4$$

五、分析结果的表示方法

取得实验数据后, 应以简明的方法表达出来, 通常有列表法、图解法、数学方程表示法等三种方法, 可根据具体情况选择一种表示方法。

列表法是将一组实验数据中的自变量和因变量的数值按一定形式和顺序一一对应列成表格, 是最常用的数据表达方式, 比较简明、直观。列表时应有完全而又简明的表名, 在表名不足以说明表中数据含义时, 则在表名或表格下面再附加说明, 如获得数据的有关实验条件、数据来源等。表中数据的有效数字位数应取舍适当, 小数点应上下对齐, 以便比较分析。

图解法是将实验数据按自变量与因变量的对应关系标绘成图形, 直观反映变量间的各种关系, 便于进行分析研究。每个图应有简明的标题, 并注明取得数据的主要实验条件、作者姓名以及实验日期。图解法是整理实验数据的重要方法,

通常借助标准工作曲线法、曲线外推法、图解微分法和图解积分法直接或间接获得样品的有关信息。这些处理方法与基础化学分析课程中介绍的相似,本教材不再赘述。

数学方程表示法是对数据进行回归分析,以数学方程式描述变量之间关系的方法。仪器分析实训数据的自变量与因变量之间多呈直线关系,或是经过适当变换后,使之呈现直线关系,因此仪器分析中比较常用的是一元线性回归分析,多采用平均值法和最小二乘法完成。

仪器分析实训和化学分析实验相比,实验数据和信息量要大得多,要注意利用先进的计算机技术进行分析处理,如大家熟悉的 Microsoft Excel、Origin 等系列软件就可以根据一套原始数据,在数据库、公式、函数、图表之间进行数据传递、链接和编辑等操作,从而对原始数据进行汇总列表、数据处理、统计计算、绘制图表、回归分析及验证等。

六、注意事项

(1) 正确记录检测所得的数值。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,检测值必须与测量的准确度相符合,记录全部准确数字和一位欠准数字。

(2) 正确掌握和运用规则。不论是用何种办法进行计算,都必须执行修约规则和运算规则,如用计算器进行计算,也应将计算结果经修约后再记录下来。

(3) 要根据取样的要求,选择相应的量具。例如,“精密称定”指称取质量应准确至所取质量的千分之一,可选用分析天平或半微量分析天平;“称定”指称取质量应准确至所取质量的百分之一;“精密量取”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密度要求。取样量为“约”时,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 5mL、5.0mL 或 5.00mL 时,应分别选用 5~10mL 的量筒、5~10mL 的刻度吸管或 5mL 的移液管进行量取。

第四节 实验成绩的评定

对学生实验成绩的评定,主要考察实验操作和实验报告撰写,具体考虑以下几种因素:①实验预习;②实验基本操作;③实验结果(准确度和精密密度);④实验报告表达;⑤整洁程度等。

应该重视实验能力的培养和考核。实验能力可概括为基本操作能力、分析问

题和解决问题能力、查阅文献资料能力以及总结表达能力等四方面。根据不同阶段和不同实验,训练和考核的侧重点有所不同。

第五节 仪器分析实验室的安全常识

仪器分析实训中,经常使用有腐蚀性的易燃、易爆或有毒的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器,实验过程中也不可避免地用到电、水等。为确保实验的正常进行和人身及设备安全,必须严格遵守实验室的安全规则:

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口,实验完毕须洗手;水、用电后应立即关闭;离开实验室时,应仔细检查水、电、门、窗是否均已关好。

(2) 了解实验室的基本情况,有哪些危险品;关注实验台、洗涤、通风、废液回收、电源、钢瓶等基本设施;了解实验室的灭火细沙和灭火器、淋洗器、洗眼器等。

(3) 使用电气设备时,应特别细心,切不可用潮湿的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不可使用,以免触电。

(4) 使用精密分析仪器时,应严格遵守操作规程,仪器使用完毕后,将仪器设备部分复原,并关闭电源。拔去插头。

(5) 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,使用时均应在通风橱中操作,注意戴上安全手套,佩戴护目镜防止其溅入眼中。

(6) 使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火焰和热源。使用完毕后,将试剂瓶塞好,放在阴凉(通风)处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源上加热,而应用水浴加热。

(7) 储备试剂、试液的瓶上应贴有标签,严禁将非标签上的试剂装入试剂瓶。自试剂瓶中取用试剂后,应立即盖好试剂瓶盖。决不可将已取出的试剂或试液倒回试剂瓶中。

(8) 将温度计或玻璃管插入胶皮管或胶皮塞前,用水或甘油润滑,并用毛巾包好再插,两手不要分得太开,以免折断划伤手。

(9) 加热或进行反应时,不得离开。

(10) 保持水槽清洁,禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽,以免造成下水道堵塞。

(11) 发生事故时,要保持冷静,针对不同的情况采取相应的应急措施,防止事故扩大。

第二章 仪器分析技能实训

第一节 溶出度测定法

一、简述

(1) 溶出度(《中国药典》2010年版二部附录XC)系指活性药物成分从片剂、胶囊剂或颗粒剂等制剂在规定条件下溶出的速率和程度。它是评价药物口服固体制剂质量的一个指标,是一种模拟口服固体制剂在胃肠道中崩解和溶出的体外简易实验方法。

(2) 溶出度测定法是将某种制剂的一定量分别置于溶出度仪的转篮(或溶出杯)中,在 $(37\pm0.5)^{\circ}\text{C}$ 恒温下,在规定的转速、溶出介质中依法操作,在规定的时间内取样并测定其溶出量。

(3) 《中国药典》2010年版收载三种测定方法,第一法为篮法,第二法为桨法,第三法为小杯法。

(4) 除另有规定外,凡检查溶出度的制剂,不再进行崩解时限的检查。

二、仪器与用具

1. 溶出度仪

(1) 仪器的组成。溶出度仪主要由电动机、恒温装置、篮体、篮轴、搅拌桨、溶出杯及杯盖等组成。详见《中国药典》2010年版二部附录XC。

(2) 仪器的装置与使用。按仪器使用说明书及《中国药典》对溶出度的规定进行安装与使用。

(3) 仪器的适用性及性能确认试验。为使药物的溶出度测定结果准确、可靠,应对新安装的溶出度仪按溶出度标准片说明书进行性能确认试验,对已使用过的仪器也应定期(或在出现异常情况时)进行性能确认试验。

(4) 仪器的调试。①检查仪器水平及转动轴的垂直度与偏心率,使用水平仪检查仪器是否处于水平状态;转轴的垂直程度应与容器中心线相吻合,用直角三角板检查转动轴与溶出杯平面的垂直度;检查转篮旋转时与溶出杯的垂直轴在任一点的偏离均不得大于2mm,检查转篮旋转时摆动幅度不得偏离轴心的 $\pm 1.0\text{mm}$;

或检查桨杆旋转时与溶出杯的垂直轴在任一点偏离均不得大于 2mm。②篮轴运转时整套装置应保持平稳，均不能产生明显的晃动或振动（包括仪器装置所放置的环境）。③转速与允差范围：检测仪器的实际转速与其仪器的电子显示数据是否一致，稳速误差不得超过 $\pm 4\%$ 。

2. 取样器

取样器包括注射器（5mL、10mL、15mL、20mL 等合适的注射器）及取样针头。

3. 过滤器

一般常用滤头及滤膜（不同规格，孔径不得大于 0.8mm）。

三、溶出度测定前的准备

（1）测定前，应对仪器装置进行必要的调试。第一法使转篮底部距溶出杯的内底部（ 25 ± 2 ）mm；第二法使桨叶底部距溶出杯的内底部（ 25 ± 2 ）mm；第三法使桨叶底部距溶出杯的内底部（ 15 ± 2 ）mm。

（2）溶出介质的制备。溶出介质要求经脱气处理。可采用的脱气方法：取溶出介质在缓慢搅拌下加热至约 41°C ，并在真空条件下不断搅拌 5min 以上；或采用煮沸、超声、抽滤等；或采用其他有效的除气方法。如果溶出介质为缓冲液，当需要调节 pH，一般调节 pH 至规定 $\text{pH}\pm 0.05$ 之内。

（3）将该品种项下所规定的溶出介质经脱气，并按规定量置于溶出杯中，开启仪器的预置温度，一般应根据室温情况，可稍高 37°C ，以使溶出杯中溶出介质的温度保持在（ 37 ± 0.5 ） $^{\circ}\text{C}$ ，并应使用 0.1 分度的温度计，逐一在溶出杯中测量，6 个溶出杯之间的差异应在 0.5°C 之内。

（4）对滤过和滤材的要求及对滤膜吸附的检查

对滤过的要求：从每个溶出杯内取出规定体积的溶液。应立即用适当的微孔滤膜滤过，自取样至滤过应在 30s 内完成，滤液应澄清。

对滤材的要求：所用滤器和滤膜均应是惰性的，不能明显吸附溶液中的有效成分，亦不能含有能被溶出介质提取的物质而使规定的分析方法受到干扰。

滤膜吸附的检查：实验前，必须进行干扰试验。方法如下：用对照品溶液按规定的方法测定吸光度或响应值，然后用滤膜滤过后再测定吸光度或响应值，滤膜吸附应在 2% 以下。如果滤膜的吸附较大，可以将滤膜在水中煮沸 1h 以上，如果吸附仍很大，应改用其他滤膜或滤材。必要时可将微孔滤膜滤过改为离心操作，取上清液测定。

（5）空胶囊的干扰试验。进行胶囊剂溶出度检查时，应取 6 粒胶囊，尽可能完全除尽内容物（最好是用未使用的同批号胶囊壳），置同一容器中用该品种