

仪 器 分 析

全国医药职业技术教育研究会 组织编写

齐宗韶 主编 胡家炽 主审



全国医药中等职业技术学校教材

仪 器 分 析

全国医药职业技术教育研究会 组织编写

齐宗韶 主编 胡家炽 主审

(京)新登字039号

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析/齐宗韶主编. —北京: 化学工业出版社,
2005.7

全国医药中等职业技术学校教材
ISBN 7-5025-7334-8

I. 仪… II. 齐… III. 药物-仪器分析-专业学
校-教材 IV. TQ460.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 076590 号

全国医药中等职业技术学校教材

仪 器 分 析

全国医药职业技术教育研究会 组织编写

齐宗韶 主编 胡家炽 主审

责任编辑: 余晓捷 孙小芳

文字编辑: 刘莉珺

责任校对: 郑 捷

封面设计: 关 飞

*

化 工 业 出 版 社 出版发行
现代生物技术与医药科技出版中心

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010) 64982530

(010) 64918013

购书传真: (010) 64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

大厂聚鑫印刷有限责任公司印刷

三河市延风装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 13 1/2 字数 320 千字

2005年8月第1版 2005年8月北京第1次印刷

ISBN 7-5025-7334-8

定 价: 26.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

内 容 提 要

本书是全国医药中等职业技术教育系列教材之一。为适应当前职业教育的培养目标，满足中职学生的教学需要，由全国医药职业技术教育研究会组织编写了本套教材。本书按《中华人民共和国药典》（2005年版）一部、二部的内容和药物分析中级工的需要编写，并对比了2000年版药典相关部分的内容，且适当介绍现行美国、英国、日本等国家药典的有关情况。重点编写了电位滴定法、红外分光光度法、高效液相色谱法、气相色谱法和薄层色谱法在药物分析中的应用，适当介绍原子吸收分光光度法和荧光分析法在药物分析工作中的应用。既有理论又有实践，且附有习题。

本书可作为中等职业学校药物分析检验专业的教材，同时可供广大药物分析工作人员参考。

全国医药中等职业技术教育教材 建设委员会委员名单

主任委员 苏怀德 国家食品药品监督管理局

常务副主任委员 王书林 成都中医药大学峨眉学院

副主任委员 (按姓氏笔画排序)

李松涛 山东省药材技工学校

陆国民 上海市医药学校

林锦兴 山东省医药学校

缪立德 湖北省医药学校

顾问 (按姓氏笔画排序)

齐宗韶 广州市医药中等专业学校

路振山 天津市药科中等专业学校

委员 (按姓氏笔画排序)

王质明 江苏省徐州医药中等专业学校

王建新 河南省医药学校

石磊 江西省医药学校

冯维希 江苏省连云港中药学校

刘佳 四川省医药学校

刘效昌 广州市医药中等专业学校

闫丽霞 天津市药科中等专业学校

李光锋 湖南省医药中等专业学校

彭敏 重庆市医药技工学校

董建慧 杭州市医药学校

潘雪 北京市医药器械学校

秘书 (按姓氏笔画排序)

王建萍 上海市医药学校

冯志平 四川省医药学校

张莉 北京市医药器械学校

前　　言

半个世纪以来，我国中等医药职业技术教育一直按中等专业教育（简称为中专）和中等技术教育（简称为中技）分别进行。自20世纪90年代起，国家教育部倡导同一层次的同类教育求同存异。因此，全国医药中等职业技术教育教材建设委员会在原各自教材建设委员会的基础上合并组建，并在全国医药职业技术教育研究会的组织领导下，专门负责医药中职教材建设工作。

鉴于几十年来全国医药中等职业技术教育一直未形成自身的规范化教材，原国家医药管理局科技教育司应各医药院校的要求，履行其指导全国药学教育、为全国药学教育服务的职责，于20世纪80年代中期开始出面组织各校联合编写中职教材。先后组织出版了全国医药中等职业技术教育系列教材60余种，基本上满足了各校对医药中职教材的需求。

为进一步推动全国教育管理体制和教学改革，使人才培养更加适应社会主义建设之需，自20世纪90年代末，中央提倡大力发展战略性新兴产业，包括中等职业技术教育。据此，自2000年起，全国医药职业技术教育研究会组织开展了教学改革交流研讨活动。教材建设更是其中的重要活动内容之一。

几年来，在全国医药职业技术教育研究会的组织协调下，各医药职业技术院校认真学习有关方针政策，齐心协力，已取得丰硕成果。各校一致认为，中等职业技术教育应定位于培养拥护党的基本路线，适应生产、管理、服务第一线需要的德、智、体、美各方面全面发展的技术应用型人才。专业设置必须紧密结合地方经济和社会发展需要，根据市场对各类人才的需求和学校的办学条件，有针对性地调整和设置专业。在课程体系和教学内容方面则要突出职业技术特点，注意实践技能的培养，加强针对性和实用性，基础知识和基本理论以必需够用为度，以讲清概念，强化应用为教学重点。各校先后学习了《中华人民共和国职业分类大典》及医药行业工人技术等级标准等有关职业分类、岗位群及岗位要求的具体规定，并且组织师生深入实际，广泛调研市场的需求和有关职业岗位群对各类从业人员素质、技能、知识等方面的基本要求，针对特定的职业岗位群，设立专业，确定人才培养规格和素质、技能、知识结构，建立技术考核标准、课程标准和课程体系，最后具体编制为专业教学计划以开展教学活动。教材是教学活动中必须使用的基本材料，也是各校办学的必需材料。因此研究会首先组织各学校按国家专业设置要求制订专业教学计划、技术考核标准和课程标准。在完成专业教学计划、技术考核标准和课程标准的制订后，以此作为依据，及时开展了医药中职教材建设的研讨和有组织的编写活动。由于专业教学计划、技术考核标准和课程标准都是从现实职业岗位群的实际需要中归纳出来的，因而研究会组织的教材编写活动就形成了以下特点：

1. 教材内容的范围和深度与相应职业岗位群的要求紧密挂钩，以收录现行适用、成熟规范的现代技术和管理知识为主。因此其实践性、应用性较强，突破了传统教材以理论

知识为主的局限，突出了职业技能特点。

2. 教材编写人员尽量以产学研结合的方式选聘，使其各展所长、互相学习，从而有效地克服了内容脱离实际工作的弊端。

3. 实行主审制，每种教材均邀请精通该专业业务的专家担任主审，以确保业务内容正确无误。

4. 按模块化组织教材体系，各教材之间相互衔接较好，且具有一定的可裁减性和可拼接性。一个专业的全套教材既可以圆满地完成专业教学任务，又可以根据不同的培养目标和地区特点，或市场需求变化供相近专业选用，甚至适应不同层次教学之需。

本套教材主要是针对医药中职教育而组织编写的，它既适用于医药中专、医药技校、职工中专等不同类型教学之需，同时因为中等职业教育主要培养技术操作型人才，所以本套教材也适合于同类岗位群的在职员工培训之用。

现已编写出版的各种医药中职教材虽然由于种种主观因素的限制仍留有诸多遗憾，上述特点在各种教材中体现的程度也参差不齐，但与传统学科型教材相比毕竟前进了一步。紧扣社会职业需求，以实用技术为主，产学研结合，这是医药教材编写上的重大转变。今后的任务是在使用中加以检验，听取各方面的意见及时修订并继续开发新教材以促进其与时俱进、臻于完善。

愿使用本系列教材的每位教师、学生、读者收获丰硕！愿全国医药事业不断发展！

全国医药职业技术教育研究会

2005年6月

编写说明

以教育部 2002 年发布的中等职业学校药剂专业指导性教学方案为指导，按照劳动和社会保障部 2002 年对药剂专业药物分析检验专门化相应职业为药物分析工的规定，结合药品生产营销行业特点，联系药物分析检验实际的需要，全国医药职业技术教育研究会于 2003 年制订了药剂专业药物分析检验专门化的教学计划。按此计划的要求，针对中等职业学校培养药物分析工的需要由全国医药职业技术教育研究会于 2004 年 12 月决定组织编写这本仪器分析教材。本教材在总结吸取全国普通医药中专教材《仪器分析》（1999 年版）使用经验的基础上，充分反映了《中华人民共和国药典》（2000 年版和 2005 年版）的有关规定。适当介绍了美国、英国、日本等国家药典的有关情况，提供了大量的实际药品检验事例，为加强技能训练创造了良好条件。

本教材由齐宗韶（第一、五、七、八章）、张玉华（第二章）、毛依群（第三章）、张宣（第四、六章）和郭福芝（第九章）编写。由广州市药品检验所主任药师胡家帆主审。广州市药品检验所副所长董顺玲给予热情帮助。本教材的实验指导部分为广州市医药中等专业学校和兄弟学校多年教学实践积累形成的材料。为了解决学校仪器设备不足和开设实验的实际困难，特编制了光盘教材，形象生动地反映了主要仪器设备的外观状态、结构原理和重要操作方法。这部分内容由广州市医药中等专业学校黄国稠、李晓静协助编录。电位滴定数据处理系统由陈健勇开发。

本教材引用了有关《中华人民共和国药典》等国家标准中的一些材料，特此致谢！有关图表、数据和实验事例均为本校教师在多年教学过程中积累形成，在此一并致谢！编者水平有限，错漏之处敬请批评指正。

编 者
2005 年 5 月

目 录

第一章 绪论	1
第一节 仪器分析的任务与分类	1
一、仪器分析的任务	1
二、仪器分析的分类	1
第二节 仪器分析的特点与发展趋势	2
一、仪器分析的特点	2
二、仪器分析的发展趋势	2
三、药典中的应用趋势	2
习题	3
第二章 电化学分析法	4
第一节 概述	4
第二节 直接电位法测定 pH	4
一、测定 pH 的电极	4
二、电位法测定溶液 pH	6
第三节 电位滴定法	9
一、电位滴定的装置	9
二、确定终点的方法	9
三、应用实例	12
第四节 永停滴定法	17
一、可逆电对和不可逆电对	17
二、用可逆电对滴定不可逆电对	18
习题	19
第三章 紫外-可见分光光度法	23
第一节 概述	23
一、紫外光的波长范围	23
二、紫外分光光度法	23
三、光的吸收定律	24
四、吸收系数	24
第二节 紫外-可见分光光度计	26
一、主要部件	26
二、分光光度计的光学性能与类型	28
三、紫外分光光度法对溶剂的要求	31
第三节 定性分析方法	32
一、定性鉴别	32
二、杂质限量检查	33

第四节 定量分析方法	34
一、对照品比较法	34
二、吸收系数法	35
三、计算分光光度法	36
四、比色分析法	41
第五节 比色分析法	41
第六节 紫外吸收光谱与有机分子结构关系的简介	42
一、基本原理	42
二、在药物分析中的应用	42
习题	43
第四章 红外分光光度法	46
第一节 概述	46
一、红外光的波长范围	46
二、红外光谱	46
第二节 基本原理	46
一、红外光谱产生的条件	46
二、分子振动形式	47
三、红外吸收谱带的强度	48
四、基团振动频率	49
第三节 红外分光光度计	50
一、色散型红外分光光度计	50
二、傅里叶变换红外分光光度计	50
三、试样的制备	54
第四节 红外分光光度法在药物分析中的应用	55
一、指导原则	56
二、药典应用概况	56
三、应用示例	57
习题	61
第五章 原子吸收分光光度法	64
第一节 概述	64
第二节 基本原理	65
一、原子吸收光谱和共振线	65
二、原子吸光度与原子浓度的关系	65
第三节 原子吸收分光光度计	66
一、光源	66
二、原子化系统	66
三、分光系统	67
四、检测系统	67
五、背景校正系统	68
第四节 定量分析方法	68

一、标准曲线法（第一法）	68
二、标准加入法（第二法）	68
第五节 原子吸收分光光度法在药物分析中的应用	69
一、含量测定	69
二、杂质检查	71
习题	71
第六章 荧光分析法	74
第一节 概述	74
第二节 基本原理	74
一、分子荧光的产生	74
二、荧光激发光谱和发射光谱	75
三、荧光强度与溶液浓度的关系	75
第三节 荧光分光光度计	75
一、激发光源	76
二、单色器	76
三、样品池	76
四、检测器	76
第四节 定性和定量分析	76
一、定性分析	76
二、定量分析	76
三、测定注意事项	77
第五节 荧光分析法在药物分析中的应用	77
一、地高辛片的含量测定	78
二、地高辛片的含量均匀度检查	78
三、荧光分析法测定肝德健胶囊中维生素B ₁ 含量	79
习题	81
第七章 气相色谱法	83
第一节 概述	83
第二节 气相色谱法的基本原理	83
一、基本术语	83
二、分离原理	85
第三节 气相色谱仪	86
一、气流控制系统	87
二、进样系统	87
三、柱分离系统和检测系统	87
四、温度控制系统	90
五、信号记录系统	90
第四节 定性和定量分析方法	90
一、定性分析	91
二、定量分析	91

第五节 气相色谱法在药物分析中的应用	94
一、药酒和酊剂中乙醇含量的测定	94
二、维生素E及其制剂、粉剂、胶丸和注射液的含量测定	95
三、中药材和成方制剂的鉴别和含量测定	97
四、原料药中残留溶剂的检查	98
五、检查异构体的限量	98
六、检查特殊杂质限量	98
七、检查水分	99
习题	99
第八章 高效液相色谱法	103
第一节 概述	103
第二节 基本原理	103
一、液-固吸附色谱	104
二、液-液分配色谱	104
三、分子排阻色谱	105
四、流动相的选用原则	106
第三节 高效液相色谱仪	107
一、高压输液系统	108
二、进样系统	108
三、色谱系统	109
四、检测系统	110
第四节 定性分析和定量分析	111
一、定性分析	111
二、定量分析	111
第五节 高效液相色谱法在药物分析中的应用	112
一、概况	112
二、应用示例	114
习题	123
第九章 薄层色谱法	127
第一节 概述	127
第二节 基本原理	128
一、吸附薄层	128
二、分配薄层	128
第三节 基本操作	129
一、仪器与材料	129
二、操作方法	132
第四节 薄层扫描法简介	136
第五节 薄层色谱法在药物分析中的应用	138
一、含量测定概况	138
二、黄连中盐酸小檗碱的含量测定	139

三、九分散中士的宁的含量测定	140
四、枳实导滞丸中橙皮苷的含量测定	141
习题	142
仪器分析实验指导	145
实验一 酸度计性能的检定和药品 pH 的测定	145
实验二 电位滴定法测定磷酸盐缓冲液的含量	148
实验三 永停滴定法测定磺胺甲噁唑的含量	158
实验四 紫外-可见分光光度计的使用方法和性能检查	161
实验五 硫酸阿托品片的比色测定	167
实验六 药品吸收曲线的绘制和吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) 的测定	168
实验七 紫外分光光度法测定维生素 B ₁₂ 注射液的含量	169
实验八 双波长分光光度法测定复方磺胺甲噁唑片的含量	170
实验九 磺胺嘧啶红外光谱的绘制和识别	173
实验十 原子吸收分光光度法测定复方乳酸钠葡萄糖注射液中氯化钾的含量	175
实验十一 荧光分析法测定地高辛片的含量	181
实验十二 气相色谱法测定维生素 E 的含量	186
实验十三 高效液相色谱法测定头孢拉定胶囊的含量	191
实验十四 薄层色谱法检查有关物质	197
实验十五 薄层色谱法分别鉴别枳实、黄连	198
实验十六 高效液相色谱法测定复方磺胺甲噁唑片的含量	199
参考文献	201

第一章 絮 论

第一节 仪器分析的任务与分类

一、仪器分析的任务

以物质的物理性质和物理化学性质为基础利用精密仪器对物质进行分析测定的学科叫做仪器分析。其任务是对供试品进行定性分析和定量分析，对供试品的存在状态、结构和反应过程进行分析。在药品检验中，用仪器分析法测定药物的物理常数、鉴定药物的真伪，检查药物的纯度和杂质限量、测定药物的含量或效价。《中华人民共和国药典》（2005年版）[以下简称《中国药典》（2005年版）]已将紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、荧光分析法、原子吸收分光光度法、高效液相色谱法、气相色谱法、薄层色谱法、电泳法、pH测定法、电位滴定法与永停滴定法等仪器分析法收载为法定的药品检验方法，并增订了质谱法。美国、英国、日本等国现行药典也都大量使用了仪器分析法。仪器分析法在药物分析中的作用日益重要。仪器分析课是学习药物分析课的重要基础。

二、仪器分析的分类

根据分析原理的不同，通常将仪器分析法分为四类。

1. 光学分析法

这是利用物质的光学性质进行分析的方法。主要有紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、原子吸收分光光度法、荧光分析法、火焰光度法、旋光度测定法等。

2. 色谱分析法

这是利用供试品中各成分在固定相和流动相两相中的吸收、分配、排阻、离子交换等性质的不同而进行分离分析的方法。主要有纸色谱法、薄层色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法、毛细管电泳法和分子排阻色谱法等。

3. 电化学分析法

这是利用物质的电化学性质进行分析的方法。在药品检验工作中主要有 pH 测定法、电位滴定法与永停滴定法等。

4. 其他仪器分析法

这是利用物质的其他性质进行分析的方法，如热分析法、X 射线粉末衍射法、质谱法、放射性物质分析法等。

仪器分析的内容很广，本课程只讲授与药物分析密切相关的仪器分析法，是药检用仪器分析课。根据国家职业标准药物分析工对仪器分析部分应知应会的要求确定本课程的深广度。其主要内容是根据《中国药典》（2005年版）和现行国家药品标准中所使用的仪器分析法，重点讲授电位分析法、紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、薄层色谱法、气相色谱法和高效液相色谱法等，要求学员通过本课程的学习掌握上述药用仪器分析方法的基础理

论、基本知识和基本技能，掌握常用仪器的结构、性能和用法，达到药物分析工的标准，为以后从事药物分析工作奠定基础。

进行药品检验工作必须严格遵守《中国药典》(2005年版)凡例、附录和各品种正文的规定。所用检验设备的基本性能必须符合《全国药品检验机构基本仪器配置标准》的要求，并须定期进行计量性能检定。具体操作方法必须按《中国药品检验标准操作规范》(2005年版)的规定执行。

第二节 仪器分析的特点与发展趋势

一、仪器分析的特点

(1) 取样量少、灵敏度高，适宜于微量和痕量物质的分析，其绝对灵敏度已由 10^{-9} g提高到 10^{-12} g。其相对灵敏度已由 10^{-6} 级(百万分之几)提高到 10^{-9} 级(十亿分之几)，甚至 10^{-12} 级(万亿分之几)。

(2) 自动化程度高，分析速度快，适宜于批量分析和在线分析。

(3) 应用范围广，不仅可用于药物分析，还可用于药物生产过程中的质量分析、用于体内药物的分析；不仅可进行成分分析，还可用以结构分析、反应机理的研究等。

一般来说精密仪器价格昂贵，使用技术比较复杂，普及比较困难。仪器分析法通常都要用对照品校正仪器和进行含量测定。在进行仪器分析之前经常要用化学分离方法对样品进行前处理，特别是复方制剂分析和中药成分分析经常要经预处理后才可进行仪器分析，以消除共存成分的干扰并保证精密仪器的正常运转。可见仪器分析法和化学分析法是相辅相成、互相配合的。

二、仪器分析的发展趋势

目前仪器分析法的主要发展趋势是：

(1) 计算机技术在仪器分析中的应用将更加普遍，智能化的仪器分析法将得到迅速发展。

(2) 联用技术和联用仪器的发展将进一步发挥各种分析方法的效能。例如色谱-质谱联用技术可以解决复杂样品的成分分析和结构测定工作。

总之，仪器分析方法正向着更加灵敏、更加准确、更加快速的方向发展，正从整体分析向微区分析、从破坏试样分析向不损坏试样分析、从实验室分析向遥测分析等方向发展。

三、药典中的应用趋势

各种仪器分析法在《中国药典》(2000年版、2005年版)二部中的应用概况见表1-1(表中数据未统计增补本内容)。

以往药品的法定鉴别方法一直以化学鉴别法为主，现在美英药典已以仪器鉴别法为主。在药品法定的仪器测定方法中分光光度法早已普及，色谱法所占比重日益加大，而分光光度法所占的比重有所减少。各国药典还收载了一些新的仪器分析方法。

《中国药典》(2000年版)已收载了X射线衍射法、热分析法和毛细管电泳法等仪器分析法。《中国药典》(2005年版)新增收了质谱法。美国药典第24版、第25版和第27版收

载有质谱法、核磁共振法、极谱法、热分析法和X射线衍射法等仪器分析法。

表 1-1 仪器分析法在《中国药典》(2000年版、2005年版)二部中的应用概况(品种数)

方 法	鉴 别		检 查		测 定	
	2000 年版	2005 年版	2000 年版	2005 年版	2000 年版	2005 年版
紫外-可见分光光度法	489	546	343	459	361	412
红外分光光度法	510	593	2	2		
气相色谱法	2	3	32	58	9	9
高效液相色谱法	163	484	165	534	272	575
薄层色谱法	196	199	283	276		
原子吸收分光光度法			6	12	3	4
荧光分析法			6	5	3	2
电位滴定法					92	77
永停滴定法					52	43
pH 值测定法	2000 年版 586 种, 2005 年版 684 种					

习 题

- 试述仪器分析的定义。
- 举例说明仪器分析的分类情况。
- 《中国药典》(2005年版)主要应用哪些仪器分析法?
- 药物分析检验专业学员学习仪器分析课的目的是什么?
- 举例说明仪器分析法的特点。
- 举例说明仪器分析法的发展趋势。

第二章 电化学分析法

第一节 概 述

应用电化学原理进行物质成分分析的方法叫做电化学分析法，该法可以分为四种类型：电解法、电导法、电位法和伏安法。我国现行药品质量标准中常用的电化学分析方法有直接电位法测定 pH、电位滴定法和永停滴定法。本章主要介绍这三种方法的常用电极、基本原理、仪器装置、测定方法和在中国药典中的应用实例。

第二节 直接电位法测定 pH

通过测量电极电位直接测出有关离子浓度的方法叫直接电位法。本节介绍直接电位法测定 pH 的方法。《中国药典》(2000 年版)二部中有 586 种药品测定 pH，控制药品的酸碱度。《中国药典》(2005 年版)二部中有 684 种药品测定 pH。

一、测定 pH 的电极

电位法测定溶液的 pH 时，选用 2 支不同的电极插入溶液中构成原电池。1 支为指示电极，其电极电位随溶液中被分析成分子离子浓度的变化而变化。另 1 支为参比电极，其电极电位固定不变。中国药典规定，用电位法测定水溶液的 pH 时，所用的指示电极应是玻璃电极，参比电极应是饱和甘汞电极。

(一) 玻璃电极

1. 构造

常用玻璃电极的构造如图 2-1 所示。

玻璃电极是在一支玻璃管下端接一个特殊材料的玻璃球膜，其膜的厚度约为 0.1mm，膜内盛已知 pH 的缓冲溶液，并含一定浓度的 KCl，在此溶液中插入一根银-氯化银电极作为内参比电极。玻璃电极内阻很高，电极引出线及导线都要高度绝缘，都要有屏蔽隔离罩，以防漏电和静电干扰。

2. 玻璃电极的原理

玻璃电极在使用前必须在水中充分浸泡 24h 以上，浸泡后，玻璃膜表面形成一厚度为 $10^{-4} \sim 10^{-9}$ mm 的水化凝胶层，其中的 Na^+ 可与溶液中的 H^+ 进行交换。



图 2-1 玻璃电极
1—玻璃球膜；2—缓冲溶液；3—银-氯化银电极；4—电极导线；5—玻璃管；6—静电隔离层；7—电极导线；8—高绝缘塑料；9—金属隔离罩；10—高绝缘塑料；11—电极接头

交换达动态平衡时，在膜的两侧就产生电位差，称为膜电位。因为玻璃电极膜内溶液的 pH 是固定的。内参比电极的电位也是固定的，所以玻璃电极的电位