

药学类专业实验教学丛书

药物分析实验与指导

刘文英 主编 姜心如 主审 ● 中国医药科技出版社



-33

1
R914.1-33
LWY

YHOP/28

药学类专业实验教学丛书

药物分析实验与指导

主编 刘文英

主审 姜心如



A0001866



中国医药科技出版社

登记证号：(京)075号

内 容 提 要

本书分为两部分，一为实验与指导篇，主要总结了
中国药科大学药物分析教研室长期以来所积累的教学经
验，精选出各种类型具代表性的26个教学实验，并撰写
了相应的实验指导。二为仪器与技术篇，主要介绍药物
分析实验中特有的11种常用仪器的构造、正确操作、安
装与维护等基本实验技能，以及实验溶剂的回收技术和
生物样本中药物测定的预处理技术。

本书可作为药学类本、专科药物分析实验教学用
书，也可作为从事药品生产、质量控制与研究工作的有
关科技人员的参考书。

药物分析实验与指导

刘文英 主编

中国医药科技出版社 出版
(北京海淀区文慧园北路甲22号)
(邮政编码：100088)

北京市卫顺印刷厂 印刷
全国各地新华书店 经销

开本787×1092mm^{1/32} 印张10^{3/4}

字数 234 千字 印数 1—6000

1993年8月第1版 1993年8月第1次印刷

ISBN 7-5067-0818-3/R·0728

定价：8.00元

中国药科大学
药学类专业实验教学丛书
编写委员会

主任委员 郑梁元

编委 (以姓氏笔划为序)

| | | | |
|-----|-----|-----|-----|
| 王 强 | 王秋娟 | 王莉华 | 方醉敏 |
| 刘文英 | 刘成基 | 刘静涵 | 宋学华 |
| 陆振达 | 钱之玉 | 徐秀兰 | 高金生 |
| 盛以虞 | 屠树滋 | 程永宝 | 蓝琪田 |

序 言

实验教学是培养药学人才的一个重要方面，在整个教学计划中占有很大的比重，也是当前教学中亟需加强的一环。长期以来，我校在抓好理论教学的同时，积累了较为丰富的指导实验的经验，并形成了比较成熟的、完整的实验教材体系。针对目前实验教学资料较少，迫切需要高质量实验教学用书的情况，我校专门组织了一批长期从事教学、实验工作的教师，根据国家教委颁发的《药学专业课程基本要求》的精神，对16门课程的实验教材进行了修订补充，按课程独立成册，每册基本内容包括实验、实验技术和实验指导三部分。

1. 实验部分 根据科学性、先进性和效益性的原则，收录了比较成熟的，基本技能训练效果比较好，又切合课程基本要求的实验若干个，供各校根据自己的特点和条件选用。每一实验都包括目的要求、实验原理、实验步骤、结果处理等内容。

2. 实验技术部分 介绍了与实验有关的技术，包括仪器的基本原理和构造、正确的使用方法、操作要点等，突出强调操作的规范性。

3. 实验指导部分 概述了每一实验的技能训练重点、实验的关键操作、实验注意事项等。为了进一步开拓学生的思路，对实验前的预习工作和实验后应思考的问题，也都有具体要求。

这套实验教学丛书可作为高等医药院校有关课程的本、专科教学参考用书，也可作为本科药学类专业的实验教材。

由于编写出版整套药学教学实验丛书尚属首次，缺乏经验，在内容选择及编写方法上的不妥之处，在所难免。欢迎从事药学教育的同行们批评赐教。

郑 梁 元
于 南 京

前 言

药物分析是一门实践性很强的学科。药物分析实验课是培养学生掌握药品质量控制的基本操作技能，具有基本的科学实验的思路和方法以及优良的科学作风的过程。因此，对药物分析实验课内容的选择，以及对每个实验合理而有效的指导是十分重要的。

为了保证药品的质量，八十年代以来，世界各国药典在收载药品的鉴别、检查和含量测定方面，采用仪器分析技术的药品品种不断增多；另外，对药品质量问题的深入研究也不仅限于药品的生产和贮存过程，还必须了解药物在体内的变化过程。因此，掌握药品质量控制与研究工作中常用仪器的正确使用和生物样本中药物测定前的预处理技术也是十分必要的。

这本《药物分析实验与指导》参考书，是在我校药物分析教研室1980年编写的《南药历届（63~65届、75~79届）药物分析实验内容汇编》、1981年编写的《药物分析实验指导教案（初稿）》和1987年编写的《药物分析操作技术课讲义》的基础上，结合长期以来在教学实践中所积累的经验，精选与增补编写而成。

全书分为实验与指导篇和仪器与技术篇。实验与指导篇围绕原料药物的鉴别、检查、含量测定以及药物的制剂分析等，选择典型的实验，同时兼顾含量测定中容量分析和现代仪器分析类型的代表性，每个实验既有具体实验内容，又有对该实验的指导。前者包括实验的目的要求，实验方法和预

习提要等；后者是针对实验的基本要求，对教师应讲解的要点、实验操作关键及示教项目、实验时间的安排以及实验课中可能出现的问题与处理等提出较具体的指导。仪器与技术篇着重介绍药物分析实验中的常用仪器和特有的基本实验技能，包括纳氏比色管、试砷瓶、马福炉、旋光计、折光计、紫外可见分光光度计、红外分光光度计、薄层自动铺板仪、岛津 CS 系列薄层扫描仪、气相色谱仪、高效液相色谱仪等仪器的构造、正确操作、安装和维护，以及实验溶剂的回收技术和生物样本中药物测定的预处理技术，可作为药学类本、专科学生的实验教材，并供指导实验课的老师及从事药品生产、药品质量控制与研究工作的有关专业人员参阅。

本书编写组由中国药科大学药物分析教研室刘文英，房杏春，梅蓉芬同志组成。实验与指导篇中第一、二、三、五章由刘文英编写，第四章由梅蓉芬编写，第六章由房杏春编写；仪器与技术篇中第一、二章由房杏春编写，第三、四章由刘文英编写。全书经姜心如教授主审，并得到安登魁教授的热心指导，谨致以最诚挚的谢意。对我校药物分析教研室多年来积累有关药物分析实验课教学资料的老师们一并表示感谢。

由于作者能力和水平有限，加之编写时间仓促，书中疏漏错误之处，敬请读者批评指正。

编者

于中国药科大学

1993年3月

目 录

实 验 与 指 导 篇

| | |
|---------------------------------|-----|
| 第一章 绪论 | 1 |
| 一、药品的质量控制与基本操作技能 | 2 |
| 二、药物分析实验课的教与学 | 4 |
| 第二章 药物的鉴别和检查 | 7 |
| 实验一 巴比妥类药物的鉴别和微晶反应 | 7 |
| 实验二 常见磺胺类药物的鉴别和区别 | 13 |
| 实验三 葡萄糖的一般杂质检查 | 23 |
| 实验四 醋酸可的松中其他甾体的检查 | 35 |
| 实验五 某些药物的特殊杂质检查 | 41 |
| 第三章 原料药物的定量分析 | 48 |
| 实验一 乙酰水杨酸的中和滴定法 | 48 |
| 实验二 水杨酸钠的双相滴定法 | 52 |
| 实验三 苯巴比妥的银量分析法 | 56 |
| 实验四 硫酸奎尼丁的非水碱量法 | 60 |
| 实验五 维生素B ₁ 的硅钨酸重量分析法 | 68 |
| 实验六 某些弱酸弱碱性药物的pH吸收度比值法 | 74 |
| 第四章 制剂中药物的定量分析 | 86 |
| 实验一 葡萄糖注射液的旋光法、折光法与快速 分析法 | 86 |
| 实验二 盐酸普鲁卡因注射液的提取容量分析法 | 97 |
| 实验三 复方乙酰水杨酸片中A、P、C的容量分 析法 | 103 |

| | | |
|-----|-------------------------------------|-----|
| 实验四 | 双碘喹啉糖衣片的氧瓶燃烧分析法····· | 115 |
| 实验五 | 银黄注射液中黄芩甙和绿原酸的紫外分光光度法····· | 12 |
| 实验六 | 复方新诺明片中磺胺甲基异噻唑及甲氧苄氨嘧啶的双波长分光光度法····· | 128 |
| 实验七 | 常药降压片中氢氯噻嗪的一阶导数分光光度法····· | 134 |
| 实验八 | 常药降压片中氢氯噻嗪的正交函数分光光度法····· | 142 |
| 实验九 | 合成冰片中龙脑和异龙脑的气相色谱分析法····· | 150 |
| 实验十 | 氯霉素眼药水的高效液相色谱分析法····· | 157 |
| 第五章 | 色谱-光谱联用分析法····· | 165 |
| 实验一 | 洋金花提取物中东莨菪碱的薄层分离-酸性染料比色定量法····· | 165 |
| 实验二 | 两种砂仁挥发油化学组成的气相色谱分析及主要成分的红外光谱鉴定····· | 178 |
| 第六章 | 生物样品中药物的定量分析····· | 191 |
| 实验一 | 人尿中咖啡酸的比色分析法····· | 191 |
| 实验二 | 血浆中利凡诺的荧光分光光度法····· | 195 |
| 实验三 | 兔血清中茶碱的紫外分光光度法和高效液相色谱分析法····· | 198 |

仪 器 与 技 术 篇

| | | |
|-----|-------------------|-----|
| 第一章 | 绪论····· | 206 |
| 第二章 | 药物分析实验中的常用仪器····· | 209 |
| 第一节 | 鉴别、检查用仪器····· | 209 |

| | |
|--------------------------|-----|
| 一、纳氏比色管····· | 209 |
| 二、试砷瓶····· | 210 |
| 三、熔点测定仪····· | 214 |
| 四、马福炉····· | 218 |
| 五、旋光计····· | 220 |
| 六、折光计····· | 225 |
| 第二节 光谱分析用仪器····· | 229 |
| 一、紫外分光光度计····· | 230 |
| 二、红外分光光度计····· | 237 |
| 第三节 色谱分析用仪器····· | 247 |
| 一、薄层自动铺板器····· | 247 |
| 二、CS系列薄层色谱扫描仪····· | 248 |
| 三、气相色谱仪····· | 253 |
| 四、高效液相色谱仪····· | 264 |
| 第四节 电化学分析用仪器····· | 272 |
| 一、离子选择性电极····· | 272 |
| 二、交流示波极谱测定仪····· | 274 |
| 第三章 实验溶剂的回收技术····· | 280 |
| 一、废氯仿液的回收····· | 280 |
| 二、废冰醋酸液的回收····· | 282 |
| 第四章 生物样本中药物测定前的处理技术····· | 285 |
| 一、样品的分离与纯化技术····· | 285 |
| 二、待测组分的浓集技术····· | 310 |
| 三、化学衍生化技术····· | 311 |

实验与指导篇

第一章 绪 论

药物是用于防病、治病和提高机体抵御疾病能力的物质。药物的质量好坏，不但直接影响着治疗与预防的成效，而且密切地关系到人民的健康与生命安全。因此，药物是一种必须保证其质量的特殊商品。

任何一种新药，在小量试制成功以后，应通过一系列的物理和化学试验，以确定该药物的理化性质，然后进行药理试验。经药理试验确认具有一定生理活性并经毒性试验确证安全后，方可进行临床验证。再经临床应用表明疗效确切，毒性与副作用小，这时才能考虑推广使用。一般在工业生产以前，尚须进行放大试制。为了确保医疗效果和用药安全，在正式投产和推广使用之前，厂家必须对该药的生产方法及其理化性质等提出质量标准，并报请卫生主管部门审批，以作为生产上质量控制与药品质量管理的依据。因此，供人们服用的每一种药品通常需经过实验室研制、临床试验、放大生产、供应、调配及成药的临床使用等过程。为了保证用药的安全、合理和有效，必须在上述各过程中全面地控制药品的质量。

药物分析学科就是运用经典化学分析和现代分离分析技术研究药物及其制剂的质量的一门综合性的应用学科。因此，

药物分析课程是药学类专业教学计划中必不可少的主要专业课程之一。通过本门课程的学习，培养学生具有全面控制药品质量的观念，以及相应的基础知识和基本技能。

一、药品的质量控制与基本操作技能

1. 药品生产与质量的管理

为了确保药物的质量,加强对药品的生产与质量的管理,我国于1985年7月1日起实施《中华人民共和国药品管理法》。该法第二十三条规定:“国务院卫生行政部门颁布的《中华人民共和国药典》和药品标准为国家药品标准”。药品的质量标准,是检查、检验药品质量的技术性法规。凡经国家批准同意生产的药品,都应有其法定的质量标准。不符合质量标准的药品均不准出厂,不准销售,不准使用。制造与供应不合药典与药品质量标准的药品是犯法的行为,一旦发现,应立即停止使用,回收处理。也就是说,药品质量的裁定,以及药品发生质量问题时,都应以药品质量标准作为衡量的尺度和处理的依据,从而保持药品质量的稳定性和一致性。

2. 现行的药品质量标准

《中华人民共和国药典》(国家药典)、卫生部药品标准(简称部颁标准)、各省、直辖市、自治区药品标准(地方标准)是我国现行的三级法定药品质量标准,具有法律的约束力。

通常,国家药典收载疗效确切、使用广泛、能批量生产、质量水平较高、并有合理的质量控制手段的药品;部颁标准收载疗效较好、在国内广泛应用、准备今后过渡到药典的品种,而有一部分品种并不准备上升到药典,只因国内有多处生产,需要统一质量标准,以便共同执行,尚有少数为从药典降为部颁标准的品种;地方标准则收载各地区使用较广、

疗效较好、生产稳定的药品或某些地方性药品。

除了三种法定药品质量标准之外，还有临床药品质量标准和生产企业内控标准。

制订临床药品质量标准是为了使临床试验的药品与实验室研究时的药品和今后放大投产后的药品，以及提供临床试验用的各批药品之间的质量水平相一致，从而保证临床用药的安全和临床结论的可靠。该标准只供研制单位与临床单位使用。

生产企业内控标准是生产企业在执行法定质量标准的同时所制订的内部质量标准。通常这些内控标准中的质量指标和检测项目较法定的质量标准为高，以保证其产品具有较强的竞争能力。内控标准一般包括正式产品的企业内控标准，中间体、半成品、副产品的质量标准和原辅料、包装材料质量标准，工艺用水质量标准等。

药品质量标准的不断完善和严格执行是做好药品质量控制工作的重要保证。

3. 药物分析工作者必须具有过硬的基本操作技能

根据药品质量标准规定，评价一个药物的质量一般包括鉴别、检查与含量测定三个方面。药物的鉴别是依据药物的化学结构与理化性质进行某些化学反应或测试某些物理常数，来判断药物的真伪；检查主要是对生产或贮存过程中可能产生或掺入的杂质，按照药品质量标准规定项目进行检查，判断药物的纯度是否符合限量规定要求；含量测定一般采用化学分析方法或理化分析方法以测定有效成分的含量，从而确定药物的含量是否符合规定的标准。判断一个药物的质量是否符合要求，必须全面考虑鉴别、检查与含量测定三者的检验结果。

药品检验完毕，应写出检验报告，并根据检验结果作出明确的结论。结论应包括：药品名称、制剂规格以及是否符合某质量标准的规定等；对不符合规定的药品还应提出处理意见，供有关部门参考。

药品检验工作主要由国家设立的专门负责药品检验的法定机构——各级药品检验所和药厂、医药公司以及医院等单位中的质检部门来完成。因此，各单位中的药物分析工作者肩负着重任。为了保证药品检验工作的质量，药物分析工作者必须具有过硬的基本操作技能。

药物分析工作者不仅由药物分析专业来培养，其他各药类专业毕业的毕业生也可能从事药物的质量控制与研究工作。即使不直接参与药品检验的药学工作者，也应具有药品全面质量控制的观念，才有利于把本专业的工作做好。有些专业的深入研究工作也离不开药物分析的基础知识和基本操作技能。

二、药物分析实验课的教与学

高等医药院校是培养药物分析工作者的主要基地。为了向社会输送合格的药学人才，教师必须认真组织好教学的各个环节，使学生具有全面控制药品质量的观念，以及相应的基础知识和基本技能。

过硬的基本操作技能是进行药品全面质量控制与研究的基本条件，过硬的基本操作技能也是使药品质量标准真正符合法规要求的必要条件。否则会使合格的产品被误认为“不合格”，给生产单位造成不必要的损失，或者使不合格的产品被误认为“合格”，则危害更大。

药物分析实验课正是培养学生掌握好基本操作技能的重

要教学环节。学生在校期间经过了药物分析基础理论的学习和基本操作技能的严格训练，从而获得检验和研究药品质量的基本思路和方法，为今后做好药品质量的控制和提高工作打下坚实的基础。

长期的教学实践表明，药物分析实验课教学内容的精心选择与安排、教师的积极主动和认真负责的教风以及学生刻苦扎实的学风，是培养学生掌握好基本实验技能的关键。

实验课由于受到学时的限制，内容的选择一般应考虑代表性，包括鉴别、检查、含量测定的各个方面；含量测定中原料药、制剂、复方制剂分析的实例；以及容量分析和仪器分析方法的多种类型。学生通过药物分析实验课教学的全过程，能了解到药品质量控制的全貌。

实验内容的安排可在一个实验室安排一个内容，若实验仪器数量有限，也可以在一个实验室同时安排若干个内容，使学生能多动手，多实践。

教师要教好学生，首先自己要练好基本功，具有过硬的基本操作技能，并做到全身心地投入教学工作。认真备课，明确每个实验的指导重点。课堂上对待学生既严格要求，又耐心指导，一丝不苟地培养学生的科学作风；引导学生在实验过程中理论联系实际，用所学的知识解释实验现象，并研究实验中可能出现的问题。教师在教学过程中不断研究和改进教学方法，使学生在有限的实验课时间内，掌握好每一个基本操作，得出准确的每一个实验数据，作出正确的判断结论。

教师在教书的同时应力求做好育人的工作，要求学生珍惜学习机会，刻苦钻研，一步一个脚印地学。做到进入实验室心中有数，实验过程中既动手又勤思考，真正掌握好每个

实验的基本原理、实验操作关键和各个基本操作技能，并有意地培养自己分析问题和解决问题的能力。

编写这本《药物分析实验与指导》，正是为了与广大药学类专业师生和药物分析工作者共同交流与探讨教学经验，以利于今后进一步充实教学内容，搞好教学工作，培养和造就出一批又一批合格的药学工作者。