



全国医药职业教育药学类规划教材

QUANGUO YIYAO ZHIYE JIAOYU YAOXUELEI GUIHUA JIAOCAI

(供高职高专使用)

● 药物分析实验

YAOWU FENXI
SHIYAN

主编 陈文娟



中国医药科技出版社

全国医药职业教育药学类规划教材

药物分析实验

(供高职高专使用)

主 编 陈文娟

副主编 程伟青

编 者 (以姓氏笔画为序)

刘 灿 (中国药科大学高等职业技术学院)

陈文娟 (福建生物工程职业技术学院)

俞松林 (浙江医药高等专科学校)

程伟青 (福建生物工程职业技术学院)

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书是全国医药职业教育药学类规划教材之一,依照教育部〔2006〕16号文件要求,结合我国高职教育的发展特点,根据《药物分析实验》教学大纲的基本要求和课程特点编写而成。本书分为药物的鉴别实验、药物的杂质检查、药物的验证性实验、药物制剂的常规检查和综合性实验五部分。本书可供医药高职院校药学类专业学生使用,也可作为有关专业夜大、职大、函授等成人教育的教材和其他医药人员的参考资料。

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实验/陈文娟主编. —北京:中国医药科技出版社, 2008.5

全国医药职业教育药学类规划教材

ISBN 978 - 7 - 5067 - 3888 - 0

I. 药… II. 陈… III. 药物分析—实验—高等学校:技术学校—教材 IV. R917 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 071592 号

美术编辑 陈君杞

版式设计 郭小平

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号

邮编 100082

电话 发行:010-62227427 邮购:010-62236938

网址 www.cspyp.cn

规格 787×1092mm¹/₁₆

印张 7¹/₄

字数 164 千字

印数 3001—6000

版次 2008 年 6 月第 1 版

印次 2009 年 6 月第 2 次印刷

印刷 廊坊市海翔印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978 - 7 - 5067 - 3888 - 0

定价 13.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

全国医药职业教育药学类规划教材

编写说明

随着我国医药职业教育的迅速发展,医药院校对具有职业教育特色药学类教材的需求也日益迫切,根据国发〔2005〕35号《国务院关于大力发展职业教育的决定》文件和教育部〔2006〕16号文件精神,在教育部、国家食品药品监督管理局、教育部高职高专药品类专业教学指导委员会的指导之下,我们在对全国药学职业教育情况调研的基础上,于2007年7月组织成立了全国医药职业教育药学类规划教材建设委员会,并立即开展了全国医药职业教育药学类规划教材的组织、规划和编写工作。在全国20多所医药院校的大力支持和积极参与下,共确定78种教材作为首轮建设科目,其中高职类规划教材52种,中职类规划教材26种。

在百余位专家、教师和中国医药科技出版社的团结协作、共同努力之下,这套“以人才市场需求为导向,以技能培养为核心,以职业教育人才培养必需知识体系为要素、统一规范科学并符合我国医药事业发展需要”的医药职业教育药学类规划教材终于面世了。

这套教材在调研和总结其他相关教材质量和使用情况的基础上,在编写过程中进一步突出了以下编写特点和原则:①确定了“市场需求→岗位特点→技能需求→课程体系→课程内容→知识模块构建”的指导思想;②树立了以培养能够适应医药行业生产、建设、管理、服务第一线的应用型技术人才为根本任务的编写目标;③体现了理论知识适度、技术应用能力强、知识面宽、综合素质较

高的编写特点。④高职教材和中职教材分别具备“以岗位群技能素质培养为基础，具备适度理论知识深度”和“岗位技能培养为基础，适度拓宽岗位群技能”的特点。

同时，由于我们组织了全国设有药学职业教育的大多数院校的大批教师参加编写工作，强调精品课程带头人、教学一线骨干教师牵头参与编写工作，从而使这套教材能够在较短的时间内以较高的质量出版，以适应我国医药职业教育发展的需要。

根据教育部、国家食品药品监督管理局的相关要求，我们还将组织开展这套教材的修订、评优及配套教材（习题集、学习指导）的编写工作，竭诚欢迎广大教师、学生对这套教材提出宝贵意见。

全国医药职业教育药学类

规划教材建设委员会

2008年5月

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，是一门实践性、应用性很强的方法学科。药物分析实验是培养学生运用各种科学的方法、分析技术，研究和检验药物质量、进行药品质量标准的制定以及分析方法评价的实践性课程，是药物分析课程教学中的一个重要环节。

本教材根据全国医药职业教育药学类规划教材建设委员会关于教材编写的指导思想，针对全国职业技术教育高等专科药学及相关专业的业务培养目标和专业人才培养的需要，以全国医药职业教育药学类规划教材和中国药品检验标准操作规范等为基础，根据理论课授课内容，结合药品检验工作的实际情况，编写了本教材。

全教材主要内容包括七个部分。第一部分为绪论，主要介绍实验目的、实验要求、实验室安全规定、专业术语及有关规定。第二部分为药物的鉴别实验，包括药物的一般鉴别试验和专属鉴别试验。第三部分为药物的杂质检查，包括药物的一般杂质检查和特殊杂质检查。第四部分为药物的验证性实验，共编写了十一个。设置上根据理论课授课次序，选择各章典型药物的质量分析方法作为实验内容。第五部分为药物制剂的常规检查，主要针对片剂的崩解时限、含量均匀度、溶出度以及注射剂的装量差异和可见异物进行检查。其他的常规检查在第四部分药物的验证性实验中也有涉及。第六部分为综合性实验，共编写了十一个。第七部分为附录，主要为实验中涉及的一些药品检查的原始记录表等。具体实验方法及规则等内容主要选自《中国药典》2005年版附录，药品检查的原始记录表可供实际教学中参考。

本教材在编写时始终贯彻加强学生对理论课程基础知识的理解与掌握，以及基本技能与药品检验实际工作的紧密结合。在实验内容上较多地设置了各种分析情况的比较，例如原料药与制剂分析内容、分析方法的比较；同一药品不同分析方法的比较；同类药物不同品种药品的分析方法比较等。另外书中仅给出实验所用试剂，但没有给出相应试液等的配制，建议教师根据实际教学情况，安排学生自己查找《中国药典》2005年版附录中有关试液等项的配制内容，并参与实验准备工作，以培养学生独立完成整个实验内容的能力。

在本教材编写中，各位参编老师付出了大量的心血与劳动。其中，刘灿老师负责编写了第四篇内容；俞松林老师负责编写了第一篇内容；程伟青老

师负责编写了第三篇中实训十至实训十五以及第五篇中实训二十五至实训三十一的内容。

此外，本教材在编写过程中得到各编委所在院校领导大力支持；在讨论教材编写大纲以及教材初稿修改时，福建生物工程职业技术学院于沙蔚教授及罗明可老师提出了宝贵意见。在此一并表示衷心的感谢！由于编者的水平和能力有限，书中难免有疏漏、不妥之处，恳请读者批评指正。

编 者
2008 年 3 月

目 录

绪论	(1)
实验目的	(1)
实验要求	(1)
实验室安全规定	(2)
专用术语及有关规定	(4)
第一篇 药物的鉴别实验	(7)
实验一 药物的一般鉴别试验	(7)
实验二 药物的专属鉴别试验	(10)
第二篇 药物的杂质检查	(12)
实验三 药物的一般杂质检查	(12)
实验四 药物的特殊杂质检查	(19)
第三篇 药物的验证性实验	(21)
实验五 注射用苯巴比妥钠的分析	(21)
实验六 阿司匹林肠溶片的分析	(24)
实验七 盐酸普鲁卡因注射液的分析	(27)
实验八 对乙酰氨基酚片的分析	(29)
实验九 盐酸异丙嗪注射液的分析	(31)
实验十 非水滴定法测定氢溴酸山莨菪碱	(33)
实验十一 荧光法测定利血平片的含量	(35)
实验十二 维生素 E 胶丸的含量测定	(38)
实验十三 维生素 C 片的含量测定	(41)
实验十四 醋酸地塞米松乳膏的分析	(43)
实验十五 注射用青霉素钠的分析	(45)
第四篇 药物制剂的常规检查	(48)
实验十六 硫酸亚铁片崩解时限的检查	(48)
实验十七 苯巴比妥片含量均匀度的检查	(50)
实验十八 甲硝唑片溶出度的测定	(52)
实验十九 注射用对氨基水杨酸钠装量差异的检查	(54)

实验二十	维生素 C 注射液可见异物的检查	(55)
------	------------------------	--------

第五篇 综合性实验

(57)

实验二十一	GC 法测定地塞米松磷酸钠中有机溶剂残留量	(57)
实验二十二	原子吸收分光光度法测定药物的含量	(61)
实验二十三	薄层色谱扫描法测定健脾丸的含量	(63)
实验二十四	氧瓶燃烧法测定含碘药物的含量	(65)
实验二十五	复方磺胺甲噁唑片的含量测定	(68)
实验二十六	HPLC 法测定复方炔诺孕酮片	(71)
实验二十七	复方对乙酰氨基酚片的含量测定	(73)
实验二十八	葡萄糖氯化钠注射液的质量控制	(76)
实验二十九	HPLC 法测定对乙酰氨基酚的血药浓度	(79)
实验三十	LC - RF 法测定缬沙坦的血药浓度	(81)
实验三十一	LC - MS 法测定血浆中格列吡嗪的浓度	(84)

附录

(87)

附表 1	一般杂质检查原始记录	(87)
附表 2	pH、酸碱度测定原始记录	(88)
附表 3	相对密度测定原始记录	(89)
附表 4	折光率测定原始记录	(90)
附表 5	旋光度测定法实验原始记录	(91)
附表 6	紫外分光光度 (比色) 法实验记录	(92)
附表 7	崩解时限检查原始记录	(93)
附表 8	溶出度、释放度检查实验记录	(94)
附表 9	原料药及注射用无菌粉末澄明度、澄清度、颜色检查记录	(95)
附表 10	干燥失重、炽灼残渣检查记录	(96)
附表 11	重 (装) 量差异检查原始记录	(97)
附表 12	滴定液标定原始记录	(98)
附表 13	电位滴定实验原始记录	(99)
附表 14	薄层色谱原始记录	(100)
附表 15	气相色谱分析实验原始记录	(101)
附表 16	液相色谱分析实验原始记录	(102)
附表 17	红外光谱实验原始记录	(103)

参考文献

(104)

结 论

实 验 目 的

药品是用于预防、治疗、诊断人的疾病，有目的地调节人的生理功能并规定有适应证和用法用量的物质，是一种特殊商品。药品质量的好坏直接关系到用药的安全、有效，关系到人的健康与生命安全。因此，为了确保用药的安全、合理、有效，必须从药品的研制、生产、经营以及临床使用等过程全面控制药品的质量。

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，是根据药物理化性质及其结构，研究药物及其各种制剂的组成、真伪鉴别、纯度检查、有效成分含量测定的一门综合性应用学科。在药品的研制、生产、供应和临床使用等过程中担负着重要的质量控制任务。同时，药物分析又是一门实践性很强的方法学科。药物分析实验是运用各种科学的方法、分析技术，研究和检验药物质量，进行药品质量标准的制定以及分析方法评价的实践性课程，是药物分析课程教学中不可缺少的组成部分，是整个教学过程中的一个重要环节。

药物分析实验课程旨在培养学生熟练的分析操作技能，理论联系实际学风，严谨、科学的工作作风和对事业的高度责任心。通过基本操作训练，使学生能综合运用所学的化学、生物、药学的知识，掌握解决药品质量问题的规律和方法，获得较强的从事药品质量控制工作的能力，正确掌握药物常用法定方法及规范化操作技术，熟悉常用分析仪器的正确使用，为从事药品质量研究与检验、新药研究开发、临床药物分析等工作奠定坚实的基础。

实 验 要 求

药物分析实验课是培养学生掌握基本操作技能的重要教学环节。掌握基本技能的关键在于“三严”，即严肃的态度、严密的方法和严格的要求。因此，要求学生珍惜实验训练机会，在实验过程中勤动手，勤思考。为提高实验课教学效率，必须做到如下几点：

1. 课前做好预习。明确该次实验的目的要求，弄清原理及操作要点，考虑实验中必须注意的事项、实验的顺序、所需的仪器及必要的准备。每次实验课应有准备地接受指导教师的提问。

2. 要准备一个实验记录本，在对药物进行分析时，应将全部数据准确及时地用钢笔记录于记录本上，决不允许记于小纸条上或实验讲义上甚至手掌上。原始记录是实验报告的组成部分，尊重实验原始记录是必要的科学作风，绝不允许将记录本内任何数据擅自涂改，如系写错，仅能以钢笔将写错处划去（但要求能看清原来数据），再重写一次。绝不

允许伪造或估计一个数据,两次结果不能做依据时,应重新测定一次。实验完毕,应写出实验报告,并根据检验结果作出明确的结论。

3. 在实验中切实严格遵守操作规程,按老师的指导注意基本的规范操作与实验现象的观察分析。

4. 实验课不得随便旷课或相互调课,实验期间不得擅自离开实验室,有急事必须经指导老师同意后方可离开。

5. 实验时应避免试剂污染,试剂瓶盖错盖,或不随手加盖的现象发生。当不慎发生试剂污染时,应抱负责的态度及时处理。

6. 爱护公物,移物归位,节约水电,公用药品试剂或仪器用后应及时归位,仪器用后应洗净,破损仪器要及时登记。

7. 实验期间确保安全,经常注意防火、防爆。

8. 实验完毕做好各自实验台的清洁工作,值日生应做好实验室的卫生清洁工作和检查水、电、门、窗等安全事宜。

实验室安全规定

在化学实验中,经常使用各种化学药品和仪器设备,以及水、电,还会经常遇到高温、低温、高压、真空、高频和带有辐射源的实验条件和仪器,若缺乏必要的安全防护知识,会造成生命和财产的巨大损失。因此实验室必须按环境 (Environment)、健康 (Health)、安全 (Safety) (缩写 EHS) 的要求,加强安全管理。

1. 一般规定

(1) 穿着规定 进入实验室,必须按规定穿戴必要的工作服。进行危害物质、挥发性有机溶剂、特定化学物质或其他环保局所列管制性化学物质等化学药品操作实验或研究,必须要穿戴防护器具(防护口罩、防护手套、防护眼镜)。需将长发及松散衣服妥善固定,禁止穿凉鞋或者脚部暴露的鞋子进行实验操作,要穿着球鞋或者其他更有保护性的鞋子(能防滑、防静电、防止实验溶液溅伤)。操作高温的实验,必须戴防高温手套。

(2) 饮食规定 严禁在实验室内吃东西、喝饮料、嚼口香糖、化妆、吃药等行为。使用化学药品后需先洗净双手方能进食。食物禁止储藏在储有化学药品的冰箱、冰柜或者储藏柜中。

(3) 操作规定 使用挥发性有机溶剂、强酸强碱性、高腐蚀性、有毒性的药品应在通风柜或者吸风口下进行操作。有机溶剂,固体化学药品,酸、碱化合物均需分开存放,挥发性的化学药品需密闭保存,如果有条件的话,需要置于有抽气装置的药品柜中。避免独自一人在实验室做危险实验。请将废弃溶液、药品或者试剂、废弃物标示清楚,并于指定位置存放。试剂、药品使用后的废液或者废弃物严禁倒入水槽或水沟,应收集于专用容器中。

(4) 用电安全规定 实验室内的电气设备的安装和使用管理,必须符合安全用电管理规定。实验室内不得使用明火取暖,严禁抽烟。必须使用明火实验的场所,须经批准后,才能使用。手上有水或潮湿请勿接触电器用品或电器设备,严禁使用水槽旁的电器插

座（防止漏电或感电）。

（5）压力容器安全规定 气瓶应专瓶专用，不能随意改装其他种类的气体。气瓶内气体不可用尽，以防倒灌。开启气门时应站在气压表的一侧，不准将头或身体对准气瓶总阀，以防万一阀门或气压表冲出伤人。

（6）环境卫生 实验室应注重环境卫生，并须保持整洁。为减少尘埃飞扬，洒扫工作应于课前或课后进行。有盖垃圾桶应常清除消毒以保持环境清洁。垃圾清除及处理必须合乎卫生要求，应在指定处所倾倒，不得任意倾倒、堆积影响环境卫生。凡有毒性或易燃之垃圾废物，均应特别处理，以防火灾或有害人体健康。垃圾或废物不得堆积于操作地区或办公室内。窗面及照明器具透光部分均需保持清洁。保持所有走廊、楼梯通行无阻。油类或化学物溢满地面或工作台时应立即擦拭冲洗干净。工业消防用水应与饮用水区分并分别放于一定处所。

2. 安全防护

（1）防火 防止煤气管、煤气灯漏气，使用煤气后一定要把阀门关好。乙醚、酒精、丙酮、二硫化碳、苯等有机溶剂易燃，切不可倒入下水道，以免集聚引起火灾。要注意金属钠、钾、铝粉、电石、黄磷以及金属氢化物的使用和存放，尤其不宜与水直接接触。万一着火，应冷静判断情况，采取适当措施灭火；可根据不同情况，选用水、沙、泡沫、 CO_2 或 CCl_4 灭火器灭火。

（2）防爆措施 化学药品的爆炸分为支链爆炸和热爆炸。氢、乙烯、乙炔、苯、乙醇、乙醚、丙酮、乙酸乙酯、一氧化碳、水煤气和氨气等可燃性气体与空气混合至爆炸极限，一旦有热源诱发，极易发生支链爆炸；氧化物、高氯酸盐、叠氮铅、乙炔铜、三硝基甲苯等易爆物质，受震或受热可能发生热爆炸。防止支链爆炸，主要是防止可燃性气体或蒸气散失在室内空气中，保持室内通风良好。当大量使用可燃性气体时，应严禁使用明火和可能产生电火花的电器。预防热爆炸，强氧化剂和强还原剂必须分开存放，使用时轻拿轻放，远离热源。

（3）防灼伤 除了高温以外，液氮、强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、醋酸等物质都会灼伤皮肤；应注意不要让皮肤与之接触，尤其防止溅入眼中。

（4）防辐射 化学实验室的辐射，主要是指 X - 射线，长期反复接受 X - 射线照射，会导致疲倦、记忆力减退、头痛、白血球降低等。防护的方法就是避免身体各部位（尤其是头部）直接受到 X - 射线照射，操作时需要屏蔽，屏蔽物常用铅、铅玻璃等。

3. “三废”处理

（1）废气 产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行。通过排风设备将少量毒气排到室外。产生大量有毒气体的实验必须具备吸收或处理装置。

（2）废渣 少量有毒的废渣应送交环保部门处理，焚烧或者深埋。

（3）废液 对于废酸液，可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤，然后加碱中和，调 pH6 ~ 8 后可排出，少量废渣埋于地下。对于剧毒废液，必须采取相应的措施，消除毒害作用后再进行处理。实验室内大量使用的冷凝用水，无污染可直接排放。洗刷产生的废水，污染不大，可排入下水道。酸、碱、盐水溶液用后均倒入酸、碱盐污水桶，经中和后排入下水道。有机溶剂回收于废有机溶剂桶中，加盖密封。重金属离子用沉淀法等集中

处理。

4. 实验室伤害的预处理

(1) 普通伤口 以生理盐水清洗伤口，以胶布固定。

(2) 烧烫（灼）伤 以冷水冲洗 15 ~ 30min，散热止痛后以生理盐水擦拭（勿以药膏、牙膏、酱油涂抹或以纱布盖住），紧急送至诊所，严重烧烫伤者需送至医院进行处理。（注意：水泡不可自行刺破）

(3) 化学药物灼伤 以大量清水冲洗，用消毒纱布或消毒过的布块覆盖伤口，并紧急送至诊所，严重灼伤者需送至医院进行处理。

专用术语及有关规定

1. 鉴别项下规定的试验方法，仅反映该药品某些物理、化学或生物学等性质的特征，不完全代表对该药品化学结构的确证。

2. 检查项下包括反映药品的安全性与有效性的试验方法和限度、均一性与纯度等制备工艺要求等内容；对于规定中的各种杂质检查项目，系指该药品在按既定工艺进行生产和正常贮藏过程中可能含有或产生并需要控制的杂质（如残留溶剂、有关物质等）；改变生产工艺时需另考虑增修订有关项目。

供直接分装成注射用无菌粉末的原料药，应按照注射剂项下相应的要求进行检查，并应符合规定。

各类制剂，除另有规定外，均应符合各制剂通则项下有关的各项规定。

3. 制剂的规格，系指每一支、片或其他每一个单位制剂中含有主药的重量（或效价）或含量（%）或装量。注射液项下，如为“1ml : 10mg”，系指 1ml 中含有主药 10mg；对于列有处方或标有浓度的制剂，也可同时规定装量规格。

4. 贮藏项下的规定，系对药品贮存与保管的基本要求，以表绪 - 1 所列名词术语表示。

表绪 - 1 贮藏项下名词术语说明

名 词	说 明
遮 光	系指用不透光的容器包装，例如棕色容器或黑纸包裹的无色透明、半透明容器
密 闭	系指将容器密闭，以防止尘土及异物进入
密 封	系指将容器密封以防止风化、吸潮、挥发或异物进入
熔封或严封	系指将容器熔封或用适宜的材料严封，以防止空气与水分的侵入并防止污染
阴凉处	系指不超过 20℃
凉暗处	系指避光并不超过 20℃
冷 处	系指 2 ~ 10℃
常 温	系指 10 ~ 30℃

5. 标准中规定的各种纯度和限度数值以及制剂的重（装）量差异，系包括上限和下

限两个数值本身及中间数值。规定的这些数值不论是百分数还是绝对数字，其最后一位数字都是有效位。

试验结果在运算过程中，可比规定的有效数字多保留一位数，而后根据有效数字的修约规则进舍至规定有效位。计算所得的最后数值或测定读数值均可按修约规则进舍至规定的有效位，取此数值与标准中规定的限度数值比较，以判断是否符合规定的限度。

6. 原料药的含量(%)，除另有注明者外，均按重量计。如规定上限为100%以上时，系指用药典规定的分析方法测定时可能达到的数值，它为药典规定的限度或允许偏差，并非真实含有量；如未规定上限时，系指不超过101.0%。

制剂的含量限度范围，系根据主药含量的多少、测定方法、生产过程和贮存期间可能产生的偏差或变化而制定的，生产中应按标示量100%投料。如已知某一成分在生产或贮存期间含量降低，生产时可适当增加投料量，以保证在有效期（或使用期限）内含量能符合规定。

7. 标准品、对照品系指用于鉴别、检查、含量测定的标准物质。标准品与对照品（不包括色谱用的内标物质）均由国家药品监督管理部门指定的单位制备、标定和供应。标准品系指用于生物检定、抗生素或生化药品中含量或效价测定的标准物质，按效价单位（或克）计，以国际标准品进行标定；对照品除另有规定外，均按干燥品（或无水物）进行计算后使用。

标准品与对照品的建立或变更其原有的活性成分和含量，应与原标准品、对照品或国际标准品进行对比，并经过协作标定和一定的工作程序进行技术审定。

标准品与对照品均应附有使用说明书，标明质量要求（包括水分等）、使用期限和装量等。

8. 《中国药典》2005年版使用的滴定液和试液的浓度，以mol/L（摩尔/升）表示者，其浓度要求精密标定的滴定液用“XXX滴定液（YYYmol/L）”表示；作其他用途不需精密标定其浓度时，用“YYYmol/L XXX溶液”表示，以示区别。

9. 温度以摄氏度（℃）表示，相关温度名词术语如表绪-2所示。

表绪-2 相关温度名词术语说明

名 词	说 明
水浴温度	除另有规定外，均指98~100℃
热 水	系指70~80℃
微温或温水	系指40~50℃
室 温	系指10~30℃
冷 水	系指2~10℃
冰 浴	系指约0℃
放 冷	系指放冷至室温

10. 液体的滴, 系在 20℃ 时, 以 1.0ml 水为 20 滴进行换算。

11. 溶液后标示的“(1→10)”等符号, 系指固体溶质 1.0g 或液体溶质 1.0ml 加溶剂使成 10ml 的溶液; 未指明用何种溶剂时, 均系指水溶液; 两种或两种以上液体的混合物, 名称间用半字线“-”隔开, 其后括号内所示的“:”符号, 系指各液体混合时的体积(重量)比例。

12. 乙醇未指明浓度时, 均系指 95% (ml/ml) 的乙醇。

13. 试验中供试品与试药等“称重”或“量取”的量, 均以阿拉伯数码表示, 其精确度可根据数值的有效数位来确定, 如称取“0.1g”, 系指称取重量可为 0.06 ~ 0.14g; 称取“2g”, 系指称取重量可为 1.5 ~ 2.5g; 称取“2.0g”, 系指称取重量可为 1.95 ~ 2.05g; 称取“2.00g”, 系指称取重量可为 1.995 ~ 2.005g。

相关取样量的名词术语说明如表绪-3 所示。

表绪-3 取样量名词术语说明

名 词	说 明
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
量 取	系指可用量筒或按照量取体积的有效数位选用量具
约	系指取用量不得超过规定量的 $\pm 10\%$

14. 恒重, 除另有规定外, 系指供试品连续两次干燥或炽灼后称重的差异在 0.3mg 以下的重量; 干燥至恒重的第二次及以后各次称重均应在规定条件下继续干燥 1h 后进行; 炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼 30min 后进行。

15. 试验中规定“按干燥品(或无水物, 或无溶剂)计算”时, 除另有规定外, 应取未经干燥(或未去水, 或未去溶剂)的供试品进行试验, 并将计算中的取用量按检查项下测得的干燥失重(或水分, 或溶剂)扣除。

16. 试验中的“空白试验”, 系指在不加供试品或以等量溶剂替代供试液的情况下, 按同法操作所得的结果; 含量测定中的“并将滴定的结果用空白试验校正”, 系指按供试品所耗滴定液的量(ml)与空白试验中所耗滴定液的量(ml)之差进行计算。

17. 试验时的温度, 未注明者, 系指在室温下进行; 温度高低对试验结果有显著影响者, 除另有规定外, 应以 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 为准。

18. 试验用的试药, 除另有规定外, 均应根据《中国药典》2005 年版附录试药项下的规定, 选用不同等级并符合国家标准或国务院有关行政主管部门规定的试剂标准。试液、缓冲液、指示剂与指示液、滴定液等, 均应符合附录的规定或按照附录的规定制备。

19. 试验用水, 除另有规定外, 均系指纯化水。酸碱度检查所用的水, 均系指新沸并放冷至室温的水。

20. 酸碱性试验时, 如未指明用何种指示剂, 均系指石蕊试纸。

第一篇 药物的鉴别实验

实验一 药物的一般鉴别试验

一、目标

1. 熟悉药物一般鉴别试验的特点。
2. 掌握药物鉴别试验的操作方法。
3. 掌握药物鉴别试验原理与药物结构特点及理化性质之间的关系。

二、器材

电子天平、试管、酒精灯、试管夹、玻璃漏斗、滤纸、量筒。

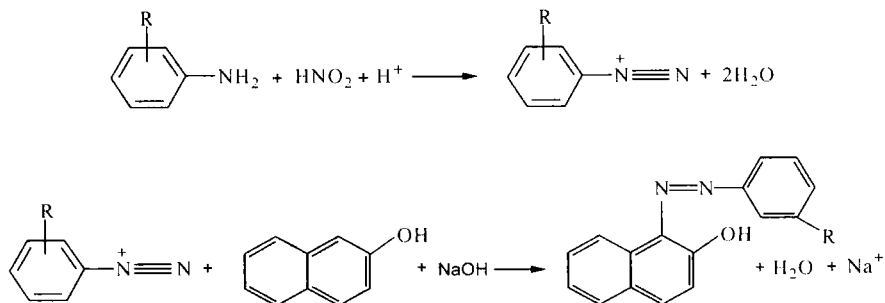
三、试剂

盐酸普鲁卡因（原料药）、苯巴比妥（原料药）、盐酸（分析纯）、亚硝酸钠（分析纯）、无水碳酸钠（分析纯）、 β -萘酚（分析纯）、氢氧化钠（分析纯）、碳酸钠（分析纯）、硝酸银（分析纯）、吡啶（分析纯）、硫酸铜（分析纯）。

四、步骤

（一）芳香第一胺类鉴别反应

盐酸普鲁卡因的鉴别方法 取供试品约 50mg，加稀盐酸 1ml 必要时缓缓煮沸使溶解，放冷，加 0.1mol/L 亚硝酸钠溶液数滴，滴加碱性 β -萘酚试液数滴，生成由橙黄到猩红色沉淀。

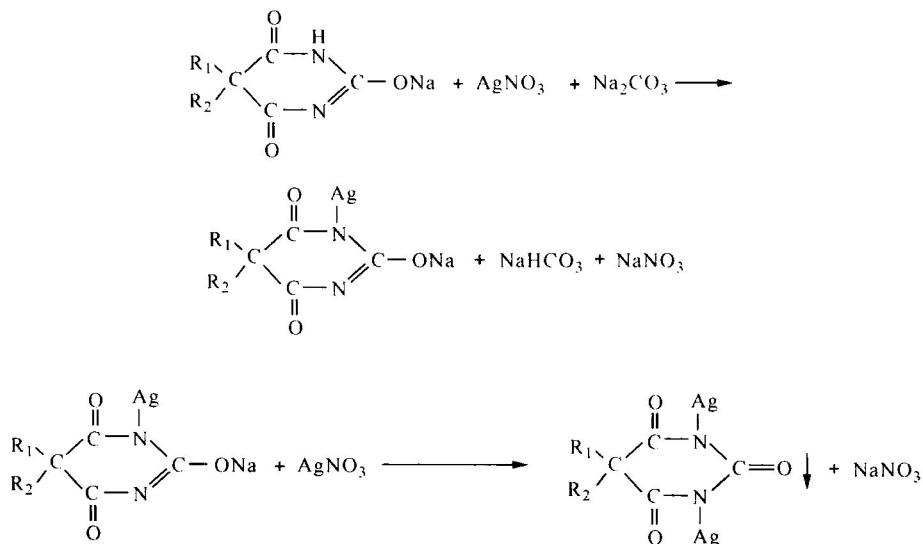


(二) 丙二酰脲类鉴别反应

司可巴比妥钠、异戊巴比妥、异戊巴比妥钠、苯巴比妥和苯巴比妥钠等原料药及其制剂的分子结构均以丙二酰脲为母体，都能在弱碱性溶液中与硝酸银作用生成二银盐的白色沉淀；也能与铜吡啶试液作用而显紫色。

1. 与银盐的反应

取苯巴比妥约 0.1g，加碳酸钠试液 1ml 与水 10ml，振摇 2min，滤过，滤液中逐滴加入硝酸银试液（0.1mol/L），即生成白色沉淀，振摇，沉淀即溶解；继续滴加过量的硝酸银试液，沉淀不再溶解。



2. 与铜盐的反应

取苯巴比妥约 50mg，加吡啶溶液（1→10）5ml，溶解后加铜吡啶试液 1ml，即显紫色或生成紫色沉淀。

巴比妥类药物在吡啶溶液中生成的烯醇式异构体与铜离子吡啶溶液反应，形成稳定的配位化合物，产生类似双缩脲的呈色反应。

