



全国普通高等中医药院校药类专业“十三五”规划教材
(第二轮规划教材)

供药学、药物制剂、制药工程、医药营销及相关专业使用

药物分析实验

(第2版)

主编◎彭红 吴虹



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

药物分析实验

（第2版）

（供药学、药物制剂、制药工程、医药营销及相关专业使用）

主 编 彭 红 吴 虹

副主编 姚卫峰 叶世芸 麻秋娟 贺吉香

编 者 （以姓氏笔画为序）

王 瑞	（山西中医药大学）	邓 放	（成都中医药大学）
平欲晖	（江西中医药大学）	叶世芸	（贵阳中医学院）
丘 琴	（广西中医药大学）	杨燕云	（辽宁中医药大学）
李 彧	（福建中医药大学）	李遇伯	（天津中医药大学）
吴 虹	（安徽中医药大学）	邹 莉	（浙江中医药大学）
周 晋	（湖南中医药大学）	俞 捷	（云南中医学院）
贺吉香	（山东中医药大学）	姚卫峰	（南京中医药大学）
徐 玫	（河南大学）	崔力剑	（河北中医学院）
崔兰冲	（长春中医药大学）	麻秋娟	（河南中医药大学）
彭 红	（江西中医药大学）	谢 云	（湖北中医药大学）
熊 魏	（江西中医药大学）		



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

内容提要

本教材是“全国普通高等中医药院校药学类专业‘十三五’规划教材（第二轮规划教材）”之一。全书共六章，第一章药物分析实验基础知识，介绍进入实验室的基本要求，实验中的规范性术语；第二章药物的鉴别与检查，包括一般鉴别实验和专属性实验；第三章化学药物及其制剂的含量测定，包括容量法、紫外-可见分光光度法、旋光度法、高效液相色谱法、气相色谱法等含量测定方法；第四章中药材及其制剂的质量分析，对中药的鉴别、检查及含量测定均有涉及；第五章体内药物分析，通过实例介绍药物体内分析的前处理方法及分析方法；第六章综合性实验与设计性实验，主要是培养学生勤于思考，独立分析及解决实际问题的能力。附录主要包括药物质量标准制订研究中相关指导原则。

本教材可供高等中医药院校药学、药物制剂、制药工程、医药营销及相关专业使用，也可供执业药师考试人员、药厂和医院药房等从事药品质量控制工作的人员参考使用。

图书在版编目（CIP）数据

药物分析实验 / 彭红, 吴虹主编. —2 版. —北京: 中国医药科技出版社, 2018. 8

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

ISBN 978-7-5214-0247-6

I. ①药… II. ①彭… ②吴… III. ①药物分析-实验-中医学院-教材 IV. ①R917-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2018）第 097897 号

美术编辑 陈君杞

版式设计 诚达誉高

出版 中国健康传媒集团 | 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.cmstp.com

规格 889×1194mm 1/16

印张 7

字数 170 千字

初版 2015 年 3 月第 1 版

版次 2018 年 8 月第 2 版

印次 2018 年 8 月第 1 次印刷

印刷 大厂回族自治县彩虹印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5214-0247-6

定价 22.00 元

版权所有 盗版必究

举报电话: 010-62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

编写委员会

主任委员 彭 成（成都中医药大学）

副主任委员 朱 华（广西中医药大学）

杨 明（江西中医药大学）

冯卫生（河南中医药大学）

刘 文（贵阳中医学院）

彭代银（安徽中医药大学）

邱智东（长春中医药大学）

委 员（以姓氏笔画为序）

王 建（成都中医药大学）

文红梅（南京中医药大学）

邓 赧（成都中医药大学）

池玉梅（南京中医药大学）

严 琳（河南大学）

杨 云（云南中医学院）

杨武德（贵阳中医学院）

李小芳（成都中医药大学）

吴 虹（安徽中医药大学）

吴啟南（南京中医药大学）

何 宁（天津中医药大学）

张 梅（成都中医药大学）

张朔生（山西中医药大学）

陈振江（湖北中医药大学）

周长征（山东中医药大学）

郑里翔（江西中医药大学）

胡 明（四川大学）

郭 力（成都中医药大学）

容 蓉（山东中医药大学）

巢建国（南京中医药大学）

蒋桂华（成都中医药大学）

傅超美（成都中医药大学）

裴 瑾（成都中医药大学）

王诗源（山东中医药大学）

尹 华（浙江中医药大学）

史亚军（陕西中医药大学）

许 军（江西中医药大学）

严铸云（成都中医药大学）

杨怀霞（河南中医药大学）

李 峰（山东中医药大学）

李学涛（辽宁中医药大学）

吴培云（安徽中医药大学）

吴锦忠（福建中医药大学）

张 丽（南京中医药大学）

张师愚（天津中医药大学）

陆兔林（南京中医药大学）

金传山（安徽中医药大学）

周玖瑶（广州中医药大学）

赵 骏（天津中医药大学）

夏厚林（成都中医药大学）

郭庆梅（山东中医药大学）

康文艺（河南大学）

彭 红（江西中医药大学）

韩 丽（成都中医药大学）

曾 南（成都中医药大学）

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

出版说明



“全国普通高等中医药院校药学类‘十二五’规划教材”于2014年8月至2015年初由中国医药科技出版社陆续出版，自出版以来得到了各院校的广泛好评。为了更新知识、优化教材品种，使教材更好地服务于院校教学，同时为了更好地贯彻落实《国家中长期教育改革和发展规划纲要（2010-2020年）》《“十三五”国家药品安全规划》《中医药发展战略规划纲要（2016-2030年）》等文件精神，培养传承中医药文明，具备行业优势的复合型、创新型高等中医药院校药学类专业人才，在教育部、国家药品监督管理局的领导下，在“十二五”规划教材的基础上，中国健康传媒集团·中国医药科技出版社组织修订编写“全国普通高等中医药院校药学类专业‘十三五’规划教材（第二轮规划教材）”。

本轮教材建设，旨在适应学科发展和食品药品监管等新要求，进一步提升教材质量，更好地满足教学需求。本轮教材吸取了目前高等中医药教育发展成果，体现了涉药类学科的新进展、新方法、新标准；旨在构建具有行业特色、符合医药高等教育人才培养要求的教材建设模式，形成“政府指导、院校联办、出版社协办”的教材编写机制，最终打造我国普通高等中医药院校药学类专业核心教材、精品教材。

本轮教材包含47门，其中39门教材为新修订教材（第2版），《药理学思维导图与学习指导》为本轮新增加教材。本轮教材具有以下主要特点。

一、教材顺应当前教育改革形势，突出行业特色

教育改革，关键是更新教育理念，核心是改革人才培养体制，目的是提高人才培养水平。教材建设是高校教育的基础建设，发挥着提高人才培养质量的基础性作用。教材建设以服务人才培养为目标，以提高教材质量为核心，以创新教材建设的体制机制为突破口，以实施教材精品战略、加强教材分类指导、完善教材评价选用制度为着力点。为适应不同类型高等学校教学需要，需编写、出版不同风格和特色的教材。而药学类高等教育的人才培养，有鲜明的行业特点，符合应用型人才培养的条件。编写具有行业特色的规划教材，有利于培养高素质应用型、复合型、创新型人才，是高等医药院校教育教学改革的体现，是贯彻落实《国家中长期教育改革和发展规划纲要（2010-2020年）》的体现。

二、教材编写树立精品意识，强化实践技能培养，体现中医药院校学科发展特色

本轮教材建设对课程体系进行科学设计，整体优化；对上版教材中不合理的内容框架进行适当调整；内容（含法律法规、食品药品标准及相关学科知识、方法与技术等）上吐故纳新，实现了基础学科与专业学科紧密衔接，主干课程与相关课程合理配置的目标。编写过程注重突出中医药院校特色，适当融入中医药文化及知识，满足21世纪复合型人才培养的需要。

参与教材编写的专家以科学严谨的治学精神和认真负责的工作态度，以建设有特色的、教师易用、学生易学、教学互动、真正引领教学实践和改革的精品教材为目标，严把编写各个环节，确保教材建设质量。

三、坚持“三基、五性、三特定”的原则，与行业法规标准、执业标准有机结合

本轮教材修订编写将培养高等中医药院校应用型、复合型药学类专业人才必需的基本知识、基本理论、基本技能作为教材建设的主体框架，将体现教材的思想性、科学性、先进性、启发性、适用性作为教材建设灵魂，在教材内容上设立“要点导航”“重点小结”模块对其加以明确；使“三基、五性、三特定”有机融合，相互渗透，贯穿教材编写始终。并且，设立“知识拓展”“药师考点”等模块，与《国家执业药师资格考试考试大纲》和新版《药品生产质量管理规范》（GMP）、《药品经营管理质量规范》（GSP）紧密衔接，避免理论与实践脱节，教学与实际工作脱节。

四、创新教材呈现形式，书网融合，使教与学更便捷、更轻松

本轮教材全部为书网融合教材，即纸质教材与数字教材、配套教学资源、题库系统、数字化教学服务有机融合。通过“一书一码”的强关联，为读者提供全免费增值服务。按教材封底的提示激活教材后，读者可通过PC、手机阅读电子教材和配套课程资源，并可在线进行同步练习，实时反馈答案和解析。同时，读者也可以直接扫描书中二维码，阅读与教材内容关联的课程资源（“扫码学一学”，轻松学习PPT课件；“扫码练一练”，随时做题检测学习效果），从而丰富学习体验，使学习更便捷。教师可通过PC在线创建课程，与学生互动，开展在线课程内容定制、布置和批改作业、在线组织考试、讨论与答疑等教学活动，学生通过PC、手机均可实现在线作业、在线考试，提升学习效率，使教与学更轻松。此外，平台尚有数据分析、教学诊断等功能，可为教学研究与管理提供技术和数据支撑。

本套教材的修订编写得到了教育部、国家药品监督管理局相关领导、专家的大力支持和指导；得到了全国高等医药院校、部分医药企业、科研机构专家和教师的支持和积极参与，谨此，表示衷心的感谢！希望以教材建设为核心，为高等医药院校搭建长期的教学交流平台，对医药人才培养和教育教学改革产生积极的推动作用。同时精品教材的建设工作漫长而艰巨，希望各院校师生在教学过程中，及时提出宝贵的意见和建议，以便不断修订完善，更好地为药学教育事业发展和保障人民用药安全有效服务！

中国医药科技出版社
2018年6月

前 言

药物分析是药学领域的一门重要学科，药物分析的任务就是对药物进行全面的分析研究。通过药物分析课程的学习，可培养学生具备药品全面质量控制的观念，胜任药品研究、生产、供应和临床使用过程中药物质量分析工作。随着我国医药事业快速发展，药物分析知识在不断更新，为适应我国“十三五”高等医药教育带来的新形势、新目标和新要求，在第一版药物分析教材的基础上进行了修订编写。

本教材内容力求实用、先进，理论阐述和实例紧密结合。本教材着重介绍了药物分析基本理论、基本知识和基本技能，也反映了药物分析的发展前沿，紧密结合《中国药典》(2015年版)及国家执业药师资格考试新要求，实例比较多。学生理论和实例的结合，可提高分析、解决问题的能力。

本版教材的编写围绕药学类专业教育和人才培养目标要求，突出药物分析特点，强调特色与实用相结合的原则。本书主要供高等中医药院校药学类专业使用，也可作为医药行业考试与培训的参考用书。

限于作者水平，书中难免有疏漏和错误，诚恳师生和读者批评指正。

编 者
2018年6月

目 录

第一章 药物分析实验基础知识

一、实验基本要求	1
二、实验室的安全知识	1
三、药品质量标准研究中一般规定	2
四、实验数据的记录与实验报告	5

第二章 药物的鉴别与检查

实验一 葡萄糖的鉴别与检查	6
实验二 维生素类药物的化学鉴别	10
实验三 盐酸普鲁卡因的鉴别与检查	13
实验四 布洛芬中有关物质检查	16
实验五 对乙酰氨基酚片的溶出度检查	17
实验六 地塞米松磷酸钠中甲醇、乙醇和丙酮的检查	19
实验七 地西洋片含量均匀度检查	20
实验八 左氧氟沙星中光学异构体的检查	22

第三章 化学药物及其制剂的含量测定

实验一 葡萄糖注射液的含量测定	24
实验二 苯巴比妥及苯巴比妥片的含量测定	27
实验三 硫酸阿托品原料药及片剂的含量测定	31
实验四 维生素 A 软胶囊的含量测定	34
实验五 维生素 C 注射液的含量测定	37
实验六 盐酸普鲁卡因的含量测定	39
实验七 头孢氨苄胶囊的含量测定	40
实验八 醋酸泼尼松眼膏的含量测定	41
实验九 氧氟沙星及其片剂的含量测定	43
实验十 气相色谱法测定维生素 E 的含量	44

第四章 中药材及其制剂的质量分析

实验一	中药制剂的理化定性鉴别	48
实验二	薄层色谱扫描法测定香连片中盐酸小檗碱的含量	51
实验三	气相色谱法测定藿香正气水中的乙醇含量	52
实验四	牛黄解毒片的含量测定	53
实验五	银黄注射液的含量测定	54
实验六	槐花药材中总黄酮的质量分析	55

第五章 体内药物分析

实验一	血浆中阿司匹林的高效液相色谱法测定	58
实验二	血清中茶碱浓度的高效液相色谱法测定	59
实验三	氟尿嘧啶血药浓度的测定	61
实验四	尿中氨苄西林浓度的测定	62

第六章 综合性实验与设计性实验

实验一	复方阿司匹林片的含量测定	64
实验二	复方磺胺甲噁唑片的质量分析	67
实验三	维生素 B ₁ 片的质量分析	68
实验四	六味地黄片的质量分析	70
实验五	药品溶出度方法设计性实验	72
实验六	药物中有关物质检查设计性实验	74
实验七	药物的含量测定设计性实验	78
实验八	中药制剂含量测定设计性实验	81

附录

一、药品质量标准分析方法验证指导原则	86
二、药品杂质分析指导原则	90
三、原料药物与制剂稳定性试验指导原则	92
四、药品晶型研究及晶型质量控制指导原则	96

第一章 药物分析实验基础知识

一、实验基本要求

药物分析实验教学，是药物分析理论知识的具体感性锻炼过程，也是培养规范操作的教学过程。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. 实验前认真阅读实验教材，了解实验目的、内容及步骤，查阅相关文献，弄懂实验原理，写出实验预习报告。
2. 穿好工作服准时到达实验室，严格遵守实验室各项规章制度，在老师的指导下，按要求完成实验。
3. 进入实验室，必须带好原始实验记录本，做好记录，不得涂改编造原始记录。
4. 实验时要严肃认真，规范操作，胆大心细。按照实验要求清点所需药品及试剂是否齐备并摆放好，防止药品、试剂取用时交叉污染。
5. 在操作各种精密仪器前先进行使用登记，按仪器操作规程操作使用，使用完毕后按要求进行仪器是否正常的状态登记。
6. 实验结束后，将实验结果或数据交给指导教师审核，清洗、整理好所有实验器材、用品，清理实验台面。
7. 认真整理数据，并根据所得数据进行分析，按时、认真、独立完成实验报告。

二、实验室的安全知识

在药品分析工作中常接触到有腐蚀性、毒性或者易燃烧易爆炸的化学药品。在实验室中也有各种电的设备，如使用不慎易发生危险。为了避免事故的发生，分析人员对各种药品和仪器的性能应充分了解，并且熟悉一般的安全知识。

1. 易燃烧物质不宜大量存放于实验室中，应贮存在密闭容器内并放于阴凉处。
2. 加热低沸点或中沸点等易燃液体，例如乙醚、二硫化碳、丙酮、苯、乙醇等最好是用水蒸气加热，至少用水浴加热，并时时观察并检查，不得离开操作岗位。切不能用直火或油浴加热，因为它们的蒸气是极易着火的。
3. 在工作中使用或倾倒易燃物质时，注意要远离灯火。
4. 身上或手上沾有易燃物质时，应立即清洗干净，不得靠近火源，以免着火。
5. 易燃液体的废液应设置专用贮器收集，不得倒入下水道，以免引起燃爆事故。
6. 一些易燃固体（如磷、钠等）应贮存于煤油中。
7. 乙醚在室温时的蒸气压很高，乙醚和空气或氧气混合时能产生爆炸性极强的过氧化物，在蒸馏乙醚时特别小心。
8. 无水高氯酸与还原剂和有机化合物（如纸、炭、木屑等）接触能引起爆炸，无水高氯酸且能自

发爆炸，高氯酸的水溶液常用浓度 60%~70%，则没有危险。

9. 硫酸、盐酸、硝酸、冰醋酸、氢氟酸等酸类物质皆有很强的腐蚀性，能烫伤皮肤产生剧烈的疼痛，甚至发炎腐烂。应特别注意勿使酸溅入眼中，严重的能使眼睛失明。酸也能损坏衣物。盐酸、硝酸、氢氟酸的蒸气对呼吸道黏膜及眼睛有强烈的刺激作用，使发炎溃疡，因此在倾倒上述酸类时应在通风橱中进行，或戴上经水或碳酸钠溶液浸湿的口罩及戴防护眼镜。稀释硫酸时，应谨慎地将浓硫酸渐渐倾注水中，切不可把水倾注浓酸中。被酸烫伤时可用大量水冲洗，然后用 20% 碳酸钠溶液洗拭。被氢氟酸烫伤时，先用大量冷水冲，后用 5% 碳酸钠溶液洗拭，再以甘油与氧化镁糊（2:1）的湿纱布包扎。

10. 氢氧化钾、氢氧化钠等碱类物质，均能腐蚀皮肤及衣服，浓氨水的蒸气能严重刺激黏膜及伤害眼睛，使流泪患各种眼疾。被碱类烫伤时，立即用大量水冲，然后用 2% 硼酸或醋酸溶液冲洗。

11. 苯、汞、乙醚、三氯甲烷、二硫化碳等试剂应贮存在密闭容器中，放于低温处，因为长期吸入其蒸气会引致慢性中毒。硫化氢气体具有恶臭及毒性，应在通风橱中使用。

12. 定期检查电线、电器设备有无损坏，绝缘是否良好，电线和接头有无损坏，否则都是很危险的。

13. 实验室的电器设备应装有地线和保险开关，应该选用三相插座。

14. 使用电气器械时，先应搞清楚使用方法，不可盲目地接入电源。

15. 对电气知识不熟悉者，切不可冒失地去修理、安装电气设备。

三、药品质量标准研究中一般规定

1. 《中国药典》收载的原料药及制剂，均应按规定的方法进行检验；如采用其他方法，应将该方法与规定的方法做比较试验，根据试验结果掌握使用，但在仲裁时仍以现行版《中国药典》规定的方法为准。

2. 药典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。

3. 标准品、对照品系指用于鉴别、检查、含量测定或效价测定的标准物质。标准品与对照品（不包括色谱用的内标物质）均由国务院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或效价测定的标准物质，其特性量值一般按效价单位（或 μg ）计；对照品系指采用理化方法进行鉴别、检查或含量测定时所用的标准物质，其特性量值一般按纯度（%）计。

4. 计算分子量以及换算因子等使用的原子量均按最新国际原子量表推荐的原子量。

5. 试验用的试药，除另有规定外，均应根据《中国药典》（2015 年版）通则试药项下的规定，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、指示剂与滴定液等，均应符合《中国药典》（2015 年版）通则的规定或按照通则的规定制备。

6. 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。

7. 酸碱性试验时，如未指明用何种指示剂，均系指石蕊试纸。

8. 《中国药典》（2015 年版）规定取样量的准确度和试验精度如下。

(1) 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。

“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确度要求；“量取”系指可用量筒或按照量取体积的有效数位选用量具。取用量为“约”若干时，系指取用量不得超过规定量的±10%。

(2) 恒重，除另有规定外，系指供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在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1小时后进行；炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼30分钟后进行。

(3) 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。

(4) 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量（ml）之差进行计算。

(5) 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℃±2℃为准。

9. 《中国药典》（2015年版）采用的计量单位如下。

(1) 《中国药典》（2015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/LXXX溶液”表示，以示区别。

(2) 温度以摄氏度（℃）表示，见表1-1。

表1-1 温度术语

术 语	温 度
水浴温度	除另有规定外，均指98~100℃
热水	70~80℃
微温或温水	40~50℃
室温	10~30℃
冷水	2~10℃
冰浴	0℃
放冷	放冷至室温

(3) 符号“%”表示百分比，系指重量的比例；但溶液的百分比，除另有规定外，系指溶液100ml中含有溶质若干克；乙醇的百分比，系指在20℃时容量的比例。此外，根据需要可采用下列符号：

- % (g/g) 表示溶液100g中含有溶质若干克；
- % (ml/ml) 表示溶液100ml中含有溶质若干毫升；
- % (ml/g) 表示溶液100g中含有溶质若干毫升；
- % (g/ml) 表示溶液100ml中含有溶质若干克。

(4) 液体的滴, 系指在 20℃ 时, 以 1.0ml 水为 20 滴进行换算。

(5) 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。

(6) 乙醇未指明浓度时, 均系指 95% (ml/ml) 的乙醇。

10. 性状项下记载药品的外观、臭、味, 溶解度以及物理常数等, 在一定程度上反映药品的质量特性。

(1) 外观性状是对药品的色泽和外表感观的规定。

(2) 溶解度是药品的一种物理性质。各正文品种项下选用的部分溶剂及其在该溶剂中的溶解性能, 可供精制或制备溶液时参考; 对在特定溶剂中的溶解性能需作质量控制时, 应在该品种检查项下另作具体规定。药品的近似溶解度以下列名词表示:

极易溶解	系指溶质 1g (ml) 能在溶剂不到 1ml 中溶解;
易溶	系指溶质 1g (ml) 能在溶剂 1~不到 10ml 中溶解;
溶解	系指溶质 1g (ml) 能在溶剂 10~不到 30ml 中溶解;
略溶	系指溶质 1g (ml) 能在溶剂 30~不到 100ml 中溶解;
微溶	系指溶质 1g (ml) 能在溶剂 100~不到 1000ml 中溶解;
极微溶解	系指溶质 1g (ml) 能在溶剂 1000~不到 10000ml 中溶解;
几乎不溶或不溶	系指溶质 1g (ml) 在溶剂 10000ml 中不能完全溶解。

试验法: 除另有规定外, 称取研成细粉的供试品或量取液体供试品, 置于 25℃ ± 2℃ 一定容量的溶剂中, 每隔 5 分钟强力振摇 30 秒钟; 观察 30 分钟内的溶解情况, 如无目视可见的溶质颗粒或液滴时, 即视为完全溶解。

(3) 物理常数包括相对密度、馏程、熔点、凝点、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、碘值、皂化值和酸值等; 其测定结果不仅对药品具有鉴别意义, 也反映药品的纯度, 是评价药品质量的主要指标之一。

11. 鉴别项下规定的试验方法, 仅适用于鉴别药品的真伪; 对于原料药, 还应结合性状项下的外观和物理常数进行确认。

12. 检查项下包括有效性、均一性、纯度要求与安全性四个方面; 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; 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, 应按照其制剂项下的要求, 进行澄明度及其他项目的检查, 并符合规定。

原料药和制剂在生产过程中, 如使用有害的有机溶剂, 应按《中国药典》(2015 年版) 有机溶剂残留量测定法检查, 并应符合规定。

13. 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, 系指用本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、测定方法误差、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会降低, 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。

14. 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。

15. 贮藏项下的规定，系对药品贮存与保管的基本要求，以下列名词表示：

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℃。

四、实验数据的记录与实验报告

1. 实验数据的记录 学生实验时应准备专用的预习和记录本，不允许将数据记在小纸片上或随便记在其他地方。

实验过程中所得的各种测量数据及观察到的现象，应及时记录下来，有时还要用绘图、复印或彩照表示。记录数据时，要实事求是，不能拼凑数据。若发现数据读错、算错，而需要改动时，可将该数据用一横线划去，并在其上方或旁边写上正确的数据，并在改错处签名。

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、检验中观察到的现象、检验数据等。记录实验数据时，保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。

2. 实验报告 药物分析实验报告一般包括以下内容。

(1) 实验名称、实验日期。

(2) 实验目的。

(3) 实验原理。

(4) 操作步骤。

(5) 实验数据的处理及结果。定性鉴别和检查实验要写明本次实验的结果如何，如定性鉴别要说明是否可检出被测成分、检查项目是否符合规定。

(6) 问题及讨论。应对实验中观察到的现象及实验结果进行分析和讨论，如果实验失败，要寻找失败原因，总结经验教训，以提高自己的基本操作技能。

第二章 药物的鉴别与检查

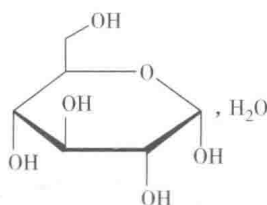
实验一 葡萄糖的鉴别与检查

一、实验目的

1. 了解药品鉴别检查的目的和意义。
2. 掌握比旋度的测定方法。
3. 掌握药品中一般杂质检查的方法原理和限量计算方法。

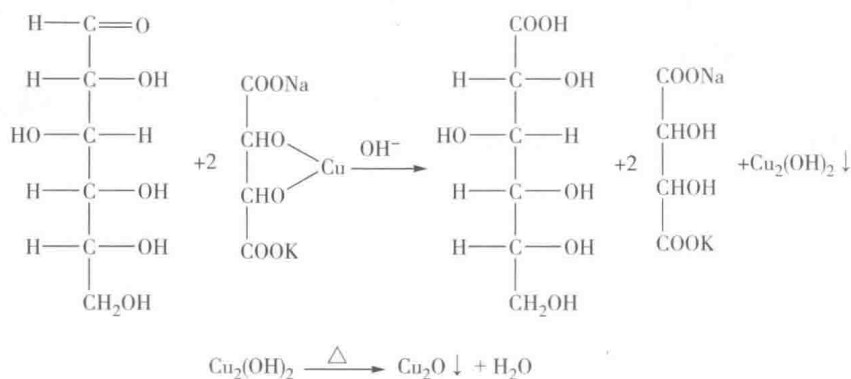
二、实验原理

葡萄糖为 D-(+)-吡喃葡萄糖一水合物，葡萄糖是光学活性化合物，有一定的旋光度，通过测定比旋度，可以检查纯杂程度。



葡萄糖 ($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ 198.17)

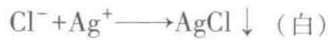
1. 葡萄糖鉴别反应 葡萄糖的醛基具有还原性，可将斐林试剂（Fehling）即碱性酒石酸铜试液中铜离子还原，生成红色的氧化亚铜沉淀，可供鉴别。



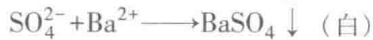
2. 葡萄糖的杂质限度检查原理 药用葡萄糖一般是淀粉经酸水解或酶水解制得。因此，葡萄糖的质量要求严格，质量标准中规定应检查的项目有酸度、溶液的澄清度、乙醇溶液的澄清度、蛋白质、氯化物、硫酸盐、铁盐、重金属、砷盐、干燥失重、炽灼残渣及微生物限度等。

(1) 氯化物检查法 药物中的微量氯化物在硝酸酸性条件下与硝酸银反应，生成氯化银胶体微粒

而显白色浑浊，与一定量的标准氯化钠溶液在相同条件下产生的氯化银浑浊程度比较，判定供试品中氯化物是否符合限量规定。



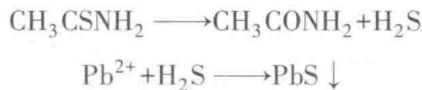
(2) 硫酸盐检查法 药物中微量的硫酸盐在稀盐酸酸性条件下与氯化钡反应，生成硫酸钡微粒显白色浑浊，与一定量标准硫酸钾溶液在相同条件下产生的硫酸钡浑浊程度比较，判定供试品硫酸盐是否符合限量规定。



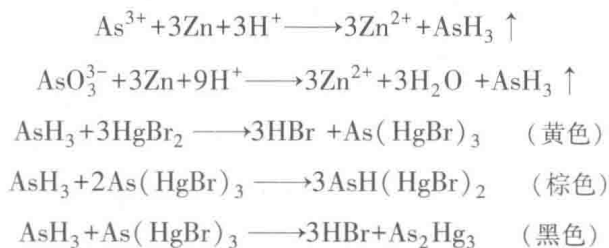
(3) 铁盐检查法 微量铁盐的存在可能会加速药物的氧化和降解。铁盐在盐酸酸性溶液中与硫氰酸盐作用生成红色可溶性的硫氰酸铁配离子，与一定量标准铁溶液用同法处理后进行比色。



(4) 重金属检查法 硫代乙酰胺在弱酸性 (pH 3.5 醋酸盐缓冲液) 溶液中水解，产生硫化氢，与微量重金属离子作用，生成黄色到棕黑色的硫化物均匀混悬液，与一定量标准铅溶液经同法处理后所呈颜色比较，判定供试品重金属是否符合限量规定。



(5) 砷盐检查法 采用古蔡法检查砷盐。金属锌与酸作用产生新生态氢，与药物中微量砷盐反应生成具挥发性的砷化氢，遇溴化汞试纸产生黄色至棕色的砷斑，与同条件下一定量标准砷溶液所生成的砷斑比较，判定药物中砷盐的限量。



(6) 炽灼残渣检查法 有机药物经炽灼炭化，再加硫酸湿润、低温加热至硫酸蒸气除尽后，于高温 (700~800℃) 炽灼至完全灰化，使有机物质破坏分解变为挥发性物质逸出，残留的非挥发性无机杂质成为硫酸盐，为炽灼残渣。

三、仪器与试药

分析天平，旋光计，纳氏比色管，葡萄糖，氨试液，碱性酒石酸铜试液，氢氧化钠滴定液 (0.02mol/L)，酚酞指示液，标准氯化钠溶液，稀硝酸，硝酸银试液，标准硫酸钾溶液，稀盐酸，硫氰酸铵溶液 (30→100)，标准铁溶液，醋酸盐缓冲液 (pH 3.5)，溴化钾溴试液。

四、实验步骤

1. 性状

(1) 外观性状 本品为无色结晶或白色结晶性或颗粒性粉末；无臭，味甜。本品在水中易溶，在乙醇中微溶。

(2) 比旋度 取本品约 10g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加水适量与氨试液 0.2ml，溶解后，用

水稀释至刻度，摇匀，放置 10 分钟，在 25℃ 时，按比旋度测定方法测定，比旋度为 +52.6° 至 +53.2°。

2. 化学鉴别 取本品约 0.2g，加水 5ml 溶解后，缓缓滴入微温碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。

3. 杂质限度检查

(1) 酸度 取本品 2.0g，加水 20ml 溶解后，加酚酞指示液 3 滴与氢氧化钠滴定液 (0.02mol/L) 0.20ml，应显粉红色。

(2) 溶液的澄清度与颜色 取本品 5.0g，加热水溶解后，放冷，用水稀释至 10ml，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液比较，不得更浓；如显色，与对照液（取比色用氯化钴液 3.0ml、比色用重铬酸钾液 3.0ml 与比色用硫酸铜液 6.0ml，加水稀释成 50ml）1.0ml 加水稀释至 10ml 比较，不得更深。

(3) 氯化物 取本品 0.60g，加水溶解使成 25ml（溶液如显碱性，可滴加硝酸使成中性），再加稀硝酸 10ml；溶液如不澄清，应滤过；置 50ml 纳氏比色管中，加水使成约 40ml，摇匀，即得供试品溶液。再取标准氯化钠溶液（每 1ml 相当于 10 μ g 的 Cl⁻）6.0ml，置 50ml 纳氏比色管中，加稀硝酸 10ml，加水使成 40ml，摇匀，即得对照溶液。于供试品溶液与对照溶液中，分别加入硝酸银试液 1.0ml，用水稀释使成 50ml，摇匀，在暗处放置 5 分钟，同置黑色背景上，从比色管上方向下观察、比较，即得。与制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

(4) 硫酸盐 取本品 2.0g，加水溶解使成约 40ml（溶液如显碱性，可滴加盐酸使成中性）；溶液如不澄清，应滤过；置 50ml 纳氏比色管中，加稀盐酸 2ml，摇匀，即得供试品溶液。另取标准硫酸钾溶液（每 1ml 相当于 100 μ g 的 SO₄）2.0ml，置 50ml 纳氏比色管中，加水使成约 40ml，加稀盐酸 2ml，摇匀，即得对照溶液。于供试品溶液与对照溶液中，分别加入 25% 氯化钡溶液 5ml，用水稀释至 50ml，充分摇匀，放置 10 分钟，同置黑色背景上，从比色管上方向下观察，比较，即得。与制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

(5) 炽灼残渣 取本品 1.0~2.0g，置已炽灼至恒重的瓷坩埚中，精密称定加硫酸 0.5~1ml 润湿，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 700~800℃ 炽灼使完全灰化，移置干燥器内，放冷，精密称定后，再在 700~800℃ 炽灼至得恒重。所得炽灼残渣不得超过 0.1%。

(6) 铁盐 取本品 2.0g，加水 20ml 溶解后，加硝酸 3 滴，缓慢煮沸 5 分钟，放冷，用水稀释制成 45ml，加硫氰酸铵溶液 (30→100) 3.0ml，摇匀，如显色，与标准铁溶液 2.0ml 用同一方法制成的对照液比较，不得更深（0.001%）。

(7) 重金属 取 25ml 纳氏比色管三支，甲管中加标准铅溶液（10 μ gPb/ml）2.0ml 与醋酸盐缓冲液（pH 3.5）2ml，加水至 25ml。乙管取本品 4.0g，加水 23ml 溶解，加醋酸盐缓冲液 2ml。丙管中加入本品 4.0g，加水 21ml 溶解，加入标准铅溶液（10 μ gPb/ml）2.0ml 与醋酸盐缓冲液（pH 3.5）2ml。三管中分别加硫代乙酰胺试液各 2ml，摇匀，放置 2 分钟，同置白纸上，自上向下透视，丙管中显出的颜色不浅于甲管，且乙管中显出的颜色与甲管比较，不得更深。含重金属不得过百万分之五。

(8) 砷盐

① 样品砷斑的制备 取本品 2.0g，置检砷瓶中，加水 5ml 溶解后，加稀硫酸 5ml 与溴化钾-溴试液 0.5ml，置水浴上加热约 20 分钟。使保持稍过量的溴存在，必要时，再补加溴化钾-溴试液适量，并随时补充蒸发的水分，放冷。加盐酸 5ml 与水适量使成 28ml。再加碘化钾试液 5ml 和酸性氯化亚锡试液 5 滴，在室温放置 10 分钟后，加锌粒 2g，迅速将瓶塞塞紧（瓶塞上已安装好装有醋酸铅棉花及溴化汞试纸的检砷管），将 A 瓶置 25~40℃ 水浴中，反应 45 分钟，取出溴化汞试纸，得到样品的砷斑；和标准