

《药物分析》实训指导

(供药学专业专插本班用)



肇庆医学高等专科学校
药学系药学教研室编

《药物分析》实训指导

主编 刘燕

编者（以姓氏笔画为序）

邓礼荷（肇庆医学高等专科学校）

刘燕（肇庆医学高等专科学校）

邱新华（肇庆医学高等专科学校）

梁锦晖（肇庆市药品检验所）

编写说明

《药物分析》是一门教授如何对药品的质量进行全面控制的课程，主要对药物及制剂的组成、鉴别、检查和含量测定等内容进行检验技术培训，是整个药学领域中的一个重要的组成部分，是药学专业的主要核心课程之一。

本课程任务是使学生具备高素质技能型人才所必需的药物分析与检验的基本知识和基本技能，树立比较完整药物质量观念，为学生学习相关的职业技能、提高综合素质、增强适应职业变化的能力和继续学习的能力打下基础，以培养学生达到在医院、药厂、医药公司、药品检验等部门从事药品分析检验工作的要求。

本实训指导是《药物分析》的配套实训教材，以药物检验的工作任务为主线，实训指导中在每个实训项目前以请验单形式给学生布置工作任务，让学生预习实验相关的理论知识和背景资料，做好充分的实训准备工作。实训以真实工作岗位的要求设计实验预习、原始记录、检验报告等内容；实训根据需要在室内实验室、实训室和校外实训基地中完成，最大限度实现课堂与实际工作环境一体化，融“教、学、做”为一体，促进工学结合和校企合作，提高学生的实际动手能力。

《药物分析》实训指导由刘燕主编，与行业企业共同编写。邓礼荷编写实训一、二、三；刘燕编写实训四、五、六；邱新华编写实训七、附件 5；梁锦晖编写附件 1、2、3、4、6。

本书可作为药学专业专插本班药物分析的实训教材，还可作为药品生产质量控制、药品质量检验、大专院校、药品行业协会等工作者参考用书

实训项目的开出可根据实际情况作适当调整或增删。由于编者水平有限、编写时间仓促，不足之处今后进一步修正，请使用者多提宝贵意见

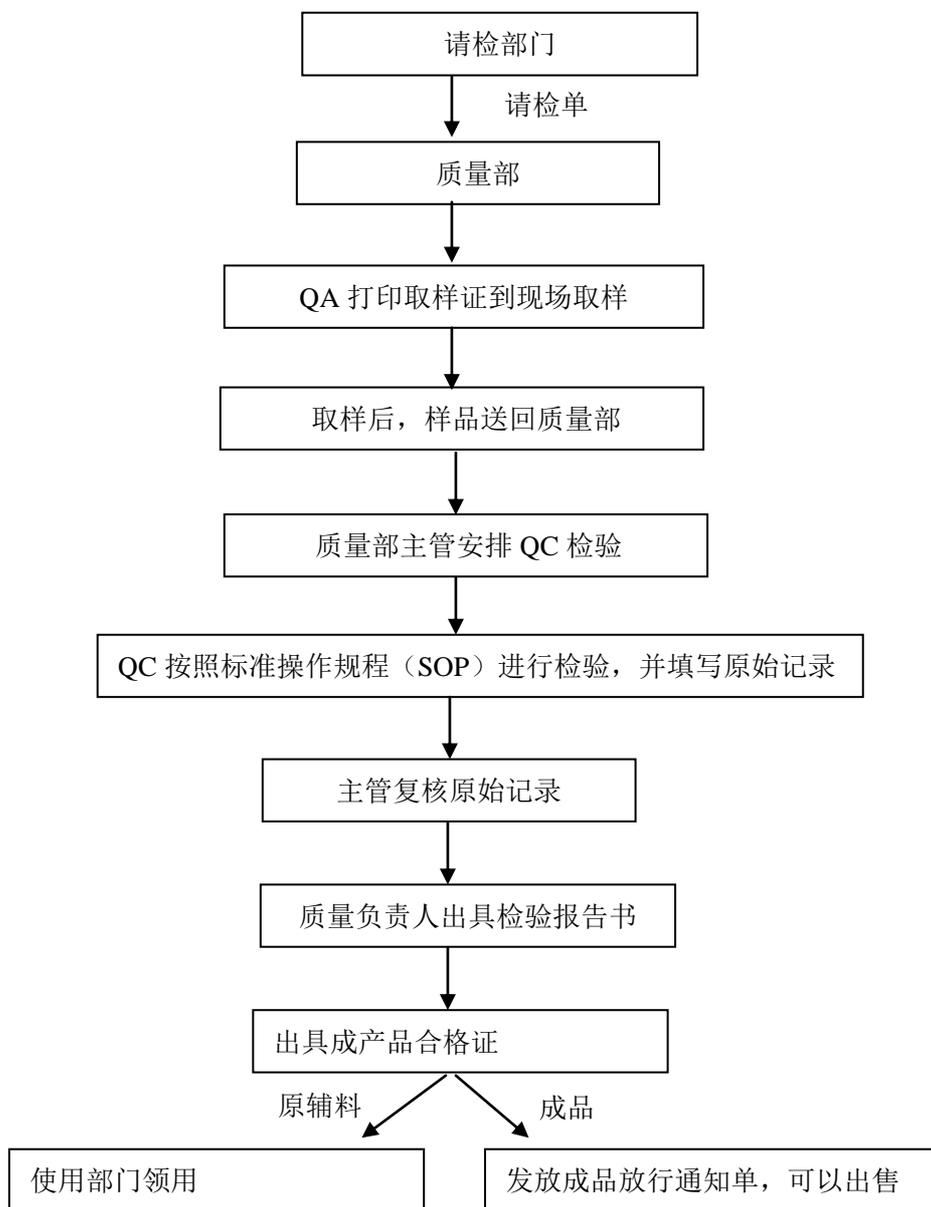
刘燕

2022 年 12 月

目 录

实训一 查阅《中国药典》	1
实训二 甲硝唑的紫外分光光度法鉴别	2
实训三 阿司匹林的红外光谱法鉴别	4
实训四 葡萄糖的质量检验	6
实训五 药物的特殊杂质检查	10
实训六 阿司匹林含量测定	12
实训七 维生素 E 软胶囊的测定含量	13
实训八 维生素 B ₁ 片(注射液)的含量测	14
实训九 甲硝唑片的含量测定	16
实训十 吡拉西坦片的含量测定	18
附件 1 水杨酸理化检验原始记录(样板)	20
附件 2 水杨酸理化检验报告书(样板)	21
附件 3 维生素 C 注射液检验原始记录(样板)	23
附件 4 维生素 C 注射液检验报告书(样板)	24
附件 5 实训过程考核评分标准	25
附件 6 常用仪器标准操作规程	26

药物检验工作的一般操作流程图



实训一 查阅《中国药典》

一、实训目标

通过本实训，要求熟悉《中国药典》的基本结构，熟练查阅本实验要求的项目。

二、相关理论知识

药物检验工作程序、药典的各构成部分：凡例、正文、通则等基本知识。

三、实训内容

1.依据：《中国药典》。

2.查阅药典。

按照下列项目，查阅《中国药典》2020年版二部，记录所在页码及查阅结果。

顺序	检查项目	版本、部	页码	查阅结果
1	阿司匹林游离水杨酸检查方法			
2	甘露醇的熔点			
3	布洛芬制剂的类型			
4	地西洋含量测定方法			
5	地西洋片的含量测定方法			
6	地西洋注射液的含量测定方法			
7	地塞米松磷酸钠滴眼液的 pH 值			
8	鱼肝油的贮藏方法			
9	维生素 B ₁₂ 注射液的性状			
10	葡萄糖的比旋度			
11	重金属 检查法	1) 重金属定义 2) 显色剂		
12	高效液相色谱法系统适应性试验的指标			
13	崩解时限检查法检查的主要剂型			

14	氢氧化钠 滴定液配 制	1) 方法 2) 标定的基准物 3) 指示剂			
15	制药用水的类型				
16	氨制硝酸银试液的配制				
17	热原检查法所用的动物和数量				
18	阴凉处贮存				
19	易溶				
20	水浴温度				

四、注意事项

1. 凡例是药典的总说明，它叙述了药典中有关术语的含义及使用时应注意的要点，并对正文、凡例和通则的项目、内容等作了说明。

2. 药品可在品名目次中，按药品名称笔画为序查阅（同笔画的字按起笔笔形的顺序）。也可在英文索引或中文索引（按汉语拼音的顺序）中查阅。

3. 制剂通则，一般鉴别实验，物理常数测定法，一般杂质检查法，分光光度法，色谱法等多种分析方法以及试液，试纸，指示液与指示剂，缓冲液等的配制，滴定液的配制及标定和指导原则等其他内容在通则中查阅。

五、思考题

1. 《中国药典》2020年版由哪几部组成，每部收载什么内容？
2. 《中国药典》2020年版二部正文中药品种标准主要包括哪些部分？
3. 列举世界上主要国家和国际组织的药典的名称、英文简写。

实训二 甲硝唑的紫外分光光度法鉴别

产成品请验单

编号：

编码：

请验部门：

请验人：

请验日期：

品名	甲硝唑	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	鉴别
质量部签收人		签收日期	

①：车间（白）
②：质量部（红）

一、实训目标

通过本实训，要求掌握按照 TU-1800PC 紫外分光光度计标准操作规程进行药物紫外光谱图的测定，掌握通过光谱法鉴别药物。

二、相关理论知识

药物产生紫外吸收的原理，紫外分光光度法的原理和测定方法；其他光谱分析方法的原理和测定方法。

三、标准操作规程

- 1.依据：《中国药典》2020 年版二部正文 212 页、四部通则 0401。如未作说明，所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015 年版。
- 2.取本品约 13 mg，用万分之一电子天平精密称定，记录重量。置 500 ml 烧杯中，加溶解，转移置 1000 ml 量瓶中，再加盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度，摇匀。按照 TU-1800PC 紫外分光光度计标准操作规程进行药物紫外光谱图的测定，记录最大吸收波长、最小吸收波长。按下面公式计算 277 nm 波长处吸收系数：

$$E_{1cm}^{1\%} = \frac{A}{C \times L}$$

A 为吸收度；C 为质量浓度，单位 g/100ml；L 为比色池厚度，单位为 cm。

- 3.整理原始记录，完成实训报告书。

2. 操作

2.1 试样制备（采用压片法）

称取干燥的阿司匹林试样约 1mg 置于玛瑙研钵中，加入干燥的 KBr 粉末约 200mg，研磨混匀。将研磨好的物料加到专用红外压片模具（ Φ 13mm）中铺匀，合上模具置压片机上加压至 10 tons 左右，约 2~3min，取出装入样品架上待测。

2.2 红外光谱测定

按照岛津 IRAffinity-1 傅立叶变换红外光谱仪标准操作规程测定药物红外光谱图。

3. 整理原始记录，完成实训报告书。

四、注意事项

1. 在压片制样过程中，物料必须磨细并混合均匀，加入模具中需均匀平整，否则不易获得透明均匀的片子。溴化钾极易受潮，因此制样操作应在低湿度环境中或在红外灯下进行。

2. 每次使用仪器前要进行检查：（1）观察橙色干燥指示灯，确认此灯开启。如果干燥指示灯不亮，请检查仪器电源的连接和供电是否正常，如果此两项正常，这说明仪器湿度过高，立即断开电源线，卸下仪器上盖并更换硅胶袋，联系仪器工程师。（2）抬起仪器上盖的后侧，把仪器的上盖移开，确认硅胶颜色是蓝色，如果变红色，立即断开电源线并更换干燥的硅胶珠，联系仪器工程师。

五、思考题

1. 为什么红外光谱仪很容易因为受潮损坏？

实训四 葡萄糖的质量检验

原料请验单

编号：

编码：

请验部门： 仓库

请验人：

请验日期：

品名	葡萄糖	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	全检
质量部签收人		签收日期	

①：车间（白）
②：质量部

一、实训目标

通过本实训，要求掌握的葡萄糖（原料）质量检验程序和方法，能够规范书写检验原始记录及检验报告书。

二、相关理论知识

复习糖类和苷类药物的物理、化学性质和药物分析原理等相关内容。

三、标准操作规程

依据：《中国药典》2020年版二部正文 1514 页葡萄糖质量标准。如未作说明，所有试液配制、检验方法等均依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015年版进行操作。

四、操作过程

（一）【性状】

1.外观性状

取一定量的供试品，置白色纸上用肉眼仔细观察其颜色、晶型等。本品为无色结晶或白色结晶性或颗粒性粉末，无臭，味甜。应符合规定。

2. 比旋度

取本品约 10 g，精密称定，置 100 ml 量瓶中，加水适量与氨试液 0.2 ml，溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 分钟，在 25 °C 时，按 WZZ-1 自动旋光仪标准操作规程依法测定（通则 0621），比旋度为+52.6°至+53.2°。

（二）、【鉴别】

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

2. 取干燥失重项下的本品适量，依法测定，本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 702）一致。

（三）【检查】

1. 酸度

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

2. 溶液的澄清度与颜色

取本品 5.0 g，加热水溶解后，放冷，用水稀释至 10 ml，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液（通则 0902 第一法）比较，不得更浓；如显色，与对照液（取比色用氯化钴液 3.0 ml、比色用重铬酸钾液 3.0ml 与比色用硫酸铜液 6.0 ml，加水稀释成 50 ml）1.0ml 加水稀释至 10 ml 比较，不得更深。

3. 乙醇溶液的澄清度

取本品 1.0 g，加乙醇 20 ml，置水浴上加热回流约 40 分钟，溶液应澄清。

4. 氯化物

取本品 0.60 g，依法检查（通则 0801），与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

5. 硫酸盐

取本品 2.0g，依法检查（通则 0802），与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

6. 亚硫酸盐与可溶性淀粉

取本品 1.0g，加水 10ml 溶解后，加碘试液 1 滴，应即显黄色。

7.干燥失重

取本品 1.0~2.0g，在 105℃干燥至恒重，减失重量为 7.5~9.5%（通则 0831）。

8.炽灼残渣

取本品 1.0g，遗留残渣不得过 0.1%（通则 0841）。

9.蛋白质

取本品 1.0g，加水 10 ml 溶解后，加鞣基水杨酸溶液（1→5）3 ml，不得发生沉淀。

10.钡盐

取本品 2.0 g，加水 20 ml 溶解后，溶液分成两等份，一份中加稀硫酸 1ml，另一份中加水 1ml，摇匀，放置 15 分钟，两液均应澄清。

11.钙盐

取本品 1.0 g，加水 10 ml 溶解后，加氨试液 1 ml 与草酸铵试液 5ml，放置 1 小时，如发生浑浊，与标准钙溶液[精密称取碳酸钙 0.1250g，置 500ml 量瓶中，加水 5ml 与盐酸 0.5ml 使溶解，用水稀释至刻度，摇匀。每 1 ml 相当于 0.1mg 的钙(Ca)]1.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

12.铁盐

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

13.重金属

取本品 4.0 g，加水 23 ml 溶解后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2 ml，依法检查（通则 0821 第一法），含重金属不得过百万分之五。

14.砷盐

取本品 2.0 g，加水 5 ml 溶解后，加稀硫酸 5 ml 与溴化钾溴试液 0.5 ml，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

随时补充蒸散的水分，放冷，加盐酸 5 ml 与水适量使成 28 ml，依法检查（通则 0822 第一法），应符合规定（0.0001%）。

（1）检砷装置的准备 取 60 mg 醋酸铅棉花撕成疏松状，用小玻棒将少量棉花分多次轻而均匀地装入导气管，装置高度为 60~80 mm。用镊子取出一片溴化汞试纸（试纸大小以能覆盖孔径而不露出平面外为宜），置旋塞顶平面上，盖住孔径，旋紧旋塞。

（2）标准砷斑的制备 精密量取标准砷溶液 2 ml，置检砷瓶中，加盐酸 5 ml 与水 21 ml，再加碘化钾试液 5 ml 与酸性氯化亚锡试液 5 滴，在室温放置 10 分钟后，加锌粒 2g，立即将已装好醋酸铅棉花及溴化汞试纸的导气管密塞于检砷瓶上，并将检砷瓶置 25℃~40℃ 水浴中，反应 45 分钟、取出溴化汞试纸，即得。

（3）供试品砷斑的制备 取本品 2.0 g，加水 5 ml 溶解后，加稀硫酸 5 ml 与溴化钾溴试液 0.5 ml，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，并随时补充蒸散的水分，放冷，加盐酸 5 ml 与水适量使成 28 ml，依法检查，将生成的砷斑与标准砷斑比较，记录结果。

（4）结果判断 供试品砷斑显示的颜色浅于标准砷斑显示的颜色，即为“砷盐限量小于或等于 0.0001 %”，判为符合规定，深于标准砷斑显示的颜色则判为不符合规定。

15. 微生物限度

（1）取本品 10 g，用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液制成 1: 10 的供试液。

（2）细菌数、霉菌数和酵母菌数 取供试液，依法检查（通则 1105 平皿法），每 1g 供试品中细菌数不得过 1000cfu，霉菌和酵母菌总数不得过 100cfu。

（3）大肠埃希菌 取 1: 10 的供试液 10 ml，依法检查（通则 1106），不得检出。

（五）、整理原始记录，发出检验报告书。

五、注意事项

1. 斐林试剂（碱性酒石酸铜试液）由一定量的硫酸铜溶液与一定量的酒石酸钾与氢氧化钠溶液等量混合而成，长期贮存会产生沉淀，故应临用前新配制。

2. 铁盐检查时，采用硝酸氧化 $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$ ，不再加过硫酸铵，标准溶液与供试品

三、标准操作规程

1. 依据：《中国药典》2020 年版二部正文 592 页，如未作说明，所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015 年版。

2. 操作：吲哚美辛肠溶片有关物质检查

2.1 照高效液相色谱法（通则 0512）、**岛津 LC 10A 高效液相色谱仪标准操作规程**测定。

2.2 供试品溶液、对照溶液的制备

供试品溶液 取本品 10 片，除去包衣后，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当吲哚美辛 50mg），置 100ml 量瓶中，加甲醇适量，超声使吲哚美辛溶解，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 10ml 量瓶中，用 50% 甲醇稀释至刻度，摇匀。

对照溶液精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用 50% 甲醇稀释至刻度，摇匀。

2.3 色谱条件、系统适用性要求与测定法见吲哚美辛有关物质项下。

2.4 限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。

2.6.4 吲哚美辛有关物质项下色谱条件、系统适用性要求与测定法

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1mol/L 冰醋酸溶液—乙腈 (50:50) 为流动相；检测波长为 228nm；进样体积 50 μ l。

系统适用性要求 理论板数按吲哚美辛峰计算不低于 2000，吲哚美辛峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至供试品溶液主峰保留时间的 3 倍。

3. 整理原始记录，发出检验报告书。

四、思考题

1、比较特殊杂质与一般杂质的区别。

2、氟康唑有关物质用高效液相色谱法测定，其中使用了什么检测器？

实训六 阿司匹林的含量测定

产成品请验单

编号:

编码:

请验部门:

请验人:

请验日期:

品名	阿司匹林	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	含量测定
质量部签收人		签收日期	

①: 车间 (白)
②: 质量部 (红)

一、实训目标

通过本实训, 要求掌握阿司匹林含量测定的原理和计算。学会一般原料药的含量测定的操作技术。

二、相关理论知识

阿司匹林含量测定的原理、方法, 含量测定的误差控制、精密度要求。

三、标准操作规程

1. 依据:《中国药典》2020 年版二部正文 666 页。如未作说明, 所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015 年版。

2. 操作

2.1 滴定样品

取本品约 0.4g, 精密称定, 加中性乙醇 20ml 溶解后, 加酚酞指示液 3 滴, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 18.02mg 的 $C_9H_8O_4$ 。

2.2 计算阿司匹林的百分含量

$$\text{阿司匹林}\% = \frac{T \times V \times F}{S} \times 100\%$$

3. 整理原始记录, 发出检验报告书。

四、注意事项

1. 中性乙醇的配制: 中性乙醇是指导对酚酞指示液显中性的乙醇。
2. 称量等记录及计算中有效数位数的确定, 否则会引入较大的误差。

五、思考题

1. 为什么用中性乙醇作溶剂？
2. 比较百分含量与标示量百分含量的不同。

实训七 维生素 E 软胶囊的含量测定

产成品请验单

编号： _____ 编码： _____
 请验部门： _____ 请验人： _____ 请验日期： _____

品名	维生素 E 软胶囊	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	含量测定
质量部签收人		签收日期	

①：车间（白）
 ②：质量部（红）

一、实训目的

通过本实训，要求了解气相色谱法测定维生素 E 软胶囊的含量的原理及操作，并能进行有关计算。能够按照标准操作规程操作气相色谱仪。

二、相关理论知识

维生素药物的结构特点和性质，主要含量测定方法。气相色谱法、气相色谱仪、内标法定量的原理及操作。多媒体演示测定操作并提供移动媒体文件以便自学。

三、标准操作规程

1. 依据：《中国药典》2020 年版二部正文 1487 页。如未作说明，所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015 年版。
2. 操作 照气相色谱法（通则 0521）测定。
 - 2.1 **内标溶液** 取正三十二烷适量，加正己烷溶解并稀释成每 1ml 中含 1.0mg 的溶液。
 - 2.2 **供试品溶液** 取装量差异项下的内容物，混合均匀，取适量（约相当于维生素 E 20mg），精密称定，置棕色具塞锥形瓶中，精密加内标溶液 10ml，密塞，振摇使维生素 E 溶解，静置，取上清液。
 - 2.3 **对照品溶液** 取维生素 E 对照品约 20mg，精密称定，置棕色具塞锥形瓶中，精

密加内标溶液 10ml， 密塞， 振摇使溶解。

2.4 系统适用性溶液 取维生素 E 与正三十二烷各适量， 加正己烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含维生素 E 2mg 与正三十二烷 1mg 的混合溶液。

2.5 色谱条件 以硅酮（OV-17）为固定相， 涂布浓度为 2%， 或用 100% 二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱； 温度为 265℃； 进样体积 1 μ l。

2.6 系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中， 理论板数按维生素 E 峰计算不低于 500（ 填充柱） 或 5000（ 毛细管柱）， 维生素 E 峰与正三十二烷峰之间的分离度应符合规定。

2.7 测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液 1 μ l， 分别注入气相色谱仪， 记录色谱图。 按内标法以峰面积计算。

3. 整理原始记录， 发出检验报告书。

四、注意事项

1. 维生素 E 容易氧化， 操作尽量避光， 样品溶液应在临测定前新制。
2. 操作过程中， 内标和溶剂容易挥发， 要尽量避免挥发， 以缩小误差。

五、思考题

1. 气相色谱仪主要由哪几部分组成？
2. 推导内标法定量的计算公式。

实训八 维生素 B₁ 片（注射液） 的含量测定

产成品请验单

编号： _____ 编码： _____
请验部门： _____ 请验人： _____ 请验日期： _____

品名	维生素 B ₁ 片或维生素 B ₁ 注射液	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	含量测定
质量部签收人		签收日期	

①： 车间（白）
②： 质量部（红）

一、实训目标

通过本实训，要求掌握紫外分光光度法测定维生素 B₁ 片或维生素 B₁ 注射液的含量的原理及操作，并能进行有关计算。熟练使用紫外分光光度计。了解排除片剂或注射剂中常用辅料干扰的方法。

二、相关理论知识

制剂分析，片剂或注射剂中常用辅料干扰的排除方法。紫外分光光度法测定维生素 B₁ 片或维生素 B₁ 注射液的含量的原理及操作。线性回归和标准曲线计算含量的数学原理。多媒体演示测定操作并提供移动媒体文件以便自学。

三、标准操作规程

1.依据：《中国药典》2020 年版二部正文 1474 和 1475 页。如未作说明，所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015 年版。

2.维生素 B₁ 片的含量测定

2.1 操作方法

取维生素 B₁20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于维生素 B₁25mg），置 100 ml 量瓶中，加盐酸溶液（9→1000）约 70ml，振摇 15 分钟使维生素 B₁ 溶解，加盐酸溶液（9→1000）稀释至刻度，摇匀，用干燥滤纸滤过，用移液管量取续滤液 5ml，置另一 100ml 量瓶中，加盐酸溶液（9→1000）稀释至刻度，摇匀。取该溶液置 1cm 厚的石英吸收池中，以相同盐酸溶液为空白，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 246nm 处测定吸收度，按照维生素 B₁ (C₁₂H₁₇ClN₄O₅·HCl) 的吸收系数 (E_{1cm}^{1%}) 为 421 计算维生素 B₁ 片的标示量百分含量。

2.2 计算维生素 B₁ 片的标示量百分含量。

3.维生素 B₁ 注射液的含量测定

3.1 操作方法

精密量取本品适量（约相当于维生素 50mg），置 200ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 100ml 量瓶中，用盐酸溶液（9→1000）稀释至刻度，摇匀，以相同盐酸溶液为空白，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 246nm 的波

1.依据：《中国药典》2020 年版二部正文 254 页。如未作说明，所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015 年版。

2.含量测定 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当于甲硝唑 0.25g），置 50ml 量瓶中，加 50% 甲醇溶液适量，振摇使甲硝唑溶解，用 50% 甲醇溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇—水(20: 80)为流动相；检测波长为 320nm；进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

3.整理原始记录，发出检验报告书。

四、注意事项

1. 流动相的制备与保存 用液相色谱专用的试剂配置流动相，水应为新鲜制备的高纯去离子水，可用超级纯水器制得或用重蒸馏水。凡规定 PH 值的流动相，应使用精密 pH 计进行调节。配制流动相所用的试剂必须使用相应的 0.45 μ m（或 0.22 μ m）的滤膜过滤，使用前脱气。应配制足量的流动相备用。

2. 样品的配制 标准品和样品需用规定的溶剂配制成标准样品和待测样品。在定量测定时，对照样品和待测样品均应分别配制 2 份。在待测样品注入液相色谱以前，一般要经过相应的 0.45 μ m（或 0.22 μ m）的针式过滤器进行过滤。必要时待测样品要进行预净化，以免对液相色谱系统产生污染和堵塞，影响色谱分离及其结果。

五、思考题

1. 原料药与制剂含量的表示方法有何不同？
2. 色谱柱的使用和保存应注意的问题有哪些？

实训十 吡拉西坦片的含量测定

产成品请验单

编号:

编码:

请验部门:

请验人:

请验日期:

品名	吡拉西坦片	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	含量测定
质量部签收人		签收日期	

①: 车间(白)
②: 质量部(红)

一、实训目标

通过本实训,要求掌握高效液相色谱法测定吡拉西坦片含量的原理及操作方法,并能进行有关计算。能够按照标准操作规程操作高效液相色谱仪。

二、相关理论知识

合成抗菌药物的结构特点和性质,其主要含量测定方法。高效液相色谱仪的原理及操作。多媒体演示测定操作并提供移动媒体文件以便自学。

三、标准操作规程

1.依据:《中国药典》2020年版二部正文 577 页。如未作说明,所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015 年版。

2.含量测定 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于吡拉西坦 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使吡拉西坦溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取吡拉西坦对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取吡拉西坦适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(10: 90)为流动相,检测波长为 210nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，理论板数按吡拉西坦峰计算不低于2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

3.整理原始记录，发出检验报告书。

四、注意事项

1. 流动相的制备与保存用液相色谱专用的试剂配置流动相，水应为新鲜制备的高纯去离子水，可用超级纯水器制得或用重蒸馏水。凡规定 PH 值的流动相，应使用精密 pH 计进行调节。配制流动相所用的试剂必须使用相应的 0.45 μm （或 0.22 μm ）的滤膜过滤，使用前脱气。应配制足量的流动相备用。

2. 样品的配制标准品和样品需用规定的溶剂配制成标准样品和待测样品。在定量测定时，对照样品和待测样品均应分别配制 2 份。在待测样品注入液相色谱以前，一般要经过相应的 0.45 μm （或 0.22 μm ）的针式过滤器进行过滤。必要时待测样品要进行预净化，以免对液相色谱系统产生污染和堵塞，影响色谱分离及其结果。

五、思考题

1. 高效液相色谱法测定含量有哪些方法？写出含量计算的相关公式。
2. 系统适用性试验主要包括哪些内容？

附件 1：水杨酸理化检验原始记录（样板）

品名	水杨酸	记录编号	H200114
包装规格	25Kg/桶	批号	202012101
数量	250Kg	进厂编码	Y037-1309-02
件数	10.0 件	取样日期	2020 年 12 月 10 日
生产厂家	湖北兴银河化工有限公司	检验日期	2020 年 11 月 14 日
检验依据	《中国药典》（2020 年版）二部		
检验项目	检验结果		
【性状】	<p>本品为<u>白色细微的针状结晶</u>（应为白色细微的针状结晶或白色结晶性粉末）。 结论：<u>白色细微的针状结晶</u></p> <p>熔点：<u>159~160 °C</u>（应为 158~161 °C）。 熔点仪型号：<u>WRS-1B</u> 编号：<u>YQ101</u></p> <p>本品依药典通则 0612 第一法测定，初熔温度：<u>158.6°C</u>；终熔温度：<u>159.8°C</u> 结论：<u>符合规定</u></p>		
【鉴别】	<p>(1) 取本品的水溶液，加三氯化铁试液（批号：<u>20131013</u>）1 滴，溶液显<u>紫堇色</u>（应为紫堇色）。 结论：<u>符合规定</u></p> <p>(2) 本品的红外光吸收图谱与对照图谱<u>一致</u>（应一致）。（见附图） 结论：<u>符合规定</u></p> <p>.....</p>		
【检查】	<p>炽灼残渣：<u>0.05%</u>（应不得过 0.1%） 马弗炉型号：<u>SRJX-2-9</u> 编号：<u>YQ201</u> 天平型号：<u>AQ204</u> 编号：<u>YQ104</u></p> <p>取本品，精密称定 $W_1 = 2.0014\text{g}$，置已炽灼至恒重的坩锅（$W_0 = 55.5433\text{g}$）中，精密称定 $W_2 = 57.5447\text{g}$ 后，加硫酸 1ml 使湿润，低温加热至硫酸蒸汽除尽后，在 700°C 炽灼使完全灰化，移置干燥器内，放冷，精密称定 $W_3 = 55.5445\text{g}$ 后，再在 700°C 炽灼至恒重（$W_4 = 55.5443\text{g}$），计算炽灼残渣百分率：</p> $\text{炽灼残渣}\% = \frac{W_4 - W_0}{W_1} \times 100\% = \frac{55.5443 - 55.5433}{2.0014} \times 100\% = 0.049\% = 0.05\%$ <p>结论：<u>符合规定</u></p>		
检验人：（签名）	复核人：（签名）		

检验项目

检验结果

【检查】

重金属:

采用方法:《中国药典》2020年版四部通则 0821 第一法

标准铅溶液的制备:精密量取标准铅贮备液(批号: 20130908)10ml,置 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得(每 1ml 相当于 10μg 的 Pb)。本液仅供当日使用。

取 25 ml 比色管 3 支,甲管为对照管,乙管为供试管,丙管为对照比较管。

甲管中加入标准铅溶液 1 ml 与醋酸盐缓冲液(pH3.5)(批号: 20131114) 2 ml 后,加水稀释成 25 ml;乙管中加入本品 1.0g (W= 1.0209g),加水适量溶解后,加醋酸盐缓冲液(PH 3.5)(批号: 20131114) 2 ml 后,加水稀释至 25 ml;丙管加入本品 1.0g (W= 1.0201g),加水适量溶解后,再加标准铅溶液 1 ml 与醋酸盐缓冲液(pH3.5) 2 ml,加水稀释至 25 ml。在甲乙丙三管中分别加入硫代乙酰胺试液(批号: 20131114)各 2 ml,摇匀,放置 2 分钟,同置白纸上,自上向下透视,丙管比甲管所显示颜色深,乙管比甲管所显示颜色浅(不得更深)。

结论: 符合规定

【含量测定】

含量测定: 100.1% (应不得小于 99.5%)

天平型号: AQ204 编号: YQ104 滴定管编号: D214

取本品约 0.3g,精密称定, W₁ =: 0.3005 g; W₂ =: 0.3010 g,加中性乙醇(对酚酞指示液显中性) 25ml 溶解后,加酚酞指示液(批号: 20131008) 用氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)C =: 0.9619mol/L 滴定,滴定至溶液显粉红色并持续 30 秒钟不褪,消耗氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)的体积: V₁ =: 21.45 ml; V₂ =: 21.50 ml。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)相当于 13.81mg 的 C₇H₆O₃。

$$\textcircled{1}P_1\% = \frac{V_1 \times T \times F}{W_1} \times 100\% = \frac{21.45 \times 13.81 \times 1.015}{0.3005 \times 1000} \times 100\% = 100.06\% ;$$

$$\textcircled{2}P_2\% = \frac{V_2 \times T \times F}{W_2} \times 100\% = \frac{21.50 \times 13.81 \times 1.015}{0.3010 \times 1000} \times 100\% = 100.12\% ;$$

$$\text{平均值: } \frac{\textcircled{1} + \textcircled{2}}{2} = \frac{100.06\% + 100.12\%}{2} = 100.09\% = 100.1\%$$

$$\text{相对偏差: } \frac{|\textcircled{1} - \textcircled{2}|}{|\textcircled{1} + \textcircled{2}|} \times 100\% = \frac{|100.12\% - 100.06\%|}{|100.12\% + 100.06\%|} \times 100\% = 0.03\%$$

结论: 符合规定

检验人: (签名)

复核人: (签名)

附件 2：水杨酸理化检验报告书（样板）

编码：RD-Q-224-01

报告编号：H200114

品名	水杨酸		
包装规格	25Kg/桶	批号	202009101
数量	250Kg	进厂编码	Y037-1309-02
件数	10.0 件	取样日期	2020 年 12 月 10 日
生产厂家	湖北兴银河化工有限 公司	报告日期	2020 年 12 月 14 日
检验依据	《中国药典》（2020 年版）二部		
检验项目	标准规定	检验结果	
【性状】	本品为白色细微的针状结晶或白色结晶性粉末 熔点为 158~161℃	为白色细微的针状结晶 159~160℃，符合规定	
【鉴别】	(1) 应呈正反应 (2) 红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 57 图）一致。	呈正反应，符合规定 红外光吸收图谱与对照图谱一致，符合规定	
【检查】		
炽灼残渣	不得过 0.1%	0.05%，符合规定	
重金属	不得过百万分之十	符合规定	
【含量测定】	含 C ₇ H ₆ O ₃ 不得少于 99.5%。	100.1%，符合规定	
结论	本品按《中国药典》（2020 年版）二部检验，结果符合规定。		
负责人：（签名）	复核人：（签名）	检验人：（签名）	盖章

附件 3：维生素 C 注射液检验原始记录（样板）

品名	维生素 C 注射液	记录编号	ZC200102
规格	2ml: 0.5g	批号	202009151
包装规格	10 支/盒, 50 盒/件	检品来源	制剂车间
数量	25,000.0 支	取样日期	2020 年 12 月 19 日
件数	500.0 件	检验日期	2020 年 12 月 20 日
检验依据	《中国药典》(2020 年版) 二部		
检验项目	检验结果		
【性状】	本品为无色的澄明液体(应为无色至微黄色的澄明液体)。 结论： <u>符合规定</u>		
【含量测定】	<p>含量测定：<u>101.6%</u> (应为标示量的 93.0%~107.0%)</p> <p>天平型号：<u>AQ204</u> 编号：<u>YQ104</u> 滴定管编号：<u>D214</u></p> <p>取维生素 C 注射液适量 (约相当于维生素 C 0.2g)，$V_{\text{样}1} = \underline{4.0}$ ml；$V_{\text{样}2} = \underline{4.0}$ ml，加水 15ml 与丙酮 2ml，摇匀，放置 5 分钟，加稀醋酸 4ml 与淀粉指示液 1ml，用碘滴定液(0.05mol/L)</p> <p>$C = \underline{0.0502}$ mol/L 滴定，滴定至溶液显蓝色并持续 30 秒钟不褪，消耗碘滴定液(0.05mol/L)的体积：$V_1 = \underline{21.45}$ ml；$V_2 = \underline{21.50}$ ml。</p> <p>每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 8.806mg 的 $C_6H_8O_6$。</p> $\textcircled{1} P_1\% = \frac{V_1 \times T \times F}{V_{\text{样}1} \times C_s} \times 100\% = \frac{11.48 \times 8.806 \times 1.004}{4.0 \times 0.25} \times 100\% = 101.50\%$ $\textcircled{2} P_2\% = \frac{V_2 \times T \times F}{V_{\text{样}2} \times C_s} \times 100\% = \frac{11.50 \times 8.806 \times 1.004}{4.0 \times 0.25} \times 100\% = 101.67\%$ <p>平均值：$\frac{\textcircled{1} + \textcircled{2}}{2} = \frac{101.50\% + 101.67\%}{2} = 101.58\% = 101.6\%$</p> <p>相对偏差：$\frac{ \textcircled{1} + \textcircled{2} }{ \textcircled{1} - \textcircled{2} } \times 100\% = \frac{ 101.50 - 101.67 }{ 101.50 + 101.67 } \times 100\% = 0.05\%$</p> <p>结论：<u>符合规定</u></p>		
检验人：(签名)	复核人：(签名)		

附件 4：维生素 C 注射液检验报告书（样板）

编码：SOP-C-4108/R2-00

报告编号：ZC200102

品名	维生素 C 注射液		
规格	2ml:0.5g	批号	202009151
包装规格	10 支/盒，50 盒/件	取样日期	2020 年 12 月 19 日
数量	25,000.0 支	报告日期	2020 年 12 月 24 日
件数	500.0 件	有效期至	2022 年 10 月 17 日
检验依据	《中国药典》（2020 年版）二部		
检验项目	标准规定	检验结果	
【性状】	应为无色至微黄色的澄明液体	为无色澄明液体	
【含量测定】	含维生素 C($C_6H_8O_6$)应为标示量的 93.0%～107.0%	101.6%，符合规定	
结论	本品按《中国药典》2020 年版二部检验上述项目，结果符合规定。		
负责人：（签名）	复核人：（签名）	检验人：（签名）	盖章

附件 5:

实训过程考核评分表

班级: 药学班 第批

实验台号:

实训项目						
姓名 学号 检查项目值						
预习 报告	实训目标	5				
	步骤计划	5				
	仪器列表	5				
	思考题	5				
实训 准备	器材准备	5				
	洗涤干净	5				
实训 过程	操作规范	15				
	保持仪器台 面整齐清洁	5				
实训 结果 与 提 问	原始记录	10				
	实训结果	10				
	结果与分析 (教师提问)	10				
清 场	仪器洗涤	5				
	仪器归位	5				
	试剂摆放	5				
	台面清洁	5				
总分(100分)						

附件 6：常用仪器标准操作规程

WZZ-1 型自动指示旋光仪操作规程

1 操作前的准备

1.1 测定条件除另有规定外，测定温度为 20℃。对测定温度有严格要求的供试品，在测定前将仪器及供试品置规定环境温度的恒温室内至少 2 小时。

2. 2 接通电源前检查样品室内应无异物，确定旋光仪光源开关置于【~】（交流）挡，电源开关和示数开关应放在关的位置（向下）；检查仪器旋转位置是否合适，钠光灯启辉后，不得再搬动仪器，以免损坏钠光灯。

2 接通电源

2.1 将仪器电源插头插入 220 V 交流电源插座上，并接好地线，如使用的交流电压不稳定，可使用 1 kV 电子稳压器。

2.2 开启电源开关，钠光灯经辉光放电，瞬间启辉点燃，但发光不稳，至少预热 15 分钟，待钠光灯呈现稳定的橙黄色后，将旋光仪光源开关扳至“—”（直流）挡。如钠光灯熄灭，可能是预热时间不够，可将光源开关上下重复扳动 1~2 次，使钠光灯点燃。测定时旋光仪光源开关应保持“—”位置，即：应使钠光灯在直流电下工作。

3 测定操作

3.1 开启示数开关（向上扳），用调零手轮调节仪器的示数值为零点。反复按下复测键，使指示值偏离零点，放开复测键，示数盘应回到零处。示数盘上红色示值为左旋，黑色示值为右旋，如有偏离，可再用手轮调节，反复用复测按钮按放 3 次，使其偏离后再回至零点或停点，记录 3 次平均值即为仪器的零点。

3.2 将试样管一端螺帽放上皮垫和盖玻片（盖玻片应紧靠试样管）拧紧。从另一端注入水或供试品溶剂，先洗涤试样管后注满，将另一盖玻片盖上，放上皮垫，拧紧螺帽，将两端盖玻片用擦镜纸擦干。如有气泡可摇动试样管使气泡浮入凸颈内关闭示数开关（向下扳），打开样品室盖，将试样管置于样品室内试样管槽上，关闭样品室盖，开启示数开关按 3.1 所述测定零点或停点，如测定值为停点，则计算时应扣除停点的读数即为零点。

3.3 关闭示数开关（向下扳），取出试样管，倒出空白溶液，注入供试液少量，冲洗数次后装满供试品溶液，同上操作，取 3 次平均值再扣除水或溶剂的读数，即为供试品溶液的旋光度。

3.4 如旋光度超出仪器测量范围，仪器在 $\pm 45^\circ$ 处能自动停止，此时取出试样管，按一下样品室内的复位开关按钮，仪器即能自动回零。

3.5 如直流供电产生故障仪器钠光灯，也可使用交流供电，但稳定性不好，仪器必须按规程检定性能符合要求方可使用，如有异常现象，应随时检测。

4 关机

4.1 测定结束后，应先将示数开关关闭，然后再关电源，取出试样管洗净，晾干，样品室内可放硅胶吸湿。

4.2 登记使用时间和仪器状况。

WZZ- 2B 自动旋光仪使用说明



1. 接通电源

将仪器电源插头插入 220V 交流电源，并接好地线。

2. 开启电源开关。 进入面板显示。



3. 按 \leftarrow 键进入到测量界面。

在测试过程中，如果出现黑屏，乱屏或者测量结束后想返回测量原始界面，请按 \square 键。

测量界面如下：



中间可显示 3 组测量数据，下方为实测数值，等 3 组数据测量完毕， α 会变为 α ，此时显示的即为 3 组数据的平均值。

等显示数值不动后，请按**清零**键进行清零，然后再进行测量。

4. 手动测量

①每次测量前，请校零。如有误差，请按**清零**键。进入测量界面以后，按住**手测**键，然后松开按键，仪器在测量一组后停下，等待用户再次按键，用户可重复该动作，直至测量次数满 3 次，满 3 次后，若继续按**手测**键，，屏幕会被清掉，在第一组位置显示被测数据。

②将装有蒸馏水或其他空白溶剂的试管放入样品室，盖上箱盖，按**清零**键，显示 0 读数。试管安放时注意标记的位置和方向。

③取出试管。将待测样品注入试管，按相同的位置和方向放入样品室内，盖好箱盖。仪器即显示样品的旋光度。

④如样品超过测量范围，仪器在 45 处来回振荡，此时，取出试管，仪器即自动转回零位。此时可稀释样品后重测。

⑤测量完毕后，将试管取出，倒掉测量液体并清洗试管。

⑥仪器使用完毕后，关闭光源，电源开关。

TU-1810 型紫外可见光分光光度计操作规程

一、开机

依次打开计算机和仪器电源。开机后双击图标，在出现登录界面后，直接点击确定，无需密码，直接进入初始化。

二、仪器初始化

进入初始化界面后，仪器进行自检，大约需要三分钟。如果自检后各项都没问题，则预热半小时后，便可进入以下操作。

三、光度测量

3.1 参数设置

单击图标进入光度测量界面。单击，设置光度测量参数，具体输入：1. 输入新增波长值，点击添加，不需要的波长选中并删除；2. 光度模式（一般为 Abs）；3. 重复测量次数，是否取平均值。单击确定键退出参数设置。

3.2 校零

单击  校零，在第一个样品池中放入参比溶液，单击确定。然后，取出参比溶液。

3.3 测量

倒掉取出的参比溶液，放入样品，单击  开始；即可测出样品的吸光度值。

四、光谱扫描(光谱测量)

4.1 参数设置

单击  图标进入光谱扫描。单击 ，设置光谱扫描参数：1. 波长范围（先输长波再输短波）；2. 光度方式（一般为 Abs）；3. 扫描速度（一般为中速）；4. 采样间隔（一般为 1nm 或 0.5nm）；5. 显示范围（一般为 0--1）。单击确认键退出参数设置。

4.2 基线校正

单击  基线，在第一个品池中放入参比溶液后，单击确定。待基线校正结束后，取出参比溶液。

4.3 扫描

倒掉取出的参比溶液，放入样品单击  开始，进行扫描，当扫描完毕后，保存扫描结果。

单击 ，检出图谱的峰、谷及其具体数值。

五、关机

5.1 单击  波长定位将波长定位到 500nm，然后退出紫外操作系统。

5.2 依次关掉仪器和计算机电源。

注意：1、仪器安装环境严格执行《操作手册》中的要求；

2、本规程的样品池均设置为单池；

3、本规程仅供操作者参考，相关内容应以《操作手册》为准。

奥析 UV1800PC 的操作规程

1. 打开电源开关
2. 在屏幕出现字幕后 5 秒内按任意按钮，进入联机状态
3. 启动电脑
4. 点击 UV Control 工作站软件图标
5. 点击“联机运行”
6. 进入初始化界面，耐心等待初始化完成
7. 放入空白和样品
8. 待初始化完成，点击波长扫描图标，进入设置界面
9. 选择吸光度测量方式
10. 扫描间隔 1.0 nm
11. 按实际要求设置起始和结束波长
12. 扫描速度选择快速
13. 选择图谱连续扫描
14. 按样品可能的吸光度范围设置数据上下限
15. 点击确认完成设置
16. 耐心等待基线校正完成
17. 点击确认
18. 样品架位置设到 S2
19. 点击检测峰或检测谷，检测最大吸收波长或最小吸收波长
20. 点击单点检测
21. T/AC/E 转换，转换测定方式
22. 样品架位置设到 S1，空白液
23. 点击满度进行调零
24. 点击记录，记录测定结果
25. 改变波长，设置到最大吸收波长处
26. 点击驱动完成设置

27. 样品架位置设到 S1, 空白液
28. 点击满度进行调零
29. 点击记录, 记录测定结果

ZRS-8G 智能溶出试验仪标准操作规程

一、试验前的准备

1. 检查溶出试验仪器的状态是否良好

(i)检查同心利用中心盖检查每个溶出杯是否与转杆同心。若不同心,则调节杯口旁的三个偏心轮至适当位置,使之同心,并固定。

(ii)检查水浴箱内水是否超过警示线水浴箱内水面应至红线上 1~2cm 处,若水量不够应及时加水。

(iii)检查水循环是否正常如果循环系统内憋气,有可能会使循环受阻,这时应当设法排除泵内或进水管内空气,保证水循环正常。

2. 试剂、试液的准备

(iv)烧杯编号、记录。

(v)溶出介质应按要求提前配制,调 PH 值,摇匀,若有泡沫应放置一晚,消泡后使用。每次实验溶出介质量应多配 1000ml-2000ml,以预备补充。

3. 操作用仪器的准备

(vi)吸耳球、滤器、滤膜

(vii)注射器、移液管、烧杯、容量瓶、量筒

(viii)溶出杯、取样器

二、试验操作

1. 加热,水浴循环,设置水浴温度

2. 装好溶出杯,并用压块固定

3. 按药典规定安装试验转杆(篮杆、桨杆、小桨杆)。注意,离合器开始不要旋紧。

取测量钩,将钩的定高环(25mm 或 15mm 直径)逐次放入各个杯内至杯底中心,垂直向下压转杆顶端,使网篮底部或桨叶底部接触测量钩的定高环顶部,顺时针旋紧离合器,夹住转杆。

4. 加入溶出溶媒,并确保溶媒液面低于水浴箱内水面

5. 设置转速,检查转杆转动是否正常

6. 针头、针垫用法:(浆法)①900 毫升用薄垫短弯针头;②1000 毫升用厚垫短弯针头③500 毫升用薄垫长弯针头④600 毫升用厚垫长弯针头;(篮法)同上要求,并须在针垫之上再垫加一个“篮法取样柱”。选好并安装取样装置,并调节取样点,使其恰好位于转篮或浆板上端距溶媒液面中间处

7. 检测溶媒温度,应保持在 $37^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$

8. 投样,在规定时间点取样(过滤、取样应在 30 秒内完成)

9. 注意观察溶出现象,做好试验纪录。

三、试验结束后处理

关机后,先测定数据,清洗溶出杯、桨杆、取样器、试管、移液管、量筒等试验用仪器,洗净后放置在指定位置,烘干放置。

附: 温度、转速和时间参数的设置方法:(针对 RC-6 溶出度测试仪)

按“预置/实时”键,进入设置状态,显示设置数值,可进行参数的设定;再次按“预置/实时”键,进入实时状态,显示实时数值。

温度设置方法:

1、设置状态下,按“控温”键,温度数字闪烁,即可按数字键设置 $20.0-45.0^{\circ}\text{C}$ 范围内的温度。设置数值闪动五次后停止闪动,表示设置成功。

2、实时状态下,按“控温”键,可以打开或关闭控温系统。控温指示灯亮时,表示系统处于自动控温状态。

转速设置方法:

1、设置状态下,按“转动”键,温度数字闪烁,即可按数字键设置 $20-200\text{rpm}$ 范围内的转速。设置数值闪动五次后停止闪动,表示设置成功。

2、实时状态下,按“转动”键,可以打开或关闭控制转速系统。转动指示灯亮时,表示系统处

于自动控制转速状态。

时间设置方法：

- 1、设置状态下，按“定时”键，时间窗显示 001 并闪动，即可进行九个时间段的定时设置，此时按数字键可对第一个时间段进行 1-999min 范围内的时间设置。定时设置数值闪动五次后停止闪动，表示设置成功。
- 2、第一个时间段设置完成后，时间窗的数字窗显示 002 并闪动，可输入数字继续设置第二个时间段，如此反复直到九个时间段全部设置完毕。
- 3、若取样次数少于九次，则在设置完最后一个时间段后，再按一次“定时”键，即可结束定时设置。
- 4、实时状态下，按“定时”键，可以打开或关闭控制时间系统。定时指示灯亮时，表示系统处于自动控制时间状态。

LC-10A 高效液相色谱仪操作规程

一、操作前准备

1、流动相的准备

试剂：析谱纯

水：超纯水

调 pH：用精密 pH 计

配好的流动相应通过 0.45 μ m 适宜的滤膜滤过，用前脱气，并配充足的流动相待用。

2、供试液的配制

配好的供试液和对照液进样前应经 0.45 μ m 适宜的滤膜滤过，必要时样品液还要进行前处理，如提取净化、预过滤等。

二、操作步骤

1、开机

打印机→计算机→泵的电（POWER）

2、排气

待主机稳定后，将排气阀（DRAIN）旋至打开位置（open 方向 180°），按冲洗键（purge），排气完毕，按冲洗键（purge）（关），旋关 DRAIN（向右旋 180°）。

3、跑基线

1) 按 pump 键

2) 设置参数: func (功能键) → 流速 → 最大压力 (15) → 最小压力 (0.1) → Enter → CE, 设置完毕。

注: 流速要慢慢依次增加(0.2→0.4→0.6→0.8→1.0)待柱压稳定后换流动相,每次换流动相要依次减流速, 并按 pump 键(关), 换好后, 要排气, 流速要依次增加。

3) 开启检测器电源开关→自检完毕→设定参数(波长, 光源等)(func→设定→Enter→CE)

4) 查看基线(打开工作站, 把衰减调至 0, 直至基线平稳。)

4、进样

1) 把进样器手柄放在载样位置 (LOAD)

2) 注射器吸样后要排气, 把注射器的平头针直插至进样器的底部, 注入供试溶液(为定量环的 3-5 倍)

3) 叫零→进样(进样器手柄转至 Inject, 定量环内供试液即被流动相带入流路), 停留在 Inject 位置一段时间。

5、收集色谱数据

1) 最后一峰出完后, 应继续走一段时间, 确定无组分流, 方能结束记录。

2) 含量测定的对照液和样品液每份至少注样 2 次, 由全部注样结果 ($n>4$) 求得平均值, 其相对标准偏差 (RSD) 液应不大于 1.5%。

6、清洗和关机

1) 分析完毕→关检品→关数据处理器→冲柱(用甲醇冲 30 分钟, 如使用含盐流动相, 则先用 10% 甲醇水冲 1h 以上, 再用 50% 甲醇水冲约 20 分钟, 再用甲醇冲 1h 以上)

2) 冲柱期间进样品也应用相应的溶剂冲洗。

3) 冲洗完毕后, 逐步降低流速至 0, 关泵, 关电源, 登记。

岛津 LC-16 高效液相操作规程

1. 开机

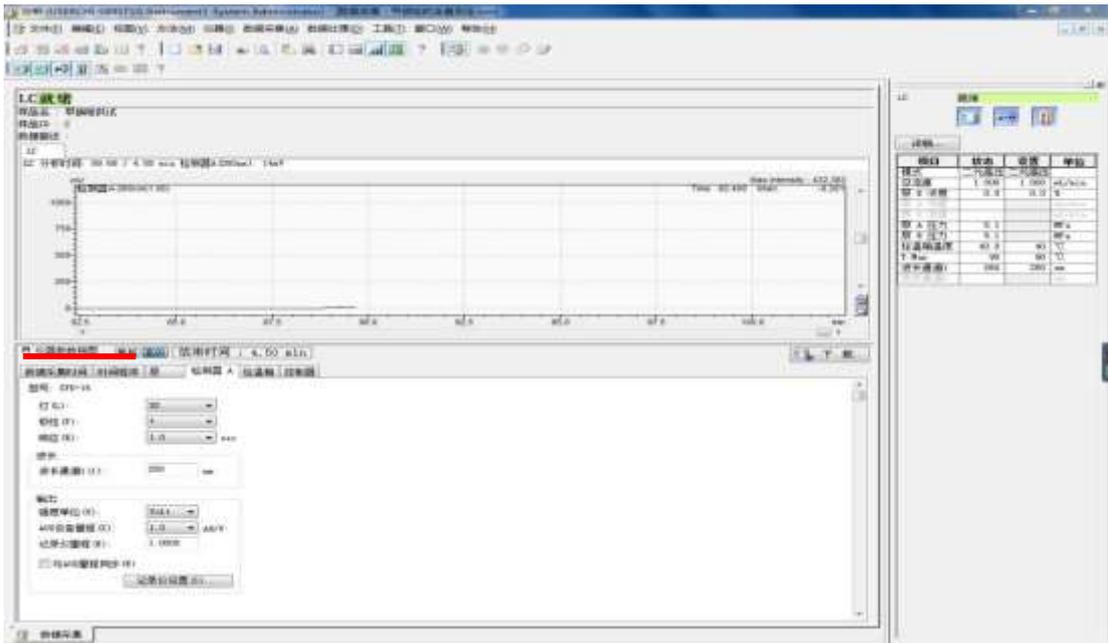
接通电源→泵电源 (POWER) →检测器→仪器自检→自检完成 (各灯变绿) →计算机

2. 排气

打开排液阀 (逆时针转动排液阀 180°); 按冲洗键 “purge” (泵灯由绿转黄), 仪器左边控制面板上的 “pump” 指示灯亮, 泵按设定的流速 (5ml/min)、时间(5min)冲洗, 自动停止 (泵灯由黄转绿), 面板上的 “pump” 指示灯灭; 旋关排气阀 (顺时针旋转到底)。如管路中仍有气泡, 则重复以上操作直至气泡排尽。

3. 进样方法的设定

双击 Lcsolution 色谱工作站，点击左侧助手栏中的，进入数据采集界面。



进入“仪器参数视图”的“常规”选项卡（如果没出现“仪器参数视图”，需点击菜单栏“方法”下的“仪器参数”），**设置参数**：总流速、波长、结束时间、柱温、B 泵浓度、最高压力（15pa）和光源（点击“高级”选项卡设压力→检测器，设置氘灯 D₂ 开关）等，设置完成后，点击菜单栏“文件”项“另存为进样方法”，保存方法(保存路径可设为：D→LC-16...，也可设在桌面)；单击“下载”（相当于确定）将设置传输到仪器上。

4.查看基线

点击工具栏“泵 ON/OFF”的图标启动泵，查看基线，待基线平稳、柱温箱温度达到设定值后，可开始分析测定工作。

5.进样

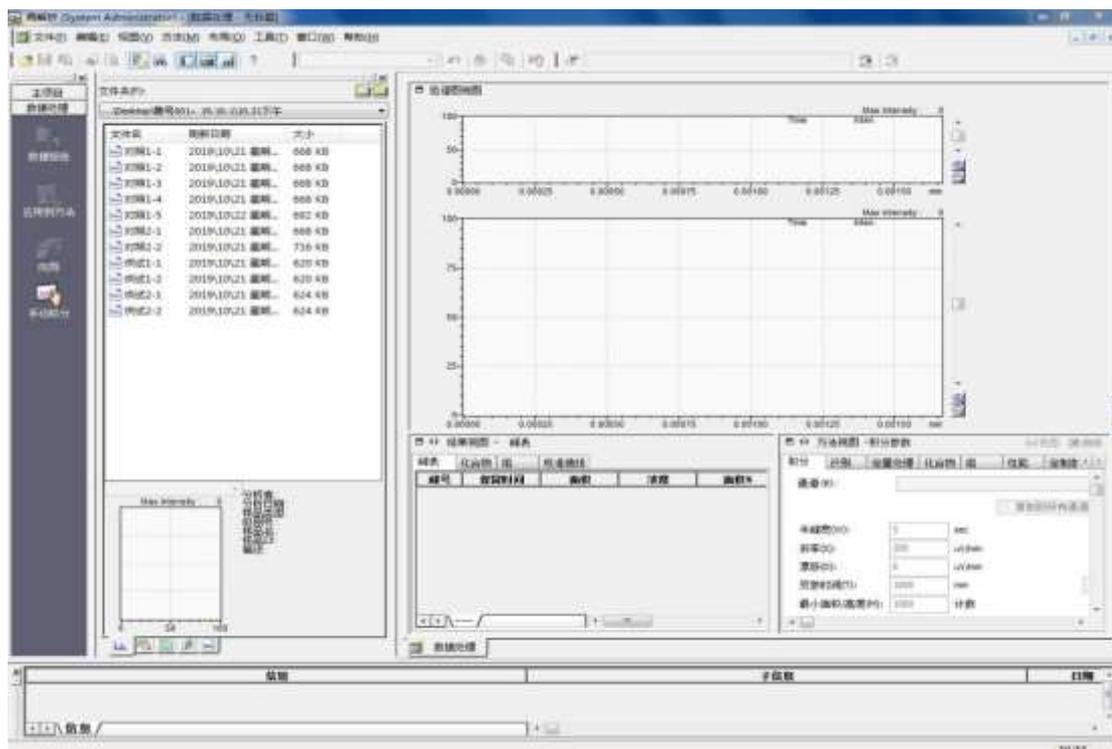
点击工具栏“数据采集”中“单次分析”，选择分析方法，输入创建数据文件的名称和保存路径后点击确定；将进样阀手柄置载样位置（LOAD），注射器的平头针直插至进样器的底部，注入供试品溶液，将进样阀手柄转到进样位置（Injec）点击开始(或不用点击)，工作站自动采集数据。

6.数据处理：

回到 LC Solution 色谱工作站首页，点击左侧助手栏中的，在左侧助手栏中点击

“主项目”中“数据处理”，选择相对应的文件序号（例如供试 1-2）进行数据处理分析界面。

在峰表位置中可查看峰面积等相关数据



7.清洗和关机

- （1）分析完毕后，关检测器（或关氙灯），参照 3 进行冲柱方法设置，运行方法进行冲柱，或改变流速按 Enter 后冲柱（用甲醇冲 30 分钟，如使用含盐流动相，则先用 10% 甲醇水冲 1h 以上，再用 50% 甲醇水冲约 20 分钟，再用甲醇冲 1h 以上）如需更换流动相，冲洗前先按 2 操作排气；
- （2）冲柱期间进样器也应用相应的溶剂冲洗；
- （3）冲洗完毕后，逐步降低流速至 0，关泵，关电源，登记。

安捷伦 1260 液相色谱操作规程

1 开机

- 1.1 更换新鲜的流动相；
- 1.2 打开 1260 液相电源开关。
- 1.3 打开计算机；
- 1.4 打开仪器的联机工作站
- 1.5 打开仪器的排气阀进行排气泡(流速设为 5.0mL/min，分别对使用到的通道排气)，待气泡

排完之后（每通道 3 分钟），关闭排气阀。

1.6 调用方法，平衡色谱柱，待基线平衡好之后进行进样分析。

如果新建方法，从“方法”菜单中选择“编辑完整方法（E）…”项，选中除“数据分析”外的三项，点击“确定”，进入下一画面。分别对四元泵、自动进样器、柱温箱、检测器等参数进行设定(具体的设定方法详见使用说明书)。

2 单针进样

点击“运行控制”菜单下的“样品信息”，告诉数据额储存路径以及样品瓶位置，再选择“运行方法”

3 序列进样

点击“序列”菜单下的“新建序列模板”，

点击“序列”菜单下的“序列表”，

点击“序列”菜单下的“保存序列模板”，

点击“序列”菜单下的“序列参数”，

点击“运行控制”菜单下的“运行序列”，

4 数据分析方法编辑

4.1 点击“脱机”快捷方式，点击“数据分析”进入数据分析画面。

4.2 从“文件”菜单中选择“调用信号…”选项，选中您的数据文件名，点击确定，则数据被调出。

4.3 通过调整积分参数，对谱图进行优化，最后建立校正曲线(具体的设定方法详见使用说明书)。

4.4 设定报告格式并打印报告(具体的设定方法详见使用说明书)。

5 关机

5.1 实验结束后，首先冲洗管路(若是反向色谱柱，首相用水:甲醇=90:10 冲洗管路至少 30min，接着用水:甲醇=10:90 冲洗管路至少 30min)；

5.2 退出化学工作站；

5.3 关闭仪器电源；

5.4 关闭计算机。

6 注意事项

- 6.1 当冲洗阀打开，流速设为 5mL/min，系统的压力高于 5bar 时，注意更换泵的过滤白头；
- 6.2 每次做完试验后，注意要清洗管路以及色谱柱，防止管路、脱气机及色谱柱的堵塞；
- 6.3 每次更换流动相后一定要更改溶剂瓶中流动相的体积；
- 6.4 若使用盐时，一定要将盐过滤并且现配现用，不用后将盐立即倒掉，不可将盐放在溶剂瓶中；同时将盐或水放在 A 和 D 通道，将有机溶剂放在 B 和 C 通道；
- 6.5 切忌用纯的乙腈去冲洗管路；

岛津 IRAffinity-1 傅立叶变换红外光谱仪操作规程

一、谱图采集操作(谱图文件类型: *.smf)

1. 先开 IR 主机电源，再开电脑，双击桌面“IRsolution”快捷图标，打开红外软件。
2. 先进入“测定”功能界面，再进入“测定”下拉菜单，选择“初始化”。成功初始化后在界面左下角状态栏会出现“INIT SUCCESS”字符，否则联系岛津技术支持。
3. 环境状态易改变，建议重做新的背景数据。选择“是”，移除以前的背景数据。
4. 在右下脚参数选择区域中”文件”项目下，进入参数文件夹选择数据采集参数文件 (*.ftir)，并取消“lock”选项。(看情况操作，一般可不进行)
5. 在”注释”和”数据文件”栏中输入图谱注释信息(文本)和谱图数据文件名 (*.smf) 及其保存目录。(看情况操作，一般可不进行)
6. 准备背景样品 (如果用 KBr 压片制作样品，则用 KBr 压制空白背景片，其他情况用空气作背景)，按“背景”进行扫描，可见出现空气能量图谱。
7. 背景扫描完成，软件自动跳转到”查看”界面。可见“LastBkg 1”谱图图标。
8. 再次回到”测定”界面，选择”样品”做样品测定。此时，如果样品架不放样品，则扫描出空气的 100%T 基线。(尖峰是 CO₂ 峰)
9. 扫描完成，同样自动跳转到”查看”界面。
10. 如果在样品架插入样品，做样品扫描，至此，数据采集 (谱图扫描) 完成。

二、谱图找峰处理及打印

1. 在“查看”界面，选择待分析的数据谱图，进入菜单“处理 1”选择“Peak 峰表”项

2. 设置“噪音”“阈值”、“最小面积”按”计算”“确定”列出峰表。
3. 右键”图形属性 GraphPreferences”可改变字体和谱图颜色。
4. 从“文件”菜单选择“打印”，选择“spectrum & peak table_1”进入模板文件夹选择模板 (*.ptm 文件)，然后打印。

三. 谱图检索功能

1. 进行找峰处理后。
2. 点”检索”页，点“增加”添加谱库（“除去”功能移除已选谱库）
3. 选择*.IDX 谱库文件
4. 执行“峰检索”
5. 点击得分列表中不同得分的化合物，查看搜索结果
6. 打印结果。