

药分：药物分析的任务与发展 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/17/2021_2022__E8_8D_AF_E5_88_86_EF_BC_9A_E8_c23_17026.htm

第一章 药物分析的任务与发展 药物分析是一门研究药品及其制剂的组成、理化性质、真伪鉴别、纯度检查及其有效成分的含量测定等的一门学科。目的是保证人们用药安全、合理、有效。药品用于防病、治病、诊断疾病、改善体质、增强机体抵抗力的物质。药典是一个国家关于药品标准的法典，是国家管理药品生产与质量的依据。

第2章 药物分析的基础知识 第一节 药品检验工作的基本程序 一般为取样、鉴别、检查、含量测定、写出报告。取样：鉴别：判断真伪。检查：称纯度检查，判定药物优劣。含量测定：测定药物中有效成分的含量。检验报告必须明确、肯定、有依据。计量仪器认证要求：县级以上人民政府计量行政部门负责进行监督检查。符合经济合理、就地就近。

第二节 药品质量标准分析方法验证 目的是证明采用的方法适合于相应的检测要求。验证内容：准确度、精密度(包括重复性、中间精密度和重现性)、专属性、检测限、定量限、线性、范围和耐用性。

一、准确度：是指用该方法测定的结果与真实值或参考值接近的程度，一般以百分回收率表示。至少用9次测定结果进行评价。

二、精密度：是指在规定的条件下，同一个均匀样品，经过多次取样测定所得结果之间的接近程度。用偏差、标准偏差或相对标准偏差表示。

1、重复性：相同条件下，一个分析人员测定所得结果的精密度称为重复性。至少9次。

2、中间精密度：同一个实验室，不同时间不同分析人员

用不同11、设备12、测定结果的精密度。3、重现性：不同实验室，不同分析人员测定结果的精密度。分析方法被法定标准采用应进行重现性试验。三、专属性：指在其他成分可能存在的情况下，采用的方法能准确测定出被测物的特性，用于复杂样品分析时相互干扰的程度。鉴别反应、杂质检查、含量测定方法，应考察专属性。四、检测限：指试样中被测物能被检测出的最低量，无须定量。用百分数、ppm或ppb表示。五、定量限：指样品中被测物能被定量测定的最低量，测定结果应具有一定的精密度和准确度。六、线性：系指在设计范围内，测试结果与试样中被测物浓度直接呈正比关系的程度。七、范围：能达到一定的精密度、准确度和线性的条件下，测试方法适用的高低限浓度或量的区间。八、耐用性：指在一定的测定条件稍有变动时，测定结果不受影响的承受程度。

第三节 药物分析的统计学知识

测量误差：测量值和真实值之差。绝对误差和相对误差。真实值：是有经验的人用最可靠的方法对试样进行多次测定所得的平均值。系统误差：(1)方法误差 (2)试剂误差 (3)仪器误差 (4)操作误差偶然误差：不可定误差或随机误差，由偶然原因引起。可增加平行测定次数。测量值的准确度表示测量的正确性，测量值的精密度表示测量的重现性。精密度是表示准确度的先决条件，只有在消除了系统误差后，才可用精密度同时表达准确度。提高分析准确度方法：1、选择合适的分析方法 2、减少测量误差 3、增加平行测定次数 4、消除测量过程中的系统误差(校准仪器、做对照试验、做回收试验、做空白试验)

有效数字的处理：0.05060g是四位有效数字。首位是8或9，有效数字可多记一位。PH=8.02是两位有效数字。四舍六入五成双原

则。修约标准偏差或其他表示不确定度时，修约结果可使准确度估计值变得差一点。S=2.13----2.2 G检验法、4d法，>舍去。

第四节 药品质量标准制定的原则和基本内容原则：安全有效，技术先进，经济合理。检验方法：准确、灵敏、简便、快速。

(一)、名称：(二)、性状：1、外观、臭、味和稳定性 2、溶解度：一定程度上反映药品的纯度。3、物理常数

(1) 馏程：2000规定：在标准压力(101.3kPa)下，按药典装置，自开始馏出的第五滴算起，至供试品仅剩3-4ml或一定比例的容积馏出时的温度范围。

(2) 熔点：系指一种物质固体熔化成液体的温度，熔融同时分解的温度，或在熔化时自初熔至全熔的一段温度。

(3) 凝点：系指一种物质由液体凝结为固体时，在短时间内停留不变的最高温度。

(4) 比旋度：具光学异构体分子的药物，旋光性能不同。按干燥品或无水物计算。准确至0.01。

(5) 折光率：光线自一种透明介质进入另一种透明介质时，两种介质密度不同，光的进行速度发生变化，即发生折射现象，遵从折射定律。对于液体药品，尤其是植物油，检查药品的纯杂程度，测定溶液的浓度。

(6) 粘度：流体对流动的阻抗能力。共三法，毛细管内径。

(7) 吸收系数：物质对光的选择性吸收波长。

(三) 鉴别：用理化方法或生物学方法来证明药品真实性的方法。对已知物。

(四) 杂质检查：有效性，纯度要求和安全性。

1、有效性试验 2、酸碱度 3、溶液的澄清度与颜色 4、无机阴离子：氯化物和硫酸盐。5、有机杂质 6、干燥失重和水分 7、炽灼残渣：指硫酸化灰分，用于考察有机药物中混入的无机杂质。一般限度为0.1%。

8、金属离子和重金属检查 每日剂量0.5g---以上且长期服用的品种。

9、硒和砷：硒检查有：醋酸地塞米松、醋酸曲安奈德及

醋酸氟轻松。第一法：古蔡氏法 10、安全性检查(五)含量测定或效价测定：理化方法称含量测定 生物学方法或生化方法测定称效价测定。1、容量分析法：化学原料药含量测定的首选法。中和法、非水滴定法、银量法、络合法、碘量法、重氮化法。2、重量法：精密度好准确度高，3、繁琐，4、不能应用容量法时用。挥发法、萃取法、沉淀法6、紫外分光光度法：简便、快速。原料药避免。7、气相色谱法：分离效果优越，8、对含杂质和挥发性的原料药效好。维生素E9、高效液相色谱法：用于多组分抗生素，10、生化药品或因杂质干扰测定。常规方法又难分离药品。100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com