

揭阳职业技术学院

生物工程系

授 课 教 案

2025 -- 2026 学年度第一学期

课程名称_____药物分析技术_____

班 级_____药学三二 241-242_____

教 研 室_____药学教研室_____

授课教师_____黄忻_____

课程信息表

课程属性		专业必修课程		有无大纲	有	
授课总学时		24	学分	4	周学时	3
选用教材	教材名称	药物分析				
	出版社	人民卫生出版社				
	编(著)者	孙莹				
	版次	2022, 第三版				
课程所需参考资料		<p>[1] 孙莹、吕洁 主编. 药物分析. 北京: 人民卫生出版社, 2009.</p> <p>参考书:</p> <p>[2] 孙莹、吕洁 主编. 归纳·释疑·提升练习——药物分析分册. 北京: 人民卫生出版社, 2010.</p> <p>[3] 刘文英 主编. 药物分析(第五版). 北京: 人民卫生出版社, 2003.</p> <p>[4] 倪沛洲 主编. 有机化学(第四版). 北京: 人民卫生出版社, 2002.</p> <p>[5] 李发美 主编. 分析化学(第五版). 北京: 人民卫生出版社, 2004.</p>				
班级		药学三二 241-242		总人数	100	
考核方式		考试				
主要教学方法及手段		多媒体讲授、师生互动、案例分析、视频观摩、实训				
备注						

药物分析实验

实验是药物分析课程教学的重要组成部分。

实验要求:

- 一、学生应认真验证实验教材指定的药物分析理论，加深对本学科专业知识的理解
- 二、正确掌握实验教材中各类代表性药物的分析方法，熟悉各种分析技术的操作技术，培养独立开展药物分析工作的能力
- 三、全面了解药物分析工作的性质及内容，培养严谨认真，实事求是的科学态度和工作作风。

实验内容	学时数
一、中国药典的查阅	3
二、熔点和沸程的测定	3
三、旋光度、折光率的测定及几种药物的化学鉴别方法	3
四、葡萄糖的一般杂质检查	3
五、双步滴定法测定阿司匹林含量	3
六、牛黄解毒片的鉴别	3
七、对乙酰氨基酚片的鉴别和含量测定	3
八、复方乙酰水杨酸片的含量测定	3

教学目的要求:

药物分析实验是《药物分析》课程的重要组成部分，是运用各种分析技术研究和检验药物及其制剂质量的实践性课程，内容主要包括各种分析方法在药物分析中的应用及药品质量标准的制订与方法评价。

本课程要求学生加深对药物分析学科基本理论和专业知识的认识和理解，掌握中国药典常用的分析方法和实验技术的基本原理及常用仪器的正确使用，熟悉各种分析技术的操作技术及分析方法的建立和效能指标的评价，培养学生具有科学的实验态度和操作技能，为从事药品质量研究与检验工作奠定基础。

教材及参考书:

教材：《药物分析实验指导》本教研室编写。

参考教材:

《药物分析实训指导》，华中科技大学出版社 彭颐、张华、裘兰兰主编；《药物分析实验》中国医药科技出版社，宋粉云主编；《中华人民共和国药典》2020版一部、二部、三部。

课程思政：

一、安全教育，规范操作

将课程思政充分融入药物分析实验课前、课中、课后。通过实验第一课的安全知识教育，引入国内高校近年来发生的重大安全事故，警示学生，使“安全第一”的理念入脑入心，使学生明白自己在实验室的责任。全面讲授药物分析安全教育知识与规范，包括化学安全、生物安全、消防安全、用电安全等通用性常识，常规防护措施，环保要求，操作规范，法规制度等，确保学生掌握基本的实验室安全防护知识与技能，养成规范操作的良好习惯，使其具备应有的安全意识、责任意识与必要的防护、自救能力。在每次实验课前，将本次课中可能遇到的危险因素(有毒危化试剂、高温反应条件等)推送至学生微信群中，并要求学生在书写实验报告中专门总结分析规避这些因素的注意事项。通过多种举措，将思政教育与加强实验室安全紧密融合，切实减少安全事故的发生概率，防患于未然，筑牢高校安全堤坝。

二、实事求是的科研态度与作风

药物分析课程实验中蕴含大量的辩证唯物主义思想，提炼这些思想元素并恰当地用于实验教学能够实现科学理论与实践的紧密结合，有助于学生高效掌握专业知识，并确立正确的世界观和价值观。在开课伊始，即告诫学生做药分实验务必坚持实事求是的态度和严谨务实的作风，通过介绍一些典型的学术造假案例给学生以警示。要求学生严格地如实记录实验现象，处理实验数据，实验遇到挫折或异常结果时不要气馁、灰心，更不能弄虚作假，要如实记录、认真分析，可以请教老师或其他同学，理性地找出可能的原因与正确的解决方法，并将这种“意外”作为提高自己实验技能和科学素养的宝贵机会。

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系 编制人：黄忻 编制日期：2025.08

项目编号	1	项目名称	中国药典的 查阅	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术		教材	药物分析实验自编讲义			
目的及课程思政	<p>1、使学生能够熟练地查阅《中国药典（2020年版）》，找到待检药品的质量标准。</p> <p>2、使学生能够正确理解质量标准，并能够正确选择试药、仪器及试液的配制方法。</p> <p>3、掌握《中国药典（2020年版）》的结构与主要内容。</p> <p>4、掌握质量标准的主要内容及技术指标的要求。</p> <p>课程思政：</p> <p>1.法治意识与规范意识：树立药品标准的权威性，培养学生严谨、规范、依法的职业操守，树立“有法必依、有规必循”的法治精神和红线意识。</p> <p>2.家国情怀与文化自信：认同中国药品标准的崛起，增强学生的民族自豪感和文化自信，让他们认识到自己所从事的行业正在为国家的发展和国际地位的提升贡献力量。</p> <p>3.责任担当与为民情怀：牢记药学工作的初心使命，筑牢学生的社会责任心和职业道德，让他们深刻理解“药者匠心，佑护生命”的深刻内涵，将为人民健康服务的初心融入每一次实操练习中。</p>						
教学重点	<p>1、药典的结构与查阅方法。</p> <p>2、药品质量标准的理解和应用。</p> <p>3、试药、仪器的选择与试液的配制。</p>						
教学难点	<p>1、质量标准的详细解读和应用。</p> <p>2、试液配制的精确度和准确性。</p>						
课时	3						
仪器材料	仪器：中国药典、电脑						
教学过程设计							
操作原理	<p>一、学情分析和新课导入（5分钟）</p> <p>1、专业基础：《中国药典》是药学领域的基础性文献，它包含了药品的标准、规格、检测方法等关键信息。药学学生通过学习《中国药典》的查阅，</p>					<p>要求：1、蒸馏速度不宜过快，使每分钟馏出2~3 ml为宜，火力不宜太</p>	

与
步
骤

可以打下坚实的专业基础。

2、法规遵循：《中国药典》是国家药品监督管理部门发布的官方文件，具有法律效力。药学学生需要了解并掌握药典内容，以确保在未来的工作中能够遵守相关法规。

3、质量保证：药品的质量直接关系到患者的健康和生命安全。通过学习《中国药典》的查阅，学生能够理解药品质量控制的重要性，并学会如何确保药品质量。

二、新课内容（100分钟）

2.1 在《中国药典（2020年版）》中查阅下列内容

序号	查阅内容	药典中的位置			查阅结果
		第几部	哪部分	页数	
1	阿司匹林原料药的质量标准				
2	司可巴比妥钠原料药的含量测定方法				
3	聚山梨酯80的相对密度的测定方法				
4	硫酸阿托品注射液中有关注物质的检查方法				
5	对乙酰氨基酚片溶出度的测定方法				
6	贮藏中“凉暗处”的规定				
7	氢氧化钠滴定液的配制				
8	板蓝根颗粒的水分测定方法				
9	维生素C的鉴别试验				
10	重量差异检查法				
11	盐酸氯丙嗪注射液的pH值的测定 <small>酸度(Alt + A)</small>				
12	白喉抗毒素的抗体效价的测定				

2.2 盐酸氯丙嗪的质量标准如下：



本品为 N,N-二甲基-2-氯-10H-吩噻嗪-10-丙胺盐酸盐。按干燥品计算，含 $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ 不得少于 99.0%。【性状】 本品为白色或乳白色结晶性粉末；有微臭，味极苦；有引湿性；遇光渐变色；水

强，以免蒸气过热；

2、馏出液自第 5 滴开始检读，第 5 滴系指冷凝管下端出口处算起；

3、水浴液面始终不得超过供试品液面；

4、冷凝管与接收器之间不能用塞子塞住，否则会造成封闭系统引起爆炸。

5、测定完毕，待传温液冷至近室温后，取出温度计，先用软纸擦去传温液，冷却后再用水冲洗，否则温度计会炸裂，将传温液倒入回收瓶。

溶液显酸性反应。本品在水、乙醇或三氯甲烷中易溶，在乙醚或苯中不溶。【熔点】本品的熔点（通则 0612）为 194~198℃。【鉴别】（1）取本品约 10 mg，加水 1 ml 溶解后，加硝酸 5 滴即显红色，渐变淡黄色。（2）取本品，加盐酸溶液（9→1000）制成每 1 ml 中含 5 μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（通则 0401）测定，在 254 nm 与 306 nm 的波长处有最大吸收，在 254 nm 的波长处吸光度约为 0.46。（3）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（《药品红外光谱集》391 图）一致。（4）本品的水溶液显氯化物的鉴别反应（通则 0301）。

【检查】溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50 g，加水 10 ml，振摇使溶解后，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，与黄色 3 号或黄绿色 3 号标准比色液（通则 0901 第一法）比较，不得更深，并不得显其他颜色。有关物质 避光操作，取本品 20 mg，置 50 ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每 1 ml 中含 2 μg 的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法（通则 0512）试验，用辛烷基硅烷键合硅胶为填充柱；以乙腈-0.5%三氟乙酸（用四甲基乙二胺调节 pH 值至 5.3）（50：50）为流动相；检测波长为 254 nm。取对照溶液 10 μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%。精密量取供试品溶液和对照溶液各 10 μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。供试品溶液的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（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（1.0%）。干燥失重 取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%（通则 0831）。炽灼残渣 不得过 0.1%（通则 0841）。

药物分析实验指导 第 10 页 【含量测定】取本品约 0.2 g，精密称定，加冰醋酸 10 ml 与醋酐 30 ml 溶解后，照电位滴定法（通则 0701），用高氯酸

	<p>滴定液（0.1 mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1 ml 高氯酸滴定液（0.1 mol/L）相当于 35.53 mg 的 C₁₇H₁₉ClN₂S·HCl。【类别】抗精神病药。【贮藏】遮光，密封保存。【制剂】</p> <p>（1）盐酸氯丙嗪片 （2）盐酸氯丙嗪注射液 查阅盐酸氯丙嗪的质量标准，并结合质量标准的要求，回答下列问题：</p> <p>1、本品含 C₁₇H₁₉ClN₂S·HCl 的合格范围是多少？为什么？</p> <p>2、氯化物的鉴别反应有哪些？你是怎么查阅的？</p> <p>2.3 请查阅下列溶液如何配制？</p> <p>（1）盐酸溶液（9→1000）；</p> <p>（2）碳酸钠试液。</p> <p>（3）“恒重”是什么意思？</p> <p>（4）含量测定方法中，盐酸氯丙嗪的取样范围是多少？精确到什么位数？</p> <p>（5）高氯酸滴定液（0.1 mol/L）需要标定吗？如何配制？</p> <p>（6）遮光、密封保存是什么条件？在哪里查阅？</p> <p>三、小结（10 分钟）</p> <p>在本次实训中，学生们通过以下步骤完成了对《中国药典》的查阅和理解：</p> <p>1、查阅药品标准：学生们学习了如何在药典中查找特定药品的质量标准，包括阿司匹林、司可巴比妥钠、聚山梨酯 80 等。</p> <p>2、理解质量标准：学生们分析了药品的质量标准，包括性状、鉴别、检查、含量测定、贮藏等关键信息。</p> <p>3、试药与仪器选择：学生们根据药品标准的要求，学习了如何选择合适的试药和仪器。</p> <p>4、试液配制：学生们练习了配制特定溶液，如盐酸溶液和碳酸钠试液。</p> <p>5、关键概念理解：学生们理解了“恒重”、“遮光、密封保存”等关键概念，并学会了如何查阅相关内容。</p> <p>四、布置复习思考题（20 分钟）</p> <p>药典查阅基础：</p>	
--	--	--

	<p>1、描述《中国药典》的结构布局，并解释每一部分的作用是什么。</p> <p>2、药品质量标准理解：什么是药品的“质量标准”？它包括哪些主要内容？</p> <p>3、药品鉴别方法：根据实训中盐酸氯丙嗪的鉴别方法，解释如何通过化学试验和光谱分析来鉴别药品。</p> <p>4、试药和仪器选择：在进行药品含量测定时，如何选择合适的试药和仪器？</p>	
课外作业	完成中国药典查阅实训报告	
课后体会	在本次实训中，我采用了讲解与实操相结合的教学方法。通过学生自主在线上 and 线下查询中国药典，引导学生深入理解药典的内容和应用。我认为这种方法有效地促进了学生的主动学习和批判性思维的发展。	

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系 编制人：黄忻 编制日期：2025.08

项目编号	2	项目名称	馏程和熔点的测定	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术			教材	药物分析实验自编讲义		
目的与课程思政	<p>1、明确馏程测定的意义；</p> <p>2、能准确安装蒸馏装置；</p> <p>3、学会测定纯物质和混合物的熔点；</p> <p>4、了解熔点测定的原理和意义；</p> <p>5、了解温度计的校正方法和毛细管熔点的测定法。</p> <p>课程思政：</p> <p>1、科学精神：追求数据的客观与精准， 馏程和熔点不仅是物理常数，更是评判药品纯度、质量的客观标尺。数据的准确性直接关系到对药品质量的判断。培养学生实事求是、追求真理的科学态度，树立“每一个数据背后都是一份责任”的职业信念，筑牢学术道德的底线。</p> <p>2、 哲理思考：量变与质变的辩证统一， 熔点范围（初熔至全熔）和馏程范围，本身就是“量变引起质变”这一哲学思想的完美体现。 培养学生用辩证唯物主义的思维看待科学问题，理解事物发展从量变到质变的规律，提升哲学素养。</p>						
教学重点	<p>1、掌握馏程的测定方法，能独立完成有关检验操作</p> <p>2、掌握毛细管法测定熔点的操作</p> <p>3、掌握毛细管法测定熔点的操作；</p> <p>4、学会测定纯物质和混合物的熔点；</p>						
教学难点	<p>1、了解熔点测定的原理和意义；</p> <p>2、了解温度计的校正方法和毛细管熔点的测定法；</p> <p>3、了解传温液的选用。</p>						
课时	3						
仪器材料	<p>仪器：磨口蒸馏装置一套【型号、规格应符合《中国药典》（2020版）附录馏程测定法项下要求】、温度计（分浸式，分值为0.5℃）、气压计等。</p> <p>提勒管（b形管）1个，毛细管（长6~8cm，内径1~2mm），温度计（200℃，分浸型，最小刻度0.5℃），酒精灯，橡皮圈、铁架台等。</p> <p>试剂：工业酒精等。粗甘油、布洛芬原料药、阿司匹林原料药、布洛芬、阿</p>						

司匹林原料药混合物等。

教学过程设计

操作原理与步骤

一、学情分析和新课导入（5分钟）

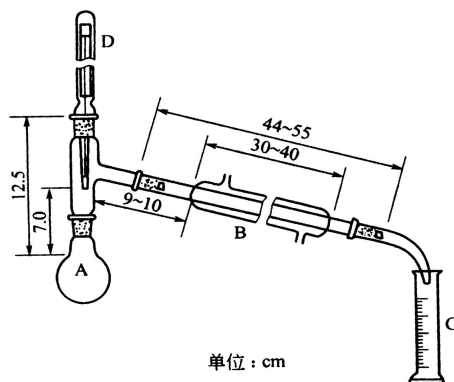
沸点是液态物质的一项重要物理常数，是检验液态有机物纯度的一项重要指标。对于含多种有机化合物或含杂质的化合物，在加热蒸馏时没有固定的沸点，而有一定的馏程。

晶体化合物的固液两态在大气压力下成平衡时的温度称为该化合物的熔点，熔点是指由固体融化成液体的温度，或熔融同时分解的温度，或在融化时初熔至全熔经历的温度范围。熔融同时分解是指某一药品在一定温度产生气泡、上升、变色或浑浊等现象。

二、新课内容（100分钟）

2.1 实验原理

馏程系指一种液体照下述方法蒸馏，校正到标准压力（101.3 kPa（760 mmHg））下，自开始馏出第5滴算起，至供试品仅剩3~4 ml 或一定比例的容积馏出时的温度范围。对于纯液体物质，其馏程一般不超过1~2℃，若含有杂质则馏程会增大。某些液体药品具有一定的馏程，测定馏程可以鉴别或检查药品的纯杂程度。纯度高的药品馏程短，纯度低的药品馏程长。测定馏程的蒸馏装置如图所示。



纯粹的固体有机化合物一般都有固定的熔点，即在一定的压力下，固液两态之间的变化是非常敏锐的，自初熔至全熔（熔点范围称为熔程），温度不超过0.5~1℃。如果该物质含有杂质，则其熔点往往较纯粹者为低，且熔程较长。故测定熔点对于鉴定纯粹有机物和定性判断固体化合物的纯度具有很大的价值。

要求：1、蒸馏速度不宜过快，使每分钟馏出2~3 ml 为宜，火力不宜太强，以免蒸气过热；
2、馏出液自第5滴开始检读，第5滴系指冷凝管下端出口处算起；
3、水浴液面始终不得超过供试品液面；
4、冷凝管与接收器之间不能用塞子塞住，否则会造成封闭系统引起爆炸。
5、测定完毕，待传温液冷至近室温后，取出温度计，先用软纸擦去传温液，冷却后再用水冲洗，否则温度计会炸裂，将传温液倒入回收瓶。

熔程：全熔与初熔两个温度之差；初熔：晶体的尖角和棱边变圆时的温度（或观察到有少量液体出现时的温度）；全熔：晶体刚好全部熔化时的温度。

2.2 实验方法与步骤

1、馏程的测定

测定时，按图所示安装蒸馏装置，使测量温度计水银球上端与蒸馏瓶和支管接合部的下沿保持水平。取供试品 100 ml，经长颈的干燥小漏斗，转移至干燥蒸馏瓶中，加入洁净的无釉小瓷片数片（或沸石数粒），冷凝管的下端通过接流管以 100 ml 量筒为接收器。调节温度，使每分钟馏出 2~3 ml（或 1 秒钟约 1 滴），注意检读自冷凝管开始馏出第 5 滴时与供试品仅剩 3~4 ml 或一定比例容积馏出时，温度计上所显示的温度范围，即为供试品的馏程。

2、熔点的测定

（1）将样品研磨至尽量细，收集在表面皿上，取一支一端封口的毛细管，以开口端插入样品粉末中，一些粉末会卡入开口端。取出毛细管，将沾黏在外壁的试样擦拭干净。取一支约 80 厘米长、两端开口的玻璃管，一端放置在桌面上，将毛细管的封口端向下，开口端朝上，自玻璃管的上端放入，让毛细管在桌面上弹震，使在开口端的试样落入底部，如此反复几次。毛细管中的试样不要超过 2~3 mm。研磨和装填药物要迅速，装入的药物要结实，这样受热才均匀。

（2）将载热液体粗甘油装入 b 形管中并预热，先用酒精灯的外焰预热整个测定管，然后加热熔点测定管下侧管的末端。开始时控制温度使每分钟升高 5~6°C。

（3）将填充好样品的毛细管与温度计用橡皮圈固定，使样品处于水银球中部，温度计放入 b 形管中，使水银球处于 b 形管的两叉口中，温度计用细线拴住，挂在铁架台上。

（4）继续加热，接近熔点时改用小火加热，减缓加热速度，使每分钟升高 1~2°C，加热的同时观察药品的变化情况，当药品相继出现出现发毛、收缩、塌落时即为始熔，澄清（完全透明）时即为全熔，停止加热，记录实验数据。

（5）待温度下降 20°C 后，重复上述步骤二次。

	<p>(6) 按上述方法测定布洛芬、阿司匹林以及混合物的熔点。同样测二次，求其平均值，得出实验结果。</p> <p>三、小结（10 分钟）</p> <ol style="list-style-type: none"> 1、馏程在 130℃以下时用水冷却，馏程在 130℃以上时用空气冷凝管； 2、预先经过校正的温度计汞球的上端与蒸馏瓶出口支管的壁相齐； 3、馏程在 80℃以下时用水浴，80℃以上时用直接火焰或电热器加热； 4、温度计的位置对馏程的影响较大，应安装准确，使温度计水银球的上端与蒸馏瓶直管下壁在同一水平，并使水银柱与蒸馏头的纵轴重合，不可偏向瓶壁； 5、沸腾前加入无釉干净的小瓷片或毛细管，防止爆沸，瓷片或毛细管经一次沸腾后即失效。若中途停止，继续蒸馏时，应补加新的小瓷片或毛细管；不可在近沸腾时加入； 6、温度计必须符合规定，使用前应进行校正。 7、升温速度，毛细管内径、壁厚以及洁净程度，供试品的高度、紧密程度等都影响熔点的准确测定，须按规定严格操作。 8、“发毛”、“收缩”、“软化”及“出汗”等现象，均不作初熔判断。 <p>四、布置复习思考题（20 分钟）</p> <ol style="list-style-type: none"> 1、什么叫馏程？什么是初馏温度和终馏温度？如何测定馏程？ 2、蒸馏过程中发现没有加沸石，应如何操作？ 3、蒸馏过程中发现冷凝管没有通水，应如何操作？ 4、测定固体药物熔点时，为什么能判断是否为纯净物？ 5、影响测定熔点准确性的因素有哪些？ 6、熔点毛细管是否可以重复使用？ 	
课外作业	完成馏程和熔点的测定实训报告	
课后体会	<ol style="list-style-type: none"> 1、沸腾前加入无釉干净的小瓷片或毛细管，防止爆沸，瓷片或毛细管经一次沸腾后即失效。若中途停止，继续蒸馏时，应补加新的小瓷片或毛细管；不可在近沸腾时加入； 2、蒸馏速度不宜过快，使每分钟馏出 2~3 ml 为宜，火力不宜太强，以免 	

蒸气过热；

3、加热速度的控制：低于熔点 15℃，升温速度 5℃/min。温差 15℃~10℃ 间，升温速度 1~2℃/min。温差<10℃时，升温速度 0.5~1℃/min。

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系 编制人：黄忻 编制日期：2025.08

项目编号	3	项目名称	旋光度和折光率的测定	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术			教材	药物分析实验自编讲义		
目的与课程思政	<p>1、了解旋光仪的构造和旋光度的测定原理；</p> <p>2、了解测定折光率的简单原理；</p> <p>3、了解阿贝折射仪的结构和测量原理，熟悉其使用及维护方法。</p> <p>课程思政：</p> <p>1、科学精神：于微观处探寻真理的精确性，旋光度和折光率是物质内在的、固有的物理常数，是鉴定药品真伪、纯度、浓度的重要“指纹”。测量要求极高的精确度。巩固学生追求真理、严谨求真的科学精神，深刻理解“精确是科学的生命线”，筑牢科研诚信的基石。</p>						
教学重点	<p>1、掌握旋光仪的使用方法；</p> <p>2、掌握用阿贝折射仪测定药物折光率的方法。</p>						
教学难点	<p>1、掌握药物旋光度的测定方法和旋光度的计算方法。</p> <p>2、熟悉用折光率因数法测定药物含量的基本原理及方法，并能进行测定及有关计算。</p>						
更新、补充删减内容							
课时	3						
仪器材料	<p>仪器：旋光仪等。WAY 阿贝折射仪、100 ml 容量瓶、100 ml 烧杯、滴管、脱脂棉、擦镜纸等。</p> <p>材料：洗瓶、胶头滴管、滤纸、蒸馏水、葡萄糖溶液（5%、10%、15%、20%及未知浓度溶液）、氨试液等。10%氯化钾注射液、氯化钾标准溶液（自制，约 10%，3 份）、蒸馏水、无水乙醇等。</p>						
教学过程设计							
操作	一、学情分析和新课导入（5分钟） 当一束单一的平面偏振光通过手性物质时，其				要求： 1、试管使用后，		

<p>原 理 与 步 骤</p>	<p>振动方向会发生改变，此时光的振动面旋转一定的角度，这种现象称为旋光现象。物质的这种使偏振光的振动面旋转的性质叫做旋光性，具有旋光性的物质叫做旋光性物质或旋光物质。许多天然有机物都具有旋光性。</p> <p>折光率象沸点一样，是液体有机物最重要的物理常数之一。衡量液体有机物纯度的标准，折光率比沸点更可靠。利用折光率不仅可鉴定未知物，且可确定沸点和结构相似的液体混合物的组成。</p> <p>二、新课内容（100分钟）</p> <p>2.1 实验原理</p> <p>许多天然有机物都具有旋光性。由于旋光物质使偏振光振动面旋转时，可以右旋（顺时针方向，记做“+”），也可以左旋（逆时针方向，记做“-”），所以旋光物质又可分为右旋物质和左旋物质。由单色光源（一般用钠光灯）发出的光，通过起偏棱镜（尼可尔棱镜）后，转变为平面偏振光（简称偏振光）。当偏振光通过样品管中的旋光性物质时，振动平面旋转一定角度。调节附有刻度的检偏镜（也是一个尼可尔棱镜），使偏振光通过，检偏镜所旋转的度数显示在刻度盘上，此即样品的实测旋光度α。手性化合物旋光度与溶液浓度、溶剂、测定温度、光源波长、测定管长度有关。因此旋光仪测定的旋光度α并非特征物理常数，同一化合物测得的旋光度就有不同的值。因此为了比较不同物质的旋光性能，通常用比旋光度$[\alpha]_D$来表示物质的旋光性，比旋光度是物质特有的物理常数。通过测定旋光度，可以鉴定物质的纯度、测定溶液的浓度、密度和鉴别光学异构体。</p> <p>2.2 实验方法与步骤</p> <p>（一）旋光度法</p> <p>1、待测溶液的配制</p> <p>用天平准确称取一定量的葡萄糖样品，在 100 ml 容量瓶中配成一系列溶液，溶液若不透明澄清，用滤纸过滤。由于葡萄糖溶液具有变旋光现象，所以待测葡萄糖溶液应该提前 24 小时配好，或加入少量的氨试液，以消除变旋光现象，否则测定过程中</p>	<p>应及时用水或蒸馏水冲洗干净，揩干藏好。</p> <p>2、镜片不能用不洁或硬质布、纸去揩拭，以免镜片表面产生道子等。</p> <p>3、仪器不用时，应将仪器放入箱内或用塑料罩罩上，以防灰尘侵入。</p> <p>4、仪器、钠光灯管、试管等装箱时，应按规定位置放置，以免压碎；不懂装校方法，切勿随便拆动，以免由于不懂校正方法而无法装校好。</p> <p>5、本实验所指的水，除另有规定外，均系指纯化水。</p>
----------------------------------	--	--

会出现读数不稳定的现象。

液体的折光率不但与结构和入射光的波长有关，而且也受温度、压力等因素的影响。由于大气的变化对折光率的测定影响并不显著，所以，通常表示折光率时只标明入射光线的波长和测定时的温度。折光率随入射光的波长 λ 、测定时的温度 t 、物质的结构等因素而变化。所以表示物质的折光率时必须标明所用光线的波长和测定温度，当 λ 和 t 一定时，折光率是一个常数。常用 n'_D 表示，D表示钠光。例如，在入射光为钠的黄光（波长为589.3 nm），测定温度为20°C时，水的折光率为1.3330，表示为 $n_D^{20}=1.3330$ 。这里 n 代表折光率，20代表测定时的温度，D代表钠光。

2、装待测液

洗净测定管后，用少量待测液润洗2~3次，注入待测液，并使管口液面呈凸面。将护片玻璃沿管口边缘平推盖好（以免使管内留存气泡），装上橡皮填圈，拧紧螺帽至不漏水（随手旋紧不漏水为止，旋得太紧，玻片容易产生应力而引起视场亮度发生变化，影响测定准确度）。用软布擦净测定管，备用（如有气泡，应赶至管颈突出处）。

3、旋光仪的零点校正

旋光仪接通电源，钠光灯发光稳定后（约5 min），将装满蒸馏水的测定管放入旋光仪中，校正目镜的焦距，使视野清晰。旋转手轮，调整检偏镜刻度盘，使视场中三分视场的明暗程度一致，读取刻度盘上所示的刻度值。反复操作两次，取其平均值作为零点（零点偏差值）。

4、旋光度的测定

样品的测定和调零方法相同。每次测定之前样品管必须先用蒸馏水清洗1~2遍，再用少量待测液润洗2~3遍，以免受污物的影响，然后装上样品进行测定。旋动刻度盘，寻找较暗照度下亮度一致的零度视场。若读数是正数为右旋；读数是负数为左旋。读数与零点值之差，即为样品在测定温度时的旋光度。换放盛有待测样品的测试管，按上述方法

	<p>测其旋光度值，重复两次，取其平均值。实验完毕，洗净测定管，再用蒸馏水洗净，擦干存放。</p> <p>注意镜片应用软绒布揩擦，勿用手触摸。</p> <p>(二) 折光率测定</p> <p>1、配制标准氯化钾溶液</p> <p>取 130°C 干燥至恒重的氯化钾 (AR) 约 10 g，精密称定，用水溶解后，转移至 100 ml 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀，即得。同法配制 3 份 10% 的标准氯化钾溶液。</p> <p>2、测定折光率</p> <p>做好准备工作后，打开棱镜，用滴管滴加 2~3 滴待测液体于磨砂镜面上，使其分布均匀，合上棱镜，锁紧锁扭。</p> <p>三、小结 (10 分钟)</p> <p>1、每次测定前应以溶剂作空白校正，测定后，再校正 1 次，以确定在测定时零点有无变动。如第 2 次校正时发现零点有变动，则应重新测定旋光度。</p> <p>2、配制溶液及测定时，均应调节温度至 20°C±0.5°C (或各品种项下规定的温度)。</p> <p>3、供试物质的溶液应充分溶解，供试液应澄清。</p> <p>4、物质的比旋度与测定光源、测定波长、溶剂、浓度和温度等因素有关。因此，表示物质的比旋度时应注明测定条件。</p> <p>5、使用仪器前应先检查进光棱镜的磨砂面、折射棱镜及标准玻璃块的光学面是否干净，如有污迹用酒精棉擦拭干净。</p> <p>6、在加入的折射率液或待测液中，应防止留有气泡，以免影响测量结果。</p> <p>四、布置复习思考题 (20 分钟)</p> <p>1、旋光度的测定具有什么实际意义?</p> <p>2、葡萄糖溶液的旋光度测定时候，为什么要加入氨试液?</p> <p>3、测定旋光度时为什么样品管内不能有气泡存在?</p> <p>4、举例说明旋光性化合物的结构特点?</p> <p>5、为什么可用测定折光率的方法来鉴别药物和药物的含量测定?</p> <p>6、在使用和保管阿贝折射仪时，应注意哪些问题?</p>	
--	--	--

课外作业	完成旋光度和折光率的测定实训报告
课后体会	<p>1、物质的比旋度与测定光源、测定波长、溶剂、浓度和温度等因素有关。因此，表示物质的比旋度时应注明测定条件。</p> <p>2、仪器应放在空气流通和温度适宜的地方，并不宜低放，以免光学零部件、偏振片与受潮发霉及性能衰退。</p>

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系 编制人：黄忻 编制日期：2025.08

项目编号	4	项目名称	葡萄糖的杂质检查	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术			教材	药物分析实验自编讲义		
目的与课程思政	<p>熟悉药物中一般杂质检查的目的和意义。</p> <p>课程思政：</p> <p>1、责任担当与生命至上：守护药品安全的“底线”，杂质检查是药品质量的最后一道防线，直接关系到用药的安全性和有效性。哪怕微量的有害杂质也可能导致严重的毒副作用。树立学生“生命至上”的职业信仰和高度的社会责任感，将每一次实验操作都与患者的生命安全紧密联系起来。</p> <p>2、底线思维与红线意识：严格执行标准的法治观念，杂质限量不是一个技术参考，而是国家药品标准中规定的、具有法律效力的“红线”。培养学生敬畏标准、严守红线的法治精神和职业操守，树立“质量面前，寸步不让”的原则性。</p>						
教学重点	<p>1、掌握对照法的基本操作方法；</p> <p>2、理解并掌握对照法的平行原则。</p>						
教学难点	掌握一般杂质检查的原理、操作方法及限量计算方法						
课时	3						
更新、补充删减内容							
仪器材料	<p>仪器：电热恒温干燥箱、高温电炉（马福炉）、普通电炉、水浴锅、50 ml 比色管、量筒、50 ml 烧杯等。</p> <p>材料：葡萄糖、硝酸银、硝酸、硫酸、氯化钡、硫氰酸铵、硫代乙酰胺、甘油、氢氧化钠、溴化钾、碘化钾、20 目无砷锌粒、氯化亚锡、醋酸铅、溴化汞、磺基水杨酸等。</p>						
教学过程设计							
操	一、学情分析和新课导入（5 分钟）					要求：	

<p>作 原 理 与 步 骤</p>	<p>葡萄糖是用淀粉以无机酸水解或在酶催化下经过水解得稀葡萄糖液，再经脱色、浓缩结晶制得。</p> <p>根据葡萄糖生产工艺特点，应进行氯化物、重金属、砷盐等一般杂质检查，进行蛋白质、可溶性淀粉等特殊杂质检查。</p> <p>二、新课内容（100分钟）</p> <p>2.1 实验原理</p> <p>1、氯化物检查法 氯化物在硝酸酸性溶液中与硝酸银作用，生成氯化银白色浑浊液，与一定量的标准氯化钠溶液和硝酸银在同样条件下处理生成的氯化银浑浊液相比较，测定供试品中氯化物的限量。</p> <p>2、硫酸盐检查法 药物中微量硫酸盐与氯化钡在酸性溶液中作用，生成硫酸钡微粒而显白色浑浊液，同一量标准硫酸钾溶液与氯化钡在同样条件下，用同法处理生成的浑浊液比较，判断药物中含硫酸盐的限量。</p> <p>3、乙醇溶液澄清度 用于控制糊精。葡萄糖溶于热乙醇，糊精在乙醇中不溶。</p> <p>4、亚硫酸盐与可溶性淀粉 葡萄糖加碘试液应显黄色，如有亚硫酸盐存在碘会褪色；如有可溶性淀粉，则呈蓝色。</p> <p>5、钡盐检查法 药物中微量的钡离子在稀盐酸酸性条件下与稀硫酸反应，生成硫酸钡微粒显白色浑浊，与一定量标准钡离子溶液在相同条件下产生的硫酸钡浑浊程度比较，浊度不得更大。</p> <p>2.2 实验方法与步骤</p> <p>1、酸度检查</p> <p>取本品 2.0 g，加水 20 ml 溶解后，转移至试管中，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。</p> <p>2、溶液的澄清度与颜色检查</p> <p>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 号浊度标准液比较，不得更浓。</p> <p>3、乙醇溶液的澄清度检查</p> <p>取本品 1.0 g，加 90%乙醇 30 ml，置水浴上加热回流约 10 min，溶液应澄清。</p> <p>4、氯化物检查</p>	<p>1、实验中应准确选用量具，杂质检查中允许的误差为±10%，量筒的绝对误差为 1 ml，刻度吸管的绝对误差为 0.01~0.1 ml，在实验中，应根据样品、标准液的取用量正确选用量器。例如，取标准液 2 ml 应选择刻度吸管或移液管吸取标准液。取样品 2 g，允许的误差为 0.2 g，可选用称量精度为 0.1 g 的普通天平。</p> <p>2、进行铁盐检查时，采用硝酸将 Fe²⁺氧化为 Fe³⁺，标准液应与样品液同法操作。样品液加硝酸煮沸时，应注意防止暴沸，必要时补充适量水。</p>
--	--	---

供试液的制备：取本品 0.60 g，加水溶解使成 25 ml，再加稀硝酸 10 ml，溶液如不澄清，应滤过；置 50 ml 纳氏比色管中，加水使成约 40 ml，摇匀，即得供试液。

对照液的制备：取标准氯化钠溶液 6.0 ml 置 50 ml 纳氏比色管中，加稀硝酸 10 ml，用水稀释使成约 40 ml，摇匀，即得对照液。

杂质限量检查：向供试液与对照液中分别加硝酸银试液（0.1 mol/L）1.0 ml，用水稀释使成 50 ml，摇匀，暗处放置 5min，同置黑色背景上，从比色管上方向下观察，如发生浑浊，样品管不得比对照管更浓（0.01%）。

5、硫酸盐检查

供试液的制备：取本品 2.0 g，加水溶解使成约 40 ml；溶液如不澄清，应滤过；置 50 ml 纳氏比色管中，加稀盐酸 2 ml，摇匀，即得供试液。

对照液的制备：取标准硫酸钾溶液 2.0 ml，置 50 ml 纳氏比色管中，加水使成约 40 ml，加稀盐酸 2 ml，摇匀，即得。

杂质限量检查：向供试液与对照液中分别加入 25%氯化钡溶液 5 ml，加水稀释使成 50 ml，摇匀，放置 10min，如发生浑浊，与标准硫酸钾溶液 2.0 ml 同法制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

6、亚硫酸盐与可溶性淀粉检查

取本品 1.0 g，置试管中，加水 10 ml 溶解后，加碘试液（0.05 mol/L）1 滴，应即显黄色。

7、钡盐的检查

取本品 2.0 g，加水 20 ml 溶解后，溶液分成两份，一份中加稀硫酸 1 ml，另一份中加水 1 ml，摇匀，放置 15min，两液均应澄清。

三、小结（10 分钟）

1、纳氏比色管的选择与洗涤

比色或比浊操作，一般均在纳氏比色管中进行，因此在选用比色管时，必须注意使样品与标准管的体积相等，玻璃色质一致，最好不带任何颜色，管上的刻度均匀，如有差别，不得大于 2 mm。纳氏比色管用后应立即冲洗，比色管洗涤时避免用毛刷或去污粉等

	<p>洗刷，以免管壁划出条痕影响比色或比浊。</p> <p>2、平行操作原则</p> <p>进行比色、比浊、砷盐检查时，样品液与对照液的实验条件应尽可能一致，严格按照操作步骤平行操作，按规定顺序加入试剂。比色、比浊前可利用手腕转动 360°的旋摇使比色管内试剂充分混匀。比色方法一般是将两管同置于白色背景上，从侧面观察；比浊方法是将两管同置于黑色或白色背景上，自上而下地观察。</p> <p>四、布置复习思考题（20 分钟）</p> <p>1、比色、比浊操作中应注意什么原则？</p> <p>2、是否所有药物都要对各种一般杂质进行检查？</p> <p>3、砷盐的检查中加入各种试剂起什么作用？</p> <p>4、在进行氯化物、硫酸盐和重金属检查时，样品有颜色该如何处理？</p>	
课外作业	完成葡萄糖杂质检查的实训报告	
课后体会	<p>1、进行铁盐检查时，采用硝酸将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+}，标准液应与样品液同法操作。样品液加硝酸煮沸时，应注意防止暴沸，必要时补充适量水。</p> <p>2、酸碱度检查用水必须是新煮沸放冷的水，应用刻度吸管量取酸碱滴定液。</p> <p>3、试验比浊方法是将两管同置于黑色背景上，从上向下垂直观察；比色方法是将两管同置于白色背景上，从侧面或自上而下观察；而且所用比色管刻度高度应一致。</p> <p>4、亚硫酸盐与可溶性淀粉项，如存在亚硫酸盐时碘试液褪色，存在可溶性淀粉时溶液呈蓝色。</p>	

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系 编制人：黄忻 编制日期：2025.08

项目编号	5	项目名称	双步滴定法测定阿司匹林含量	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术			教材	药物分析实验自编讲义		
目的与课程思政	<p>整个实验过程中树立“量”的概念，严格实验操作，巩固容量分析实验操作技能</p> <p>课程思政： 1、系统思维与全局观念：方法设计的战略智慧，“双步滴定法”本身就是一个充满智慧的策略设计，其两步操作（第一步：中和游离酸；第二步：水解与测定）环环相扣，旨在排除干扰、精准测量。培养学生辩证、系统的思维方式，学会从全局角度分析问题、设计解决方案，理解“谋定而后动”的策略重要性，赞赏科学家的创新智慧。</p>						
教学重点	掌握双步滴定法测定阿司匹林含量的原理						
教学难点	掌握双步滴定法测定阿司匹林含量的操作方法						
课时	3						
更新、补充删减内容							
仪器材料	<p>仪器：250 ml 锥形瓶、量筒、研钵、研棒、碱式滴定管、酸式滴定管、水浴锅、分析天平等</p> <p>材料：阿司匹林片、布洛芬胶囊、氢氧化钠滴定液（0.1 mol/L）、硫酸滴定液（0.05 mol/L）、酚酞指示液，无水乙醇等。</p>						
教学过程设计							
操作原理与步骤	<p>一、学情分析和新课导入（5分钟）</p> <p>阿司匹林分子结构中有酯键，易水解生成水杨酸和醋酸，片剂中为防止酯键水解，加入少量酒石酸或枸橼酸稳定剂，此外，制剂工艺过程中又可能有水解产物（水杨酸、醋酸）产生，因此不能采用直接滴定法，而采用先中和供试品共存的酸，再将</p>					<p>要求：</p> <p>1、阿司匹林在水中微溶，在乙醇中易溶，故选用乙醇为溶剂，且乙醇可抑制阿司匹林的</p>	

<p>骤</p>	<p>阿司匹林在碱性条件下水解后测定的两步滴定法。</p> <p>二、新课内容（100分钟）</p> <p>2.1 实验原理</p> <p> 第一步为中和，消除酸性杂质（酸性附加剂和降解产物）的干扰。</p> <p> 第二步为水解后剩余滴定</p> <p>2.2 实验方法与步骤</p> <p> （一）阿司匹林肠溶片的测定</p> <p> 取本品10片，精密称定。研细，精密称取适量（约相当于阿司匹林0.3g），置锥形瓶中，加中性乙醇20ml，振摇使阿司匹林溶解，加酚酞指示液3滴，滴加氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）至溶液显粉红色，再精密加氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）40ml。置水浴上加热15分钟，并时时振摇，迅速放冷至室温，用硫酸滴定液（0.05mol/L）滴定，并将滴定结果用空白实验校正。每1ml氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于18.02mg的C₉H₈O₄。</p> <p> 本品含阿司匹林（C₉H₈O₄）应为标示量的95.0%~105.0%</p> <p>三、小结（10分钟）</p> <p>1、中和滴定速度稍快，注意旋摇，防止局部过浓。</p> <p>2、本实验中，中性乙醇对酚酞指示液显中性。</p> <p>四、布置复习思考题（20分钟）</p>	<p>水解。</p> <p>2、“精密称取”系指称取重量应准确至所称取重量的千分之一。</p> <p>“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度要求。</p>
<p>课外作业</p>	<p>完成阿司匹林片含量测定的实训报告</p>	
<p>课后体会</p>	<p>掌握片片剂的取样方法，并准确计算取样量的范围：</p> $\text{取样量} = \frac{\text{规定量}}{\text{标示量}} \times \text{平均片重} \times (1 \pm 10\%)$	

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系 编制人：黄忻 编制日期：2025.08

项目编号	6	项目名称	对乙酰氨基酚片的鉴别和含量测定	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术			教材	药物分析实验自编讲义		
目的与课程思政	<p>掌握对乙酰氨基酚鉴别的方法和原理</p> <p>课程思政：</p> <p>1、底线思维与法治意识：筑牢药品“真伪”的防火墙，鉴别试验是药品质量控制的第一道底线，其目的是杜绝假药、劣药，具有法律强制性。培养学生敬畏法律、坚守底线的职业操守，树立“真伪分明，绝不模糊”的原则性，将杜绝假药作为不可逾越的红线。</p> <p>2、科学精神与求真意识：数据是质量的唯一“代言人”，含量测定（如UV-Vis 分光光度法）用客观数据说话，是评价药品“优劣”、保证疗效的核心依据。巩固学生实事求是、尊重科学的精神，深刻理解“数据即是责任”。</p>						
教学重点	掌握吸收系数法测定对乙酰氨基酚片含量的基本原理和计算						
教学难点	<p>1、掌握紫外分光光度法的原理及操作；</p> <p>2、掌握过滤、稀释等基本操作技能。</p>						
课时	3						
更新、补充删减内容							
仪器材料	<p>仪器：紫外分光光度计分析天平、容量瓶、移液管、量筒等。</p> <p>材料：对乙酰氨基酚片、0.4%氢氧化钠溶液、95%乙醇、三氯化铁试液、稀盐酸、亚硝酸钠试液、碱性β-萘酚试液。</p>						
教学过程设计							
操作原理与	<p>一、学情分析和新课导入（5分钟）</p> <p>对乙酰氨基酚结构中的酚羟基可直接与三氯化铁试剂反应成蓝紫色，可用于该药物的理化鉴别。该药物结构中具有芳酰胺基，在酸性溶液中易水解为芳香第一胺的化合物，并显芳香第一胺的特征反应，即重氮耦合反应，也可用于鉴别。</p>					<p>要求：</p> <p>1、测量前，检查比色皿的匹配性。</p> <p>2、比色皿装入待测液后，应用镜头</p>	

<p>步骤</p>	<p>二、新课内容（100 分钟）</p> <p>2.1 实验原理</p> <p>对乙酰氨基酚结构中含有苯环共轭系统，在 0.4% 氢氧化钠溶液中，于 257 nm 波长处有最大紫外吸收。照紫外分光光度法在 257 nm 波长处测定吸光度，按其吸收系数 $E_{1cm}^{1\%}$ 为 715 计算可得到对乙酰氨基酚的含量，该方法灵敏度高，操作简便，被广泛用于对乙酰氨基酚及其制剂的含量测定。</p> <p>2.2 实验方法与步骤</p> <p>（一）对乙酰氨基酚的鉴别</p> <p>取本品的细粉适量（约相当于对乙酰氨基酚 0.5 g，如标示量为 0.1 g，则取平均片重的 5 倍量），用乙醇 20 ml 分次研磨使对乙酰氨基酚溶解，滤过，合并滤液，蒸干，残渣按下面方法鉴别，应符合规定。</p> <p>1、残渣的水溶液加三氯化铁试液，即显蓝紫色。</p> <p>2、取残渣适量（约相当于对乙酰氨基酚 0.1 g），加稀盐酸 5 ml，置水浴中加热 40 分钟，放冷；取 0.5 ml，滴加亚硝酸钠试液 5 滴，摇匀，用水 3 ml 稀释后，加碱性 β-萘酚试液 2 ml，振摇，即显红色。</p> <p>（二）对乙酰氨基酚片的含量测定</p> <p>取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于对乙酰氨基酚 40 mg），置 250 ml 量瓶中，加 0.4% 氢氧化钠溶液 50 ml 及水 50 ml，振摇 15 分钟，加水稀释至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 5 ml，置 100 ml 量瓶中，加 0.4% 氢氧化钠溶液 10 ml，加水稀释至刻度，摇匀，照分光光度法，在 257 nm 的波长处测定吸收度 A，按 $C_8H_9NO_2$ 的吸收系数 $E_{1cm}^{1\%}$ 为 715 计算。</p> <p>平行测定两次，取其平均值。本品含对乙酰氨基酚（$C_8H_9NO_2$）应为标示量的 95.0%~105.0%。</p> <p>三、小结（10 分钟）</p> <p>对乙酰氨基酚片中含有辅料，因此紫外分析前应进行过滤操作。本实验先定容，后过滤，过滤时，所用仪器均需干燥。弃去初滤液，量取续滤液进行分析，以保持浓度的一致，从而保证结果的准确。</p> <p>四、布置复习思考题（20 分钟）</p> <p>1、简述对乙酰氨基酚片鉴别的方法与原理。</p>	<p>纸擦干净。</p> <p>3、如使用挥发性溶剂，比色皿上面需要加盖子。</p> <p>4、吸光度读数 2 次，取平均值计算含量。</p>
-----------	---	---

	<p>2、含量测定时，溶液用干燥滤纸滤过后，为什么弃去初滤液，精密量取续滤液，而不是取初滤液？</p> <p>3、吸收系数是物质的物理常数吗？将吸收系数作为定量依据，需要哪些条件？</p> <p>4、空白溶液如何配制？</p>	
课外作业	完成对乙酰氨基酚片的鉴别和含量测定的实训报告	
课后体会	<p>1、对于紫外-分光光度法，所有溶液在进行检测时必须是澄清的，如不澄清，在测定前需过滤。</p> <p>2、测吸收度使用比色皿，手应拿比色皿的毛面，装样溶液的体积以比色皿体积的 4/5 为宜。</p>	

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系

编制人：黄忻

编制日期：2025.08

项目编号	7	项目名称	牛黄解毒片的鉴别分析	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术			教材	药物分析实验自编讲义		
目的与课程思政	<p>掌握牛黄解毒片定性鉴别的有关实验操作</p> <p>课程思政：</p> <p>1、质量安全与责任意识，药品安全事关人民健康，质量是生命线，理解鉴别工作对保障中成药安全有效的重要性。</p> <p>2、环保与实验室安全意识，安全第一，预防为主，绿色实验，规范使用有机溶剂、浓酸等危险试剂，并妥善处理废液，树立安全意识和环保理念。</p>						
教学重点	掌握中药制剂的理化鉴别方法						
教学难点	熟悉中药制剂的性状鉴别方法						
课时	3						
更新、补充删减内容							
仪器材料	<p>仪器：研钵、酒精灯、水浴锅、展开缸、喷雾器、烘箱、紫外灯等。</p> <p>材料：牛黄解毒片、1%香草醛硫酸溶液、95%乙醇、镁粉、氢氧化钠溶液、浓盐酸、稀盐酸、氯仿、胆酸对照品溶液、猪去氧胆酸对照品溶液等。</p>						
教学过程设计							
操作原理与步骤	<p>一、学情分析和新课导入（5分钟）</p> <p>牛黄解毒片由人工牛黄、雄黄、石膏、大黄、黄芩、桔梗、冰片、甘草制备而成。雄黄和大黄以细粉直接压片，可利用显微特征进行鉴别。冰片具有升华性并显香草醛硫酸反应。牛黄含有胆汁酸类成分，大黄含有大黄素等蒽醌类成分，黄芩含有黄酮类成分，均显示它们的特征反应，可用于鉴别或</p>					<p>要求：</p> <p>牛黄解毒片有素片和糖衣片两种，糖衣片应先除去糖衣，然后再进行鉴别试验。</p>	

	<p>含量测定。</p> <p>二、新课内容（100分钟）</p> <p>2.1 实验原理</p> <p>显微鉴别法是利用显微镜来观察中药制剂中原药材的组织、细胞或内含物等的特征形态，从而鉴别制剂的处方组成。凡以药材粉碎后直接制成制剂或添加有粉末药材的制剂，由于其制作过程中原药材的显微特征仍保留在制剂中，因此可用显微鉴别法进行鉴别。对于用药材浸膏制成的中药制剂，如其原药材的显微特征在制剂中仍有保留，也可用此法进行鉴别。</p> <p>微量升华法可用于鉴别中药制剂中具有升华性质的化学成分。这类成分在一定温度下升华而与其他成分分离。升华物在显微镜下观察应具有一定形状，或在可见光下观察有一定颜色，或在紫外灯下观察显出不同颜色荧光，或者加一定试剂处理后显出不同颜色或荧光。</p> <p>显色反应则利用颜色反应鉴别中药制剂的组成成分。本实验利用黄酮类成分和蒽醌类成分的显色反应鉴别黄芩和大黄。黄酮类成分在镁粉与盐酸作用下易被还原，迅速生成红色；蒽醌类成分遇碱液显红色，在酸性溶液中被还原则显黄色。</p> <p>薄层色谱法将中药制剂样品和对照品在同一条件下进行分离分析，观察样品在对照品相同斑点位置处是否有同一颜色（或荧光）的斑点，来确定样品中是否有要检出的成分。</p> <p>2.2 实验方法与步骤</p> <p>（一）大黄和雄黄的显微鉴别</p> <p>取本品1片，研细，取少许置载玻片上，滴加适量水合氯醛试液，透化后加稀甘油1滴，盖上盖玻片；用吸水纸吸干周围透出液，置显微镜下观察：草酸钙簇晶大，直径60~140 μm（大黄）；不规则碎块金黄色或橙黄色，有光泽（雄黄）。</p> <p>（二）牛黄解毒片中黄芩和大黄的显色反应鉴别</p> <p>取本品6片，研细，加乙醇10 ml，温热10分钟，滤过，取滤液5 ml，加镁粉少量（约半勺）与浓盐酸0.5 ml，加热，即显红色（黄芩）；另取滤液4 ml，</p>	
--	--	--

	<p>加氢氧化钠试液,即显红色,再加 30%过氧化氢溶液,红色不消失,加酸成酸性时,则红色变为黄色(大黄)。</p> <p>(四) 牛黄的薄层色谱鉴别</p> <p>取本品 2 片((包衣片除去包衣), 研细, 加入石油醚(60~90℃) 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液自然挥干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取冰片对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验, 吸取供试品溶液 2μl, 对照品溶液 5μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯(17:3)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5%香草醛硫酸溶液, 在 105℃加热至斑点显色清晰, 供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。</p> <p>三、小结(10 分钟)</p> <p>薄层色谱鉴别采用 10%硫酸乙醇溶液显色, 由于硫酸吸水性强, 阴雨天操作, 斑点易扩散, 故显色加热后应立即置紫外灯下检视。</p> <p>四、布置复习思考题(20 分钟)</p> <p>1、中药制剂定性鉴别的方法有哪些? 它们各有何特点?</p> <p>2、中药制剂一般药味较多, 目前逐一鉴别有困难, 你认为应选择哪些药味作为主要鉴别对象?</p>	
课外作业	完成牛黄解毒片的鉴别分析的实习报告	
课后体会		

揭阳职业技术学院 实训(验)项目单

编制部门：生物工程系 编制人：黄忻 编制日期：2025.08

项目编号	8	项目名称	复方乙酰水杨酸中咖啡因的含量测定	实训班级	药学三二 241-242	学时	3
课程名称	药物分析技术			教材	药物分析实验自编讲义		
目的与课程思政	<p>考核学生对药物分析操作的掌握情况</p> <p>课程思政：</p> <p>1、职业道德与规范意识：遵守行业规范，坚守职业操守，为患者负责，严格执行药典或标准操作规程（SOP）进行咖啡因含量测定，深刻理解药品标准法规的严肃性，树立“规范操作是质量保证基础”的理念。</p> <p>2、团队协作与沟通能力：现代科研与工作需要协同合作、有效沟通，实验中的溶液配制、滴定操作、数据记录等常需小组配合完成，锻炼分工协作和相互交流的能力。</p>						
教学重点	常规仪器的操作						
教学难点	间接碘量法的操作						
课时	3						
更新、补充删减内容							
仪器材料	仪器：滴定管等 材料：复方乙酰水杨酸片等						
教学过程设计							
操作原理与步骤	<p>一、学情分析和新课导入（5分钟）</p> <p>讲解容量分析法在复方制剂分析中的应用原理和复方片剂含量测定的原理。</p> <p>二、新课内容（100分钟）</p> <p>2.1 实验原理</p> <p>复方乙酰水杨酸片中含有乙酰水杨酸(简称 A)、非那西丁(简称 P)和咖啡因(简称 C)三种主成份。各成份之间性质差异大。咖啡因为黄嘌呤类生物碱，</p>					<p>要求：</p> <p>一、操作</p> <p>①空白 是否与样品同样操作（取另一容量瓶同法操作，同法过滤）</p> <p>②过滤操作：滤</p>	

	<p>碱性极弱，$K_a=0.7 \times 10^{-14}$，可将其与碘发生定量沉淀以后，剩余的碘用硫代硫酸钠滴定从而求得咖啡因的含量。</p> <p>2.2 实验方法与步骤</p> <p>取本品 10 片，精密称定，研细，精密量取细粉适量（约咖啡因 100 mg），加稀硫酸 10 ml，振摇数分钟，使咖啡因溶解，滤过，滤液置 100 ml 容量瓶中，滤器与残渣用水洗涤 3 次，每次 10 ml，合并滤液与洗液，精密加 0.1 mol/L 碘液 50 ml，加水至刻度，摇匀，25°C 暗处避光放置 15 分钟，过滤（弃去初滤液），精密量取滤液 25 ml，用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠滴定至近终点时（淡黄色），加淀粉指示液（1~2 ml），继续滴定至蓝色消失，并将滴定结果用空白实验校正，每 1 ml 的 0.1 mol/L 的 I_2 滴定液相当于 5.305 mg 的 $C_8H_{10}O_2N_4 \cdot H_2O$。</p> <p>三、小结（10 分钟）</p> <p>1、药片应尽量研细。</p> <p>2、测定乙酰水杨酸时，锥形瓶应干燥，滴定应迅速。</p> <p>四、布置复习思考题（20 分钟）</p> <p>1、碘量法测定咖啡因的主要影响因素是溶液的酸度和碘液的浓度。碘剩余浓度应在 0.25~0.035 mol/L 之间,低于此数值结果则偏高。</p> <p>2、沉淀咖啡因时，加 0.5 mol/L H_2SO_4 溶液 5 ml 较为适宜，酸度过高则结果偏高。</p> <p>3、过滤咖啡因与碘形成沉淀时，需用干燥的滤纸，最初的滤液应弃取 10~15 ml，过少可影响碘的浓度。过滤时，要注意防止碘的挥发。</p>	<p>器与滤渣是否洗涤，合并（2 分）</p> <p>三靠（滤纸贴着漏斗壁，玻璃棒靠滤纸引流，漏斗下部尖嘴靠容量瓶壁）（4 分）</p> <p>弃去初滤液（2 分），滤纸上沿应底于漏斗边缘。（2 分）</p> <p>③容量瓶：调节刻度时的操作（2 分），刻度线是否与眼睛同一水平（2 分），振摇的操作（1 分）</p> <p>④移液管：用待吸溶液润洗 2~3 次（3 分），调好刻度（3 分），管的外壁下端的液滴要擦干（2 分）</p> <p>⑤滴定管：检查是否漏水，洗涤和润洗（2 分），赶气泡，手握住活塞的方法（2 分），调刻度，初读的记录（2 分），读数时是否从铁架台拿下来垂直读数，滴定过程（4 分）</p> <p>6、计算结果：数据是否会处理（4</p>
--	--	--

		分) 二、合作 实验态度：保持 操作环境整齐， 干净，合作精神。 (10分)
课外作业	完成复方乙酰水杨酸中咖啡因的含量测定的实训报告	
课后体会	$\text{百分标示量}\% = \frac{(V_0 - V) \times F \times 5.305 \times \frac{100}{25} \times \bar{W}}{W \times \text{标示量}} \times 100\%$ <p>V_0 为空白试验时消耗硫代硫酸钠滴定液的体积；V 为样品测定时消耗硫代硫酸钠滴定液的体积；W 为样品的称量；\bar{W} 为平均片重。</p>	