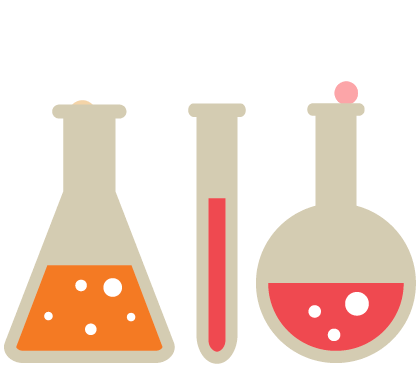
178项药学实验室小技巧



NO1、乙醇溶解主成分后，不能溶解辅料，需要过滤。采用离心方法使辅料沉淀，取上清夜。（注意，有很多离心管不具塞子，可用柔软的塑料薄膜袋扎橡皮筋做塞子。没有塞子离心，偏差可达5％），与薄膜过滤法比较，对测定结果没有影响。而且，如果过滤法操作不够快速，乙醇挥发，易影响测定结果。

NO2、 检验吲哒帕胺片的含量测定时，采用超声波超声可使片剂更易分散，主成分溶解完全，没有浪费，与研磨转移方法比较，对含量均匀度测定没有影响，且简单方便且更合理。

NO3、在做中药材的浸出物的检测时，一定要按标准控制好溶剂的浓度（如乙醇等），否则检验结果会差异很大。

NO4、当液相鉴别中供试品与对照品出峰时间不一致，无法判断是否合格时，可用对照品与供试品各半配成混合溶液后进样，若峰宽未变宽，未出现驼峰，即可判断为合格。

NO5、做原料残留物检测的时候，如果主药对杂质有干扰，现有方法无法检出，需要自己建方法的话，要优先考虑利用理化性质将杂质分离出来再进行测定。往往有意想不到的效果。

NO6、在药材薄层色谱鉴别时应该考虑一下展开剂的温度与配制顺序，有时会影响色谱的结果。

NO7、做药品有机溶剂残留量检查时,可以不拘泥于规定的色谱柱, 通常的DB-624可以满足要求, 取样量也可以灵活调整, 标准溶液浓度根据限度做相应调整就可以了。

NO8、薄层色谱鉴别时饱和时间一定要够。

NO9、在采用HPLC法测物质含量时，如若流动相中用了缓冲盐，一定要注意其pH值，放置过程中可能会产生变化，而某些药物对这种变化很敏感。

NO10、用HPLC法测物质含量时，温度的控制极其重要，最好用有柱温箱的，如果没有就要装空调保持恒温后再测定，否则会出现基线飘移，结果不准确。

NO11、有些品种温度的影响非常大,遇到一个品种，对照品溶液不能放在冰箱中,放在液相室内还开着空调,第二天才能做,否则第二天的对照品到中午也不能用。

NO12、在使用微量移液枪时,要注意"重压轻打",加液会更加准确。

NO13、在做一些乳膏的含量测定时，往往会使用提取分液，在分液时如两相的分界不清，可加少量的饱和氯化钠。分层处会比较明显。

NO14、呋喃唑酮溶解很慢，溶解时间一定要长一点。

NO15、用HPLC法测物质含量时，样品最好用流动相溶解，否则容易产生干扰峰，影响结果，特别有可能出现倒峰，一定要注意。使用含有缓冲盐的流动相，容易堵塞管路和柱子，甚至检测器，如果检测器堵了，最好先不要拆，使用10%甲醇水超声加热一下作为流动相，慢慢小流量冲洗，效果很明显。

NO16、在温度低的环境下做一些中药制剂的萃取时，往往会出现乳化现象，即两相不容易分层，这时可加入少量的饱和氯化钠溶液或者用电吹风对分液漏斗加温或用热抹布敷，可以加速其分层。

NO17、非水滴定中，试剂的含水量对结果有较大影响，如更换不同厂家的冰醋酸，试验结果会出现不同结果。

NO18、中药制剂的溶液（比较稠或量少）要用滤纸过滤时，可以先通过离心的方法使之分层，再去过滤。这样可以加快过滤，减少有机溶剂的挥发（环境温度高时）。

NO19、用高效液相色谱仪检测人参、麻黄的含量时因检测波长为边缘波长（203、207nm）往往一次不能成功，特别是使用一段时间后的检测器。可卸掉色谱柱，直接连接检测器，用0.1%的盐酸清洗检测池4小时，效果会好些。

NO20、用高效液相色谱仪测定含量时，用色谱纯试剂处理对照品和样品，可减少误差。

NO21、HPLC检测中，梯度条件容易产生干扰峰，可尝试通过以下几种方法规避：1：使用重蒸后的水或用市售的纯净水（娃哈哈的比较好）

2：尽量选用高波长下检测

3：梯度程序尽量平缓

4：样品浓度选用线性范围内的最高点。

NO22、在作澄明度检查、可见异物或者不溶性微粒检查时，不可以用超声波助溶的，否则有些东西就被分解了，什么也查不到，和粉末药品的工艺有关。

NO23、在做片剂或胶囊剂的溶出度实验时，规定药液需经0.8Uｍ的滤膜滤过，但采用液相检测时，进柱前样品还要经0.45Uｍ的滤膜，此时，可以省略第一步过滤，直接做进柱前的样品过滤，否则滤膜会对样品产生吸附，使检测结果偏低。另外不同生产厂家的滤膜对样品的吸附不同，在检测时一定要要注意，可用对照品先做一个过滤前后的对比试验，检查滤膜的吸附。

NO24、在做有机溶剂残留时要注意载气流速一般柱流速在1-3ml较好，太大样品重复性不好，尾吹气流量也需注意。

NO25、在检验纯化水硝酸盐项目时一定要冰浴，加硫酸的速度也要控制不能快（快了会使对照和样品的颜色都很深）也不能太慢（不能让试液冷却），要趁热拿去水浴加热。

NO26、使用HPLC的过滤装置时 ，一定要注意虑膜的材质，如果是“羟甲基纤维素”不可以过滤含有机相的液体，否则就溶解了，有机相过滤要使用聚四氟乙烯的。

NO27、在做不溶性微粒的时候是可以进行超声的,药典也有要求,可以进行30秒的超声.特别是象冻干粉针这样的品种,进行超声或者放置可以使不溶性微粒的数值减小,大家可以实验一下,放置后数据明显降低。

NO28、当做高效液相测定肽类时，使用梯度条件情况下，在做第一针样品前，最好走一个空梯度，这样保留时间会一致些。

NO29、分析盐酸金刚烷胺片含量时，加溶剂后最好在５０℃的水浴中加热溶解，因为金刚烷胺溶解度受温度影响。

NO30、在做实验前，要对你做的实验的安全性，实验中可能会出现的问题，做到心中有数特别是对具有危险性的实验，更要做好一切准备，像防火，防爆炸等。化学实验毕竟是有危险的，要时时注意特别要规范操作，在没有弄明白之前，最好不要轻易动手。

NO31、一个同事用烧瓶提取中药的时候加了塞，并特意未将塞子盖紧，以为可以放气，结果由于无法放气导致爆沸，里面的药液全部冲到天花板上，还好旁边没人哦。所以做实验室且不可大意，还是小心谨慎为好。

NO32、在作中药材薄层层析时，很多药材因为含有羧基或者氨基会造成跑板拖尾现象或者重叠，这将难以和标准品比对。建议大家汉羧基的药可在展开剂里面加少量羧酸，含氨基的药可以在展开剂里面加少量三乙胺。

NO33、检测红景天苷时，温浸2h的样品含量比超声30min的样品含量高，虽然杂峰较多，保留温浸法检测比较准确。

NO34、做油性基质提取时,由于受温度影响严重,常出现乳化现象,分层时间长,可上离心机只要几分钟。

NO35、做片剂的溶出度试验时（如红霉素、阿齐等）用硫酸一定要临用新配，否则硫酸吸水后会使结果偏低。

NO36、中药做薄层鉴别时，需要检测的主要成分，其性质应该与提取方法、展开剂极性、显色条件相适应。比如生物碱类成分，多显碱性，因此提取方法多为碱性氯仿回流，展开剂中肯定有浓氨或二乙胺，显色用碘化铋钾试液。再如黄酮类，不论是黄酮苷还是苷元，分子结构中都有酚羟基而显酸性，所以提取方法多为用乙酸乙酯在酸水中萃取，展开剂多用甲苯-乙酸乙酯-甲酸 系列，显色剂5%三氯化铝乙醇溶液或1%三氯化铁乙醇溶液。另外，做薄层时，建议用甲醇处理一份供试品溶液备用，它的内容囊括了你需要检验的所有成分，如果某个薄层你做不出来，就可以用这份供试品溶液复核，如果有斑点，改进一下你的制备方法就可以了；如果还做不出来，就考虑是你样品的问题了。

NO37、作中药槟榔的薄层鉴别时,用浓氨试液调PH一定要准确,否则无斑点出现。

NO38、有人误将浓硝酸（在空气中有“发烟”现象）作为“发烟硝酸”使用，进行托哌生物碱药物的硝化－氢氧化钾呈色鉴别反应，结果不能得到正确的颜色反应，造成假阴性结果。该呈色反应的机理为利用样品的水解产物莨菪酸，经发烟硝酸加热硝化为三硝基衍生物，在氢氧化钾的醇溶液中形成醌型化合物而呈色。“发烟硝酸”是指含HNO3达86－97.5%以上的浓硝酸。而“浓硝酸”虽有"发烟"现象，但其HNO3仅为69%－71%，用于上述呈色反应，会因为硝酸浓度不足而使反应不完全，形成假阴性结果。

NO39、一般的盐溶解,可采用超声波加快溶解速度，尤其对一些需要加热再冷却的样品！

NO40、做薄层鉴别方法研究时，有时候对照品斑点与样品相应斑点位置不一致，可以在样品点上加点对照品，注意点圆心要重合等，在相同方法展开，如果在相应位置上没有出现两个斑点，则认为是同样的物质斑点。

NO41、在用HPLC做定量检测时,柱温和流动相的比例要尽量保持一致,否则,保留时间和积分面积会发生变化,影响最终的检测结果。

NO42、超声溶解难溶盐类,可加快溶解速度. 特别对一些不适合加热的样品。

NO43、美国药典的对照品干燥通常规定具体时间3到5小时，我们也应该采用这种方法而不是干燥到恒重。

NO44、做薄层分析时，最好将薄层板两边的硅胶层切掉2mm，这样，在展开时可以消除边缘效应，使展开效果更好。

NO45、在做HPLC时，假如发生重叠峰的现象，通常可以尝试以下几种方法：

1、改变流动相成分，如乙腈相改为甲醇相；

2、调整流动相比例；

3、调整流动相PH值；

4、梯度洗脱。

NO46、做含量测定时，若对照品规定干燥时，一定要照规定方法干燥，否则测出的含量会差别很大，若没规定干燥时，参照2005年版凡例应用五氧化二磷干燥，否则测出的含量也会差别很大。

NO47、高浓度的NaOH标准溶液(比如0.5M)在使用过程中,桶底的部分往往会浓度变高,一般十升的溶液,最下面的一升就不能用了,否则会给滴定结果带来很大的偏差,尤其是夏天。

NO48、做滴定液标定时，最好使用两个厂家的基准试剂同时标定三个样。

NO49、当液相鉴别中供试品与对照品出峰时间不一致，无法判断是否合格时，可用对照品与供试品各半配成混合溶液后进样，若峰宽未变宽，未出现驼峰，即可判断为合格。

NO50、点样之前先将薄层板活化一下，能够使结果更加优化，我通常放在烘箱里烤5分钟，再取出放冷。另外，展开剂应尽量精确，尤其是比例比较接近的。

NO51、用HPLC法测定酚酸等不稳定成分时,可将对照品溶液及供试品溶液调成酸性(可用磷酸等),这样即不会影响测定结果,而且样品也比较稳定,保存时间比较长.PH值一般调到2.左右即可!

NO52、在进行HPLC测定时,所用的水最好是双蒸水,这样对测定结果干扰少,而且要勤换,如果通道生霉,可用异丙醇冲洗通道.有机相如已腈最好滤一下,即使是进口色谱纯溶剂。

NO53、薄层鉴别的层析板可进行预洗，这样的板分离效果好。

NO54、骨碎补原药材检验含量一般都合格.但提取后一般都不合格,是因为提取方法不对。

NO55、样品为西林瓶装的粉针剂在做无菌实验时,往往由于压力很难吸出来,但在加入无菌注射用水之前,先用无菌注射器推入少许空气,再加注射用水,就很容易用无菌注射器将样品溶液吸出来。

NO56、做微生物检查时，发现移液管中有干热灭菌法杀灭不了的细菌，我们对微生物检查的各个环节做了对照，才发的，后来就改用一次性注射器了，虽然浪费了点，但是这种现象再也没有发生过。

NO57、做红霉素片释放度时，酸度对释放度的影响不小，能差5～7个百分点，要及时更换硫酸，否则可能会影响释放度结果。

NO58、曾经做过一次微生物检查的验证，细菌一般培养48小时，霉菌72小时，其实在细菌20个小时，霉菌40个小时左右的结果和最终的结果很相近的，如果不是在边缘，完全可以在很着急的情况下下结论

NO59、采用薄层法进行检测时，可在展开前在展开室四周用略低于展开室高度的滤纸贴在内壁，使展开剂充分预饱和，这样可取得较好的展开效果。

NO60、做格列吡嗪片含量时对照品不容易溶解，可在溶剂里面少加一点0.1mol的氢氧化钠溶液使对照品溶解后再定溶。

NO61、高效液相色谱柱的维护：

a．使用预柱保护分析柱（硅胶在极性流动相/离子性流动相中有一定的溶解度）；

b．大多数反相色谱柱的pH稳定范围是2－7.5，尽量不超过该色谱柱的pH范围；c．避免流动相组成及极性的剧烈变化；

d．流动相使用前必须经脱气和过滤处理；

e．如果使用极性或离子性的缓冲溶液作流动相，应在实验完毕柱子冲洗干净，并保存于甲醇或乙腈中；

f．氯化物的溶剂对其有一定的腐蚀性，故使用时要注意，柱及连接管内不能长时间存留此类溶剂，以避免腐蚀。

NO62、1、萃取过程产生的乳化，在乳化不是太严重情况下将分液漏斗水平放置桌上。比用热布包裹的效果好和快。

2、只有药品性质稳定，可以将振摇工作交给超声仪器超声。即舒服、测定效果又好。如果药品性质不是很稳定，可以将其放在恒温振荡仪中。不设温度就好了，加上浴盖又避光、摇得又均匀。

3、清洗移液管等细长玻璃器具，冲洗要反其道进行。将尖头对着水柱清洗，省力很多。

NO63、在做人参皂苷RB1和黄芪甲苷时，如果同实验室中酸的浓度很高，这两个成分都会分解，从而测不出含量，所以应避免和挥酸时同时进行含量前处理。

NO64、做阿奇霉素片的溶出度时，用硫酸溶液（75--100）显色时，所用的硫酸浓度一定要够，最好用新开瓶的，显完色后应是金黄色的，否则可能是淡黄色的。测得的结果也低。

NO65、用HPLC法测物质含量时，温度的控制是很重要，最好用有柱温箱的，如果没有就要装空调保持恒温后再测定。但不至于一定出现基线飘移，更多时候是保留时间的变化，对结果影响也不一定，有时不会影响准确度。

NO66、萃取过程产生的乳化，在乳化不是太严重情况下将分液漏斗水平放置在水浴锅的孔上，用水蒸汽加热也是有效果的。

NO67、在做中药材的浸出物的检测时，药材的颗粒大小要过筛，过大的块状影响浸出效果。

NO68、铺聚酰胺板时其中粘合剂宜选用可溶性淀粉，可溶性淀粉先溶于热水中，晾凉后加入聚酰胺粉研磨就OK了。铺出来的板子没什么裂纹。聚酰胺粉大概0.7克左右，加可溶性淀粉0.3克左右溶于10毫升左右的水中。这可是我自己铺了很多次得出来的经验。只能用可溶性淀粉作粘合剂。

NO69、做红氧化铁含量测定时一定要用盐酸煮沸几分钟，不能因为危险而随便在水浴上加热，这样会使含测结果超过100%。

NO70、作萃取时.如产生乳化,可加入相应的盐类。

NO71、在做分析方法验证时，鉴别项的专属性一般都很强，像红外、紫外等，可不做专属性，但是注意显色反应的空白溶液，要保证溶液本身不显色。

NO72、如果做过三硅三酸镁的检测,是否会遇到这样一个问题:重金属检测时按照标准进行到最后,得到的样品呈现红色,与对照品的颜色(黄棕色)无法进行对照，其主要原是因为在此标准中加入酚酞调节溶液的酸碱度，最后一步加入硫代已酰胺试液后,溶液显碱性，使酚酞显红色。解决的方法是在最后加入盐酸进稍微多加一点,使溶液显酸性,最终使对照与样品颜色一致。

NO73、用GC测有机残留水不溶性成分时，如苯、二氯甲烷等，称取毫克级标样时，在量瓶底部预先加少量DMF/DMSO，会减少天平的跳动，帮助准确称量。

NO74、按2005版药典含量称样量必须严格控制在0.1g或以下,若称样量高氧化不完全会影响结果,使结果偏低。

NO75、骨碎补用沙热炒(使药材酥松)是中药材的一种炮制方法,这样可以使药材的含量在提取时充分溶解，有利于提高含量。

NO76、在做比色法测定环氧乙烷残留时。若加入品红后等待1h后不见比色管（实验中加入已二醇体积>0.8ml的比色管）呈微红色，则证明实验中所使用的高碘酸失效，需重新配置高碘酸。

NO77、做八角枫药材鉴别时如果最后不显斑点,一般是在分层的时候静置时间不够引起的。

NO78、在含量测定过程中，如果遇到测量结果不准时如何处理？根据我的经验在测量过程中可以带标准样品（已知含量）和被测试样品同时、平行进行测试。把测试结果和标准样品进行比较即可。这样的话，我们测试的结果就可以得到修正了。如已知含量的标准样浓度为1.0，而我们测试结果为0.91，我们就需要把样品的测试结果除以0.91即可得到相对准确的结果。采用“加标回收”的方法更好。只是相对复杂一些。

NO79、HPLC测含量时流动相若是乙腈，乙腈最好是新打开的，使用放置时间过长的乙腈容易导致检测不出主峰。

NO80、在做培养基的灵敏度实验的时候，同时做试验菌几个稀释级的试管，并同时取菌液计数。培养结束后，取菌液计数在小于100的培养结果做为测试结果，可以一次性将培养基的灵敏度测试出来，免除了当菌液计数结果不在要求范围时培养基的灵敏度测试结果作废，同时减少了实验误差。

NO81、生孢梭菌计数采用流体硫乙醇酸盐培养基(含琼脂),称取培养基15g，再加入纯化琼脂粉0.4~0.5g加入500ml蒸馏水后加热使溶解后分装至30\*200的大试管中，50ml/管，加塞，包扎后灭菌，培养基温度保持在45~50摄氏度时，将稀释好的生孢梭菌菌液用吸管吸取1ml加入至培养基中，轻轻摇匀后置30~35摄氏度培养16~20小时，立即观察点计菌数，切记培养期间不可摇动试管，生长的微生物群体在培养基中分散成小米状，注意选择菌数在30~50之间的试管，便于点计。

NO82、检测纯化水硝酸盐时要缓缓滴加硫酸且在冰浴中不断摇均使其放热均匀，能使试验结果明显。

NO83、在用HPLC测定肝苏胶囊的含量时，其盐酸的浓度相当重要，浓度一定要够才行哟。

NO84、在做高液时,最好一次把流动相配足,如果先配的流动相不够,再用相同的方法去配的流动相继续用,会出现保留时间不一致.其次,在发现流动相不够时,最好不要把流出来的"废液"再收集起来继续用,这样出来的峰面积会增大的。

NO85、最近在省药检所学习了几天，介绍几行实验室常用的小装备，挺管用的。1滴定管活塞涂凡士林时，有时还是有点爱漏，药检所用的真空密封润滑硅脂，买了后用起来挺好的。2清洗玻璃器皿时用上海生产的玻璃器皿专用清洗剂，效果很好。3有时装有溶液的玻璃瓶想密封一下，用美国进口的密封膜。4有时取对照品时，瓶口太小，普通取样勺无法进入，不妨用掏耳朵的金属勺试试。

NO86、在用HPLC进行分析时，环境的温度，对基线的影响很大，八月份前后，我们的HPLC的基线一直走不稳，究其原因是我们开了空调，室内温度波动比较大，后来我们将HPLC放到一个面积小一点的房间。

NO87、配制和使用硝酸银滴定液时一定要注意不要弄到别处，因为当时你看不出来，过一二天弄脏的地方就会变黑。 我们在标化时就曾经将地砖上弄了一片，现在还能看出来呢。

NO88、做HPLC时，方法不要随意变更，前一段时间，我们有一产品，本来用乙腈溶解，峰形不好。一化验员把它改成用流动相溶解，峰形很好，但是样品分解了，主成分只有70%左右，车间人员急死了，最后才发现，这样品用流动相溶解很不稳定，降解很快，放十几小时后，主成分就没有了。

NO89、中药注射剂检验树脂项时,用的氯仿最好用优级的,不同的试剂对结果影响很大.同时在提取放置的时间尽量长些,使其完全分开。

NO90、HPLC流动相用到盐的时候，定期用热水清洗管路，有利于仪器的稳定。

NO91、做抗生素加药时采用的毛细滴管尖头容易碰断,我采用卡介苗注射器去掉玻璃塞,把后面的手柄部分用锉刀去掉在酒精喷灯上园口,做一个喇叭口,前面买7号平头针头或者把7 号针头锉平,用着很方便,并且加液比原来更能准确把握。

NO92、在用天平称样的过程中,如果跳稳定性很差,各方面的因素都排除以后还是不能解决,不妨考虑是否是因为静电的影响.解决办法是把称量盘等在金属上靠一下,导掉静电。

NO93、做炽灼残渣是要控制好温度，不要让样品燃烧，不然溶液喷溅，数据就不准了。

NO94、天平不稳，和相对湿度关系也非常大。放一杯硅胶在里头，稳定半小时。当然样品含挥发性的咚咚太多，天平也会跳舞。

NO95、检验吲哒帕胺片的含量测定时，采用超声波超声可使片剂更易分散，主成分溶解完全，没有浪费，与研磨转移方法比较，对含量均匀度测定没有影响，且简单方便且更合理。"这样好象修改了检验方法,是否需要备案呢。

NO96、在用高氯酸滴定药品含量的时候，如果实验室条件有限，实验室的环境温度与滴定液的标定时的温度相差较大的时候，可以用电炉在通风橱旁边的地上加热，这样可以适当提高实验的环境温度，而又不会使温度过高，使实验结果更加精确。

NO97、有些对照品溶解性很低，配制时最好不要采用稀释法，而要采用一次配制法并且最好加热或者超声处理，例如槐角碱、橙皮苷等。

NO98、用氨试液萃取水饱和正丁醇提取的三七类皂苷类成分时极易乳化,可在50度左右加热促进分层,效果非常好。

NO99、用氨试液萃取水饱和正丁醇提取的三七类皂苷类成分时极易乳化,可在50度左右加热促进分层,效果非常好。

NO100、在做含量测定时,对照品的称量很小,会有很大的误差,能否将其称量增大从而减小分析误差。

NO101、酸盐测定中，要求调PH值的，一定要用酸度计精密测定，不要用试纸，否则会影响结果；

NO102、重金属和砷盐检项中，标准溶液取用量最好是2ml，可以适当的调节供试品的取样量，因为这个浓度颜色比较清晰，容易判断；

NO103、三七总皂苷含量测定时，薄层板点样前要充分活化，点样结束后，展开，要薄层板放到层析缸和展开剂中堡和20分钟后，在把板子放到展开剂中展开，达到五分之三位置，取出，再在90度活化15分钟，然后喷显色剂，效果比较好；

NO104、做氮含量测定采用常量法时，40%氢氧化钠的使用量在90ml，比较好，可是反应比较完全；

NO105、药材黄芪的含量一般是药典规定含量的10倍左右，所以，在制备供试品时，可以适当放大稀释倍数；

NO106、红花药材山萘酚含量测定时，制备供试品时，在水浴上蒸干，要控制好水浴的温度，过高容易把样品蒸干，造成结果不平行

NO107、各项检验中一定要进行细节分析才能确保结果的准确可,没有细致的,认;真的工作作风不能成为一个好的化验员

NO108、在做药材鉴别用分液漏斗萃取时,有时半天或一天都不能完全分层的话,可以把分液漏斗放进冰箱试试,若还不行,可以放一点氯化钠。

NO109、当索氏提取器与冷凝管以及相关类似需要用涂抹凡士连接其封密性的，如果凡士林涂抹过多以致干结而不能取下时，不妨考虑下先用温水滋润下，然后用超声波清洗器超下，你会发现惊奇的效果……

NO110、微生物限度方法验证时，先做金黄色葡萄球的验证，这个菌很敏感。先确定这个菌的验证方法后，大肠和枯草就直接用金葡的方法做验证，而不需要又先用常规法。黑曲和白念验证时，先确定白念的方法，这样可以减少劳动量。

NO111、做卡尔费休水分测定时，要注意周围环境中的湿度，如果湿度很大，预滴定的时间就会加长，而且有时就很难使漂移直达到稳定，无法进行水分检测。

NO112、用HPLC测氨溴索含量时,我们的片子有包衣,溶剂用0.1%HCL溶解.连续进针后就发现有杂质明显增大的情况.后改进为:用5ml0.1%HCL先溶样品,再用0.5%亚硫酸氢钠定容,就不会出现杂质增大的现象

NO113、做溶出度测定时，如果溶出液中有机溶剂用量较大，要注意水系滤膜的吸附作用，使用有机滤膜则没有吸附作用。

NO114、做液相时，如果峰形不好，压力过高。可采用改变流动相比例和升高柱箱温度来解决

NO115、如果需要将检品灰化，此时高温炉已坏，把坩埚放在电炉上也最多能炭化，怎么办呢？我采用的是蒸发皿放在电炉上，可以达到灰化的效果。结果误差虽然很大，但可以应急，根据情况做出判断。

NO116、色谱柱使用一段时间后会出现柱头塌陷，造成双头峰，可用同种牌号的填料将塌陷填平整，即可恢复分离效果，节约检验费用。

NO117、在做原料要磷酸酯的澄清度的时候，最好一边溶解一边加样品，或者一加溶剂就马上搅拌，否则很难溶解。

NO118、按照药典标准在进行氢氧化钠的铝盐与铁盐的检查时，滤渣用水洗净这一步非常重要，如清洗不干净容易造成结果超标。建议用硝酸银溶液测定以下流出液的氯离子浓度，判断滤渣是否洗净。

NO119、一个实验室必备技巧：只要你手头有已知的浓度的酒精（浓度为A%），你手边还有一个量筒，那么你可以随时配制低于A%浓度的任何一种浓度的酒精（浓度为B%）就是量取B毫升的A%的酒精，在量筒中稀释到A毫升。明白了吗？比方说配制70%的酒精可以用下列方法配置：

1）取70ML 100%的酒精稀释到 100ML 得到70%的酒精

2）取70ML 95%的酒精稀释到 95ML 得到70%的酒精

3）取70ML 75%的酒精稀释到 75ML 得到70%的酒精

NO120、按照药典方法检验盐酸麻黄碱鉴别时，使用无水乙醚不能鉴别显色不明显，将无水乙醚用水饱和后可解决。

NO121、纯化水硝酸盐检验硝酸盐全部可溶于水，所以溶液中硝酸根不与其他阳离子反应，硝酸盐大量存在于自然界中，主要来源是固氮菌固氮形成，或在闪电的高温下空气中的氮气与氧气直接化合成氮氧化物，溶于雨水形成硝酸，在与地面的矿物反应生成硝酸盐。一般，排向低处河流的废水越多硝酸盐的浓度也越高。农田施氮肥和有机肥，通过渗透，将增加地下水的硝酸盐浓度。如果原水检验超标说明你们企业所处的地理环境的地下水资源已经污染到不利于生产的程度了！建议：1、送检原水。2、检查纯化水制造设备。3、验证硝酸盐检验方法（试剂配制及冰浴和加温的过程）。

NO122、在酸性或碱性条件下做的反应，如果可能的话，产品后处理的时候，尽量中和一下。否则，产品放久之后可能会分解。

NO123、请注意午间或夜间电压、水压的变化　本人曾做过一段时间的三甲苯的硝化反应，用的是浓硫酸和发烟硝酸，虽然是严格按照操作规程，且在加完硝化试剂让其继续加热搅拌趋于平稳后，我才离开实验室去吃中饭，但等吃完饭回去一看，通风橱内一片狼籍：里面的硝化物和酸全部被冲了出来，回流冷凝管也被折在了实验台上，所幸的是没有人受伤害。这其中的罪魁祸首是不稳定的电压：在中午时段关闭了许多仪器，使局部电压增高，导致加热装置在达到设定温度后还有一段后延，结果才酿成了这样的结果。所以，提请大家注意中午和夜晚电压的变化是否会对你的实验带来影响。此外，在夜晚进行回流反应时也请注意水压的变化，以前我也碰到过这样的情况，容易造成橡皮管冲出而漏水。在用旋转蒸发仪蒸除溶剂时，一定要等压力稳定，溶剂蒸出时，人才能离开。特别是在蒸除象二氯甲烷这样的低沸点溶剂时，一定要注意保护，否则，终产物掉入水中，那才是欲哭无泪啊

NO124、HPLC流动相中有乙腈的，时间长了不宜使用，因为乙腈水解生成乙酸，对部分品种的保留时间和峰形会有影响，另外非常经典的色谱条件突然不出峰或保留时间差许多，应该考虑下流动相是否混匀

NO125、做vc银翘片含量，千万不要用超声溶解，否者后面超级难过滤！直接振摇溶解就好！

NO126、检验三黄片时，检查项下盐酸巴马汀检查，用制备检验小檗碱的供试品与盐酸巴马汀对照品同点在硅胶G板上。检查盐酸巴马汀是否超标，每次检验他都判不合格。后来让我复检，我发现他点的板盐酸巴马汀杂质和对照不在同一位置，于是我点了一个盐酸小檗碱对照和盐酸巴马汀对照和供试品，发现他误将供试品中小檗碱的斑点当成盐酸巴马汀杂质来判定。

NO127、新霉素鉴别项颜色反应称样量要用万分之一天平，否则做不出来。

NO128、用安捷伦1100高效液相时,药典是用的100%甲醇溶解的话,你一定要稀释,我一般用50%的甲醇,否则就拖尾.记住啊,100%的准确啊。

NO129、用液相色谱法测含量时，跑基线的时间一定要足够长，有时基线虽在短时间内平了，但色谱柱还没有充分饱和，导致在用了柱温箱的情况下，出峰的保留时间也会有很大差异！

NO130、检验阿莫西林胶囊含量时，溶解一定要充分，最好溶剂量要200ml以上，超声溶解，否则侧的含量偏低，甚至不合格。

NO131、进行HPLC检测使用磷酸盐缓冲液：乙腈做缓冲液时时，当缓冲液比例小于50％时，由于混合过程是吸热反应，在该过程中磷酸盐会析出晶体，造成流动相混浊而报废。如强行使用会阻塞色谱管道，对于这种情况，可以有以下两种处理方法，一时首先配制50：50的溶剂，然后10％加入，超声至高于室温，在加入10％，再超声高于室温，直至到达所需比例。另一种是首先配制不带盐的流动相，再超声至高于室温后，加入固体盐，超声至溶解，再过滤。

NO132、在清洗容量瓶和移液管时，最好用洗液清洗常用的是重铬酸钾和硫酸配比的洗液；在洗涤剂清洗不干净时，可用一些回收的乙醇进行超声。

NO133、在做试验之前，一定要检查盛装样品的小瓶或蒸发皿等容器没有裂纹及完好无损，本人有好几次深受其害

NO134、做TLC时，发现一个问题在同一层析缸中先后放入两块板，结果后放的那块边缘效应几乎没有，结果提示我可以在层析缸中字上而下放入一张滤纸浸入展开剂中待全部浸湿再放入薄层板，目的就是使缸中更好的饱和，避免产生边缘效应。

NO135、检验杂质时，如果流动相用的是缓冲盐类的，要定期冲洗液相系统，保证杂质的检验准确度。

NO136、因滤膜对样品中主成份的吸附，造成结果不稳定，在使用滤膜过滤前先用滤膜过滤对照品，与未经滤膜过滤的对照品进行对照，确定影响大小，然后再有的放失的使用。

NO137、HPLC应用醋酸水溶液作流动相时要注意作完后要长时间冲洗柱子，否则会堵住的。

NO138、色谱峰出现肩峰不能用时，可以把色谱柱头打开：

1、刮掉表面黄色或褐色的填料，用新的同样的填料填补一下；

2、把过滤头用6N的硝酸超声30分钟，用纯水超至中性，

3、安装柱子，就可以重新使用了。

NO139、在做HPLC的梯度洗脱检验时，除了柱温、流动相的PH值、两相比例的比例外，进样时的柱压也是影响出峰时间和形状的一个重要因素，所以进样前流动相的比例、运行时间及进样时的压力要尽量保持一致，才能使试验的重复性符合要求。

NO140、冻干粉针制剂在检查不溶性微粒时,一定要注意将药物”充分溶解”,有些药品(粘性)甚至要放置半个小时以上才可以进行检查,至于检查的环境个人认为并不是特别重要,以前试过在一般环境下检查 只要操作合理 还是可以得到合格结果的 而且这个时候会有个感觉 这样的环境做都合格 洁净室里做一定合格 呵呵。

NO141、在做溶出度试验(转篮法)时,碰到含量处于合格边缘时,要特别慎重.因为水中含有一定量的气体,尤其在37摄氏度左右时,转篮的周围会聚集大量的气泡而影响药物的释放,因此含量会偏低.因此,用超声或煮沸等方法除去水等溶剂中的气泡后,含量会有一定的升高。

NO142、前段时间做杆菌肽锌薄层层析,都得不到很好的结果,有拖尾现象.后来发现,如果展开试剂良好的前提下,薄层层析与环境温度,缸子蒸汽饱和,点样技术非常有关系.缸子点样前在展开剂下饱和1小时在低温最好在空调间(23±2℃)中,点样2-4mm,不将扳子点破,这些条件控制很好,那么层析结果是不会不理想的。

NO143、在进行氯化物检测时，如果使用滤纸过滤，一定要先用稀硝酸处理后在过滤样品，否则会对结果产生很大影响。

NO144、药物分析，所用的试剂质量很关键，我们做抗生素的聚合物含量时，经常在聚合物出峰的时间也出现倒峰，查找了所有仪器和溶剂，最后确定是一个化学试剂厂生产的磷酸二氢钠的原因。

NO145、针对头孢曲松，噻肟、他定等头孢三代的无菌检验，用头孢菌素酶效果明显比青霉素酶好。

NO146、抗生素效价测定时，加液时特别要控制好加液量，我的经验是使用相同的钢管和用加液抢定量加入相结合，保证加液量的一致。这样平行性好的不得了。

NO147、消糜栓:按<中国药典>2005年版测定含量，人参皂苷Re对照品对柱子的选择性要求很高，在40℃用250mm的柱子，不出峰，但25℃用150mm的柱子出峰。

NO148、做薄层色谱，需要用碘蒸气熏蒸时，需要注意温度，冬天一般温度比较低，最好能给她放到烘箱加热一下。

NO149、在使用一些易挥发性的试剂(如甲醇\乙醇或三氯甲烷)作溶剂时,操作动作要迅速,否则测量结果会比真实值偏高。

NO150、做细菌内毒素的"供试品阳性对照"时,可以取"内毒素阳性对照"对半稀释的倒数第二步样品+"供试品"对半稀释的倒数第二步样品等量,这样就可以省一只内毒素标准品了,但如果供试品和内毒素都不需要稀释处理的话就不行了。

NO151、HPLC如果流动相有缓冲盐时，更换流动相时务必先将缓冲盐更换掉，否则会将堵塞色谱柱。

NO152、也谈HPLC受温度的影响：我们的HPLC配置还是可以的，带柱温箱，不过环境温度对机器本身也是有很大影响的。做肽图时机器一开就是两三天，有一次夏天晚上实验室的中央空调停了，结果机器也罢工了。

NO153、再谈谈分子筛色谱柱的使用：一般而言分子筛色谱柱不如反相色谱柱的寿命长，有时维护不好做上两百多个样品就不行了，所以每次使用完一定要充分地用超纯水把盐冲洗干净，并且用0.05%的叠氮钠保存，一般冲洗两小时就可以了。曾经我们也低速冲洗过夜的，后来发现可能是水对硅醇基的影响反而降低了柱子的寿命，就改了。可以在软件上设置自动关泵，就不用人一直看着啦。

NO154、做HPLC时，样品稀释好后是需要过滤的，最好选用与生产使用的同等材质的滤膜，这样就不会产生偏差了。

NO155、做液相自己经常容易犯的错误：

1、排气泡不彻底，柱子冲了半天都难以平衡；

2.、更换流动相后，瓶子的体积忘记修改，结果不是进气泡就是中途强制停止运行；

3.、走序列时，忘记勾选shut down，以致到了早上满堂红；

4.、缓冲液的pH一定要调节准确，否则对RT很有影响的；

NO156、薄层色谱鉴别时,可以将展开剂放在双槽层析缸的一边,然后把点好的板子放在双槽的另一边饱和半小时候,然后再放在展开剂的一边展开,这样跑出来的点比较圆。

NO157、在一般的过滤溶液时,如果不好过滤,建议将溶液离心后用上清液过滤,也可以用抽滤,这样不会影响测定结果,也不浪费时间。

NO158、在做不溶液微粒检查时，样品一定要放置一段时间静置，不然有气泡对结果影响很大，可能会导致不合格。

NO159、用HPLC法测物质有关物质时，样品放置的时间以及放置的温度极其重要，所以最好现用现配，或者配好的样品液一定要低温保存，条件允许的话可以加一个自动上样控温装置，这样可防止杂质的降解，保证结果准确度。

NO160、

1、我走访过很多药厂，查看HPLC时大多数都可以在泵头和管路连接处发现有白色的结晶出现。产生这种结晶的原因是使用了含缓冲盐的流动相后，对系统冲洗时间不够，管路中残留了少量的缓冲盐随流动相渗出造成的。如果发现相同的问题，只要延长冲洗时间就可以解决。

2、在做薄层时层析缸的气密性也很重要，新的层析缸最好在缸口涂点凡士林。

3、做滴定时一定要注意所配溶液是否和以前的溶液的性状相同（如：颜色），如果不同就要考虑试剂、溶剂和器皿是不是变质或被污染了。

4、做紫外时因重视仪器的预热时间，预热时间太短，对实验结果的影响很大。

5、我看到有很多实验员在配置薄层板的CMC-Na溶液时喜欢加热，使其快速完全的溶解。这样做有一个很大的弊端，制作出来的薄层板是非常不平滑的，建议还是让其自己慢慢溶解，即时不能完全溶解，也可以使用。

6、岛津的HPLC-10A的部分仪器对乙腈非常敏感，如果流动相中含有大量的乙腈时因逐步过度，否则会产生漏液或压力不稳定。7.做HPLC时使用低波长时，水的纯度要求要比高波长要高一些。比如210nm以下波长检测时。

NO161、

进行TOC测定的时候，环境因素是影响测定结果最大的因素。

1、取样的瓶必须是干净的，就是洗好的瓶子，必须远离空气中有机试剂浓度较大的房间，如果不能避免，就应当放置在相对密闭的柜子里。

2、在样品的转移过程中，选择空气质量好的房间，若在配置过程中，房间里有有机试剂的存在，检验结果绝对不是样品真实的值。做薄层的时候，如果用的不是预置板，建议最好把边上的部分刮去，防止边缘效应，对定量的结果会有很大的帮助。

NO162、HPLC中流动相中加了三乙胺可以减小拖尾,关键是PH值。

NO163、中药液相测含量时，因每次配制的流动相有差异，按标准配制的流动相，有时峰分不开，可以适当调整比例，改善效果。

NO164、

1、抗生素的效价测定时 加菌量一定要准确 否则结果会相差很大 不建议使用10ml的刻度吸管

2、无菌实验时，HTY601集菌仪使用之前先观察集菌培养器的软管走势是否顺畅，这时不宜使用太小的转数，因为很容易挤断软管，大约在70转数即可

NO165、0.05M磷酸氢二钠250毫升与250毫升乙腈互溶后有白色絮状沉淀，后超声逐渐溶解变澄清。

NO166、做氢氧化钠的氯化物检查时,先要将其用稀硝酸调节PH,否则结果很不准确!

NO167、我也来分享一下:在作胶囊类的微生物限度检查时,如果样品溶液需要过滤且滤速很慢时,可在冲洗液中加入少量吐温80(0.1%),稍微在水浴中加热一下冲洗液效果会更好啊!

NO168、作固体制剂含量测定时，乙醇溶解主成分后，不能溶解辅料，需要过滤。可采用中性滤纸过滤。

NO169、在使用全自动电子天平时，尤其是十万分之一的天平，很容易发生读数飘移。在称量过程中，注意关好门窗，确保称量环境的安静，在天平的不需加样的一侧用一本厚重的文件夹躺住，会有利于维护环境的稳定。

NO170、做马来酸氯苯那敏的有关物质的时候，采用气相法，样品的溶剂峰旁边会出来一个大峰，此峰在对照品中并无出现，容易疑惑是杂质并判断为超标，实际此峰是马来酸的峰，即马来酸氯苯那敏进样后会分解成马来酸与氯苯那敏两个峰。在做判断时不止应扣除溶剂峰，还应扣除马来酸峰。这样才是真正结果。

NO171、没有检索。不知是否重复。若离心的方法损失有效成分较多，则可以选择冷置一夜，好多药厂都这样做，还可以节省能源呵呵。

NO172、绿原酸对照品的溶液很不稳定,最好现配现用。

NO173、做HPLC时，方法不要随意变更，前一段时间，我们有一产品，本来用乙腈溶解，峰形不好。一化验员把它改成用流动相溶解，峰形很好，但是样品分解了，主成分只有70%左右，车间人员急死了，最后才发现，这样品用流动相溶解很不稳定，降解很快，放十几小时后，主成分就没有了。

NO174、冻干粉针做不溶性微粒时，加微粒检查用水后振摇的剧烈程度会影响不溶性微粒数因为剧烈振摇时胶塞上的微粒会掉入药液中。这与胶塞硅化时所加硅油的量、蒸汽灭菌等工艺有关。

NO175、在做液相时候，如果保留时间不一致，看看室内温度变化情况，还有就是你要是手动进样时，进样速度也有关系！

NO176、我们在做不同厂家同一原料药的熔点时发现该原料药的熔点均不符合规定，在查找原因时，我们发现是介质硅油的原因。因为在测定熔点前看到介质硅油很脏了，里面有很多黑色浮游物，我们用棉花对其进行了过滤，硅油是清了，但测出的熔点数据错了。换了新的硅油，熔点正常。

NO177、做液相时如果流动相有缓冲盐，一定要注意你的色谱柱的 冲洗。不然峰的分离度不好。

NO178、以前取清膏都是用灭菌后的锥形瓶，现在直接有用移液管抽取10ML到配制灭菌好的缓冲液中，菌检结果还很好，免得清膏黏糊黏糊的难得清洗。