

# 中国药品检验 标准操作规范

2010年版

中国药品生物制品检定所 编写  
中国药品检验总所


中国医药科技出版社

# 中国药品检验 标准操作规范

---

2010年版

中国药品生物制品检定所 编写  
中国药品检验总所

 中国医药科技出版社

## 内 容 提 要

本书根据《中华人民共和国药典》2010年版编写，其基本包括了药品检验的所有方法和标准。

本书是几十年来药品检验几代专业技术人员的药品检验操作经验积累的结晶，是执行药典标准的重要依据和补充。其内容丰富，描述明确详细，实用性、可操作性强，是一部可以正确指导药品检验人员进行药品检验工作的工具书，同时也适合药品检验人员的培训和药品研究、生产和药品经营部门、医院制剂室的质检人员使用。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

中国药品检验标准操作规范：2010年版/中国药品生物制品检定所编著. —北京：中国医药科技出版社，2010.9

ISBN 978—7—5067—4731—8

I. ①中… II. ①中… III. ①药品检定—操作—规范—中国 IV. ①R927.1—65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 158973 号

责任编辑 许东雷

美术编辑 张 璐

版式设计 郭小平

出版 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](http://www.cmstp.com)

规格 787×1092mm<sup>1</sup>/<sub>16</sub>

印张 38½

字数 960 千字

版次 2010 年 9 月第 1 版

印次 2010 年 9 月第 1 次印刷

印刷 河北省南宫市印刷有限责任公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978—7—5067—4731—8

定价 285.00 元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

ISBN 978-7-5067-4731-8



9 787506 747318 >

# 编 委 会

- 主 编** 李云龙
- 副 主 编** 丁丽霞 金少鸿 何铭新 张启明
- 常务编委** (以姓氏笔画为序)
- 马双成 王志斌 许鸣镛 张庆生 张河战 李 波  
李冠民 杨化新 杨仲元 杨昭鹏 邹 健 林瑞超  
洪利娅 胡昌勤 凌大奎 唐秋瑾 聂小春 高立勤
- 编 委** (按姓氏笔画排序)
- 门瑛璇 尹利辉 牛剑钊 王兰霞 王 玉 王白露  
王 岩 王 杰 王 青 冯 丽 宁保明 伍丕娥  
刘文茹 刘海静 刘雁鸣 孙苓苓 孙会敏 毕秀玲  
江英桥 许 波 吴朝阳 宋玉霞 张 玫 张秋生  
李文莉 李 军 李欣荣 李玲玲 杜增辉 杨美成  
杨毅生 肖新月 芮 菁 陈香元 陈桂良 陈赞民  
单玉荣 周燕雪 季 申 林 羽 罗卓雅 罗 萍  
范青峰 范慧红 郑 萍 金 薇 南 楠 姜 红  
施亚琴 胡东芳 胡 琴 钟建国 赵 明 唐素芳  
徐 飞 聂凌云 郭景文 郭 毅 郭毅新 陶巧凤  
高 华 高志峰 黄 瑛 黄慧南 曾祥林 蒋受军  
葛海生 董新辉 鲁秋红 鲁 静 詹晓平

# 再版前言

药品检验是保证人民用药安全有效和评价药品质量的重要手段，亦为贯彻实施《中华人民共和国药品管理法》和执行《中华人民共和国药典》之重要环节。我国地域辽阔，各地情况迥异，各省市药品检验机构的技术力量、检测能力及业务管理水平也有差异。为了促进全国各地药品检验机构检验数据与结论报告的正确、可靠和一致，药品检验实验操作的规范化、标准化实为根本基础和关键，也是药品检验机构实验室管理规范化的重要内容。为此中国药品生物制品检定所组织全国各药品检验所共同编写了《中国药品检验标准操作规范》2010年版一书。

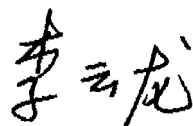
本版《中国药品检验标准操作规范》是根据《中华人民共和国药典》2010年版附录中收录的剂型和相关检测方法而编写的，基本上包涵了《中华人民共和国药典》2010年版一部和二部附录中相关内容，生物制品由于其检验方法的要求与药品检验不同之处较多，故未收录于本书。

本版《中国药品检验标准操作规范》新增了检验检测方法19个，其中包括制剂通则2个、检验方法和指导原则13个以及生物检定法和微生物检定法4个，同时还对已有的检验检测方法进行了修订，共计45个。凡《中华人民共和国药典》2010年版未作修改的内容，本操作规范也未作修改。

本书是几十年来药品检验几代专业技术人员的药品检验操作经验积累的结晶，是执行药典标准的重要依据和补充。其内容丰富，描述明确详细，实用性、可操作性强，是一部可以正确指导药品检验人员进行药品检验工作的工具书，同时也适合药品检验人员的培训和药品研究、生产和药品经营部门、医院制剂室的质检人员使用。

本书的出版发行将使我国药品检验工作有规可循，同时将对培养药检人才、指导相关专业实验技术工作和学科发展，确保药品检验工作的科学、准确，发挥重要作用，最终达到保证药品质量和人民用药安全有效的目的。

中国药品生物制品检定所党委书记  
中国药品生物制品检定所所长



2010年8月

# 目 录

片 剂	(1)	高效液相色谱法	(81)
注射剂	(4)	高效液相色谱柱	(86)
酏 剂	(7)	国内常用十八烷基键合硅胶色谱柱	(91)
栓 剂	(8)	气相色谱法	(94)
胶囊剂	(10)	电泳法	(104)
软膏剂 乳膏剂 糊剂	(11)	毛细管电泳法	(109)
眼用制剂	(13)	分子排阻色谱法	(113)
丸 剂	(18)	高效液相色谱-质谱联用法	(115)
植入剂	(20)	气相色谱-质谱联用法	(122)
糖浆剂	(22)	电感耦合等离子体-质谱联用法	(125)
气雾剂	(22)	电感耦合等离子体-原子发射光谱法	(128)
粉雾剂	(25)	色谱数据处理系统	(130)
喷雾剂	(29)	相对密度测定法	(136)
膜 剂	(33)	馏程测定法	(139)
颗粒剂	(34)	熔点测定法	(141)
口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂	(37)	凝点测定法	(162)
散 剂	(40)	旋光度测定法	(163)
耳用制剂	(43)	折光率测定法	(166)
鼻用制剂	(45)	黏度测定法	(168)
洗剂 冲洗剂 灌肠剂	(47)	pH 值测定法	(172)
搽剂 涂剂 涂膜剂	(48)	电位滴定法与永停滴定法	(174)
凝胶剂	(49)	非水溶液滴定法	(176)
贴 剂	(51)	氧瓶燃烧法	(179)
一般鉴别试验	(52)	氮测定法	(181)
紫外-可见分光光度法	(54)	乙醇量测定法(气相色谱法)	(184)
红外分光光度法	(59)	甲氧基、乙氧基和羟丙氧基测定法	(185)
原子吸收分光光度法	(64)	脂肪与脂肪油测定法	(191)
荧光分析法	(71)	维生素 A 测定法	(195)
火焰光度法	(73)	维生素 D 测定法(第一法)	(200)
纸色谱法	(75)	氯化物检查法	(202)
薄层色谱法(二部)	(76)	硫酸盐检查法	(203)
柱色谱法	(79)	硫化物检查法	(205)

硒检查法	(206)	降压物质检查法	(334)
氟检查法	(208)	无菌检查法	(337)
氰化物检查法	(209)	微生物限度检查法	(351)
铁盐检查法	(211)	锥入度测定法	(407)
重金属检查法	(212)	核磁共振波谱法	(409)
砷盐检查法	(216)	拉曼光谱法	(413)
铵盐检查法	(220)	近红外光谱分析法	(420)
干燥失重测定法	(221)	离子色谱法	(423)
费氏氏水分测定法	(223)	细胞色素C活力测定法	(427)
炽灼残渣检查法	(226)	过敏反应检查法	(428)
易炭化物检查法	(228)	溶血与凝聚检查法	(429)
残留溶剂测定法	(229)	生物活性效价和生物活性限度测定的 统计方法	(431)
热分析法	(238)	灭菌法	(433)
制药用水中总有机碳测定法	(241)	抑菌剂效力检查法	(440)
制药用水的电导率测定法	(243)	玻璃酸酶测定法	(443)
溶液颜色检查法	(244)	肝素生物测定法	(445)
澄清度检查法	(247)	绒促性素生物测定法	(452)
不溶性微粒检查法	(249)	缩宫素生物测定法	(458)
结晶性检查法	(254)	胰岛素生物测定法	(465)
粒度与粒度分布测定法	(255)	精蛋白锌胰岛素注射液延缓作用检查法	(471)
X射线粉末衍射法	(259)	硫酸鱼精蛋白生物测定法	(474)
渗透压摩尔浓度测定法	(262)	洋地黄生物测定法	(478)
可见异物检查法	(264)	葡萄糖酸锑钠毒力检查法	(483)
崩解时限检查法	(267)	卵泡刺激素(FSH)生物测定法 ——幼大鼠卵巢增重法	(484)
融变时限检查法	(270)	黄体生成素(LH)生物测定法 ——幼大鼠精囊增重法	(489)
溶出度测定法	(272)	降钙素生物活性测定	(494)
释放度测定法	(276)	生长激素生物活性的测定方法	(497)
含量均匀度检查法	(278)	滴定液	(501)
最低装量检查法	(280)	分析天平使用与称量	(516)
片剂脆碎度检查法	(281)	有效数字和数值的修约及其运算	(520)
吸入气雾剂、吸入粉雾剂、吸入喷雾 剂的雾滴(粒)分布测定法	(283)	<b>中药补充部分</b>	
抗生素微生物检定法	(286)	中药丸剂	(527)
青霉素酶活力测定法	(299)	中药散剂	(531)
$\beta$ -内酰胺抗生素高分子杂质测定法	(301)	中药颗粒剂	(532)
异常毒性检查法	(304)	中药片剂	(534)
热原检查法	(306)	煎膏剂(膏滋)	(537)
细菌内毒素检查法	(310)	中药糖浆剂	(539)
升压物质检查法	(325)		
升压素生物检定法	(328)		

合 剂·····	(540)	——电感耦合等离子体质谱法 ···	(571)
中药胶囊剂·····	(541)	水分测定法·····	(573)
酒 剂·····	(542)	有机氯类农药残留量测定法·····	(578)
膏 药·····	(544)	有机磷类农药残留量测定法·····	(580)
中药注射剂·····	(545)	拟除虫菊酯类农药残留量测定法·····	(581)
搽剂 洗剂 涂膜剂·····	(547)	中药注射剂有关物质检查法·····	(583)
中药眼用制剂·····	(548)	甲醇量检查法·····	(587)
贴膏剂·····	(549)	浸出物测定法·····	(588)
凝胶剂·····	(552)	鞣质含量测定法·····	(590)
药材和饮片取样法·····	(553)	膏药软化点测定法·····	(591)
显微鉴别法·····	(555)	药材和饮片检定通则·····	(593)
薄层色谱法(一部)·····	(562)	酸败度测定法·····	(594)
薄层色谱扫描法·····	(565)	聚合酶链式反应法(PCR法) ·····	(596)
铅、镉、砷、汞、铜测定法		二氧化硫残留量测定法·····	(601)
——原子吸收分光光度法 ·····	(568)	黄曲霉毒素测定法·····	(603)
铅、镉、砷、汞、铜测定法			



# 片 剂

片剂(《中国药典》2010年版二部附录 I A)系指药物与适宜的辅料混匀压制而成的圆片状或异形片状的固体制剂。片剂以口服普通片(也包括糖衣片、薄膜衣片)为主,另有含片、舌下片、口腔贴片、咀嚼片、分散片、可溶片、泡腾片、阴道片、阴道泡腾片、缓释片、控释片与肠溶片(包括肠溶衣片和结肠定位肠溶衣片)等。

对片剂的质量要求除外观应完整光洁、色泽均匀,有适宜的硬度和耐磨性,以及药典品种项下规定的检验项目外,还应检查“重量差异”和“崩解时限”。此外,阴道片应检查“融变时限”,阴道泡腾片应检查“发泡量”,分散片应检查“分散均匀性”,口腔贴片、阴道片、阴道泡腾片和外用可溶片等局部用片剂应检查“微生物限度”。非包衣片,除另有规定外,应符合片剂脆碎度检查法的要求。

## “重量差异”检查法

### 1 简述

1.1 本法适用于片剂的重量差异检查。凡规定检查含量均匀度的片剂,一般不再进行重量差异的检查。

1.2 在片剂生产中,由于颗粒的均匀度和流动性,以及工艺、设备和管理等原因,都会引起片剂重量差异。本项检查的目的在于控制各片重量的一致性,保证用药剂量的准确。

### 2 仪器与用具

2.1 分析天平 感量 0.1mg(适用于平均片重 0.30g 以下的片剂)或感量 1mg(适用于平均片重 0.30g 或 0.30g 以上的片剂)。

2.2 扁形称量瓶。

2.3 弯头或平头手术镊。

### 3 操作方法

3.1 取空称量瓶,精密称定重量;再取供试品 20 片,置此称量瓶中,精密称定。两次称量值之差即为 20 片供试品的总重量,除以 20,得平均片重( $\bar{m}$ )。

3.2 从已称定总重量的 20 片供试品中,依次用镊子取出 1 片,分别精密称定重量,得各片重量。

### 4 注意事项

4.1 在称量前后,均应仔细核对药片数。称量过程中,应避免用手直接接触供试品。已取出的药片,不得再放回供试品原包装容器内。

4.2 遇有检出超出重量差异限度的药片,宜另器保存,供必要时的复核用。

4.3 糖衣片应在包衣前检查片芯的重量差异,符合规定后方可包衣。包衣后不再检查重量差异。

4.4 薄膜衣片在包衣后也应检查重量差异。

### 5 记录与计算

5.1 记录每次称量数据。

5.2 求出平均片重( $\bar{m}$ ),保留三位有效数字。修约至两位有效数字,选择重量差异限度。

5.3 按下表规定的重量差异限度,求出允许片重范围( $\bar{m} \pm \bar{m} \times \text{重量差异限度}$ )。

平均重量	重量差异限度
0.30g 以下	±7.5%
0.30g 或 0.30g 以上	±5%

## 6 结果与判定

6.1 每片重量均未超出允许片重范围( $\bar{m} \pm \bar{m} \times \text{重量差异限度}$ );或与平均片重相比较(凡无含量测定的片剂,每片重量应与标示片重相比较),均未超出上表中的重量差异限度;或超出重量差异限度的药片不多于2片,且均未超出限度1倍;均判为符合规定。

6.2 每片重量与平均片重相比较,超出重量差异限度的药片多于2片;或超出重量差异限度的药片虽不多于2片,但其中1片超出限度的1倍;均判为不符合规定。

### “崩解时限”检查法

各类片剂(包括口服普通片、薄膜衣片、糖衣片、肠溶片、泡腾片、含片、舌下片及可溶片),除另有规定外,照崩解时限检查法标准操作规范检查,应符合规定。

凡规定检查溶出度、释放度或融变时限或分散均匀性的片剂以及咀嚼片,不再进行崩解时限检查。

### “融变时限”检查法

除另有规定外,阴道片照融变时限检查法标准操作规范检查,应符合规定。

### “发泡量”检查法

#### 1 简述

1.1 本法适用于阴道泡腾片的发泡量检查。

1.2 阴道泡腾片系指置于阴道内可产生气体而呈泡腾状使药物迅速均匀分布在大量泡沫中,从而发挥药效作用的片剂,具有阴道片和泡腾片二者的性能。在生产过程中,由于片剂中含酸碱系统的组成比例以及工艺、设备、包装等原因,可引起片剂发泡量的差异。本项检查目的在于控制各片产生发泡量体积的最低限度,保证临床用药的疗效。

#### 2 仪器与用具

- 2.1 具塞刻度量筒 量入型,规格 25ml,内径约 1.5cm,应预经标化。
- 2.2 移液管 规格 2ml。
- 2.3 秒表。
- 2.4 恒温水浴。
- 2.5 弯头或平头手术镊。

#### 3 操作方法

3.1 取干燥的 25ml 具塞刻度量筒(内径 1.5cm)10 支,各精密加水 2ml,置  $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  的恒温水浴中,5min 后,用镊子夹取供试品各 1 片,分别投入已恒温的 10 支具塞刻度试管中,密塞。

3.2 从投入供试品时开始计时,在 20min 内观察并记录每个具塞刻度试管内产生的最大发泡量的体积(ml),求出平均发泡体积(ml)。

#### 4 注意事项

4.1 所用的具塞刻度量筒要洁净,内壁不挂水,干燥。

4.2 恒温水浴,事先调至  $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  后才可使用。

4.3 供试品不可用手拿取,应用镊子夹取。10片供试品应分别依次投入相应的具塞刻度试管中,每片应有一定的间隔时间,以便于在 20min 时间内分别充分仔细观察每片的发泡状况,记录其最大发泡量的体积数。

#### 5 记录与计算

5.1 记录每片最大发泡量的体积(ml)。

5.2 将每片最大发泡量的体积数之和除以 10,得平均发泡体积(ml)。

5.3 读取每片的体积数时,应先记录二位有效数字,在计算得平均发泡体积后,再修约至个位数。

#### 6 结果与判定

6.1 10片的平均发泡体积不少于 6ml,且 10片中每片发泡体积少于 3ml 的不多于 2片,判为符合规定。

6.2 10片的平均发泡体积少于 6ml,或 10片中每片的发泡体积少于 3ml 的多于 2片,均判为不符合规定。

## “分散均匀性”检查法

### 1 简述

1.1 本法适用于分散片的分散均匀性检查。

1.2 分散片系指在水中能迅速崩解并均匀分散的片剂。片剂分散后形成较均匀的混悬液,从而起到在体内吸收快,生物利用度高的作用。由于受处方设计、辅料选用以及制备工艺等因素的影响,可引起片剂的崩解时间、颗粒大小的差异。本项检查目的在于控制片剂的分散均匀程度,保证临床用药的疗效。

### 2 仪器与用具

2.1 烧杯 规格 250ml。

2.2 量筒 规格 100ml。

2.3 恒温水浴。

2.4 药筛 二号筛。

2.5 秒表、弯头或平头手术镊、温度计。

### 3 操作方法

3.1 量取 100ml 水置烧杯中,并调节水温在  $15 \sim 25^{\circ}\text{C}$ 。

3.2 用镊子夹取供试品 6片投入上述烧杯中,立即在水浴中振摇 3min 后取出烧杯。

3.3 立即将烧杯中混悬液全部倒出并通过二号筛,观察结果。

### 4 注意事项

4.1 水及水浴的温度均应控制在  $15 \sim 25^{\circ}\text{C}$  范围内。

4.2 自供试品加入水中起,开始计时,并在水浴内旋转振摇 3min。

### 5 记录

记录操作中水(水浴)的温度,供试品在水中全部崩解(分散)时所需的时间(min),供试品崩解(分散)后的混悬液通过二号筛的情况。

## 6 结果与判定

- 6.1 供试品在 3min 内全部崩解(分散)成混悬液并通过二号筛,判为符合规定。
- 6.2 供试品在 3min 内不能全部崩解(分散)或混悬液不能全部通过二号筛,均判为不符合规定。

## “微生物限度”检查法

除另有规定外,口腔贴片、阴道片、阴道泡腾片和外用可溶片照“微生物限度检查法”标准操作规范检查,应符合规定。

修订人:胡 兵(武汉市食品药品监督管理局)

# 注 射 剂

注射剂(《中国药典》2010 年版二部附录 I B)系指药物与适宜的溶剂或分散介质制成的供注入体内的溶液、乳状液或混悬液,以及供临用前配制或稀释成溶液或混悬液的粉末或浓溶液的无菌制剂。

注射剂可分注射液(其中供静脉滴注用的大体积注射液也称静脉输液)、注射用无菌粉末与注射用浓溶液。

注射剂除应按药典品种项下规定的检验项目外,还应检查“装量”或“装量差异”、“可见异物”和“无菌”。静脉用注射剂应加查“热原”或“细菌内毒素”;溶液型静脉用注射液、溶液型静脉注射用粉末及注射用浓溶液应加查“不溶性微粒”;静脉输液及插管注射用注射液应加查“渗透压摩尔浓度”。

混悬型注射液,除另有规定外,药物粒度应控制在  $15\mu\text{m}$  以下,含  $15\sim 20\mu\text{m}$ (间有个别  $20\sim 50\mu\text{m}$ )者,不应超过 10%,若有可见沉淀,振摇时应容易分散均匀;乳状液型注射液不得有相分离现象;静脉用乳状液型注射液分散相球粒的粒度 90%应在  $1\mu\text{m}$  以下,并不得有大于  $5\mu\text{m}$  的乳滴。

## “装量”检查法

### 1 简述

1.1 本法适用于 50ml 及 50ml 以下的单剂量注射液的装量检查,其目的在于保证单剂量注射液的注射用量不少于标示量,以达到临床用药剂量要求。

1.2 标示装量为 50ml 以上的注射液和注射用浓溶液,按最低装量检查法标准操作规范检查,应符合规定。

1.3 凡规定检查含量均匀度的注射液(如塞替派注射液),可不进行“装量”检查。

### 2 仪器与用具

2.1 注射器及注射针头。

2.2 量筒(量入型) 规格 1、2、5、10、20 及 50ml 的量筒,均应预经标化。

### 3 操作方法

#### 3.1 按下表规定取用量抽取供试品。

标示装量	供试品取用量(支)
2ml 或 2ml 以下	5
2ml 以上至 50ml	3

3.2 取供试品,擦净瓶外壁,轻弹瓶颈部使液体全部下落,小心开启,将每支内容物分别用相应体积的干燥注射器(包括注射器针头)抽尽,注入预经标化的量筒内,在室温下检视,读出每支装量。

3.3 如供试品为油溶液或混悬液时,检查前应先微温摇匀,立即按 3.2 项下方法操作,并冷至室温后检视。

#### 4 注意事项

4.1 所用注射器及量筒必须洁净、干燥并经定期校正;其最大容量应与供试品的标示装量相一致,量筒的体积应使待测体积至少占其额定体积的 40%。

4.2 注射器应配上适宜号数的注射针头,其大小与临床使用情况相近为宜。

5 记录与计算 主要记录室温,抽取供试品支数,供试品的标示装量,每支供试品的实测装量。

#### 6 结果与判定

每支注射液的装量均不得少于其标示装量;如有少于其标示装量者,即判为不符合规定。

## “装量差异”检查法

### 1 简述

1.1 本法适用于注射用无菌粉末的装量差异检查。

1.2 本项检查的目的在于控制各瓶间装量的一致性,以保证使用剂量的准确。

1.3 凡规定检查含量均匀度的注射用无菌粉末,可不进行“装量差异”检查。

### 2 仪器与用具

分析天平 感量 0.1mg(适用于平均装量为 0.15g 及其以下的粉针剂)或感量 1mg(适用于平均装量在 0.15g 以上的粉针剂)。

### 3 操作方法

3.1 取供试品 5 瓶(支),除去瓶签(若为纸标签,用水润湿后除去纸屑;若为直接在玻璃上印字标签,用适当有机溶剂擦除字迹),容器外壁用乙醇擦净,置干燥器内放置 1~2h,俟干燥后,除去铝盖,分别编号,依次放于固定位置。

3.2 轻叩橡皮塞或安瓿颈,使其上附着的粉末全部落下,开启容器(注意避免玻璃屑等异物落入容器中),分别迅速精密称定每瓶(支)的重量,倾出内容物,容器用水、乙醇洗净,依次放回原固定位置,在适当的条件下干燥后,再分别精密称定每一容器的重量,即可求出每 1 瓶(支)的装量和平均装量。

3.3 复试 初试中,如有 1 瓶(支)的装量超过装量差异限度规定时,应另取 10 瓶(支)按 3.1~3.2 项下方法复试。

### 4 注意事项

4.1 开启安瓿装粉针时,应避免玻璃屑落入或溅失;开启橡皮塞铝盖玻璃瓶装粉针时,应

先稍稍打开橡皮内塞使瓶内外的气压平衡,再盖紧后称重。

4.2 用水、乙醇洗涤倾去内容物后的容器时,慎勿将瓶外编号的字迹擦掉,以免影响称量结果;并将空容器与原橡皮塞或安瓿颈部配对放于原固定位置。

4.3 空容器的干燥,一般可于 60~70℃加热 1~2h,也可在干燥器内干燥较长时间。

4.4 称量空容器时,应注意瓶身与瓶塞(或折断的瓶颈部分)的配对。

## 5 记录与计算

5.1 记录每次称量数据。

5.2 根据每瓶(支)的重量与其空瓶重之差,求算每瓶(支)内容物重量。

5.3 每瓶(支)内容物重量之和除以 5(复试时除以 10),即得平均装量( $\bar{m}$ ),保留三位有效数字。

5.4 按下表规定装量差异限度,求出允许装量范围( $\bar{m} \pm \bar{m} \times \text{装量差异限度}$ )。

平均装量	装量差异限度
0.05g 以下至 0.05g	±15%
0.05g 以上至 0.15g	±10%
0.15g 以上至 0.50g	±7%
0.50g 以上	±5%

## 6 结果与判定

6.1 每 1 瓶(支)中的装量均未超出允许装量范围( $\bar{m} \pm \bar{m} \times \text{装量差异限度}$ );或其装量差异均未超过上表规定者;均判为符合规定。

6.2 每 1 瓶(支)中的装量与平均装量相比较,超过装量差异限度的粉针多于 1 瓶者,判为不符合规定。

6.3 初试结果如仅有 1 瓶(支)的装量差异超过装量差异限度时,应另取 10 瓶(支)复试。复试结果每 1 瓶(支)的装量差异与装量差异限度相比较,均未超过者,可判为符合规定;若仍有 1 瓶(支)或 1 瓶(支)以上超出时,则判为不符合规定。

## “可见异物”检查法

除另有规定外,溶液型注射液、溶液型注射用无菌粉末及注射用浓溶液均照可见异物检查法标准操作规范检查,应符合规定。

## “无菌”检查法

照无菌检查法标准操作规范检查,应符合规定。

## “热原”或“细菌内毒素”检查法

除另有规定外,静脉用注射剂按该品种项下的规定,照热原或细菌内毒素检查法标准操作规范检查,应符合规定。

## “不溶性微粒”检查法

除另有规定外,溶液型静脉用注射液、注射用无菌粉末及注射用浓溶液,照不溶性微粒检查法标准操作规范检查,应符合规定。

## “渗透压摩尔浓度”检查法

除另有规定外,静脉输液及椎管注射用注射液按各品种项下的规定,照渗透压摩尔浓度测定法(附录Ⅸ G)检查,应符合规定。

修订人:胡 兵(武汉市食品药品监督管理局)

## 酞 剂

酞剂(《中国药典》2010年版二部附录 I C)系指药物用规定浓度的乙醇浸出或溶解而制成的澄清液体制剂,亦可用流浸膏稀释制成,供口服或外用。

对酞剂的质量要求:一般情况下,含有毒剧药品的酞剂,每 100ml 应相当于原药物 10g,其他酞剂,每 100ml 相当于原药物 20g;酞剂的溶液应澄清,如久置产生沉淀时,在乙醇和有效成分含量符合规定的情况下,可滤过除去沉淀;酞剂应检查乙醇量,除药典品种项下规定的检验项目外,还应检查“装量”和“微生物限度”,口服酞剂应检查“甲醇量”。

### “装量”检查法

#### 1 简述

1.1 本法系根据最低装量检查法(中国药典 2010 年版二部附录 X F)制订,适用于酞剂的装量检查。

1.2 本项检查目的在于控制标示装量为 500ml 或 500ml 以下的酞剂的最低装量。

#### 2 仪器与用具

2.1 注射器 经标化,适用于标示装量为 2ml 或 2ml 以下者。

2.2 量筒(量入型) 经标化,适用于标示装量 2ml 以上者。

#### 3 操作方法

3.1 酞剂的标示装量以容量计,采用容量法进行检查。

3.2 取标示装量为 50ml 或 50ml 以下的供试品 5 个,摇匀,小心开启容器,将内容物分别用干燥的注射器抽尽,排除空气;或取标示装量为 50ml 以上的供试品 3 个,摇匀,小心开启,将内容物分别倾入干燥量筒中,并将容器倒置 15min,尽量倾净。

3.3 读取每个容器内容物的装量(取三位有效数字)。

#### 4 注意事项

采用容量法检查时,所用注射器或量筒必须洁净、干燥,并经定期校正;其最大刻度值应与供试品的标示装量相一致,或不超过标示装量的 2 倍。

#### 5 记录与计算

5.1 记录室温,抽取供试瓶(支)数,供试品的标示装量,每瓶(支)供试品的实测装量。

5.2 求出平均装量(取三位有效数字)。

5.3 如有复试,应记录复试结果。

#### 6 结果与判定

6.1 每个容器内容物的装量及其平均装量,均符合下表中的规定,判为符合规定。

标示装量	平均装量	每个容器装量
20ml 以下	不少于标示装量	不少于标示装量的 93%
20ml 至 50ml	不少于标示装量	不少于标示装量的 95%
50ml 以上	不少于标示装量	不少于标示装量的 97%

6.2 如仅有一个容器的装量不符合上表的规定,但其平均装量不少于标示装量者,应另取供试品按 3.2 和 3.3 项进行复试;复试结果全部符合上表的规定者,仍判为符合规定。

6.3 初试结果中的平均装量少于标示装量,或有 2 个或 2 个以上容器的装量不符合规定,或在复试中仍不能全部符合规定者,均判为不符合规定。

## “微生物限度”检查法

照微生物限度检查法标准操作规范检查,应符合规定。

## “甲醇量”检查法

口服酞剂照甲醇量检查法标准操作规范检查,应符合规定。

起草人:陆 丹(上海市食品药品检验所)

复核人:潘维芳(上海市食品药品检验所)

# 栓 剂

栓剂(《中国药典》2010 年版二部附录 I D)系指药物与适宜的基质制成供腔道给药的固体制剂。

栓剂因施用腔道的不同,分为直肠栓、阴道栓和尿道栓。直肠栓为鱼雷形、圆锥形或圆柱形等;阴道栓为鸭嘴形、球形或卵形;尿道栓一般为棒状。

栓剂分为普通栓剂和持续释药的缓释栓。栓剂常用基质可分为油脂性基质(如半合成脂肪酸甘油酯、可可豆脂、聚氧乙烯硬脂酸酯、聚氧乙烯山梨聚糖脂肪酸酯、氢化植物油等)和水溶性或与水能混溶的基质(如甘油明胶、泊洛沙姆、聚乙二醇类等)。基质选择是否恰当,对栓剂的质量和疗效有较大影响;因油脂性基质(如可可豆脂)在阴道内不能被吸收而形成残留物,不作阴道栓用基质;常用水溶性或与水能混溶的基质制备阴道栓。

对栓剂的质量要求,除外形应完整光滑、有适宜的硬度、无刺激性和药典品种项下规定的检验项目外,还应检查“重量差异”、“融变时限”(缓释栓剂应进行释放度检查,不再进行融变时限检查)和“微生物限度”。

## “重量差异”检查法

### 1 简述

1.1 本法适用于栓剂的重量差异检查。



1.2 影响栓剂大小不一的因素较多,如生产过程中软材的注入量、温度和速度,以及冷却、固化、切削等步骤。本项检查的目的在于控制各粒重量的一致性,保证用药剂量的准确。

1.3 凡规定检查含量均匀度的栓剂,一般不再进行重量差异检查。

## 2 仪器与用具

同片剂标准操作规范项下的重量差异检查法。

## 3 操作方法

除取供试品 10 粒外,其他同片剂标准操作规范项下的重量差异检查法。

## 4 注意事项

若检验场所的室温高于 30℃ 时,应用适宜方法降温,以免栓剂因室温过高而融化或软化,难以操作。

其他注意事项同片剂标准操作规范项下的重量差异检查法 4.1 项。

## 5 记录与计算

5.1 记录每次称量数据。

5.2 求出平均粒重( $\bar{m}$ ),保留三位有效数字。

5.3 按下表规定的重量差异限度,求出允许粒重范围( $\bar{m} \pm \bar{m} \times \text{重量差异限度}$ )。

平均粒重	重量差异限度
1.0g 以下至 1.0g	±10%
1.0g 以上至 3.0g	±7.5%
3.0g 以上	±5%

5.4 遇有超出允许粒重范围并处于边缘者,应再与平均粒重相比较,计算出该粒重量差异的百分率,再根据上表规定的重量差异限度作为判定的依据(避免在计算允许重量范围时受数值修约的影响)。

## 6 结果与判定

6.1 每粒重量均未超出允许粒重范围( $\bar{m} \pm \bar{m} \times \text{重量差异限度}$ );或与平均粒重相比较,均未超出重量差异限度;或超出重量差异限度的药粒不多于 1 粒,且未超出限度的 1 倍;均判为符合规定。

6.2 每粒重量与平均粒重相比较,超出重量差异限度的药粒多于 1 粒;或超出重量差异限度的药粒虽不多于 1 粒,但超出限度 1 倍,均判为不符合规定。

## “融变时限”检查法

除缓释栓剂(应进行释放度检查)和另有规定外,照融变时限检查法标准操作规范检查,应符合规定。

## “微生物限度”检查法

照微生物限度检查法标准操作规范检查,应符合规定。

修订人:费路华(武汉市食品药品监督管理局)