

# 2006 最新药物分析测试

## 操作技术标准与药品质量检验技术规范 实施手册

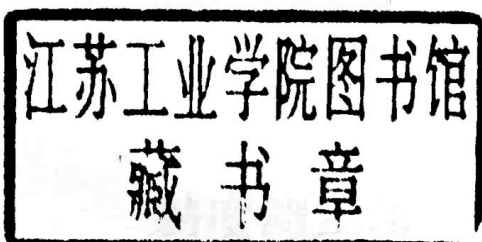


医药科技出版社

# 2006 最新药物分析测试操作 技术标准与药品质量检验 技术规范实施手册

主编 张 升

第二卷



医药科技出版社

责任编辑：褚林  
版式设计：马胜天  
封面设计：艾梦梁

2006 最新药物分析测试操作技术标准与药品质量检验  
技术规范实施手册

张升 主编

卷一

2006 最新药物分析测试操作技术标准与药品质量检验  
技术规范实施手册

---

主 编：张 升  
出版发行：医药科技出版社  
出版时间：2006 年 6 月

---

印 刷：北京金鑫印刷厂  
版 次：2006 年 6 月第 1 版 2006 年 6 月第 1 次印刷

---

书 号：ISBN 7 - 56023 - 142 - 3  
定 价：1080.00 元（全四卷 + 1CD）

---

# 编 委 会

主 编：张 升

编委会：(排名不分先后)

高玉国	李肖肖	艾成林	李德光
宁国风	胡志云	李自强	马德善
李有超	高国京	周仁心	闫德光
朱盛月	马梦林	钱宝光	孙居有
沈凤阳	孟程亮	黑德旗	朱成林
杨 潮	沙进兴	林 龙	

# 前 言

药物分析是一门研究药品及各种制剂的组成、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。对于药物分析工作者来说,在熟练掌握药物分析原理与操作技能的基础上,正确理解药典和药典中各项条文规定。例如药典的内容包括哪些方面,各个条文的注意点,附录中规定的片剂通则中规定的重量差异是多少,对崩解时限有何规定,高效液相色谱中的用于反相层析的常用固定相,药典中标准品,对照品与试药的区别及选用原则;正文部分的主要内容,熟悉药品质量制定的原则和内容,凡例中内容,例如药典采用的计量单位,符号与专门术语,如溶解度中的一些概念,药典中法定计量单位应如何表示;黏度如何表示;压力如何表示;什么是恒重;原料药含量百分数如规定 100% 以上时,应如何理解等等,都要熟练掌握,以及中国药典和其他各国药典的差异如美国药典,美国国家处方集,英国药典,日本药局方等等以及有代表性的外国药典的基本内容和特点。熟悉误差理论,掌握常用的统计学处理方法和分析效能的评价指标(包括精密度、准确度、检测限、定量限、选择性、线性及范围以及耐用性)以及它们的意义。掌握药品质量标准的主要内容和要求。

药品分析测试及质量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。2005 年版的中国药典和药品检验标准操作规范对各种分析测试及质量检验方法作了明确的规范。本书对两部标准中所列述的各项分析检测方法一一详细加以归纳阐述,以帮助广大制药企业及药检部门有效提高药品分析和质量检验技术能力,保证药品分析实验操作的规范化和标准化,提高药品分析检验数据与结论报告的正确性和可靠性。

编者

2006 年 6 月

# 目 录

## 药物分析技术规范

药物分析中的仪器分析与化学分析技术 .....	( 3 )
药品检验的程序和要求 .....	( 3 )
常用物理常数测定法 .....	( 6 )
药物含量测定方法 .....	( 11 )
药物分析方法的验证 .....	( 16 )
误差及数据处理 .....	( 20 )
药物的杂质检查 .....	( 26 )
杂质的来源 .....	( 26 )
杂质的检查和限量计算 .....	( 27 )
一般杂质检查 .....	( 29 )
特殊杂质的检查 .....	( 50 )
分析样品前处理 .....	( 56 )
体外样品分析前处理 .....	( 56 )
体内样品分析前处理方法 .....	( 64 )
芳酸类药物的分析 .....	( 69 )
水杨酸类药物的分析 .....	( 69 )
苯甲酸类药物的分析 .....	( 78 )
其他芳酸类药物的分析 .....	( 81 )
胺类药物的分析 .....	( 86 )
芳胺类药物的分析 .....	( 86 )
苯乙胺类药物的分析 .....	( 100 )
氨基醚衍生物类药物的分析 .....	( 107 )
巴比妥类药物的分析 .....	( 113 )
结构、性质与鉴别 .....	( 113 )
特殊杂质的检查 .....	( 122 )
含量测定 .....	( 122 )
磺胺类药物的分析 .....	( 126 )
典型药物的结构及性质 .....	( 126 )
鉴别试验 .....	( 127 )
特殊杂质的检查 .....	( 129 )

含量测定	(129)
杂环类药物的分析	(137)
吡啶类药物的分析	(137)
吩噻嗪类药物的分析	(145)
苯并二氮杂草类药物的分析	(153)
生物碱类药物的分析	(158)
典型药物的结构与性质	(158)
鉴别试验	(160)
特殊杂质检查	(164)
含量测定	(166)
抗生素类药物的分析	(177)
$\beta$ -内酰胺类抗生素	(177)
氨基糖苷类抗生素的分析	(185)
四环素类抗生素的分析	(190)
维生素类药物的分析	(195)
维生素 A 的分析	(195)
维生素 E 的分析	(199)
维生素 B <sub>1</sub> 的分析	(203)
维生素 C 的分析	(205)
甾体激素类药物的分析	(209)
结构与分类	(209)
鉴别试验	(211)
特殊杂质检查	(216)
含量测定	(220)

## 药品检验操作规范

药典 2005 年版标准中的一般规定(凡例)	(229)
名称及编排	(229)
项目与要求	(230)
检验方法和限度	(231)
标准品、对照品	(232)
计量	(232)
精确度	(234)
试药、试液、指示剂	(234)
动物试验	(235)
说明书、包装、标签	(235)
分析天平使用与称量	(236)

有效数字和数值的修约及其运算	(240)
药物分析检验中常用试剂及溶液	(244)
试药	(244)
试液	(291)
试纸	(300)
缓冲液	(301)
指示剂与指示液	(304)
滴定液	(307)
标准品与对照品表	(315)
药物分析试验中一般鉴别试验	(320)
中药材及成方制剂的显微检验与鉴别	(322)
药材取样法	(322)
显微鉴别法	(323)

## 药物分析中化学检验、物理(仪器)检验方法与操作规程

一、药物分析技术操作规范	(333)
相对密度测定法	(333)
馏程测定法	(337)
熔点测定法	(339)
凝点测定法	(343)
旋光测定法	(345)
折光测定法	(347)
黏度测定法	(349)
pH测定法	(355)
氯化物检查法	(358)
硫酸盐检查法	(360)
硫化物检查法	(362)
硒检查法	(363)
氟检查法	(366)
氰化物检查法	(367)
铁盐检查法	(370)
重金属检查法	(372)
砷盐检查法	(376)
铵盐检查法	(381)
干燥失重测定法	(382)
水分测定法	(384)
炽灼残渣检查法	(388)



易炭化物检查法	(389)
有机溶剂残留量测定法	(391)
热分析法	(393)
溶液颜色检查法	(394)
澄清度检查法	(397)
注射液中不溶性微粒检查法	(399)
结晶性检查法	(401)
粒度检查法	(402)
X 射线粉末衍射法	(403)
渗透压摩尔浓度测定法	(405)
崩解时限检查法	(407)
融变时限检查法	(409)
溶出度测定法	(411)
释放度测定法	(416)
含量均匀度检查法	(419)
最低装量检查法	(420)
质(装)量差异检查法	(422)
中和法	(425)
非水溶液滴定法	(433)
银量法	(437)
配位滴定法	(442)
氧化还原滴定法	(447)
电位滴定法与永停滴定法	(452)
称量法	(458)
氮测定法	(462)
氧瓶燃烧法	(465)
分光光度法	(473)
紫外分光光度法	(474)
红外吸收光谱法	(477)
原子吸收分光光度法	(484)
荧光分光光度法	(492)
火焰光度法	(497)
色谱法	(498)
纸色谱法	(500)
薄层色谱法	(502)
薄层扫描法	(505)
柱色谱法	(508)
高效液相色谱法	(510)

气相色谱法	(521)
电泳法	(533)
毛细管电泳法	(538)
抗生素微生物检定法——管碟法	(541)
抗生素微生物检定法——比浊法	(556)
二、药品检验标准操作规范	(561)
紫外可见分光光度法	(561)
红外分光光度法	(566)
原子吸收分光光度法	(570)
荧光分析法	(577)
火焰光度法	(580)
纸色谱法	(582)
薄层色谱法	(583)
柱色谱法	(586)
高效液相色谱法	(587)
高效液相色谱柱	(595)
气相色谱法	(601)
电泳法	(613)
毛细管电泳法	(618)
分子排阻色谱法	(621)
高效液相色谱-质谱联用法	(624)
气相色谱-质谱联用法	(633)
电感耦合等离子体-质谱联用法	(639)
色谱数据处理系统	(642)
相对密度测定法	(649)
馏程测定法	(652)
熔点测定法	(654)
凝点测定法	(659)
旋光度测定法	(660)
折光率测定法	(662)
黏度测定法	(664)
pH 值测定法	(669)
电位滴定法与永停滴定法	(671)
非水溶液滴定法	(673)
氧瓶燃烧法	(677)
氮测定法	(678)
乙醇量测定法	(681)
羟丙氧基测定法	(682)

甲氧基测定法	(684)
脂肪与脂肪油测定法	(686)
维生素 A 测定法	(691)
维生素 D 测定法(第一法)	(694)
氯化物检查法	(697)
硫酸盐检查法	(698)
硫化物检查法	(699)
硒检查法	(701)
氟检查法	(702)
氰化物检查法	(703)
铁盐检查法	(706)
重金属检查法	(707)
砷盐检查法	(711)
铵盐检查法	(715)
干燥失重测定法	(716)
费休氏水分测定法	(718)
炽灼残渣检查法	(721)
易炭化物检查法	(723)
残留溶剂测定法	(724)
热分析法	(736)
制药用水中总有机碳测定法	(739)
溶液颜色检查法	(741)
澄清度检查法	(745)
不溶性微粒检查法	(746)
结晶性检查法	(751)
粒度与粒度分布测定法	(752)
X 射线粉末衍射法	(756)
渗透压摩尔浓度测定法	(760)
可见异物检查法	(762)
崩解时限检查法	(765)
融变时限检查法	(768)
溶出度测定法	(769)
释放度测定法	(773)
含量均匀度检查法	(777)
最低装量检查法	(778)
片剂脆碎度检查法	(780)
吸入气雾剂、吸入粉雾剂、吸入喷雾剂的雾滴(粒)分布测定法	(781)
抗生素微生物检定法	(784)

抗生素管碟测定法	(785)
抗生素微生物比浊法	(794)
青霉素酶活力测定法	(798)
$\beta$ -内酰胺抗生素高分子杂质测定法	(799)
异常毒性检查法	(803)
热原检查法	(805)
细菌内毒素检查法	(809)
升压物质检查法	(825)
升压素生物检定法	(828)
降压物质检查法	(835)
无菌检查法	(838)
无菌检查法附录	(847)
无菌检查法	(849)
微生物限度检查法	(850)
细胞色素 C 活力测定法	(903)
过敏反应检查法	(905)
玻璃酸酶测定法	(905)
肝素生物测定法	(907)
绒促性素生物测定法	(910)
缩宫素生物测定法	(913)
胰岛素生物测定法	(917)
精蛋白锌胰岛素注射液延缓作用检查法	(920)
硫酸鱼精蛋白生物测定法	(923)
降钙素生物活性测定	(926)
生长激素生物活性的测定方法	(929)
滴定液	(933)
分析天平使用与称量	(950)
有效数字和数值的修约及其运算	(954)
薄层色谱法	(958)
薄层色谱扫描法	(960)
铅、镉、砷、汞、铜测定法——原子吸收分光光度法	(963)
铅、镉、砷、汞、铜测定法——电感耦合等离子体质谱法	(967)
水分测定法	(969)
有机氯类农药残留量测定法	(974)
有机磷类农药残留量测定法	(976)
拟除虫菊酯类农药残留量测定法	(978)
中药注射剂有关物质检查法	(979)
蛋白质检查	(980)

鞣质检查	(980)
树脂检查	(981)
草酸盐检查	(982)
钾离子检查	(982)
甲醇量检查法	(984)
浸出物测定法	(985)
鞣质含量测定法	(987)
膏药软化点测定法	(988)
三、药典 2005 年版相关技术标准	(990)
紫外 - 可见分光光度法	(990)
红外分光光度法	(992)
原子吸收分光光度法	(993)
荧光分析法	(995)
火焰光度法	(996)
纸色谱法	(996)
薄层色谱法	(997)
柱色谱法	(1000)
高效液相色谱法	(1000)
气相色谱法	(1004)
电泳法	(1006)
毛细管电泳法	(1011)
分子排阻色谱法	(1014)
相对密度测定法	(1016)
馏程测定法	(1018)
熔点测定法	(1019)
凝点测定法	(1021)
旋光度测定法	(1022)
折光率测定法	(1023)
黏度测定法	(1023)
pH 值测定法	(1026)
电位滴定法与永停滴定法	(1028)
非水溶液滴定法	(1030)
氧瓶燃烧法	(1031)
氮测定法	(1032)
乙醇量测定法	(1033)
羟丙氧基测定法	(1034)
甲氧基测定法	(1035)
脂肪与脂肪油测定法	(1036)

维生素 A 测定法 .....	(1039)
维生素 D 测定法 .....	(1041)
氯化物检查法 .....	(1043)
硫酸盐检查法 .....	(1043)
硫化物检查法 .....	(1044)
硒检查法 .....	(1044)
氟检查法 .....	(1045)
氰化物检查法 .....	(1046)
铁盐检查法 .....	(1047)
重金属检查法 .....	(1047)
砷盐检查法 .....	(1049)
铵盐检查法 .....	(1051)
干燥失重测定法 .....	(1052)
水分测定法 .....	(1052)
炽灼残渣检查法 .....	(1054)
易炭化物检查法 .....	(1054)
残留溶剂测定法 .....	(1055)
热分析法 .....	(1060)
制药用水中总有机碳测定法 .....	(1062)
溶液颜色检查法 .....	(1064)
澄清度检查法 .....	(1068)
不溶性微粒检查法 .....	(1069)
结晶性检查法 .....	(1072)
粒度和粒度分布测定法 .....	(1073)
X 射线粉末衍射法 .....	(1075)
渗透压摩尔浓度测定法 .....	(1076)
可见异物检查法 .....	(1078)
质谱法 .....	(1080)
崩解时限检查法 .....	(1088)
融变时限检查法 .....	(1091)
溶出度测定法 .....	(1092)
释放度测定法 .....	(1097)
含量均匀度检查法 .....	(1100)
最低装量检查法 .....	(1100)
片剂脆碎度检查法 .....	(1101)
吸入气雾剂、吸入粉雾剂、吸入喷雾剂的雾滴(粒)分布测定法 .....	(1102)
贴剂黏附力测定法 .....	(1104)
抗生素微生物检定法 .....	(1107)

青霉素酶及其活力测定法 .....	(1116)
异常毒性检查法 .....	(1118)
热原检查法 .....	(1118)
细菌内毒素检查法 .....	(1119)
升压物质检查法 .....	(1125)
降压物质检查法 .....	(1126)
无菌检查法 .....	(1127)
微生物限度检查法 .....	(1135)
过敏反应检查法 .....	(1151)
升压素生物测定法 .....	(1152)
细胞色素 C 活力测定法 .....	(1153)
玻璃酸酶测定法 .....	(1154)
肝素生物测定法 .....	(1155)
绒促性素生物测定法 .....	(1156)
缩宫素生物测定法 .....	(1156)
胰岛素生物测定法 .....	(1157)
精蛋白锌胰岛素注射液延缓作用检查法 .....	(1158)
硫酸鱼精蛋白生物测定法 .....	(1159)
洋地黄生物测定法 .....	(1159)
葡萄糖酸锑钠毒力检查法 .....	(1160)
卵泡刺激素生物测定法 .....	(1161)
黄体生成素生物测定法 .....	(1162)
降钙素生物测定法 .....	(1162)
生长激素生物测定法 .....	(1163)
放射性药品检定法 .....	(1164)
生物检定统计法 .....	(1175)

## 药物制剂分析检验标准操作规范

一、标准操作规范 .....	(1209)
片剂 .....	(1209)
注射剂 .....	(1213)
酞剂 .....	(1216)
栓剂 .....	(1218)
胶囊剂 .....	(1219)
软膏剂 乳膏剂 糊剂 .....	(1221)
眼用制剂 .....	(1223)

丸剂	(1228)
植入剂	(1230)
糖浆剂	(1232)
粉雾剂	(1238)
喷雾剂	(1242)
膜剂	(1246)
颗粒剂	(1248)
口服溶液剂、口服混悬剂、口服乳剂	(1251)
散剂	(1254)
耳用制剂	(1258)
鼻用制剂	(1260)
洗剂 冲洗剂 灌肠剂	(1263)
搽剂 涂剂 涂膜剂	(1264)
凝胶剂	(1264)
贴剂	(1267)
中药丸剂	(1268)
中药散剂	(1273)
中药颗粒剂	(1274)
中药片剂	(1276)
煎膏剂(膏滋)	(1277)
中药糖浆剂	(1279)
合剂	(1280)
中药胶囊剂	(1281)
酒剂	(1283)
中药注射剂	(1286)
搽剂洗剂涂膜剂	(1287)
中药眼用制剂	(1288)
<b>二、药典 2005 年版相关技术标准</b>	<b>(1290)</b>
片剂	(1290)
注射剂	(1292)
酊剂	(1295)
栓剂	(1295)
胶囊剂	(1296)
软膏剂 乳膏剂 糊剂	(1298)
眼用制剂	(1299)
丸剂	(1301)
植入剂	(1302)
糖浆剂	(1303)



气雾剂 粉雾剂 喷雾剂 .....	(1303)
膜剂 .....	(1309)
颗粒剂 .....	(1309)
口服溶液剂 口服混悬剂 口服乳剂 .....	(1311)
散剂 .....	(1312)
耳用制剂 .....	(1313)
鼻用制剂 .....	(1315)
洗剂 冲洗剂 灌肠剂 .....	(1316)
搽剂 涂剂 涂膜剂 .....	(1317)
凝胶剂 .....	(1318)
贴剂 .....	(1319)

## 药品分析测试指导原则

药品质量标准分析方法验证指导原则 .....	(1323)
药物制剂人体生物利用度和生物等效性试验指导原则 .....	(1327)
原料药与药物制剂稳定性试验指导原则 .....	(1334)
缓释、控释和迟释制剂指导原则 .....	(1339)
微囊、微球与脂质体制剂指导原则 .....	(1344)
药品杂质分析指导原则 .....	(1347)
正电子类放射性药品质量控制指导原则 .....	(1350)
锝[ <sup>99m</sup> Tc]放射性药品质量控制指导原则 .....	(1353)
药物引湿性试验指导原则 .....	(1356)
近红外分光光度法指导原则 .....	(1357)

## 药品检验所实验室质量管理规范

总则 .....	(1365)
人员 .....	(1366)
质量保证体系 .....	(1367)
实验室设施 .....	(1368)
仪器设备 .....	(1370)
标准品和对照品的管理 .....	(1371)
标准操作规程 .....	(1372)
实验室管理制度 .....	(1373)
检验记录与检验报告书 .....	(1374)