



全国高等医药院校药学类实验教材

QUANGUO GAODENG YIYAO YUANXIAO YAOXUELEI SHIYAN JIAOCAI

药物分析实验

YAO WU FEN XI SHI YAN

主编 孙立新

中国医药科技出版社

全国高等医药院校药学类实验教材

药物分析实验

主 编 孙立新

主 审 毕开顺

编 委 (以姓氏笔画为序)

王 彦 (上海交通大学)

齐 艳 (大连医科大学)

齐永秀 (泰山医学院)

孙立新 (沈阳药科大学)

李 倩 (哈尔滨医科大学)

李 清 (沈阳药科大学)

陈晓辉 (沈阳药科大学)

赵云丽 (沈阳药科大学)

高晓霞 (山西大学)

戴 平 (桂林医学院)

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书是全国高等医药院校药学类实验教材之一。本教材根据高等医药院校药物分析和体内药物分析实验课程教学大纲的要求编写而成。全书共分为7个部分,包括基础知识、验证性实验、综合性实验、设计性实验、开放性实验、体内药物分析和附录。本教材共42个实验,包括容量分析法、紫外-可见分光光度法、荧光分光光度法、薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱法、高效液相色谱-质谱法和气相色谱-质谱法等。

本教材可供高等医药院校药学及其相关专业的研究生、本科生教学使用,也可作为药品检验工作人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实验 / 孙立新主编. —北京: 中国医药科技出版社, 2012. 11

全国高等医药院校药学类实验教材

ISBN 978 - 7 - 5067 - 5662 - 4

I. ①药… II. ①孙… III. ①药物分析-实验-医学院校-教材 IV. ①R917 - 33

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第218908号

美术编辑 陈君杞

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

规格 787 × 1092mm¹/₁₆

印张 11³/₄

字数 238千字

版次 2012年11月第1版

印次 2012年11月第1次印刷

印刷 北京金信诺印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978 - 7 - 5067 - 5662 - 4

定价 23.00元

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

全国高等医药院校药学类规划教材常务编委会

名誉主任委员 邵明立 林蕙青

主任委员 吴晓明 (中国药科大学)

副主任委员 (按姓氏笔画排序)

刘俊义 (北京大学药学院)

匡海学 (黑龙江中医药大学)

朱依谆 (复旦大学药学院)

朱家勇 (广东药学院)

毕开顺 (沈阳药科大学)

吴少楨 (中国医药科技出版社)

吴春福 (沈阳药科大学)

张志荣 (四川大学华西药学院)

姚文兵 (中国药科大学)

高思华 (北京中医药大学)

彭 成 (成都中医药大学)

员 (按姓氏笔画排序)

王应泉 (中国医药科技出版社)

田景振 (山东中医药大学)

李 高 (华中科技大学同济药学院)

李元建 (中南大学药学院)

李青山 (山西医科大学)

杨 波 (浙江大学药学院)

杨世民 (西安交通大学药学院)

陈思东 (广东药学院)

侯爱君 (复旦大学药学院)

姜红祥 (山东大学)

官 平 (沈阳药科大学)

祝晨蓀 (广州中医药大学)

柴逸峰 (第二军医大学药学院)

黄 园 (四川大学华西药学院)

韩立民 (江西中医学院)

秘 书 夏焕章 (沈阳药科大学)

徐晓媛 (中国药科大学)

王益玲 (广东药学院)

浩云涛 (中国医药科技出版社)

高鹏来 (中国医药科技出版社)

出版说明

全国高等医药院校药学类专业规划教材是目前国内体系最完整、专业覆盖最全面、作者队伍最权威的药学类教材。随着我国药学教育事业的快速发展,药学及相关专业办学规模和水平的不断扩大和提高,课程设置的不断更新,对药学类教材的质量提出了更高的要求。

全国高等医药院校药学类规划教材编写委员会在调查和总结上轮药学类规划教材质量和使用情况的基础上,经过审议和规划,组织中国药科大学、沈阳药科大学、广东药学院、北京大学药学院、复旦大学药学院、四川大学华西药学院、北京中医药大学、西安交通大学医学院、华中科技大学同济药学院、山东大学药学院、山西医科大学药学院、第二军医大学药学院、山东中医药大学、上海中医药大学和江西中医学院等数十所院校的教师共同进行药学类第三轮规划教材的编写修订工作。

药学类第三轮规划教材的编写修订,坚持紧扣药学类专业本科教育培养目标,参考执业药师资格准入标准,强调药学特色鲜明,体现现代医药科技水平,进一步提高教材水平和质量。同时,针对学生自学、复习、考试等需要,紧扣主干教材内容,新编了相应的学习指导与习题集等配套教材。

本套教材由中国医药科技出版社出版,供全国高等医药院校药学类及相关专业使用。其中包括理论课教材 82 种,实验课教材 38 种,配套教材 10 种,其中有 45 种入选普通高等教育“十一五”国家级规划教材。

全国高等医药院校药学类规划教材

编写委员会

2009 年 8 月 1 日

序

药物分析是高等医药院校药学及其相关专业的一门实践性和应用性较强的专业课，药物分析实验是药物分析教学中必不可少的组成部分，是整个药学教学过程中的一个重要环节，哪里有药物，哪里就有药物分析。药物从研制、生产、供应到临床使用，都需要有高效能的分析方法对其进行质量控制。随着我国科学技术的不断进步和医药事业的蓬勃发展，药物分析实验技术也在不断发展与完善，药物分析实验的教学内容应随之更新和充实。

沈阳药科大学药物分析课程是国家级精品课程，药物分析教学团队是国家级优秀教学团队，在长期的教学实践中积累了丰富的经验，此次联合其他兄弟院校共同编写了这本实验教材。

本书是全国高等医药院校药学类实验教材之一，在编写过程中形成以下几个特点。

(1) 注重系统性和针对性。本书根据《中国药典》(2010年版)和国外药典相关标准以及有关文献精选42个实验。分析样本涵盖化学药及其制剂、药用辅料、中药及其制剂、生物样品等；根据药典主要内容设置鉴别试验、一般杂质检查和特殊杂质检查、残留溶剂检查、含量测定和质量标准制定；分析方法包括典型的容量分析法、紫外分光光度法、薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱法、高效液相色谱-质谱联用法等。通过系统性和针对性地选择实验内容，有助于学生树立药品质量观念，掌握基本操作技术，并培养其科学的思维方法和创新能力。

(2) 注重实践性和实用性。本书中的分析方法主要依据《中国药典》(2010年版)进行选择，但本版药典仪器分析方法较多，特别是高效液相色谱法所占比重较大，考虑到我国目前药学教育的现状与实际，并使学生掌握更多的分析方法和手段，保留了一些具有实践性强的经典方法，使本书具有更好的实用性。

(3) 注重创新性和前瞻性。本书的实验类型除了验证性实验、综合性实验和设计性实验外，首次增加开放性实验，并适当安排一些反映药物分析学科发展前沿的实验，有利于培养学生独立分析问题和解决问题的能力，有利于学生充分理解药物分析是药学领域中的“眼睛”，使学生站在“面向世界，面向未来”的高度，学习和掌握药物分析的基本理论和基本操作。

本书的编写人员以年轻的药物分析工作者为主体，他们是药物分析领域的未来。由于缺乏经验，时间仓促，不妥之处在所难免，敬请同行们批评赐教。

毕开顺

2012年7月

前 言

药物分析是利用分析测定手段发展药物的分析方法,研究药物的质量规律,对药物进行全面检验与控制的科学。药物分析是高等医药院校相关专业的一门专业课程,药物分析实验是“药物分析”课程中最重要的组成部分。

本书是全国高等医药院校药学类实验教材之一,由七个部分组成,包括基础知识、验证性实验、综合性实验、设计性实验、开放性实验、体内药物分析实验和相关指导原则。通过实验教学扎实系统地学习《中国药典》常用分析方法的基本原理和实验技术,使学生进一步树立起药品质量的观念,熟练掌握药物分析中包括样品处理、药物鉴别、杂质检查和含量测定等各项实验技能以及常用分析仪器的正确使用方法,培养学生严谨的科学态度和规范的试验操作,从而能熟练地借助药典完成药品质量检验工作,并初步具有能依据药物的理化性质建立分析方法的能力。

本书主要依据《中国药典》(2010年版)收录的内容而编写,从中选出较为典型的药物及常用分析方法,但因《中国药典》(2010年版)收录的分析方法以色谱法居多,为了使学生对分析方法掌握得更全面,使教材具有更广泛的通用性,保留了一些较为经典的分析方法,如双波长-紫外分光光度法、容量分析法测定复方乙酰水杨酸片等。本实验教材讲述的分析方法包括典型的容量分析法、紫外-可见分光光度法、荧光分光光度法、薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱法、高效液相色谱-质谱法和气相色谱-质谱法等;分析样本包括化学原料药及其制剂、药用辅料、中药及其制剂、生物样品等;实验类型包括验证性实验、综合性实验、设计性实验和开放性实验。

本书是沈阳药科大学药物分析教研室及兄弟院校在药物分析教学经验积累的基础上,参照相关药典标准和有关文献编写而成。由沈阳药科大学孙立新教授主编,毕开顺教授主审。参与编写的有沈阳药科大学陈晓辉、李清和赵云丽,上海交通大学王彦,泰山医学院齐永秀,哈尔滨医科大学李倩,山西大学高晓霞,桂林医学院戴平,大连医科大学齐艳。

本书在编写过程中,得到中国医药科技出版社、沈阳药科大学和有关院校领导的关怀与支持,在此一并表示衷心的感谢!由于编者的水平和能力有限,书中难免有错漏之处,恳请广大读者批评指正。

编 者

2012年7月

目 录

第一部分 基础知识	1
第一节 药物分析实验记录与报告	1
第二节 分析天平的操作规程	9
第三节 容量仪器的校正	12
第四节 有效数字和数值修约	16
第二部分 验证性实验	22
实验一 典型化学药及制剂的鉴别试验	22
实验二 葡萄糖的一般杂质检查	31
实验三 典型化学药的特殊杂质和相关物质检查	40
实验四 气相色谱法测定地塞米松磷酸钠中残留溶剂	44
实验五 醋酸地塞米松片含量均匀度检查	46
实验六 酸性染料比色法测定硫酸阿托品片的含量	47
实验七 氧瓶燃烧法测定含卤素药物的含量	49
实验八 三点校正 - 紫外分光光度法测定维生素 A 软胶囊的含量	52
实验九 复方乙酰水杨酸片的含量测定	55
实验十 双波长 - 紫外分光光度法测定复方磺胺甲噁唑片的含量	58
实验十一 荧光分光光度法测定吡哌酸片的含量	61
实验十二 高效液相色谱法测定诺氟沙星胶囊的含量	62
实验十三 气相色谱法测定维生素 E 粉的含量	65
实验十四 碘量法测定无水亚硫酸钠的含量	66
实验十五 典型中药材和中药制剂的鉴别试验	67
实验十六 典型中药材和中药制剂的特征成分或有关物质检查	75
实验十七 气相色谱法测定中药材中的挥发性成分	82
实验十八 高效液相色谱法测定中药制剂中的有效成分	85
实验十九 气相色谱 - 质谱法鉴定中药材中的挥发性成分	88
第三部分 综合性实验	91
实验二十 青霉素钠的全检验	91
实验二十一 阿司匹林及其肠溶片的全检验	94
实验二十二 维生素 B ₁ 片的全检验	99
实验二十三 葡萄糖注射液的全检验	102
实验二十四 氢化可的松乳膏的全检验	107
实验二十五 复方氢氧化铝片的全检验	108

实验二十六 复方左炔诺孕酮片的全检验	112
实验二十七 丙二醇的全检验	115
实验二十八 枳壳的全检验	118
实验二十九 山楂叶提取物的全检验	121
实验三十 天舒胶囊的全检验	124
第四部分 设计性实验	128
实验三十一 非水溶液滴定法测定原料药含量的方法学研究	128
实验三十二 紫外分光光度法测定药物含量的方法学研究	131
实验三十三 高效液相色谱法测定药物含量的方法学研究	134
第五部分 开放性实验	137
实验三十四 β 肾上腺素受体阻滞药的质量标准制订	137
第六部分 体内药物分析实验	142
实验三十五 紫外-可见分光光度法测定人唾液中对乙酰氨基酚的浓度	142
实验三十六 荧光分光光度法测定人尿液中氨苄西林的浓度	143
实验三十七 高效液相色谱法测定人血浆中阿司匹林代谢物水杨酸的浓度	145
实验三十八 高效液相色谱法测定人血浆中丙磺舒的浓度	148
实验三十九 高效液相色谱法测定人血浆中对乙酰氨基酚的药代动力学参数	151
实验四十 高效液相色谱法测定加替沙星在大鼠体内的组织分布	156
实验四十一 高效液相色谱-质谱法研究尼美舒利分散片的人体生物等效性	158
实验四十二 气相色谱-质谱法测定大鼠血浆中甲基正壬酮浓度	162
附录 相关指导原则	166
附录一 药品质量标准分析方法验证指导原则	166
附录二 药物制剂人体生物利用度和生物等效性试验指导原则	169
参考文献	177

第一部分 基础知识

第一节 药物分析实验记录与报告

一、目的要求

- (1) 掌握药物分析实验记录与报告书写原则。
- (2) 熟悉药物分析实验记录、药品检验报告书书写细则。

二、药物分析实验记录

实验记录是出具检验报告书的依据,是进行科学研究和技术总结的原始资料;为保证药品检验工作的科学性和规范化,检验记录必须做到:记录原始、真实,内容完整、齐全,书写清晰、整洁。

(一) 实验记录的基本要求

(1) 原始实验记录应采用统一印制的活页记录纸和各类专用检验记录表格,并用蓝黑墨水或碳素笔书写(显微绘图可用铅笔)。凡用微机打印的数据与图谱,应剪贴于记录上的适宜处,并有操作者签名;如用热敏纸打印数据,为防止日久褪色难以识别,应以蓝黑墨水或碳素笔将主要数据记录于记录纸上。

(2) 检验人员在检验前,应注意检品标签与所填检验卡的内容是否相符,逐一查对检品的编号、品名、规格、批号和有效期,生产单位或产地,检验目的和收检日期以及样品的数量和封装情况等,并将样品的编号与品名记录于检验记录纸上。

(3) 实验记录中,应先写明检验的依据。凡按《中国药典》、部颁标准或国外药典检验者,应列出标准名称、版本和页数;凡按送验者所附检验资料或有关文献检验者,应先检查其是否符合要求,并将前述有关资料的影印件附于检验记录之后,或标明归档编码。

(4) 实验过程中,可按检验顺序依次记录各检验项目,内容包括:项目名称,检验日期,操作方法(如系完全按照检验依据中所载方法,可简略扼要叙述;但如稍有修改,则应将改变部分全部记录),实验条件(如实验温度、仪器名称型号和校正情况等),观察到的现象(不要照抄标准,而应是简要记录检验过程中观察到的真实情况;遇有反常的现象,则应详细记录,并鲜明标出,以便进一步研究),实验数据,计算和结果判断等;均应及时、完整地记录,严禁事后补记或转抄。如发现记录有误,可用单线划去并保持原有的字迹可辨,不得擦抹涂改;并应在修改处签名或盖章,以示负责。检验或试

验结果,无论成败(包括必要的复试),均应详细记录、保存。对废弃的数据或失败的实验,应及时分析其可能的原因,并在原始记录上注明。

(5) 实验中使用的标准品或对照品,应记录其来源、批号和使用前的处理;用于含量(或效价)测定的,应注明其含量(或效价)和干燥失重(或水分)。

(6) 每个检验项目均应写明标准中规定的限度或范围,根据检验结果作出单项结论(符合规定或不符合规定),并签署检验者的姓名。

(7) 在整个检验工作完成之后,应将实验记录逐页顺序编号,根据各项检验结果认真填写“检验卡”,并对本检品作出明确的结论。检验人员签名后,经主管药师或室主任指定的人员对所采用的标准、内容的完整以及计算结果和判断无误等进行校核并签名;再经室主任审核后,连同检验卡一并送业务技术科(室)审核。

(二) 对每个检验项目记录的要求

检验记录中,可按实验的先后,依次记录各检验项目,不强求与标准上的顺序一致。项目名称应按药品标准规范书写,不得采用习惯用语,如将片剂的“重量差异”记成“片重差异”,或将“崩解时限”写成“崩解度”等。最后应对该项目的检验结果给出明确的单项结论。现对一些常见项目的记录内容,提出下述的最低要求(即必不可少的记录内容),检验人员可根据实际情况酌情增加,多记不限。多批号供试品同时进行检验时,如结果相同,可只详细记录一个编号(或批号)的情况,其余编号(或批号)可记为同编号(批号)××××××的情况与结论;遇有结果不同时,则应分别记录。

1. 性状

(1) 外观性状 原料药应根据检验中观察到的情况如实描述药品的外观,不可照抄标准上的规定。如标准规定其外观为“白色或类白色的结晶或结晶性粉末”,可依观察结果记录为“白色结晶性粉末”。标准中的臭、味和引湿性(或风化性)等,一般可不予记录,但遇异常时,应详细描述。

制剂应描述供试品的颜色和外形,如本品为白色片;本品为糖衣片,除去糖衣后显白色;本品为无色澄明的液体。外观性状符合规定者,也应作出记录,不可只记录“符合规定”这一结论;对外观异常者(如变色、异臭、潮解、碎片、花斑等)要详细描述。中药材应详细描述药材的外形、大小、色泽、外表面、质地、断面、气味等。

(2) 溶解度 一般不作为必须检验的项目,但遇有异常需进行此项检查时,应详细记录供试品的称量、溶剂及其用量、温度和溶解时的情况等。

(3) 相对密度 记录采用的方法(比重瓶法或韦氏比重秤法)、测定时的温度、测定值或各项称量数据、计算式与结果。

(4) 熔点 记录采用第×法,仪器型号或标准温度计的编号及其校正值,除硅油外的传温液名称,升温速度;供试品的干燥条件,初熔及全熔时的温度(估计读数到0.1℃),熔融时是否有同时分解或异常的情况等。每一供试品应至少测定2次,取其平均值,并加温度计的校正值;遇有异常结果时,可选用正常的同一药品再次进行测定,记录其结果并进行比较,再得出单项结论。

(5) 旋光度 记录仪器型号、测定时的温度、供试品的称量及其干燥失重或水分、

供试液的配制、旋光管的长度、零点（或停点）和供试液旋光度的测定值各3次的读数、平均值以及比旋度的计算等。

(6) 折光率 记录仪器型号、温度、校正用物、3次测定值，取平均值报告。

(7) 吸收系数 记录仪器型号与狭缝宽度、供试品的称量（平行试验2份）及其干燥失重或水分、溶剂名称与检查结果、供试液的溶解稀释过程、测定波长（必要时应附波长校正和空白吸光度）与吸光度值（或附仪器自动打印记录）以及计算式与结果等。

(8) 酸值（皂化值、羟值或碘值） 记录供试品的称量（除酸值外，均应作平行试验2份），各种滴定液的名称及其浓度（mol/L），消耗滴定液的毫升数，空白试验消耗滴定液的毫升数，计算式与结果。

2. 鉴别

中药材的经验鉴别：如实记录简要的操作方法，鉴别特征的描述，单项结论。

(1) 显微鉴别 除用文字详细描述组织特征外，可根据需要用HB、4H或6H铅笔绘制简图，并标出各特征组织的名称；必要时可用对照药材进行对比鉴别并记录。中药材，必要时可绘出横（或纵）切面图及粉末的特征组织图，测量其长度，并进行统计；中成药粉末的特征组织图中，应着重描述特殊的组织细胞和含有物，如未能检出某应有药味的特征组织，应注明“未检出××”；如检出不应有的某药味，则应画出其显微特征图，并注明“检出不应有的××”。

(2) 呈色反应或沉淀反应 记录简要的操作过程、供试品的取用量、所加试剂的名称与用量、反应结果（包括生成物的颜色，气体的产生或异臭，沉淀物的颜色，或沉淀物的溶解等）。采用《中国药典》附录中未收载的试液时，应记录其配制方法或出处。多批号供试品同时进行检验时，如结果相同，可只详细记录一个批号的情况，其余批号可记为同编号××××××的情况与结论；遇有结果不同时，则应分别记录。

(3) 薄层色谱（或纸色谱） 记录室温及湿度、薄层板所用的吸附剂（或层析纸的预处理）、供试品的预处理、供试液与对照液的配制及其点样量、展开剂、展开距离、显色剂、色谱示意图，必要时，计算出 R_f 值。

(4) 气（液）相色谱 如为引用检查或含量测定项下所得的色谱数据，记录可以简略，但应注明检查（或含量测定）项记录的页码。

(5) 可见—紫外吸收光谱特征 同吸收系数项下的要求。

(6) 红外光吸收图谱 记录仪器型号、环境温度与湿度、供试品的预处理和试样的制备方法、对照图谱的来源（或对照品的图谱），并附供试品的红外光吸收图谱。

(7) 离子反应 记录供试品的取样量、简要的试验过程、观察到的现象、结论。

3. 检查

(1) 结晶度 记录偏光显微镜的型号及所用倍数，观察结果。

(2) 含氟量 记录氟对照溶液的浓度、供试品的称量（平行试验2份）、供试品溶液的制备、对照溶液与供试品溶液的吸光度、计算结果。

(3) 含氮量 记录采用氮测定法第×法、供试品的称量（平行试验2份）、硫酸滴定液的浓度（mol/L）、样品与空白试验消耗滴定液的毫升数、计算式与结果。

(4) pH值 包括原料药与制剂采用pH值检查的“酸度、碱度或酸碱度”。记录仪

器型号、室温、定位用标准缓冲液的名称、校准用标准缓冲液的名称及其校准结果、供试溶液的制备、测定结果。

(5) 溶液的澄清度与颜色 记录供试品溶液的制备、浊度标准液的级号、标准比色液的色调与色号或所用分光光度计的型号和测定波长, 比较(或测定)结果。

(6) 氯化物(或硫酸盐) 记录标准溶液的浓度和用量、供试品溶液的制备、比较结果。必要时记录供试品溶液的前处理方法。

(7) 干燥失重 记录分析天平的型号、干燥条件(包括温度、真空度、干燥剂名称、干燥时间等)、各次称量(失重为1%以上者应作平行试验2份)及恒重数据(包括空称量瓶重及其恒重值、取样量、干燥后的恒重值)及计算等。

(8) 水分(费休氏法) 记录实验室的湿度, 供试品的称量(平行试验3份), 消耗费休氏试液的毫升数, 费休氏试液标定的原始数据(平行试验3份), 计算式与结果, 以平均值报告。

水分(甲苯法) 记录供试品的称量、出水量、计算结果, 并应注明甲苯用水饱和的过程。

(9) 炽灼残渣(或灰分) 记录炽灼温度、空坩埚恒重值、供试品的称量、炽灼后残渣与坩埚的恒重值、计算结果。

(10) 重金属(或铁盐) 记录采用的方法、供试溶液的制备、标准溶液的浓度和用量, 比较结果。

(11) 砷盐(或硫化物) 记录采用的方法、供试溶液的制备、标准溶液的浓度和用量, 比较结果。

(12) 异常毒性 记录小鼠的品系、体重和性别, 供试品溶液的配制及其浓度, 给药途径及其剂量, 静脉给药时的注射速度, 实验小鼠在48h内的死亡数, 结果判断。

(13) 热原 记录饲养室及实验室温度, 家兔的体重与性别, 每一家兔正常体温的测定值与计算, 供试品溶液的配制(包括稀释过程和所用的溶剂)与浓度, 每1kg体重的给药剂量及每一家兔的注射量, 注射后3h内每1h的体温测定值, 计算每一家兔的升温值, 结果判断。

(14) 降压物质 记录组胺对照品溶液及其稀释液的配制, 供试品溶液的配制, 实验动物的种类(猫或狗)及性别和体重, 麻醉剂的名称及剂量, 抗凝剂的名称及用量, 记录血压的仪器名称及型号, 动物的基础血压, 动物灵敏度的测定, 供试品溶液及对照品稀释液的注入体积, 测量值与结果判断, 并附记录血压的完整图谱。

(15) 升压物质 记录标准品溶液及其稀释液与供试品溶液的配制, 雄性大鼠的品系及体重, 麻醉剂的名称及用法用量, 肝素溶液的用量, 交感神经阻断药的名称及用量, 记录血压的仪器名称及型号, 动物的基础血压, 标准品稀释液和供试品溶液的注入体积, 测量值与结果判断, 并附记录血压的完整图谱。

(16) 无菌 记录培养基的名称和批号, 对照用菌液的名称, 供试品溶液的配制及其预处理方法, 供试品溶液的接种量, 培养温度, 培养期间逐日观察的结果(包括阳性管的生长情况), 结果判断。

(17) 原子吸收分光光度法 记录仪器型号和光源, 仪器的工作条件(如波长、狭

缝、光源灯电流、火焰类型和火焰状态), 对照溶液与供试品溶液的配制 (平行试验各 2 份), 每一溶液各 3 次的读数, 计算。

(18) 乙醇量测定法 记录仪器型号, 载体和内标物的名称, 柱温, 系统适用性试验 (理论板数、分离度和校正因子的相对标准偏差), 标准溶液与供试品溶液的制备 (平行试验各 2 份) 及其连续 3 次进样的测定结果, 求平均值, 并附色谱图。

(19) (片剂或滴丸剂的) 重量差异 记录 20 片 (或丸) 的总重量及其平均片 (丸) 重, 限度范围, 每片 (丸) 的重量, 超过限度的片数, 结果判断。

(20) 崩解时限 记录仪器型号、介质名称和温度, 是否加挡板, 在规定时限 (注明标准中规定的时限) 内的崩解或残存情况, 结果判断。

(21) 含量均匀度 记录供试溶液 (必要时, 加记对照溶液) 的制备方法、仪器型号、测定条件及各测量值, 计算, 结果判断。

(22) 溶出度 (或释放度) 记录仪器型号、采用的方法、转速、介质名称及其用量、取样时间、限度 (Q)、测得的各项数据 (包括供试溶液的稀释倍数和对照溶液的配制), 计算结果与判断。

(23) (注射液的) 澄明度 记录检查的总支 (瓶) 数, 观察到的异物名称和数量, 不合格的支 (瓶) 数, 结果判断 (保留不合格的检品作为留样, 以供复查)。

(24) (大输液的) 不溶性微粒 记录澄明度检查是否符合规定, 微孔滤膜和净化水的检查结果, 供试品 (25ml) 的 2 次检查结果 ($\geq 10\mu\text{m}$ 及 $\geq 25\mu\text{m}$ 的微粒数) 及平均值, 计算, 结果判断。

(25) (颗粒剂的) 粒度 记录供试品的取样量, 不能通过一号筛和能通过四号筛的颗粒和粉末的总量, 计算结果与判断。

(26) 微生物限度 记录供试液的制备方法 (含预处理方法) 后, 再分别记录: 细菌数记录各培养皿中各稀释度的菌落数, 空白对照平皿中有无细菌生长, 计算, 结果判断; 霉菌数和酵母菌数分别记录霉菌及酵母菌在各培养皿中各稀释度的菌落数, 空白对照平皿中有无霉菌或酵母菌生长, 计算, 结果判断; 控制菌记录供试液与阳性对照菌增菌培养的条件及结果, 分离培养时所用的培养基、培养条件和培养结果 (菌落形态), 纯培养所用的培养基和革兰染色镜检结果, 生化试验的项目名称及结果, 结果判断; 必要时, 应记录疑似菌进一步鉴定的详细条件和结果。

4. 浸出物

记录供试品的称量 (平行试验 2 份)、溶剂、蒸发皿的恒重、浸出物重量, 计算结果。

5. 含量测定

(1) 容量分析法 记录供试品的称量 (平行试验 2 份), 简要的操作过程, 指示剂的名称, 滴定液的名称及其浓度 (mol/L), 消耗滴定液的毫升数, 空白试验的数据, 计算式与结果。电位滴定法应记录采用的电极; 非水滴定要记录室温; 用于原料药的含量测定时, 所用的滴定管与移液管均应记录其校正值。

(2) 重量分析法 记录供试品的称量 (平行试验 2 份)、简要的操作方法、干燥或灼烧的温度、滤器 (或坩埚) 的恒重值、沉淀物或残渣的恒重值、计算式与结果。

(3) 紫外分光光度法 记录仪器型号, 检查溶剂是否符合要求的数据, 吸收池的配对情况, 供试品与对照品的称量 (平行试验 2 份) 及其溶解和稀释情况, 核对供试品溶液的最大吸收峰波长是否正确, 狭缝宽度, 测定波长及其吸光度值 (或附仪器自动打印记录), 计算式及结果。必要时应记录仪器的波长校正情况。

(4) 薄层扫描法 除应按“鉴别薄层色谱”项记录薄层色谱的有关内容外, 尚应记录薄层扫描仪的型号、扫描方式、供试品和对照品的称量 (平行试验 2 份)、测定值和结果计算。

(5) 气相色谱法 记录仪器型号、检测器及其灵敏度、色谱柱长与内径、柱填料与固定相、载气和流速、柱温、进样口与检测器的温度、内标溶液、供试品的预处理、供试品与对照品的称量 (平行试验 2 份) 和配制过程, 进样量, 测定数据, 计算式与结果; 并附色谱图。标准中如规定有系统适用性试验者, 应记录该试验的数据 (如理论板数、分离度、校正因子的相对标准偏差等)。

(6) 高效液相色谱法 记录仪器型号, 检测波长, 色谱柱与柱温, 流动相与流速, 内标溶液, 供试品与对照品的称量 (平行试验 2 份) 和溶液的配制过程, 进样量, 测定数据, 计算式与结果; 并附色谱图。如标准中规定有系统适用性试验者, 应记录该试验的数据 (如理论板数、分离度、校正因子的相对标准偏差等)。

(7) 氨基酸分析 除应记录高效液相色谱法的内容外, 尚应记录梯度洗脱的情况。

(8) 抗生素微生物检定法 应记录试验菌的名称, 培养基的编号、批号及其 pH, 灭菌缓冲液的名称及 pH, 标准品的来源、批号及其纯度或效价, 供试品及标准品的称量 (平行试验 2 份), 溶解及稀释步骤和核对人, 高低剂量的设定, 抑菌圈测量数据 (当用游标卡尺测量直径时, 应将测得的数据以框图方式顺双碟数记录; 当用抑菌圈测量仪测量面积或直径时, 应记录测量仪器的名称及型号, 并将打印数据贴附于记录上), 计算式与结果, 可靠性测验与可信限率的计算。

三、药物分析实验报告

药物分析实验报告是对药品质量作出的技术鉴定, 如果是“药品检验报告书”则是具有法律效力的技术文件。药检人员应本着严肃负责的态度, 根据检验记录, 认真填写“检验卡”, 经逐级审核后, 由药品检验所领导签发“药品检验报告书”。要求做到: 依据准确, 数据无误, 结论明确, 文字简洁, 书写清晰, 格式规范; 每一张药品检验报告书只针对一个批号。

1. 药品检验报告书与检验卡的定义和规范名称

药品检验报告书系指药品检验所对外出具对某一药品检验结果的正式凭证。

检验卡系指药品检验所内部留存的检验报告书底稿。

药品检验报告书和检验卡均应在“药品检验报告书”和“检验卡”字样之前冠以药品检验所的全称。

进口药品检验报告书和检验卡也应在“进口药品检验报告书”和“进口药品检验卡”字样之前冠以药品检验所的全称。

2. 药品检验报告书填写说明

(1) 报告书编号 为 8 位数字, 前 4 位为年号, 后 4 位为流水号, 如 19970009。必

要时,可在年号之后增加检品的分类代码。

(2) 检品名称 应按药品包装上的品名(中文名或外文名)填写,品名如为商品名,应在商品名之后加括号注明法定名称。

国产药品的法定名,即质量标准规定的名称;进口药品的法定名,按国家食品药品监督管理局核发的《进口药品注册证》上的名称书写。

(3) 剂型 按检品的实际剂型填写,如片剂、胶囊剂、注射剂等。

(4) 规格 按质量标准规定填写,如原料药填“原料药(供口服用)”或“原料药(供注射用)”等;片剂或胶囊剂填“ $\times \times \text{mg}$ ”或“ $0. \times \text{g}$ ”等;注射液或滴眼剂填“ $\times \text{ml} : \times \times \text{mg}$ ”等;软膏剂填“ $\times \text{g} : \times \times \text{mg}$ ”等;没有规格的填“/”。

国别、厂名、生产单位或产地:“产地”仅适用于药材,其余均按药品包装实样填写。

(5) 包装 进口原料药的包装系指与药品接触的包装容器,如“纤维桶”或“铝听”等;国产原料药的包装则指收检样品的包装,如“玻瓶分装”或“塑料袋”等。制剂包装应填药品的最小原包装的包装容器,如“塑料瓶”或“铝塑板及纸盒”等。

(6) 批号 按药品包装实样上的批号填写。

(7) 有效期 进口药品按药品包装所示填写,国内药品按药品包装所示填写有效期。

(8) 注册证号 按国家食品药品监督管理局核发的《进口药品注册证》或有关进口药品批文的编号填写。

(9) 合同号码 按进口合同上的合同号填写。

(10) 报验单位或供样单位 均指检品的直接提供者,应写单位的全称。

(11) 报验数量 指检品所代表该批报验药品的总量。

(12) 抽样数量或检品数量 均按收到检品的包装数乘以原包装规格填写,如“3瓶 $\times 50$ 片/瓶”,“1听 $\times 500\text{g}$ /听”等;如系从原包装中抽取一定量的原料药,可填写具体的样品量,并加注“玻瓶分装”。

(13) 检验目的 国内检品填写“抽验”、“委托检验”、“复核检验”、“审核检验”、“仲裁检验”或“出口检验”。

已获国家食品药品监督管理局核发《进口药品注册证》或批件的进口药品,填“进口检验”;进口小样检验填“(进口)委托检验”;为申请《进口药品注册证》而对质量标准进行复核的填“(进口药品质量标准)复核检验”。其中除“进口检验”发给“进口药品检验报告书”外,其余均按国内药品发给“药品检验报告书”。

已进入国内市场的进口药品,若属监督抽验,则按国内检品对待。

(14) 检验项目 有“全检”、“部分检验”或“单项检验”。“单项检验”应直接填写检验项目名称,如“热原”或“无菌”等。

(15) 检验依据 进口药品必须按照国家食品药品监督管理局颁发的《进口药品注册证》载明的质量标准检验,并按照《进口药品注册证》注明标准编号。

国产药品按药品监督管理部门批准的质量标准检验。已成册的质量标准应写明标准名称、版本和部、册等,如《中国药典》(2010年版二部)、《中国生物制品规程》(2010年版)等。单页的质量标准应写出标准名和标准编号,如“国家食品药品监督管理局标

准 WS-135 (X-119) -2010”等。

(16) 收检日期 按收到检品的年、月、日填写。

(17) 报告日期 为所长审定签发报告书的日期。

(18) 药品检验报告中检验项目的编排与格式 报告中检验项目的编排和格式,应与检验卡完全一致。

表头之下的首行,横向列出“检验项目”、“标准规定”和“检验结果”三个栏目。

“检验项目”下,按质量标准列出【性状】、【鉴别】、【检查】与【含量测定】等大项目;大项目名称需添加方括号。每一个大项下所包含的具体检验项目名称和排列顺序,应按质量标准上的顺序书写。

3. 药品检验报告中各检测项目的书写要求

(1) 性状 外观性状:在“标准规定”下,按质量标准内容书写。“检验结果”下,合格的写“符合规定”,必要时可按实况描述;不合格的,应先写出不符合标准规定之处,再加写“不符合规定”。

熔点、比旋度或吸收系数等物理常数:在“标准规定”下,按质量标准内容书写。在“检验结果”下,写实测数值;不合格的应在数据之后加写“不符合规定”。

(2) 鉴别 常由一组试验组成,应将质量标准中鉴别项下的试验序号(1)(2)…等列在“检验项目”栏下。每一序号之后应加注检验方法简称,如化学反应、薄层色谱、高效液相色谱、紫外光谱、红外光谱、显微特征等。

凡属显色或沉淀反应的,在“标准规定”下写“应呈正反应”;“检验结果”下根据实际反应情况写“呈正反应”或“不呈正反应,不符合规定”。

若鉴别试验采用分光光度法或薄层色谱法,在“标准规定”下按质量标准内容,用简洁的文字书写;“检验结果”下列出具体数据,或写“与对照图谱一致(或不一致)”或“与对照品相同(或不同)”。

(3) 检查 pH值、水分、干燥失重、炽灼残渣或相对密度:若质量标准中有明确数值要求的,应在“标准规定”下写出。在“检验结果”下写实测数值(但炽灼残渣小于0.1%时,写“符合规定”);实测数值超出规定范围时,应在数值之后加写“不符合规定”。

有关物质、硫酸盐、铁盐、重金属、砷盐、铵盐、氯化物、碘化物、澄明度、澄清度、溶液颜色、酸碱度、易炭化物、重量差异、崩解时限、含量均匀度、不溶性微粒、热原、异常毒性、降压物质、过敏试验或无菌:若质量标准中有明确数值要求的,应在“标准规定”下写出;但以文字说明为主,且不易用数字或简单的语言确切表达的,此项可写“应符合规定”。在“检验结果”下如测得有准确数值的,写实测数据,数据不符合标准规定时,应在数据之后加写“不符合规定”;如仅为限度,不能测得准确数值的,则写“符合规定”或“不符合规定”。文字叙述中不得夹入数学符号,如“不得过……”不能写成“ $\leq$ ……”,“百万分之十”不能写成“10ppm”等。

溶出度(或释放度):在“标准规定”下写出具体限度,如“限度(Q)为标示含量的 $\times\times\%$ ”或“不得低于标示含量的 $\times\times\%$ ”。检验合格的,在“检验结果”下写“符合规定”;如不合格,应列出具体测定数据,并加写“不符合规定”。