



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

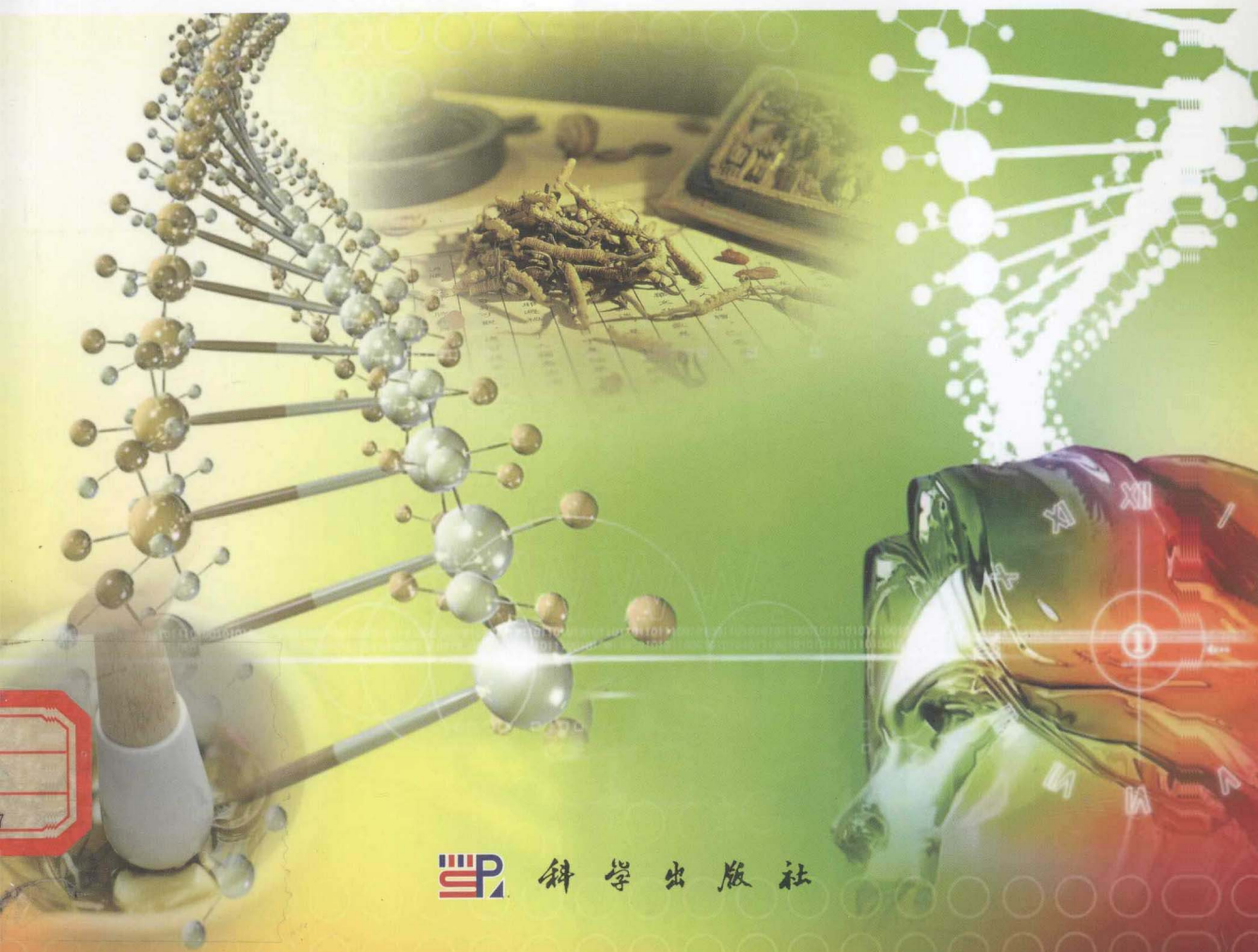
全国高职高专医药院校规划教材

供中药学和药学类专业用

中药制剂分析

第2版

江 滨 主编



科学出版社



教育部審定 “十一·五” 國家重點教材
全國各級各類學校推薦使用

教育部審定 2004 年 12 月第 1 版 2006 年 12 月第 2 版

中藥制劑分析

第 2 版

主 編 王 健



普通高等教育“十一五”国家级规划教材
全国高职高专医药院校规划教材

供中药学和药学类专业用

中药制剂分析

第2版

主 编 江 滨
副 主 编 张兰珍 潘金火 张振秋
编 委 (按姓氏笔画排序)

江 滨(广州中医药大学)

孙 晖(黑龙江中医药大学)

张 梅(成都中医药大学)

张兰珍(北京中医药大学)

张振秋(辽宁中医药大学)

程斯珍(广东省新兴中药学校)

曾元儿(广州中医药大学)

谢晓梅(安徽中医学院)

潘金火(南京中医药大学)

科 学 出 版 社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

内 容 简 介

本书是第2版全国高职高专医药院校规划教材(供中药学和药学类专业用)之一,是普通高等教育“十一五”国家级规划教材。全书是按系列教材的编写要求为原则和依据,结合参编人员教学体验和实践而编写的。全书内容分为理论和实验两部分。理论部分共分7章:分别为绪论、中药制剂样品预处理、中药制剂的鉴别、中药制剂的检查、中药制剂的含量测定、中药制剂中各类化学成分分析、中药制剂质量标准的制定;实验部分有本学科实验的一般知识及13个实验内容。另外,书后附录有常用试液及其配制、常用显色试剂及其配制、本学科教学基本要求,便于学生将理论和实践有机地结合起来。本书坚持实用为本,规范要求和示例均参考《中国药典》(2010年版,一部)。本书的编写突出高等职业技术教育的特点,坚持体现“三基”(基本理论、基本知识、基本技能)教学,注重教学内容的科学性和实用性。

本书可作为高职高专和成人教育中药学、中药制药工程专业、药物分析检验专业的教材,亦可供医院、药厂、医药公司、药品检验等部门职工学习使用。

图书在版编目(CIP)数据

中药制剂分析 / 江滨主编. —2版. —北京:科学出版社,2011

普通高等教育“十一五”国家级规划教材·全国高职高专医药院校规划教材

ISBN 978-7-03-033304-9

I. 中… II. 江… III. 中药制剂学-药物分析-高等职业教育-教材 IV. R283

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第282501号

责任编辑:郭海燕 / 责任校对:林青梅

责任印制:刘士平 / 封面设计:范璧合

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

骏杰印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2005年2月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2012年1月第 二 版 印张:11 3/4

2012年1月第九次印刷 字数:275 000

定价:29.80元

如有印装质量问题,我社负责调换

前言

本教材是为了适应我国医药学高等职业技术教育改革和发展的需要,结合高职高专教育特点和培养目标而编写的。编写的原则是力求体现中医药特色,注重教材整体内容的优化和创新,同时反映高等中医药职业技术教育和中药制剂分析学科发展的最新成果,突出高职高专人才岗位的职业性、服务的社会性和技能的高级性;力求文字简练,图文并茂,表述准确,内容浅显易学,实用方便。

本教材以《中华人民共和国药典》(2010年版,一部)为指南,结合参编人员教学体验和实践而编写。内容设置共分为三个模块,即基础模块、实践模块和选学模块。其中,基础模块、实践模块是必学内容,选学模块的内容可根据各校各专业的具体要求和不同层次的学生而定,具体可见教材中“中药制剂分析教学基本要求”内容。教材体现以目标教学为主的教学模式,融入知识、技能等要求。在每章内容之前列出相应的学习目标,以便于学生在学习过程中目标明确,重点突出;学习内容之后有目标检测内容,有利于师生在教学活动中检验教学效果;本教材编写的实践教学内容比实际要求的多,各校在教学过程中可根据各自的条件,结合课堂教学内容合理、有序地安排,以达到实验与理论教学相互促进的效果。

参加本教材编写的人员既有多年从事高等医药院校课程教学的教师,又有在高职高专学校课程教学的教师。在编写过程中力图贯彻教材实用性、适用性、科学性结合的原则,并力求体现职业教育的三个贴近:贴近社会对人才的需求,贴近岗位对专业人才知识、能力的要求,贴近受教育者的心理取向和所具备的知识背景。强调内容的精练实用,保证必知、必会为基础。

本教材第1版是在“面向21世纪全国卫生职业教育系列教改教材课程建设委员会”指导下编写完成的,并得到各位编者所在学校的大力支持,科学出版社为本教材的编写做了大量工作。本教材第2版是依据最新版《中华人民共和国药典》进行修订编写的,编写目的是为了适应新知识及教学的需要以及总结近几年使用过程中经验而使教材更加完善。本书插图由广州中医药大学曹骋老师绘制,在此一并深表谢意!

由于编写时间仓促,编者水平有限,教材中定会出现不少欠缺之处,恳请读者和同行不吝批评指正。

编者
2011年12月

目 录

前言

理 论 部 分

第1章 绪论	(3)
第1节 概述	(3)
第2节 药品标准	(6)
第3节 中药制剂分析工作的基本程序	(8)
第2章 中药制剂样品预处理	(11)
第1节 样品预处理的常用方法	(11)
第2节 中药各剂型样品的预处理特点	(16)
第3章 中药制剂的鉴别	(22)
第1节 性状鉴别	(22)
第2节 理化鉴别	(24)
第4章 中药制剂的检查	(32)
第1节 制剂通则检查	(32)
第2节 中药制剂的常规检查方法	(37)
第3节 中药制剂的杂质检查	(49)
第5章 中药制剂的含量测定	(63)
第1节 含量测定的目的与意义	(63)
第2节 常用定量分析方法	(63)
第3节 含量测定方法的效能指标	(81)
第6章 中药制剂中各类化学成分分析	(84)
第1节 生物碱类成分分析	(84)
第2节 黄酮类成分分析	(94)
第3节 三萜皂苷类成分分析	(99)
第4节 醌类成分分析	(103)
第5节 挥发性成分分析	(106)
第6节 其他类型成分分析	(109)
第7节 含动物药中药制剂的分析	(117)
第8节 含矿物药中药制剂的分析	(122)
第7章 中药制剂质量标准的制定	(126)
第1节 概述	(126)
第2节 中药制剂质量标准的内容及起草说明	(127)
第3节 实例分析:复方丹参片	(135)

实 验 部 分

中药制剂分析实验的一般知识	(143)
---------------------	-------

实验1 牛黄解毒片的鉴别	(145)
实验2 玄明粉中重金属与砷盐的检查	(147)
实验3 牛黄解毒片中三氧化二砷的检查	(149)
实验4 开胸顺气丸中水分测定(甲苯法)	(150)
实验5 分光光度法测定大山楂丸中总黄酮的含量	(151)
实验6 柱色谱-紫外分光光度法测定香连丸中总生物碱的含量	(152)
实验7 薄层扫描法测定九分散中土的宁的含量	(153)
实验8 薄层扫描法测定明目地黄丸中熊果酸的含量	(154)
实验9 高效液相色谱法测定三黄片中大黄素和大黄酚的含量	(156)
实验10 高效液相色谱法测定牛黄解毒片中黄芩苷的含量	(158)
实验11 气相色谱法测定冠心苏合丸中冰片的含量	(159)
实验12 气相色谱法测定藿香正气水中乙醇的含量	(161)
实验13 双黄连口服液的分析(综合分析实验)	(163)
参考文献	(166)
附录1 常用试液及其配制	(167)
附录2 常用显色试剂及其配制	(169)
中药制剂分析教学基本要求	(178)

理论部分

第1章 绪 论



学习目标

1. 解释中药制剂分析的概念
2. 描述中药制剂分析的主要内容、特点与发展
3. 列出2010年版《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》)凡例中的主要内容

中药制剂是在中医药理论指导下,以中药为原料,按规定的处方和方法加工成一定的剂型,用于防病、治病的药品。其中,经国家规定的有关部门审批,由医院生产并仅供自身医院使用的制剂称医院制剂;经国家规定的有关部门审批,由制药企业生产,可在市场流通,直接出售给患者或由医生给患者使用的制剂称中成药。

中药制剂分析是以中医药理论为指导,应用现代分析理论和方法,研究中药制剂质量的一门应用学科,是中药学科领域中一个重要的组成部分。

第1节 概 述

一、学习中药制剂分析的目的和意义

中药制剂质量的优劣,不但直接影响预防和治疗疾病的效果,而且密切关系到人民的健康与生命安全。为了保证用药的安全、合理和有效,在中药制剂的研究、生产、保管、供应及临床使用过程中,都应进行严格的分析检验,全面控制中药制剂的质量。

中药制剂的质量控制,过去多用固定处方组成,严格制作工艺,配合感官经验检查的基本方法,缺乏客观指标,对中药制剂的实际质量很难加以判断和控制。中药制剂一般由多味药材组成,成分复杂,难以分析检验。随着技术的进步和中药分析工作者的不断努力,大批新的研究手段、先进方法、先进仪器不断出现,中药制剂的质量标准水平在不断提高,使中药制剂的质量控制水平也在不断提高。

目前,国家颁布的《新药审批办法》中明确要求中药制剂研制要制定临床研究用药品的质量标准 and 生产药品的质量标准。培养学生根据中药制剂处方和生产工艺,找到适宜的主要检测成分的鉴别和检测方法的能力;根据药品质量标准,对中药制剂进行全面检验的能力;根据中药制剂现存的质量问题进行研究与解决问题的能力。这些能力的培养对培养中药专门人才是十分必要的。

二、中药制剂分析的主要内容、特点与发展

(一) 中药制剂分析的主要内容

中药制剂分析是在分析化学、中药化学、中药制剂学以及其他有关课程的基础上进行学习的,

学生在学习中药制剂分析时,应综合应用以往所学有关知识,去研究控制中药制剂质量的内在规律和方法,使质量控制方法更科学、更合理,从而使中药制剂内在质量不断提高,保证临床用药安全有效。

主要内容有:①中药制剂的鉴别。鉴别是对制剂的真伪做出判断,主要方法有性状鉴别、显微鉴别和理化鉴别,理化鉴别中特别是薄层色谱法在中药制剂的鉴别中日趋重要。②中药制剂的检查。它包括制剂通则检查、杂质检查的主要内容及相关检验方法,是制剂稳定性和安全性的重要保证。③中药制剂的含量测定。含量测定是中药制剂质量标准最重要的部分,是对中药制剂的优劣做出判断。它主要包括提取、纯化和测定方法以及定量分析方法的评价,现阶段中药制剂定量分析的主要方法有紫外可见分光光度法、高效液相色谱法、薄层扫描法和气相色谱法等。④中药制剂中各类化学成分分析。主要讨论常见类别中药化学成分的分析方法与原理,根据待测成分的结构特征和理化性质来确定和选择分析方法。⑤中药制剂质量标准的制定。它包括标准的内容、制定原则和起草说明。

通过本课程的学习,要求学生树立比较完整的药品质量观念,掌握常用药物的鉴别、杂质检查和含量测定的原理和操作技术,具有较强的实验操作能力,能根据药品标准独立完成常用药品的分析检验工作。

(二) 中药制剂分析的主要特点

1. 化学成分的复杂性

任何一种中药的化学成分都十分复杂,单味药本身就是一个混合物,由多味中药组成的复方中药制剂所含成分更为复杂。主要体现在三个方面:①中药通常含有一类结构和性质极其相似的化学成分,如人参所含的人参皂苷类成分就有几十种之多,再如柴胡中的柴胡皂苷、大黄中的蒽醌类成分等。②在复方配伍和制备中有些化学成分还会相互影响,含量发生较大变化,给质量分析增加难度。例如,黄连所含有有效成分之一小檗碱能与大分子有机酸生成盐而降低在水中的溶解度,因此,必须注意,当黄连与黄芩、甘草、金银花等中药配伍时,小檗碱能和黄芩苷、甘草酸、绿原酸等成分形成难溶于水的复合物而沉淀析出,影响测定结果的准确性。③中药制剂产生的疗效是各成分之间的协同作用。用一种成分衡量其质量优劣有失偏颇,某单一成分的含量高低并不一定与其临床作用效果具有简单的线性关系,检测任何一种活性成分均不能反映它所体现的整体疗效。

2. 原料药材来源的多样性

原料药材的产地、品种、规格、药用部位、采收时间等不同,对有效成分含量有较大的影响。如葛根,《中国药典》(2010年版,一部)规定野葛和甘葛藤(粉葛)的干燥根均作葛根使用,但两者所含葛根素含量差异较大,野葛不得少于2.4%,粉葛不得少于0.3%。黄连植物来源也有多种,但味连中生物碱含量最高,质量最好。人参有主根和须根之分等。原料药材中有效成分的含量不同将直接影响中药制剂的质量和临床疗效,在制定中药制剂的质量标准时要充分考虑原料药材的来源。

中药材经加工炮制后,其化学成分、性味、功效等方面都会发生一定的变化,为了保证中药制剂的质量,药材应严格遵守中药炮制规范,对炮制工艺、成品质量都要严格把关,才能保证中药制剂质量稳定、可靠。例如,延胡索中有效成分为生物碱类,为了增加生物碱的溶解性能,常用醋制,但醋的浓度对总生物碱的溶出率影响较大。又如,含草乌制剂,酯型生物碱属于毒性成分,毒性成分在制剂中含量高低与炮制条件有关,若用蒸汽蒸制草乌,随着压力和温度升高,总生物碱无明显变化,而酯型生物碱显著下降。

3. 以中医药理论为指导原则,评价中药制剂质量

由于中药制剂成分的复杂性,目前在制定标准中只能选择制剂中主要药味的特征性成分或

活性成分进行定性、定量分析。为此在进行质量标准研究中,首先应遵循组方原则,选择君药或臣药中合适的化学成分为指标来评价中药制剂的质量,力求找到合理的检测方法。如由黄连组成的中药制剂在不同方中的作用和地位可不一样,在黄连上清丸中黄连是主药,在安宫牛黄丸中黄连则是辅药,在前者测定黄连中生物碱含量,以评价黄连上清丸质量优劣是适宜的;后者若同样测定则尚感不足。在检测成分上也要注意中医临床功能主治与现代药理学相结合进行研究,山楂在以消食健胃功能为主的制剂中,应测定有机酸含量;如以活血止痛治疗心血管病为主,则应测定黄酮类成分,因黄酮类成分具有降压、增强冠脉流量、强心、抗心律不齐等作用。所以在研究之前要先进行组方分析,找出主药,选择合适的检测指标,再进行质量分析。

4. 制剂工艺及辅料的特殊性

同一种中药制剂,由于不同生产厂家生产工艺上的差别,将会影响到制剂中化学成分的含量。如不同厂家生产的复方丹参片中丹参酮ⅡA、隐丹参酮、原儿茶醛、丹参素的含量差异较大。有些中药制剂生产工艺较为复杂,影响因素较多,即使同一批原料、同一生产车间,若工艺上稍有疏忽,也很难保证不同批次之间化学成分的一致性。为了提高制剂成品的内在质量,设计合理的提取工艺,最大限度地保留有效成分或有效部位,同时在制备过程中应严格遵守操作规程,建立科学合理的检测指标,保证制剂的质量稳定。

中药制剂的剂型种类繁多,制备方法各异,工艺较为复杂,很多在单味中药鲜品中存在的化学成分,经过炮制或制备工艺中经加热处理后,结构发生变化,已不复存在或含量甚微,有些则在制备过程中因挥发、分解、沉淀等原因使质量分析更加困难。如地黄中的梓醇、骨碎补中的柚皮苷、丹参中的丹参酮ⅡA等,当长时间煎煮以后就很难检测。另外,中药制剂所用辅料也是一大特色,如蜂蜜、蜂蜡、糯米粉、植物油、铅丹等都可作为辅料,这些辅料的存在,对质量分析均有一定的影响,需选择合适的方法,将其干扰排除,才能获得准确的分析结果。

5. 制剂杂质来源的多途径性

中药制剂的杂质来源要比化学制剂复杂得多,如药材中非药用部位及未除净的泥沙;药材中所含的重金属及残留农药;包装、保管不当发生霉变、走油、泛糖、虫蛀等产生的杂质;洗涤原料的水质二次污染等途径均可混入杂质。所以中药制剂易含有较高的重金属、砷盐、残留农药等杂质。

总之,中药制剂分析与化学药品制剂分析有很大区别,中药制剂成分复杂,干扰较多,被测成分含量偏低、波动较大,有些测定混合物的分析方法,能很好地运用于化学药品分析,但鉴于以上原因就不能用于中药制剂分析。从某种意义上讲,中药制剂分析的难度更大,要求仪器的灵敏度更高,但随着中药化学成分研究、分析方法学研究及制剂工艺学研究的不断深入和发展,中药制剂分析的灵敏度、准确度和稳定性将会逐步提高,以满足中药制剂质量控制的实际需要。

(三) 中药制剂分析的发展趋势

目前中药制剂的质量标准还仅局限于研究制剂中某一个或几个成分存在与否、含量高低,所制定的质量标准只能作为生产和质控部门检验产品的一致性和真伪优劣的依据,无法对复方制剂的临床疗效做出判断。也就是说,现阶段我国的中药制剂质量控制水平还比较落后,今后在以下几方面将得到较大发展。

1. 中药制剂分析方法向着仪器化、自动化、快速和微量的方向发展

采用分离能力强、灵敏度高、稳定性好的分析仪器已成为趋势。如高效液相色谱、气相色谱、高效毛细管电泳、超临界流体色谱、高效逆流色谱及色谱-质谱联用技术等将广泛应用于中药

制剂分析,这些分析方法与技术符合中药复杂成分分析的要求,可起到分离分析的双重功效,能有效地进行定性鉴别,确认中药制剂的真伪,并对其主要成分进行定量分析,全面控制药品质量。

2. 检测成分向多指标发展

复方中药制剂中有效物质不是某单一成分,测定复方中的某一个成分含量高低,进行质量控制,不太全面。当处方中欲测定含量的药味,它含有两种以上的已知成分,并且用同一检测方法可以同时测定,可测定两种成分甚至更多成分含量,这样既可达到增加质量覆盖面的目的,又可克服药材中所含若干种成分多少无固定比例规律的缺陷。

3. 中药化学对照品在数量上增加的同时将向专属性方面发展

中药制剂分析中对照品不足是影响中药质量标准化的一大障碍,寻找中药中的有效成分,制备能用于定性定量分析的对照品,会大大加速中药质量标准化的进程。这一点从《中国药典》的进程中明显体现,《中国药典》(2010年版,一部)中收载的中药化学对照品明显增加。另对照品缺乏专属性将直接影响制剂质量控制的意义,甚至会引导厂家生产假药或劣药。如《中国药典》(2010年版,一部)收载的山茱萸和六味地黄丸质量标准中选择了专属性较好的马钱苷作为含量测定的对象,而删除了过去惯用的、缺乏专属性的熊果酸。

4. 由单一成分的分析逐步向整体特征分析发展,或者两者结合起来

对于一个疗效确切的品种,应注意从分析样本中尽量提取能反映全貌的特征信息,即中药及中药制剂“全成分”的色谱图像分析或指纹图谱分析,提高综合分析的能力。如果用现代工艺将中药的有效部位提取而且标化,则利用指纹图谱或图像分析的准确性更高,从方法学角度讲,国外银杏叶制剂的高效液相指纹图谱分析值得借鉴,此外,人参主根与须根的薄层指纹图谱分析、人参与西洋参的薄层指纹图谱分析等,这些色谱图像分析至少可以表观地反映中医临床用药的特点。

中药注射剂指纹图谱简介

为加强中药注射剂质量管理,国家药品监督管理局在《关于加强中药注册管理有关事宜的通知》(国药管注[2000]157号)中要求“中药注射剂应固定药材产地,建立药材和制剂的指纹图谱标准”。据此,在组织专家论证的基础上于2000年8月首次制定并颁布了《中药注射剂指纹图谱研究的技术要求(暂行)》。所有中药注射剂品种按主要中药材的类别,大致分为人参类、三七类、丹参类、柴胡类、板蓝根类、鱼腥草类等。按品种算,首次安排统一研究的品种共计74个,涉及146个中药注射剂生产企业。

链接

中药制剂由于成分的多样性与复杂性,进行全面质量评价,需要多学科合作,运用现代科学技术,使质量控制科学、合理、先进、规范,保证临床用药安全有效,更好地造福于人类。

第2节 药品标准

药品标准是国家对药品质量规格及检验方法所作的技术规定,是药品生产、供应、使用、检验和管理部门共同遵循的法定依据。药品标准属于强制性标准。药品必须符合国家药品标准,国家药品标准包括《中国药典》和局(部)颁药品标准。凡药品不符合药品标准规定的均不得出厂、不得销售、不得使用。

一、《中国药典》

《中华人民共和国药典》，简称为《中国药典》，其后以括号注明是哪一年版。新中国成立以来，我国已出版了九版《中国药典》（1953年版、1963年版、1977年版、1985年版、1990年版、1995年版、2000年版、2005年版和2010年版）。从1963年版开始根据药品属类的不同分为一部和二部，一部收载中药材、中药成方制剂，二部收载化学药品、生化药品、抗生素、放射性药品、生物制品。2010年版《中国药典》分为三部，其中将生物制品单列为第三部。《中国药典》的内容一般分为凡例、正文、附录和索引四部分。

1. 凡例

“凡例”是解释和使用《中国药典》正确进行质量检定的基本指导原则，对一些与标准有关的、共性的、需要明确的问题以及采用的计量单位、符号、术语等，用条文加以规定，以帮助理解和掌握《中国药典》正文。《中国药典》（一部）凡例包括名称及编排；标准规定；检验方法和限度；对照品、对照药材、标准品；计量；精密度；试药、试液与指示剂；动物实验和包装、标签等内容。现将常用的内容叙述如下：

（1）药材干燥方法有干燥、晒干、阴干等，制剂中的干燥系指烘干，不宜高温烘干的用“低温干燥”。

（2）药品的近似溶解度表示：当1g(ml)溶质分别能在小于1ml、1~10ml、10~30ml、30~100ml、100~1000ml、1000~10000ml溶剂中溶解时，分别表示为极易溶解、易溶、溶解、略溶、微溶、极微溶解。

（3）药品的含量(%)，除另有注明外均按重量计。如规定上限为100%以上时，系指用《中国药典》规定的分析方法测定时可能达到的数值，为《中国药典》规定的限度允许偏差，并非真实含量；如未规定上限时，系指不超过101.0%。制剂中规定的含量限度范围，是根据该药味含量的多少、测定方法、生产过程和储存期间可能产生的偏差或变化而制定的。

（4）对照品、对照药材、标准品系指用于鉴别、检查、含量测定的标准物质。对照品（不含色谱用的内标物质）、对照药材与标准品均由国务院药品监督管理部门指定的单位制备、标定和供应。对照品除另有规定外，均按干燥品（或无水物）进行计算后使用。

（5）温度以摄氏度(℃)表示。“水浴温度”是指98~100℃；“热水”是指70~80℃；“温水”是指40~50℃；“室温”是指10~30℃；“放冷”系指放冷至室温。

（6）溶液的“滴”是指20℃时1.0ml的水相当于20滴。溶液后记录的“1→10”，系指固体溶质1.0g或液体溶质1.0ml加溶剂使成10ml的溶液；未指明用何种溶剂时，均系指水溶液；两种或两种以上液体的混合物，品名间用半字线“-”隔开，其后括号内所示的“:”符号，系指各液体混合时的容量比例。

（7）关于取样量的精密度。试验中供试品与试药等“称重”或“量取”的量，均以阿拉伯数字表示，其精密度可根据数值的有效数字来确定。“精密称定”系指称取重量应准确至所取重量的1‰；“称定”系指称取重量应准确至所取重量的1%；“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；“量取”系指可用量筒或按照量取体积的有效数位选用量具。取用量为“约”若干时，系指取用量不得超过规定量的±10%。

（8）恒重，除另有规定外，系指供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在0.3mg以下的重量。

（9）空白试验，系指试验中不加供试品，或以等量的溶剂替代供试品溶液，或试验中不加有关试剂，按供试品溶液同样方法和步骤操作。

（10）试验用水，除另有规定外，均系指纯化水；乙醇未指明浓度时，均系指95% (ml/ml)的乙醇溶液。

2. 正文

《中国药典》正文包括名称、来源、处方、制法、性状、鉴别、检查、浸出物、含量测定、性味与归经、功能与主治、用法与用量、注意、规格、储藏和制剂等内容。

3. 附录

附录包括制剂通则和通用检验方法,如药材取样法、药材检定通则、药材及成方制剂显微鉴别法、药材炮制通则、一般鉴别试验、一般杂质检查方法、有关物理常数测定法、试剂配制法、分光光度法及色谱法等内容。其中,各指导原则是为执行药典、考察药品质量所制定的指导性规定,不作为法定标准。

4. 索引

《中国药典》(2010年版,一部)除有中文索引外,还有汉语拼音索引、拉丁名索引和拉丁学名索引。可快速查询有关药物品种的质量标准。

二、国家药品监督管理局标准

国家药品监督管理局标准原称中华人民共和国卫生部药品标准(简称部颁标准)。《中国药典》通常5年颁布一次,在此期间只好颁布部颁标准,由《中国药典》委员会编撰并颁布执行。

1989年2月,公布了第一批170种中成药部颁标准、中药成方制剂第1册,1990年12月至1998年12月,陆续公布了部颁标准中药成方制剂第2~20册,作为生产、供应、使用、监督等部门检验质量的法定依据。1992年公布了部颁药品标准(中药材第1册),1993年2月至1998年10月公布了部颁标准新药转正标准第1~15册。以后颁布的叫国家药品监督管理局标准。

常用国外药典

1. 《美国药典》(*The United States Pharmacopoeia*,缩写为 USP)。
2. 《英国药典》(*British Pharmacopoeia*,缩写为 BP)。
3. 《日本药局方》(*Japanese Pharmacopoeia*,缩写为 JP)。
4. 《国际药典》(*The International Pharmacopoeia*,缩写为 Ph. Int):是世界卫生组织编制的药典,供成员国制定药品标准时参考或采用。采用国际有关法规上明文规定后,才具有法定效力。

链接

对于一个中药分析工作者来说,不仅应正确使用药品质量标准,熟练地掌握分析方法的原理与操作技能,准确无误地报告其分析结果,还应熟悉药品质量标准制定的原则、方法与过程,以便使质量标准不断提高,科学、合理地控制药品质量,保证人民用药安全有效。

第3节 中药制剂分析工作的基本程序

药品检验工作是药品质量控制的重要组成部分,其根本目的就是保证用药的安全、有效。药物分析工作者必须具备严谨求实和一丝不苟的工作态度,必须具有熟练、正确的操作技能和良好的工作作风,从而保证药品检验工作的公正性。中药制剂分析的对象包括制剂生产中的半成品、成品及新药开发研究中的试验样品,其检验程序一般可分为取样、制备供试品、鉴别、检查、含量测定、书写检测报告等。

(一) 取样

分析样品首先是取样,取样必须具有科学性、真实性和代表性。因此,取样的基本原则应是均匀合理,所取样品具有代表性。取得的样品要妥善保管,同时注明品名、批号、数量、取样日期及取样人等。因中药制剂的组成一般都分布均匀,在药品质量标准中对每种药品的具体取样方法都有规定。

(二) 供试品的制备

中药制剂多为复方,组成复杂,大多需要提取分离后制成较纯净的供试品溶液,才可进行分析测定。供试品制备的原则是最大限度地保留被测定成分,除去干扰物质,将被测定成分浓缩至分析方法最小检测限度所需浓度。

(三) 鉴别

中药制剂的鉴别是利用其各单味药材的形态、组织学特征及所含化学成分的结构特性、化学反应、光谱特性、色谱特性及某些物理化学常数来鉴别中药制剂中各单味药材的真伪及存在与否的分析方法。鉴别方法包括性状鉴别、显微鉴别和理化鉴别。

(四) 检查

检查项目是中药制剂质量标准中的一项重要内容,按《中国药典》要求,中药制剂的检查项目可分为制剂通则检查、一般杂质检查、特殊杂质检查及微生物限度检查。

(五) 含量测定

含量测定是控制中药制剂内在质量的重要方法,测定对象应该是制剂中起主要作用的有效成分或毒性成分,以保证临床用药的有效性和安全性。中药制剂组成复杂,成分众多,产生疗效的往往是多种成分的协同作用,很难用一种成分作为疗效指标,尽管如此,选择具有生理活性的主要化学成分建立含量测定项目,对控制药物的质量,保证制剂质量的稳定性,仍然具有重要意义。

(六) 原始记录和检验报告

上述药品检验和结果必须要有完整的原始记录,记录要真实、完整、清晰、具体。应用专用记录本,用钢笔或特种圆珠笔书写,一般不得涂改(如有写错时,应立即在原数据上划上单线或双线,而后在旁边改正重写)及无缺页损角等。

记录内容一般包括供试药品名称、来源、批号、数量、规格、取样方法、外观性状、包装情况、检验目的、检验方法及依据、收到日期、报告日期、检验中观察到的现象、检验数据、检验结果、结论等。若进行质量标准研究,对于方法的选择、样品的处理、研究结果等都应用图谱、照片或复印件等形式记录下来。

原始记录应妥善保存,以便备查。

书写报告时文字要简洁,内容要完整,报告内容一般包括检验项目(定性鉴别、检查、含量测定等),标准规定(标准中规定的检测结果或数据),检验结果(实际检验结果或数据)等内容。

经检验所有项目符合规定者,应做出符合规定的结论,否则应提出不符合规定的项目及相应结论。

小结

本章介绍了中药制剂分析的概念、主要内容、特点和发展趋势,通过本课程的学习希望培养学生具有严谨求实和一丝不苟的工作态度,同时具备扎实理论知识和掌握熟练、正确的操作技能。

药品标准是国家对药品质量规格及检验方法所作的技术规定,本章重点介绍了《中国药典》(2010年版)凡例中主要内容,实际应用中望遵照实行。

中药制剂分析基本程序:取样→供试品的制备→鉴别→检查→含量测定,每一步骤的详细内容在本书的后续章节中阐述。

目标检测

一、名词解释

中药制剂分析 药品标准

二、选择题

- 药材干燥方法中的“干燥”是指 ()
A. 烘干、晒干、阴干均可 B. 仅可烘干 C. 仅可晒干 D. 仅可阴干
- 阴干是指 ()
A. 烘干 B. 晒干 C. 阴干 D. 晾干
- 药品极易溶解是指____、易溶是____、溶解是____、略溶是____ ()
A. 当 1g(ml)溶质分别能在小于 1ml 溶剂中溶解时
B. 当 1g(ml)溶质分别能在 30~100ml 溶剂中溶解时
C. 当 1g(ml)溶质分别能在 10~30ml 溶剂中溶解时
D. 当 1g(ml)溶质分别能在 1~10ml 溶剂中溶解时
- 甲醇与水按体积比 60 比 40 混合,正确表示为 ()
A. 甲醇:水(60:40) B. 甲醇/水(60/40) C. 甲醇—水(60:40) D. 甲醇-水(60:40)
- 恒重,除另有规定外,系指 ()
A. 供试品连续两次干燥或炽灼后的重量不变
B. 供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在 0.1mg 以下的重量
C. 供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在 0.5mg 以下的重量
D. 供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在 0.3mg 以下的重量
- 乙醇是指 ()
A. 稀乙醇 B. 95% (ml/ml) 的乙醇
C. 无水乙醇 D. 不同浓度乙醇的统称

三、思考题

- 说出中药制剂分析的特点。
- 简述中药制剂分析的发展趋势。
- 查阅并叙述中药注射剂指纹图谱的主要内容。

(江 滨)