

药品检验 操作规范

YAOPIN JIANYAN CAOZUO GUIFAN

主 编 吴鑫荪 梁立军



人民军医出版社

PEOPLE'S MILITARY MEDICAL PRESS

药品检验 操作规范

中国食品药品检定研究院 中国食品药品检定研究院编

主编 王卫平 副主编 王卫平



中国食品药品检定研究院

CHINA INSTITUTE OF FOOD AND DRUG CONTROL

药品检验操作规范

YAOPIN JIANYAN CAOZUO GUIFAN

主 编 吴鑫荪 梁立军

副主编 顾正方 黄洁敏 刘存瑞 薛 丹

编 委 (以姓氏笔画为序)

王 信 刘存瑞 孙莉莉 杨 斌

吴鑫荪 闵春艳 陈 卫 周 坚

周 琳 周忆新 庞芬只 顾正方

黄洁敏 薛 丹



人民军医出版社

PEOPLE'S MILITARY MEDICAL PRESS

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

药品检验操作规范/吴蠡荪, 梁立军主编. —北京: 人民军医出版社, 2012. 5
ISBN 978-7-5091-5659-9

I. ①药… II. ①吴… ②梁… III. ①药品检定—技术操作规程 IV. ①R927-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 069301 号

策划编辑: 张忠丽 文字编辑: 秦 珑 吴 倩 黄维佳 责任审读: 黄栩兵

出 版 人: 石 虹

出版发行: 人民军医出版社

经销: 新华书店

通信地址: 北京市 100036 信箱 188 分箱

邮编: 100036

质量反馈电话: (010) 51927290; (010) 51927283

邮购电话: (010) 51927252

策划编辑电话: (010) 51927300—8230

网址: [www. pmmp. com. cn](http://www.pmmp.com.cn)

印、装: 北京国马印刷厂

开本: 787mm × 1092mm 1/16

印张: 35.25 字数: 850 千字

版、印次: 2012 年 5 月第 1 版第 1 次印刷

印数: 0001—5500

定价: 90.00 元

版权所有 侵权必究

购买本社图书, 凡有缺、倒、脱页者, 本社负责调换

内容提要

本书系培养医药企业检验人员的专业教科书。全书共分9章，分别从药品检验工作的意义和检验员工作职责，药品检验的基本常识，药品检验的分类、标准和检验工作程序，检验室的常用仪器设备和规章制度，药品检验前的准备工作，药品检验人员的基本技能，药品通用的检验方法，常用药品的检验标准和方法，原始记录与检验报告，以及分析化学的现状与展望等方面阐述了药品检验工作的流程。书后附有练习题与答案和23条附录，以备课后复习和工作中查考。本书可作为药品检验专业机构岗前培训的教科书，亦可作为药科专业人员及医药管理人员的日常参考书。

前 言

《药品检验操作规范》是医药企业检验人员工作的基本要求，作为医药企业的检验人员既要有一定的药学理论知识，更要有熟练的操作技术。本书便是针对从事药品检验工作的人员，主要是具有初中以上文化程度从事医药企业检验工作，编写的目的是作为岗位培训之用的教科书。

全书分为9章，从检验人员工作的实际出发，对药品检验工作的意义、检验员的工作职责及药品检验基本常识，药品检验的分类、标准和检验工作的程序，检验室的常用仪器设备和规章制度，药品检验前的准备工作，药品检验人员的基本技能，药品通用的检验方法，常用药品的检验标准与方法，原始记录与检验报告，以及分析化学的现状与展望等内容进行阐述。通过对本书的学习，旨在培养合格的医药企业药品检验员。本书附有练习题及其答案和23条附录，以备学习查考。

为了撰写一本既有秩序又有理论指导、更有实践操作体会的教材，我们组织三方人员组成编写团队，一是富有教学经验的南北方药科讲师，二是有药品检验经验的资深药师，三是有药品和食品监管经验的专业人员。虽然要求每位编者按照《中华人民共和国药典》（2010年版）进行编写，但由于时间仓促、编者能力所限，本书难免有疏漏和不足之处，尤其对药品检验的进展方面叙述较少，欢迎广大药品检验人员、各位培训老师及各方面的专家提出批评意见和宝贵建议，以便我们改进工作。

苏州市市立医院资深专家、主任医师

吴鑫荪

于五乐轩

2012年3月

目 录

第1章 绪论	1
1.1 药品检验工作的意义与检验员工作职责	1
1.1.1 药品检验工作的意义	1
1.1.2 药品检验人员的工作职责	1
1.2 药品检验的基本常识	1
1.2.1 常用术语	1
1.2.2 常用符号和计量单位	2
1.2.3 常用温度	3
1.2.4 溶解度	3
第2章 药品检验的分类、标准和程序	4
2.1 药品检验的分类	4
2.1.1 原辅料检验	4
2.1.2 中间体检验	4
2.1.3 成品检验	5
2.2 标准化与标准	5
2.2.1 标准化	5
2.2.2 标准及其分类	6
2.2.2.1 性质分类法	6
2.2.2.2 级别分类法	6
2.2.2.3 对象分类法	8
2.2.3 标准方法	9
2.2.3.1 标准方法的范围	9
2.2.3.2 分析方法的影响因素	10
2.2.3.3 标准分析方法通常的书写格式	12
2.2.4 标准物质	12
2.2.4.1 标准物质基本特征	12
2.2.4.2 标准物质的分类及其主要用途	13
2.3 药品检验工作的程序	14
2.3.1 采样	14
2.3.1.1 抽样工具	14
2.3.1.2 盛样器皿	14
2.3.1.3 取样量	15
2.3.1.4 取样件数	15

2.3.2	制样	15
2.3.3	样品的保存	15
第3章 药品检验室的管理和常用仪器设备		16
3.1	药品检验室管理	16
3.1.1	检验室规章制度	16
3.1.2	检验室常用仪器和试剂管理	17
3.1.2.1	常用仪器管理	17
3.1.2.2	常用试剂管理	18
3.1.3	检验室技术档案资料管理	18
3.1.4	检验室安全及环境保护	19
3.1.4.1	检验室安全	19
3.1.4.2	检验室环境保护	19
3.2	药品检验室常用仪器设备	20
3.2.1	通用玻璃仪器及其他器具	20
3.2.1.1	通用玻璃仪器	20
3.2.1.2	其他器具	23
3.2.2	加热器具和测温仪器	24
3.2.2.1	加热器具	24
3.2.2.2	测温仪器	25
3.2.3	空气压缩机和真空泵	25
3.2.3.1	空气压缩机	25
3.2.3.2	真空泵	26
3.2.4	各项电器	27
3.2.4.1	电热恒温干燥箱	27
3.2.4.2	电热恒温水浴锅	28
3.2.4.3	电冰箱	29
3.2.4.4	电动离心机	30
3.2.4.5	电磁搅拌器	30
第4章 药品检验的准备		31
4.1	实验室用水	31
4.1.1	实验室用水的规格与贮存	31
4.1.2	各种分析用水的制备	32
4.1.2.1	蒸馏法制取纯水	32
4.1.2.2	离子交换法制取纯水	33
4.1.2.3	电渗析法制取纯水	37
4.1.2.4	特殊要求的分析用水的制备	37
4.1.3	实验室用水的检验	38
4.1.3.1	标准检验方法	38

4.1.3.2 一般检验方法	39
4.2 实验室常用溶液	40
4.2.1 溶液的基本知识	40
4.2.1.1 溶液的定义	40
4.2.1.2 溶解过程	40
4.2.1.3 溶解度	41
4.2.2 溶液浓度的表示方法	41
4.2.3 一般溶液的配制	43
4.2.3.1 物质的量浓度溶液的配制和计算	43
4.2.3.2 质量分数溶液的配制和计算	44
4.2.3.3 质量浓度溶液的配制和计算	45
4.2.3.4 体积分数溶液的配制和计算	45
4.2.3.5 比例浓度溶液的配制和计算	45
4.2.4 滴定液的配制	46
4.2.4.1 分析用滴定液的配制	46
4.2.4.2 几种常用滴定液的配制和标定	47
4.2.4.3 滴定液浓度调整的计算	50
4.2.4.4 滴定液的平行误差和有效期	50
4.2.4.5 微量分析用离子标准溶液的配制和计算	51
4.2.4.6 配制溶液注意事项	52
4.2.5 常用指示剂的配制	52
4.2.5.1 酸碱指示剂溶液	52
4.2.5.2 氧化还原指示剂溶液	53
4.2.5.3 金属指示剂溶液	54
4.2.5.4 沉淀滴定法指示剂溶液	54
4.2.5.5 实验试纸	54
4.3 化学试剂	55
4.3.1 化学试剂的分类和规格	55
4.3.1.1 化学试剂的分类	55
4.3.1.2 化学试剂的规格与包装	55
4.3.2 化学试剂的合理选用	57
4.3.3 化学试剂的使用方法	57
4.3.4 引起化学试剂变质的原因	58
第5章 药品检验人员基本技能	59
5.1 常用玻璃仪器的使用和保养	59
5.1.1 常用玻璃仪器的选择与准备	59
5.1.2 常用玻璃仪器洗涤	69
5.1.2.1 各种洗涤液的使用	69
5.1.2.2 洗涤的一般步骤和方法	70

5.1.2.3 洗涤的一般原则	71
5.1.3 常用玻璃仪器的干燥和存放	71
5.1.3.1 玻璃仪器的干燥	71
5.1.3.2 玻璃仪器的存放	71
5.1.4 打开粘住的磨口塞的方法	72
5.2 天平	72
5.2.1 分析天平	72
5.2.1.1 分析天平的基本常识	72
5.2.1.2 分析天平的结构	74
5.2.1.3 分析天平的使用规则	77
5.2.1.4 分析天平的称量方法	80
5.2.2 电子天平	81
5.2.2.1 电子天平的使用规则	82
5.2.2.2 电子天平的称量方法	83
5.3 滴定分析操作技能	84
5.3.1 移液管和吸量管	84
5.3.1.1 移液管和吸量管的基本知识	84
5.3.1.2 移液管的使用	87
5.3.2 容量瓶	89
5.3.2.1 容量瓶的有关术语和技术要求	89
5.3.2.2 容量瓶的使用	90
5.3.3 滴定管	91
5.3.3.1 滴定管的相关术语和技术要求	92
5.3.3.2 滴定管的使用	93
5.3.4 滴定分析仪器的校准	98
5.3.4.1 绝对校准法（称量法）	98
5.3.4.2 相对校准法	100
5.3.4.3 溶液体积的校准	101
5.4 重量分析操作技能	101
5.4.1 溶解样品	102
5.4.2 沉淀	102
5.4.2.1 沉淀剂	102
5.4.2.2 沉淀式	102
5.4.2.3 沉淀操作	105
5.4.3 沉淀的过滤与洗涤	105
5.4.3.1 用滤纸过滤	105
5.4.3.2 用微孔玻璃坩埚过滤	108
5.4.4 沉淀的干燥和灼烧	110
5.4.5 重量分析结果计算	112
5.4.6 重量分析法应用示例	113

5.5 常用仪器操作技能	114
5.5.1 折射率的测定法	114
5.5.1.1 仪器	114
5.5.1.2 测定方法	115
5.5.2 旋光度的测定	116
5.5.2.1 仪器	116
5.5.2.2 测定方法	117
5.5.3 紫外-可见分光光度法	117
5.5.3.1 概述	117
5.5.3.2 紫外-可见分光光度仪器	118
5.5.3.3 紫外及可见分光光度测定方法	126
5.5.3.4 显色和测量条件的选择	127
5.5.4 红外吸收光谱法	129
5.5.4.1 方法简介	129
5.5.4.2 红外吸收光谱仪	130
5.5.4.3 红外吸收光谱的实验技术	132
5.5.4.4 红外吸收光谱仪的使用和维护	133
5.5.5 气相色谱法	134
5.5.5.1 方法简介	134
5.5.5.2 气相色谱流出曲线的特征	134
5.5.5.3 气相色谱仪	136
5.5.5.4 气相色谱定性定量分析方法	140
5.5.5.5 气相色谱分析操作条件的选择	145
5.5.6 高效液相色谱法	146
5.5.6.1 高效液相色谱法简介	146
5.5.6.2 高效液相色谱法的应用范围和局限性	146
5.5.6.3 高效液相色谱仪	147
5.5.6.4 高效液相色谱法的实验技术	150
5.5.6.5 高效液相色谱的固定相和流动相	154
5.5.7 薄层色谱法	157
5.5.7.1 薄层色谱法的基本原理	158
5.5.7.2 薄层色谱系统简介	159
5.5.7.3 操作方法及注意事项	161
5.5.7.4 仪器的安装要求和保养维护	166
5.5.8 纸色谱法	166
5.5.8.1 简述	166
5.5.8.2 仪器与材料	167
5.5.8.3 操作方法	167
5.5.8.4 注意事项	167
5.5.9 柱色谱法	168

5.5.9.1	吸附柱色谱法	168
5.5.9.2	分配柱色谱法	168
5.5.10	荧光分析法	169
5.5.10.1	简述	169
5.5.10.2	仪器和用具、溶剂	169
5.5.10.3	操作方法和注意事项	170
5.5.11	电泳法	171
5.5.11.1	纸电泳法	171
5.5.11.2	毛细管电泳法	172
5.6	常用检验方法操作技能	175
5.6.1	一般鉴别试验	175
5.6.1.1	仪器	175
5.6.1.2	试药与试液	175
5.6.1.3	操作方法	175
5.6.1.4	注意事项	179
5.6.2	崩解时限检查法	180
5.6.2.1	仪器与用具	180
5.6.2.2	试药与试液	181
5.6.2.3	操作方法	181
5.6.2.4	注意事项	182
5.6.2.5	记录	182
5.6.2.6	结果与判定	183
5.6.3	融变时限检查法	183
5.6.3.1	仪器与用具	183
5.6.3.2	操作方法	183
5.6.3.3	注意事项	184
5.6.3.4	记录	184
5.6.3.5	结果与判定	185
5.6.4	pH测定法	185
5.6.4.1	仪器与性能测试	185
5.6.4.2	测定操作方法	185
5.6.4.3	仪器校正用的标准缓冲液	186
5.6.4.4	注意事项	187
5.6.5	炽灼残渣检查法	187
5.6.5.1	仪器与用具	187
5.6.5.2	试药与试液	187
5.6.5.3	操作方法	188
5.6.5.4	注意事项	188
5.6.5.5	记录与计算	188
5.6.5.6	结果与判定	188

5.6.5.7 附注	188
5.6.6 干燥失重测定法	189
5.6.6.1 仪器与用具	189
5.6.6.2 试药与试液	189
5.6.6.3 操作方法	189
5.6.6.4 注意事项	189
5.6.6.5 记录与计算	190
5.6.6.6 结果与判定	190
5.6.6.7 附注	190
5.6.7 溶液颜色检查法	190
5.6.7.1 第一法	190
5.6.7.2 第二法	192
5.6.7.3 第三法 (色差计法)	192
5.6.8 澄清度检查法	193
5.6.8.1 仪器与用具	193
5.6.8.2 试药与试液	193
5.6.8.3 操作方法	194
5.6.8.4 注意事项	194
5.6.8.5 计算与记录	194
5.6.8.6 结果与判定	194
5.6.9 可见异物检查法	194
5.6.9.1 第一法 (灯检法)	194
5.6.9.2 第二法 (光散射法)	196
5.6.10 不溶性微粒检查法	197
5.6.10.1 光阻法 (第一法)	197
5.6.10.2 显微计数法 (第二法)	199
5.6.11 溶出度测定法	201
5.6.11.1 仪器与用具	201
5.6.11.2 溶出度测定前的准备	202
5.6.11.3 取样位置	203
5.6.11.4 样品的测定	203
5.6.11.5 注意事项	203
5.6.11.6 记录与计算	204
5.6.11.7 结果判定	205
5.6.12 释放度测定法	205
5.6.12.1 仪器装置	206
5.6.12.2 第一法 (用于缓释制剂或控释制剂)	206
5.6.12.3 第二法 (用于肠溶制剂)	207
5.6.12.4 第三法 (用于透皮贴剂)	208
5.6.13 含量均匀度检查法	208

5.6.13.1	仪器与用具	209
5.6.13.2	试药与试液	209
5.6.13.3	操作方法	209
5.6.13.4	注意事项	209
5.6.13.5	记录与计算	209
5.6.13.6	结果与判定	209
5.6.14	最低装量检查法	210
5.6.14.1	仪器与用具	210
5.6.14.2	操作方法	210
5.6.14.3	注意事项	210
5.6.14.4	记录与计算	210
5.6.14.5	结果与判定	210
5.6.15	粒度与粒度分布测定法	211
5.6.15.1	第一法（显微镜法）	211
5.6.15.2	第二法（筛分法）	212
5.6.15.3	第三法（光散射法）	212
5.6.16	吸入气雾剂、吸入粉雾剂、吸入喷雾剂的雾滴（粒）分布测定法	214
5.6.16.1	仪器与用具	214
5.6.16.2	仪器准备	214
5.6.16.3	操作方法	215
5.6.16.4	注意事项	216
5.6.16.5	结果判定	216
5.6.17	片剂脆碎度检查法	216
5.6.17.1	仪器	216
5.6.17.2	操作方法	217
5.6.17.3	注意事项	217
5.6.17.4	记录与计算	217
5.6.17.5	结果与判定	218
5.6.18	相对密度测定法	218
5.6.18.1	仪器与用具	218
5.6.18.2	试药和试液	219
5.6.18.3	操作方法	219
5.6.18.4	注意事项	220
5.6.18.5	记录与计算	220
5.6.19	熔点测定法	220
5.6.19.1	仪器与用具	221
5.6.19.2	传温液与熔点标准品	221
5.6.19.3	第一法的操作及注意事项（测定易粉碎的固体药品）	222
5.6.19.4	第二法的操作及注意事项（测定不易粉碎的固体药品，如脂肪、脂肪酸、石蜡、羊毛脂等）	222

5. 6. 19. 5 第三法的操作及注意事项 (测定凡士林或其他类似物质)	223
5. 6. 19. 6 结果与判定	223
5. 6. 19. 7 附注	224
5. 6. 20 氮测定法	224
5. 6. 20. 1 仪器与试药	224
5. 6. 20. 2 操作方法	225
5. 6. 20. 3 注意事项	226
5. 6. 20. 4 记录与计算	226
5. 6. 20. 5 注意事项	226
5. 6. 21 氧瓶燃烧法	227
5. 6. 21. 1 仪器与用具	227
5. 6. 21. 2 试药与试液	227
5. 6. 21. 3 操作方法	227
5. 6. 21. 4 注意事项	228
5. 6. 22 非水溶液滴定法	229
5. 6. 22. 1 仪器与用具	229
5. 6. 22. 2 试药与试液	229
5. 6. 22. 3 操作方法	229
5. 6. 22. 4 注意事项	230
5. 6. 22. 5 记录与计算	231
5. 6. 22. 6 测定结果的判断	231
5. 6. 23 费休水分测定法	232
5. 6. 23. 1 容量滴定法	232
5. 6. 23. 2 库仑滴定法	233
5. 6. 24 电位滴定法与永停滴定法	234
5. 6. 24. 1 仪器性能要求	234
5. 6. 24. 2 仪器装置	234
5. 6. 24. 3 样品测定操作方法	235
5. 6. 24. 4 注意事项	235
5. 6. 25 药物的一般杂质检查	236
5. 6. 25. 1 氯化物检查法	236
5. 6. 25. 2 硫酸盐检查法	237
5. 6. 25. 3 硫化物检查法	238
5. 6. 25. 4 硒检查法	239
5. 6. 25. 5 氟检查法	240
5. 6. 25. 6 氰化物检查法	241
5. 6. 25. 7 铁盐检查法	243
5. 6. 25. 8 重金属检查法	243
5. 6. 25. 9 砷盐检查法	247
5. 6. 25. 10 铵盐检查法	251

第6章 药品通用检验方法	252
6.1 制剂检验通则	252
6.1.1 片剂	252
6.1.1.1 “重量差异”检查法	252
6.1.1.2 “确崩解时限”检查法	253
6.1.1.3 “融变时限”检查法	253
6.1.1.4 “发泡量”检查法	254
6.1.1.5 “分散均匀性”检查法	254
6.1.1.6 “微生物限度”检查法	255
6.1.2 胶囊剂	255
6.1.2.1 “装量差异”检查法	255
6.1.2.2 “崩解时限”检查法	256
6.1.3 颗粒剂	256
6.1.3.1 “粒度”检查法	257
6.1.3.2 “干燥失重”检查法	257
6.1.3.3 “溶化性”检查法	258
6.1.3.4 “装量差异”检查法	259
6.1.3.5 “装量”检查法	259
6.1.4 注射剂	259
6.1.4.1 “装量”检查法	260
6.1.4.2 “装量差异”检查法	260
6.1.4.3 “可见异物”检查法	262
6.1.4.4 “无菌”检查法	262
6.1.4.5 “热原”或“细菌内毒素”检查法	262
6.1.4.6 “不溶性微粒”检查法	262
6.1.5 栓剂	262
6.1.5.1 “重量差异”检查法	262
6.1.5.2 “融变时限”检查法	263
6.1.5.3 “微生物限度”检查法	263
6.1.6 散剂	263
6.1.6.1 “粒度”检查法	263
6.1.6.2 “外观均匀度”检查法	264
6.1.6.3 “干燥失重”检查法	264
6.1.6.4 “装量差异”检查法	265
6.1.6.5 “装量”检查法	266
6.1.6.6 “无菌”检查法	266
6.1.6.7 “微生物限度”检查法	266
6.1.7 糖浆剂	266
6.1.7.1 “装量”检查法	266

6.1.7.2 “微生物限度”检查法	267
6.1.8 酞剂	267
6.1.8.1 “装量”检查法	267
6.1.8.2 “微生物限度”检查法	268
6.1.9 丸剂	268
6.1.9.1 “重量差异”检查法	269
6.1.9.2 “溶散时限”检查法	270
6.1.10 软膏剂、乳膏剂、糊剂	270
6.1.10.1 “粒度”检查法	271
6.1.10.2 “装量”检查法	272
6.1.10.3 “微生物限度”检查法	272
6.1.10.4 “无菌”检查法	272
6.1.11 口服溶液剂、口服混悬剂、口服乳剂	272
6.1.11.1 “重量差异”检查法	273
6.1.11.2 “装量”检查法	273
6.1.11.3 “干燥失重”检查法	274
6.1.11.4 “沉降体积比”检查法	275
6.1.11.5 “微生物限度”检查法	275
6.1.12 膜剂	275
6.1.12.1 “重量差异”检查法	275
6.1.12.2 “微生物限度”检查法	276
6.1.13 气雾剂	276
6.1.13.1 “泄漏率”检查法	276
6.1.13.2 “每瓶总揿次”检查法	277
6.1.13.3 “每揿主药含量”检查法	278
6.1.13.4 “雾滴(粒)分布”检查法	278
6.1.13.5 “喷射速率”检查法	278
6.1.13.6 “喷出总量”检查法	279
6.1.13.7 “无菌”检查法	279
6.1.13.8 “微生物限度”检查法	279
6.1.14 植入剂	279
6.1.14.1 “装量差异”检查法	279
6.1.14.2 “无菌”检查法	281
6.1.15 粉雾剂	281
6.1.15.1 “装量差异”检查法	281
6.1.15.2 “排空率”检查法	282
6.1.15.3 “每瓶总吸次”检查法	282
6.1.15.4 “每吸主药含量”检查法	283
6.1.15.5 “雾滴(粒)分布”检查法	284
6.1.15.6 “微生物限度”检查法	284