

实用药品检验技术

PRACTICAL DRUG
EXAMINATION TECHNIQUES

主编 钟琰建

中国医药科技出版社

实用 药品检验技术

主 编 钟瑞建

副主编 王 栋 万 勇 罗跃华
周国平 杨毅生

编 者 (按姓氏笔画排序)

万 勇 万林春 王 栋
王庆全 龙白坚 付辉政
朱碧君 刘 宁 刘绪平
许 妍 杨毅生 罗跃华
周国平 钟瑞建 段和祥
章 红 程奇珍

中国医药科技出版社

内 容 提 要

本书结合我国药品质量控制特点、药品监管需要、医药产业发展现状及药品检验技术体系要求,细化药品检验方法的基本原理、操作方法、注意事项、记录方式和结果判定等内容,配合大量的检验实例分析和图谱,具科学性、实用性和实践性。本书适用于药品研究工作者、药品检验机构、药品生产及经营单位、医院制剂室检验人员,是一部指导药品检验人员从事药品检验工作的工具书。

图书在版编目(CIP)数据

实用药品检验技术 / 钟瑞建主编. —北京: 中国医药科技出版社, 2018.3
ISBN 978-7-5214-0165-3

I. ①实… II. ①钟… III. ①药品检定 IV. ①R927.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 064397 号

责任编辑 何红梅 王 梓

美术编辑 陈君杞

版式设计 易维鑫

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 710×1000mm 1/16

印张 36 1/4

字数 637 千字

版次 2018 年 3 月第 1 版

印次 2018 年 3 月第 1 次印刷

印刷 北京盛通印刷股份有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5214-0165-3

定价 118.00 元

版权所有 盗版必究

举报电话: 010-62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

前言

随着我国医疗服务体系的不断完善，保证药品的安全、有效、质量可控是其中的重中之重。药品检验是药品质量控制的关键环节，贯穿药品的研发、生产、流通、使用等整个生命周期过程。国家药品检验技术的水平一定程度上反映了一个国家医药产业发展现状、药品质量控制水平以及对药品的监管能力。

《中国药典》是国家药品标准体系的核心，是药品质量控制的法定标准，在我国上市的药品均应按其规定的方法进行检验。自1953年《中国药典》第一版颁布以来，至今已经颁布了十版，结合原国家食品药品监督管理局标准形成了我国的药品标准体系，即以药典为核心的药品检验技术体系，使药品质量及其可控性不断提高，药品的安全性和有效性也进一步得到了保障。

本书是一线药品检验专业人员实践操作经验积累而成的智慧结晶，在兼顾我国药品质量控制特点、药品监管需要以及医药产业发展现状的同时，结合药品检验技术体系要求，细化药品检验方法的基本原理、操作方法、注意事项、记录方式和结果判定等内容，并配合大量的检验实例分析和图谱，力求内容科学、严谨、系统，叙述准确、精练、易懂，兼具科学性、实用性和适用性，特别适合药品研究工作者、药品检验机构、药品生产及经营单位、医疗机构检验人员阅读使用，是一部指导药品检验人员从事药品检验工作的工具书。

本书在内容上共分十二章，其中第一至第三章，主要阐述了药品检验基础知识、药品质量标准、药品检验的工作程序、实验室的安全知识、误差与有效数字、药品检验基本操作技术；第四至第八章，主要阐述了常用的药品检验检测方法，包括化学分析法、光谱分析法、色谱分析法、生物检查法和显微鉴别法；第九至第十二章，主要阐述了中药、化学原料药、药用辅料以及制剂的检验。

本书虽然经过多次审读，因编写水平所限，疏漏之处在所难免，恳请读者批评指正，以便本书再版时修正。

编者

2018年2月

目录

第一章 绪论	1
第一节 药品检验基础知识	1
一、药物和药品	1
二、药品检验的职能和要求	1
三、药品检验机构	3
第二节 药品质量标准	3
一、药品标准分类	4
二、药品标准内容	5
三、国外药典	6
第三节 药品检验工作程序	6
一、一般原则	6
二、工作程序	6
第四节 实验室安全知识	8
一、防火	9
二、防爆	9
三、有腐蚀性、毒性的试剂试药处置	10
四、用电安全	10
五、气瓶的安全使用	11

第二章 误差与有效数字	13
第一节 误差	13
一、误差	13
二、准确度与精密度的关系	16
三、提高检验结果准确度的方法	17
第二节 有效数字与运算规则	19
一、有效数字	19
二、有效数字修约规则	20
三、有效数字运算规则	21
四、有效数字的运算在药品检验中的应用	22
第三章 药品检验基本操作技术	24
第一节 玻璃仪器及其洗涤与使用技术	24
一、玻璃仪器	24
二、玻璃仪器的洗涤	27
三、玻璃仪器的使用	28
第二节 药品的取量技术	30
一、常用普通天平	30
二、常用分析天平	31
三、常用量具	33
第三节 溶液的配制技术	37
一、溶液	37
二、试药	41

三、标准试剂溶液的配制技术·····	43
四、标准浓度溶液的配制技术·····	46
五、供试品溶液的配制技术·····	49
第四章 化学分析法 ·····	52
第一节 重量分析法·····	52
一、沉淀法·····	52
二、萃取法·····	54
三、挥发法·····	54
第二节 滴定分析法·····	55
一、酸碱滴定法·····	55
二、沉淀滴定法·····	56
三、配位滴定法·····	60
四、氧化还原滴定法·····	64
五、非水滴定法·····	68
第五章 光谱分析法 ·····	73
第一节 紫外-可见分光光度法·····	73
一、基本原理·····	73
二、紫外-可见分光光度计·····	74
三、操作方法·····	75
四、注意事项·····	77
五、在药品检验中的应用·····	77
第二节 红外分光光度法·····	78

4 | 实用药品检验技术

一、基本原理	78
二、红外分光光度计	79
三、操作方法	80
四、注意事项	81
五、在药品检验中的应用	81
第三节 原子吸收分光光度法	82
一、基本原理	82
二、原子吸收分光光度计	82
三、操作方法	84
四、注意事项	84
五、在药品检验中的应用	85
第四节 质谱法	85
一、基本原理	85
二、质谱仪	85
三、操作方法	89
四、注意事项	90
五、在药品检验中的应用	92
第五节 其他光谱分析法	92
一、荧光分光光度法	92
二、火焰光度法	94
三、电感耦合等离子体原子发射光谱法	96
四、电感耦合等离子体质谱法	101
五、拉曼光谱法	104

六、核磁共振波谱法	108
七、X射线衍射法	114
第六章 色谱分析法	116
第一节 薄层色谱法	116
一、基本原理	116
二、仪器与材料	116
三、操作方法	118
四、系统适用性试验	119
五、测定法	120
六、薄层色谱扫描法	121
七、注意事项	121
八、在药品检验中的应用	122
第二节 高效液相色谱法	122
一、基本原理	122
二、高效液相色谱法分类	123
三、高效液相色谱仪	124
四、系统适用性试验	126
五、测定法	128
六、注意事项	130
七、在药品检验中的应用	133
第三节 气相色谱法	133
一、基本原理	133
二、气相色谱仪	134

6 | 实用药品检验技术

三、系统适用性试验	135
四、测定法	135
五、注意事项	136
六、在药品检验中的应用	138
第四节 柱色谱法	139
一、基本原理	139
二、吸附柱色谱	139
三、分配柱色谱	141
四、在药品检验中的应用	141
第五节 其他色谱法	141
一、纸色谱法	141
二、电泳法	143
三、毛细管电泳法	151
四、分子排阻色谱法	154
五、离子色谱法	158
六、超临界流体色谱法	161
七、临界点色谱法	163
第七章 生物检查法	165
第一节 微生物限度检查法	165
一、微生物计数法	166
二、控制菌检查法	175
第二节 无菌检查法	181
一、培养基	181

二、稀释液、冲洗液及其制备方法	183
三、方法适用性试验	183
四、供试品的无菌检查	184
五、结果判断	187
第三节 热原检查法	187
一、试验用动物	188
二、检查方法	188
第四节 细菌内毒素检查法	190
一、基本原理	190
二、检查方法	191
第五节 抗生素微生物检定法	201
一、管碟法	202
二、浊度法	211
第八章 显微鉴别法	216
第一节 显微鉴别仪器	216
一、生物光学显微镜的正确使用	216
二、注意事项	217
第二节 显微鉴别的操作方法与步骤	218
一、药材或饮片显微制片	218
二、含饮片粉末的制剂显微制片	222
三、显微测量	222
四、细胞壁性质的鉴别	224

8 | 实用药品检验技术

五、细胞内含物性质的鉴别	224
六、显微鉴别特征的观察与描述	226
第三节 其他显微鉴别技术	228
一、偏光显微镜鉴别技术	228
二、扫描电子显微镜鉴别技术	229
三、体视显微镜鉴别技术	229
第九章 中药检验	230
第一节 性状鉴别	230
一、基础知识	230
二、性状鉴别	236
三、其他性状鉴别技术	238
四、检验实例	239
第二节 显微鉴别	260
一、植物细胞及其后含物	260
二、药材基原植物组织及器官特征	262
第三节 理化鉴别	282
一、常用的理化鉴别方法	282
二、检验实例	283
第四节 检查	286
一、常用的检查方法	286
二、检验实例	305
第五节 指纹图谱/特征图谱	311

一、中药指纹图谱	311
二、中药特征图谱	315
第六节 含量测定	317
一、鞣质含量测定法	317
二、挥发油测定法	318
三、浸出物测定法	319
四、桉油精含量测定法	321
五、检验实例	321
第十章 化学原料药检验	323
第一节 性状	323
一、外观性状	323
二、溶解度	323
三、引湿性	324
四、物理常数	324
第二节 鉴别	325
一、一般鉴别试验	325
二、紫外-可见分光光度法	326
三、红外分光光度法	327
四、X射线衍射法	327
第三节 检查	327
一、结晶性检查法	327
二、粒度或粒度分布测定法	328
三、制药用水电导率测定法	332

四、制药用水中总有机碳测定法·····	333
五、杂质检查法·····	334
第四节 含量测定·····	364
一、氧瓶燃烧法·····	365
二、维生素 A 测定法·····	367
三、维生素 D 测定法·····	370
四、蛋白质含量测定法·····	373
第五节 检验实例·····	378
一、性状·····	378
二、鉴别·····	379
三、检查·····	380
第十一章 药用辅料检验 ·····	393
第一节 性状·····	393
一、相对密度测定法·····	394
二、馏程测定法·····	396
三、熔点测定法·····	398
四、凝点测定法·····	402
五、旋光度测定法·····	403
六、折光率测定法·····	405
七、黏度测定法·····	407
第二节 检查·····	412
一、溶液颜色检查法·····	412
二、pH 值测定法·····	416

三、脂肪与脂肪油测定法	418
四、锥入度测定法	422
第三节 含量测定	423
一、氮测定法	424
二、甲氧基、乙氧基与羟丙氧基测定法	428
第四节 检验实例	434
一、性状	434
二、鉴别	436
三、检查	436
四、含量测定	438
第十二章 制剂检验	443
第一节 制剂通则检查	443
一、固体制剂	444
二、液体制剂	460
三、半固体制剂	467
四、无菌制剂	470
五、其他制剂	485
第二节 制剂其他检查	500
一、固体制剂	501
二、液体制剂	511
三、半固体制剂	517
四、无菌制剂	518
第三节 检验实例	527

12 | 实用药品检验技术

一、鉴别	527
二、检查	529
三、含量测定	555
参考文献	561

第一章 | 绪 论

第一节 药品检验基础知识

一、药物和药品

我国最早的“药”字见于金文,《说文解字》训释为“治病草也”,明确提出“药”乃治病之物,并以植物类居多。“尝百草之滋味,一日而遇七十毒”的传说,生动形象地反映了人们认识药物的过程。古人通过反复积累,从无意识的偶然体验,到有意识的试验、观察,逐步形成了最初的药物知识,代代相传,几千年来,随着医药事业的发展,逐渐形成了我国传统的药学,对中华民族的生存繁荣发挥了重要作用。鸦片战争前后,西药经西方传教士逐渐传入我国,使药的含义增加了新的内容。

现在,药物是指能影响机体生理、生化和病理过程,用以预防、诊断、治疗疾病和计划生育的化学物质。

《中华人民共和国药品管理法》(以下简称《药品管理法》)规定“药品,是指用于预防、治疗、诊断人的疾病,有目的地调节人的生理功能并规定有适应证或者功能主治、用法用量的物质,包括中药材、中药饮片、中成药、化学原料药及其制剂、抗生素、生化药品、放射性药品、血清、疫苗、血液制品和诊断药品等。”

药品是一种特殊的商品,药品的质量优劣,既直接影响预防和治疗的效果,又密切关系到人民健康与生命安危,因此必须保证有严谨的药品质量标准和科学合理的检验方法,同时必须对药品质量进行全面控制,在药品生产、贮存、经营、使用各环节进行严格监管。

二、药品检验的职能和要求

1. 药品检验 药品检验是指根据药品质量标准,对药物的组成、理化性质、真伪、纯度、安全性及有效成分的含量(效价)等进行测定,并判断该药品的质