



· 第二版 ·

药品检验 操作规范

YAOPIN JIANYAN CAOZUO GUIFAN

吴鑫荪 王 信 主 编

山西出版传媒集团
山西科学技术出版社

药品检验操作规范

(第二版)

主 编 吴鑫荪 王 信
副主编 王 捷 周才生 谭福泉
编 委 于文龙 吴 江 陈正华

山西出版传媒集团
山西科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

药品检验操作规范 / 吴鑫荪, 王信主编. —2 版

——太原: 山西科学技术出版社, 2017.5 (2018.1 重印)

ISBN 978-7-5377-5542-9

I . ① 药… II . ① 吴… ② 王… III . ① 药品检定—

技术操作规程 IV . ① R927-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 076397 号

药品检验操作规范 (第二版)

出 版 人: 赵建伟

主 编: 吴鑫荪 王 信

责 任 编 辑: 宋 伟

责 任 发 行: 阎文凯

封 面 设 计: 牛 君

出 版 发 行: 山西出版传媒集团 · 山西科学技术出版社

地址: 太原市建设南路 21 号 邮编: 030012

编辑部电话: 0351-4922078

邮 箱: shanxikeji@qq.com

发 行 电 话: 0351-4922121

经 销: 各地新华书店

印 刷: 运城日报印刷厂

网 址: www.sxxjjschbs.com

微 信: sxxjchbs

开 本: 787mm × 1092mm 1/16 印 张: 40.75

字 数: 850 千字

版 次: 2017 年 6 月第 1 版 2018 年 1 月第 2 次印刷

书 号: ISBN 978-7-5377-5542-9

定 价: 168.00 元

本社常年法律顾问: 王葆柯

如发现印、装质量问题, 影响阅读, 请与发行部联系调换。

吴鑫荪简介

吴鑫荪,主任医师,1937年11月生,江苏苏州人,中共党员。1962年毕业于浙江医科大学医疗系,遂参加中国人民解放军,历任外科军医、主治军医、外科主任、卫生处长,1986年转业,任苏州市肿瘤防治所常务副所长,1997年12月退休。现任苏州市市立医院资深专家、解放军100医院学术顾问、苏州市老年学和老年医学学会副会长、苏州市科协首席科普专家。参与创建中国中西医结合学会微循环专业委员会,曾任第一、第二届副主任委员。参与创办了《中国微循环》杂志,曾任副主编。创建了《中国蛇协》(1984),曾任第一届第一会长,现任会长。现为中国《微循环学杂志》编委,《蛇志》杂志名誉社长。曾任全国喜树、斑蝥抗癌药物协作会(1975)副会长、江西省微循环学会(1985)会长、江西省生理科学会(1986)副理事长、中国艾滋病研究会(1987)常务理事兼执行秘书、《微循环技术杂志》(1996)副主编、江苏省中西医结合学会微循环专业委员会(1988)副主任委员等。中国中西医结合139位医学专家之一。多年从事药品检验教学工作。



曾获科技成果奖10项(其中2项发明,1项专利),如“莨菪类药对小鼠肝脾内吞噬胶体¹⁹⁸金的作用”、“³H-红古豆醇酯生物代谢实验研究”等。发表论文102篇,如“生命与生命科学”、“自由基与临床医学”、“衰老与微循环学说”、“青龙蛇药治疗毒蛇咬伤441例临床报告”、“玉龙胶囊治疗中晚期恶性实体瘤105例”等。

主编出版著作12本,如《微循环障碍与莨菪类药的临床应用》(人民卫生出版社,1989)、《新编简明用药指南》(中国医药科技出版社,1992、1996、1998)、《新编临床辅助检查指南》(中国医药科技出版社,1998、2009、2016)、《人类寿命学》上、中、下三册(中国医药科技出版社,2007)、《医药企业检验员操作规范及岗位培训》(天津科学技术出版社,2009)、《临床检验报告单解读》(中国医药科技出版社,2011、2014)、《药品检验操作规范》(人民军医出版社,2012)、《药品经营人员岗位培训题集》(人民军医出版社,2014)、《药品检验员岗位培训手册》(人民军医出版社,2015)、《健康100问》(古吴轩出版社,2014)、《现代生活方式病自我诊疗手册》(中国医药科技出版社,2015)等。

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 16 章,首先要使药品检验员明确自己的工作职责和意义,然后掌握有关药品检验的基本常识,懂得药品检验室的管理,了解药品检验的分类、工作程序,熟悉检验室的常用仪器设备,做好药品检验前的准备工作,重点掌握药品检验人员的基本操作技能,熟练运用药品检验的各种仪器并掌握其分析方法,通晓常用检验方法的操作技能,牢记药品通用的检验方法和药理学检验方法,对中药的检验应有一般的了解,还应认真书写原始记录与检验报告。书中还介绍了相关分析化学的现状与展望等。书后附有附录二十三项,以备查阅参考。

编写顺序按教育顺序安排,而每一章节均按 2015 版《中国药典》的通则编写,目的是有问题时可以去对照药典查考,药典通则中有详细记载的,就直接引用该条目,以便查考。本书是医药企业检验专业的操作规范及岗位培训教材,可作为药品检验专业机构或学校的培训教材,亦可作为药科学学校教师及从事医药管理人员的参考书。

前言

《药品检验操作规范(第二版)》是对医药企业检验人员工作的基本要求。它涵盖了药品检验各个方面的基本要求,作为医药企业的检验人员既要有一定的药学理论知识,更要有一套熟练的操作技术。本书便是针对从事药品检验工作的人员编写,主要为具有中等以上文化程度的、从事医药检验工作的人员提供岗位培训用书。

本书是在第一版的基础上,根据 2015 版《中国药典》重新修订的新书,尤其在前后章节的安排上,进行了全面的调整,并删除重复部分,使本书编排更为合理。全书分为 16 章,从检验人员工作的实际出发,内容有检验员的工作职责,首先要使药品检验员明确自己的工作职责和意义,然后掌握有关药品检验的基本常识,懂得药品检验室的管理,了解药品检验的分类、工作程序,熟悉检验室的常用仪器设备,做好药品检验前的准备工作,重点掌握药品检验人员的基本操作技能,熟练运用药品检验的各种仪器并掌握其分析方法,通晓常用检验方法的操作技能,牢记药品通用的检验方法和药理学检验方法,对中药的检验应有一般的了解,可以认真书写原始记录与检验报告,最后还介绍了相关分析化学的现状与展望等。通过本书的教育,旨在培养一名合格的医药企业检验员。正文之后附有附录 23 项,以备查考。

本书编写顺序按教育顺序安排,而每一章节尽可能按 2015 版《中国药典》的通则书写,目的是有问题时可以去对照药典。为了写出一本既按一定顺序编排、又有较新的理论指导、更注重实践操作体会的教材,著者认真地阅读了 2015 版《中国药典》及其辅导教材。因为 2010 版的附录改为 2015 版的通则,所以本书在第一版的基础上,在第 11 章中保留了七个中药制剂,以便在学习的过程中有一个转化的过程。

本书可作为药品检验专业机构或学校的培训教材,亦可作为药科学学校教师及从事医药管理人员的参考书,更可作为药品检验人员工作中碰到问题时查阅的工具书。

由于时间仓促、笔者才疏学浅,缺点、错误在所难免,尤其对药品检验的进展方面叙述较少。望各位同道多提宝贵意见,以便再版时更正、补充。

吴鑫荪 王 信

2017 年 2 月 18 日

目 录

第 1 章 药品检验人员的工作职责	1
1.1 药品检验人员的工作职责	1
1.2 药品检验工作的意义	1
第 2 章 药品检验的基本常识	2
2.1 项目与要求	2
2.2 检验方法和限度	4
2.3 标准品、对照品	4
2.4 计量	5
2.5 精确度	6
2.6 试药、试液、指示剂	7
2.7 动物试验	7
2.8 说明书、包装、标签	8
2.9 标准化与标准	8
2.9.1 标准化	8
2.9.2 标准及其分类	9
2.9.3 标准方法	13
2.9.4 标准物质	17
第 3 章 药品检验室管理	20
3.1 检验室规章制度	20
3.2 检验室常用仪器和试剂管理	21
3.3 检验室技术档案资料管理	23
3.4 检验室安全及环境保护	23
3.5 洁净室(区)性能检测	25
3.5.1 人员进出洁净室(区)程序	25
3.5.2 洁净室(区)性能检测规程	28
3.5.3 不同行业标准要求	35
第 4 章 药品检验的分类	38
4.1 原辅料的检验	38
4.2 中间体的检验	39
4.3 成品的检验	39

第5章 药品检验工作的程序	40
5.1 采样	40
5.1.1 抽样工具	40
5.1.2 盛样器皿	40
5.1.3 取样量	40
5.1.4 取样件数	40
5.2 制样	41
5.3 样品保存	41
第6章 药品检验室常用仪器设备	42
6.1 通用玻璃仪器及其他器具	42
6.2 加热器具和测温仪器	44
6.3 空气压缩机和真空泵	45
6.4 各项电器	47
6.4.1 电热恒温干燥箱	47
6.4.2 电热恒温水浴锅	49
6.4.3 电冰箱	50
6.4.4 电动离心机	51
6.4.5 电磁搅拌器	51
第7章 药品检验的准备	52
7.1 实验室用水	52
7.1.1 实验室用水的规格与贮存	52
7.1.2 各种分析用水的制备	53
7.1.3 实验室用水的检验	60
7.2 实验室常用溶液	62
7.2.1 溶液的基本知识	62
7.2.2 溶液浓度的表示方法	64
7.2.3 一般溶液的配制	66
7.2.4 滴定液的配制	70
7.2.5 常用指示剂的配制	78
7.3 化学试剂	81
7.3.1 化学试剂的分类和规格	81
7.3.2 化学试剂的合理选用	84
7.3.3 化学试剂的使用方法	85
7.3.4 引起化学试剂变质的原因	86

第 8 章 药品化学分析的基本操作技术	87
8.1 常用玻璃仪器的使用和保养	87
8.1.1 常用玻璃仪器的选择和准备	87
8.1.2 常用玻璃仪器洗涤	99
8.1.3 常用玻璃仪器的干燥和存放	101
8.1.4 使用玻璃仪器常见问题的解决方法	102
8.2 天平	103
8.2.1 分析天平	103
8.2.2 电子天平	113
8.3 滴定分析操作技能	117
8.3.1 移液管和吸量管	117
8.3.2 容量瓶	123
8.3.3 滴定管	126
8.3.4 滴定分析仪器的校准	133
8.4 重量分析操作技能	137
8.4.1 溶解样品	137
8.4.2 沉淀	138
8.4.3 沉淀的过滤与洗涤	142
8.4.4 沉淀的干燥和灼烧	147
8.4.5 重量分析结果计算	149
8.4.6 重量分析法应用示例	150
第 9 章 药品检验人员的仪器分析方法	152
9.1 折光率测定法	152
9.2 旋光度测定法	154
9.3 紫外-可见分光光度法	156
9.3.1 概述	156
9.3.2 紫外可见分光光度仪器	157
9.3.3 紫外及可见分光光度测定方法	166
9.3.4 显色和测量条件的选择	167
9.4 红外吸收光谱法	169
9.4.1 方法简介	169
9.4.2 红外吸收光谱仪	171
9.4.3 红外吸收光谱的实验技术	173
9.4.4 红外吸收光谱仪的使用和维护	175

9.5 荧光分光光度法	176
9.5.1 简述	176
9.5.2 仪器和用具、溶剂	176
9.5.3 操作方法和注意事项	177
9.6 纸色谱法	178
9.6.1 简述	178
9.6.2 仪器与材料	179
9.6.3 操作方法	179
9.6.4 注意点	180
9.7 薄层色谱法	180
9.7.1 薄层色谱法的基本原理	181
9.7.2 薄层色谱系统简介	182
9.7.3 操作方法及注意事项	184
9.7.4 仪器的安装要求和保养维护	190
9.8 柱色谱法	191
9.8.1 吸附柱色谱法	191
9.8.2 分配柱色谱法	192
9.9 高效液相色谱法	192
9.9.1 高效液相色谱法简介	192
9.9.2 高效液相色谱法的应用范围和局限性	193
9.9.3 高效液相色谱仪	194
9.9.4 高效液相色谱法的实验技术	197
9.9.5 高效液相色谱的固定相和流动相	201
9.10 气相色谱法	205
9.10.1 方法简介	205
9.10.2 气相色谱流出曲线的特征	206
9.10.3 气相色谱仪	208
9.10.4 气相色谱定性定量分析方法	213
9.10.5 气相色谱分析操作条件的选择	218
9.11 电泳法	220
9.11.1 纸电泳法	220
9.11.2 毛细管电泳法	221
第10章 药品常用检验方法的操作技能	225
10.1 一般鉴别试验	225

10.2	崩解时限检查法	231
10.3	融变时限检查法	234
10.4	溶出度测定法	236
10.5	释放度测定法	241
10.6	含量均匀度检查法	244
10.7	最低装量检查法	246
10.8	片剂脆碎度检查法	247
10.9	吸入制剂微细粒子空气动力学特性测定法	249
10.10	相对密度测定法	252
10.11	熔点测定法	255
10.12	pH 值测定法	259
10.13	电位滴定法与永停滴定法	262
10.14	非水溶液滴定法	265
10.15	氧瓶燃烧法	268
10.16	氮测定法	271
10.17	氯化物检查法	273
10.18	硫酸盐检查法	275
10.19	硫化物检查法	276
10.20	硒检查法	277
10.21	氟检查法	278
10.22	氰化物检查法	280
10.23	铁盐检查法	281
10.24	重金属检查法	282
10.25	砷盐检查法	286
10.26	铵盐检查法	291
10.27	干燥失重测定法	292
10.28	水分测定法	294
10.29	炽灼残渣检查法	296
10.30	溶液颜色检查法	298
10.31	澄清度检查法	301
10.32	不溶性微粒检查法	303
10.33	粒度与粒度分布测定法	307
10.34	可见异物检查法	311
10.35	残留溶剂测定法	314

10.36 环氧乙烷残留量分析方法	322
第 11 章 药品制剂检验通则	328
11.1 片剂	328
11.2 注射剂	332
11.3 酏剂	335
11.4 栓剂	336
11.5 胶囊剂	337
11.6 软膏剂、乳膏剂、糊剂	339
11.7 眼用制剂	341
11.8 丸剂	346
11.9 植入剂	348
11.10 糖浆剂	350
11.11 气雾剂、粉雾剂、喷雾剂	351
11.12 膜剂	364
11.13 颗粒剂	365
11.14 口服溶液剂、口服混悬剂、口服乳剂	369
11.15 散剂	372
11.16 耳用制剂	375
11.17 鼻用制剂	377
11.18 洗剂、冲洗剂、灌肠剂	379
11.19 搽剂、涂剂、涂膜剂	380
11.20 凝胶剂	381
11.21 贴剂	383
11.22 中药丸剂	384
11.23 中药散剂	389
11.24 中药颗粒剂	390
11.25 中药片剂	391
11.26 煎膏剂(膏滋)	393
11.27 中药糖浆剂	394
11.28 合剂	395
11.29 中药胶囊剂	396
11.30 酒剂	397
11.31 膏药	399
11.32 中药注射液	400

11.33 中药眼用制剂	401
第 12 章 药理学检验方法	403
12.1 无菌检查法	403
12.2 非无菌产品微生物限度检查法	411
12.3 细菌内毒素检查法	429
12.4 热原检查法	435
12.5 异常毒性检查法	436
12.6 降压物质检查法	437
12.7 升压物质检查法	438
12.8 抗生素微生物检定法	439
12.9 过敏反应检查法	449
第 13 章 中药的一般检验方法	451
13.1 中药检验的目的及依据	451
13.2 检验用样品的采取	452
13.3 鉴定记录及结果判断	453
13.4 基源鉴定法	454
13.4.1 鉴定的步骤与方法	454
13.4.2 标本的采集与制备	457
13.4.3 设备、装置	459
13.5 性状鉴定法	459
13.5.1 性状鉴定的内容及描述方法	460
13.5.2 各类药材性状鉴定的注意事项	464
13.6 显微鉴定法	467
13.6.1 仪器、用具	468
13.6.2 标本片的制备	472
13.6.3 显微观察	477
13.6.4 显微测量	478
13.6.5 显微特征的描述	479
13.6.6 显微定位	493
13.6.7 注意事项	493
13.7 理化鉴定	495
13.7.1 理化鉴定的适用范围	496
13.7.2 理化鉴定的方法	496
13.8 中药及其制剂分析的杂质检查与一般质量控制方法	499

13.8.1	水分测定法	499
13.8.2	总灰分和酸不溶性灰分	504
13.8.3	重金属	505
13.8.4	砷盐	505
13.8.5	残留农药	505
13.8.6	中药注射剂有关物质检查法	508
13.9	中药及其制剂的含量测定方法	512
13.9.1	中药含量测定预处理的一般提取方法	512
13.9.2	中药含量测定的一般纯化方法	513
13.9.3	化学分析法	514
13.9.4	分光光度法	517
13.9.5	薄层色谱扫描法	518
13.9.6	高效液相色谱法	519
13.9.7	气相色谱法	519
第14章	常用药品的检验标准与方法	520
14.1	醋酸泼尼松片	520
14.2	六味地黄丸	522
14.3	罗红霉素胶囊	526
14.4	板蓝根颗粒	529
14.5	安宫牛黄散	530
14.6	甲硝唑注射液	533
14.7	半夏糖浆	536
14.8	复方水杨酸酊	538
14.9	九华痔疮栓	539
14.10	克唑隐酮乳膏	540
14.11	双黄连口服液	541
14.12	壬苯醇醚膜	544
14.13	云南白药气雾剂	545
14.14	硝酸异山梨酯喷雾剂	546
14.15	红霉素眼膏	548
14.16	氧氟沙星滴耳液	550
14.17	呋麻滴鼻液	551
14.18	二硫化硒洗剂	552
14.19	吡啶美辛搽剂	553

14.20	林可霉素利多卡因凝胶	554
14.21	吡哌美辛贴片	556
14.22	养心定悸膏	556
14.23	紫金錠	558
14.24	冯了性风湿跌打药酒	559
第 15 章	数据处理与检验报告书写	561
15.1	原始数据的记录和运算	561
15.1.1	原始数据的记录	561
15.1.2	有效数字和数值的修约及其运算	567
15.1.3	检验结果的误差	568
15.1.4	检验结果和检验方法的评价与校正	570
15.1.5	可疑数字的取舍	571
15.2	检验报告书的书写细则	572
15.2.1	检验报告草稿的表头	572
15.2.2	表头栏目的填写说明	572
15.2.3	药品检验报告中检验项目的编排与格式	573
15.2.4	药品检验报告中各检验项目的书写要求	573
15.2.5	药品检验报告书的结论	574
第 16 章	分析化学的现状与展望	575
16.1	分析化学的任务和作用	575
16.2	分析方法的现状与展望	576
16.3	分析仪器的发展趋势	577
16.4	检验室的信息化建设	578
附录		580
1	国际相对原子质量表(附中外名称对照)	580
2	希腊字母表	583
3	罗马数字	584
4	数词头	585
5	国际单位制	585
6	中华人民共和国法定计量单位(GB)	590
7	检验分析中的法定计量单位	591
8	弱酸和弱碱的电离常数(25℃)	593
9	难溶化合物的溶度积常数(18~25℃)	594
10	配位化合物稳定常数(18~25℃)	596

11 标准电极电位(18~25℃).....	597
12 重量分析换算因数.....	599
13 滴定分析换算因数.....	600
14 常用稀酸和稀碱的配制.....	602
15 常用试纸的制备.....	602
16 酸、碱、盐的溶解性表(20℃).....	603
17 常用酸、碱溶液的浓度和密度(20℃).....	604
18 液体相对密度与波美度对照表.....	606
19 滴定分析(容量分析)用标准溶液的配制与标定(摘自 GB601-88).....	608
20 缓冲溶液的配制.....	626
21 定量和定性化学分析滤纸的规格.....	626
22 可燃性气体的燃点和混合气体的爆炸范围(1.01×10^5 Pa).....	627
23 常见无机化合物的相对分子质量.....	628
参考文献.....	633

第 1 章

药品检验人员的工作职责

1.1 药品检验人员的工作职责

1. 药品检验人员必须对人民健康有高度的责任感,同时必须有高度的药品质量意识,要认识到药品质量是医药企业一切活动的核心,是企业的生命。而药品检验是企业生产的“眼睛”,要认真把好药品生产质量关,为企业的生存、发展,为人民的安全用药做好检验工作。

2. 药品检验人员要有严密的科学态度,要熟练掌握药品检验实验室的安全知识,熟悉药品检验的基础业务知识,熟悉常用仪器设备的性能和使用方法,熟悉有关试剂的理化性质,能独立完成药品检验工作,遇到药品检验技术上的问题时,能运用所学的知识及时解决问题。

3. 工作时应做到细心、耐心、专心,检验开始前应全面了解有关药品检验的质量标准、检验方法,做好充分准备工作,培养良好的工作习惯,养成严谨细致的科学作风。

4. 药品检验工作必须严格按照请验、取样、检验、报告、结果判定等有关操作规范进行。规范各项记录,确保做到检验的准确性、公正性和权威性。

5. 药品检验人员上岗前需经过专业技术培训,具有基础理论知识和实际操作技能,经考核合格后,由相关部门发放药品检验人员上岗证后方可上岗从事药品检验工作。

1.2 药品检验工作的意义

1. 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、用法和用量的物质,包括中药材、中药饮片、中成药、化学原料药及其制剂、抗生素、生物化学药品、放射性药品、血清、疫苗、血液制品和诊断药品等。

2. 药品的质量与临床治疗效果和人类的健康水平密切相关,因此控制药品的质量对于促进人民健康,提高生活质量具有重要意义。而药品检验是保证药品质量的重要环节,并为药品在生产、销售、使用和研究过程中的监督管理提供了重要的技术支撑。

3. 药品检验是一项技术性很强的工作,因此,准确、熟练掌握药品检验的方法与提高药品检验的技术水平对于保证药品质量十分重要。随着现代科学技术的迅速发展,新技术和新方法在药品检验工作领域中得到了广泛使用。光谱、色谱和生物技术等在药品检验中的推广使用,使药品检验的技术性愈来愈强,方法的准确性不断提高。因此,规范药品生产企业检验员的操作,提高检验员的检验技术水平,更新药品检验知识,对于保证药品质量和人民用药安全性及有效性具有重要意义。