

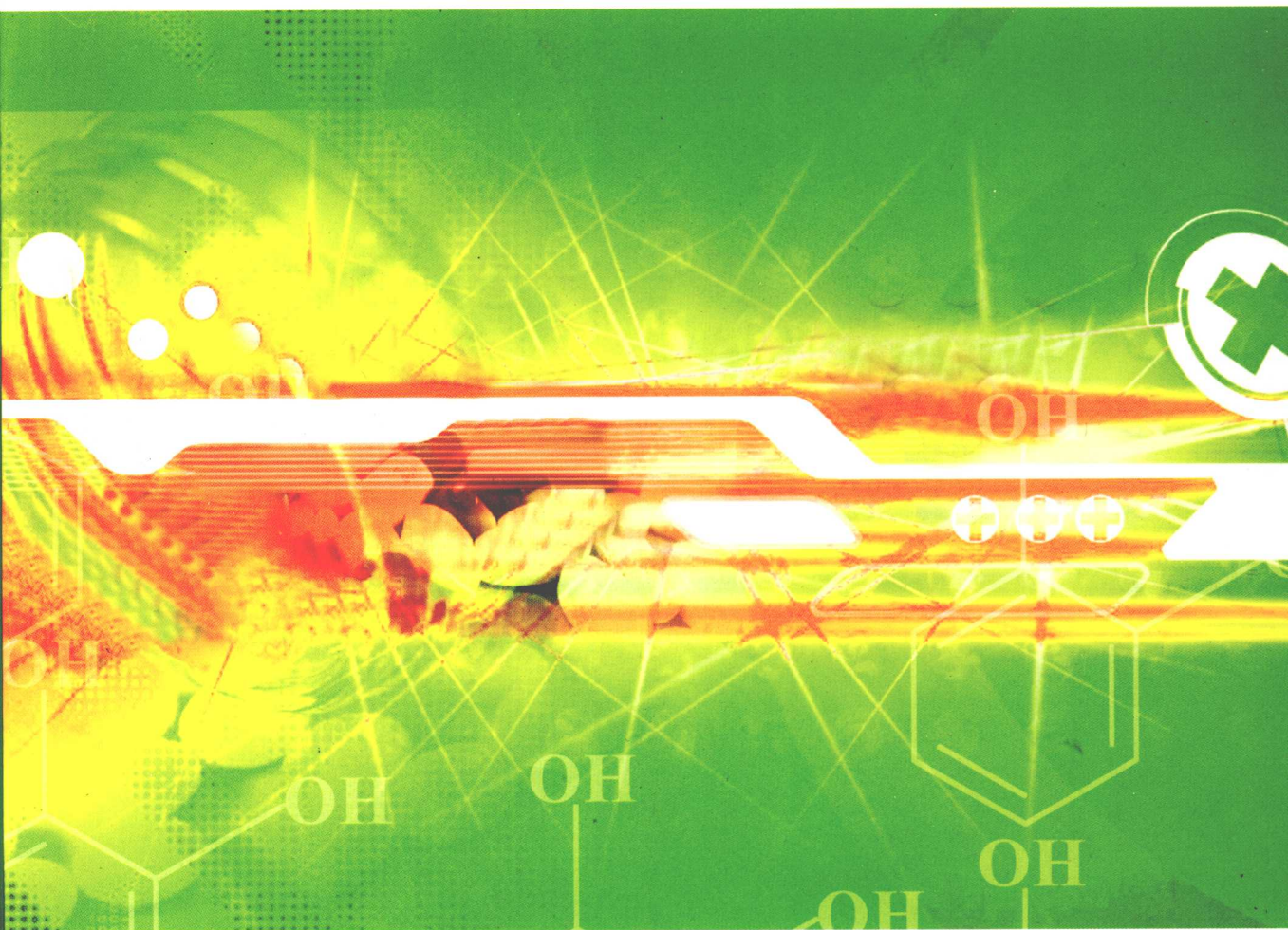


普通高等教育“十一五”国家级规划教材
全国高职高专药学类专业规划教材

药 物 分 析

(第二版)

主编 张士清



普通高等教育“十一五”国家级规划教材
全国高职高专药学类专业规划教材

药 物 分 析

(第二版)

主 编 张士清

副主编 卓 菊 孙国兵

编 委 (按姓氏汉语拼音排序)

崔 蓉 金华职业技术学院医学院

李辉敏 九江学院医学院

刘清新 沧州医学高等专科学校

马 虹 贵阳护理职业学院

马廷升 怀化医学高等专科学校

蒲强红 乐山职业技术学院

孙国兵 贵阳护理职业学院

唐 倩 重庆医药高等专科学校

于 森 沈阳药科大学高等职业技术学院

张士清 中国药科大学高等职业技术学院

卓 菊 广东食品药品职业学院

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

本书为全国高等医药学校高职高专药学类专业规划教材之一。全书共17章,主要围绕化学结构已经明确的合成药物和天然药物及其制剂、有代表性的中药制剂和生化药物质量分析及体内药物分析,主要介绍了药物的结构与性质、鉴别试验、杂质检查和含量测定,培养学生从药物的结构、性质、分析方法的关系中找出规律性内容。书中还介绍了一些国外药典和药品质量标准的制定的内容,既开拓学生的视野,又了解当今医药的新动态。

本书可供高职高专药学、药剂学、中药学、制药工程、制剂工程、医药市场营销等专业师生使用。

图书在版编目(CIP)数据

药物分析/张士清主编.—2版.—北京:科学出版社,2009

普通高等教育“十一五”国家级规划教材·全国高职高专药学类专业规划教材

ISBN 978-7-03-025732-1

I. 药… II. 张… III. 药物分析-高等学校:技术学术-教材 IV. R917

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第176024号

责任编辑:魏雪峰/责任校对:陈玉凤

责任印制:刘士平/封面设计:黄超

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>

新蕾印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2005年7月第一版 开本:787×1092 1/16

2009年9月第二版 印张:22

2009年9月第四次印刷 字数:545 000

印数:8 001—12 000

定价:49.00元

如有印装质量问题,我社负责调换

第2版编写说明

本书为全国高等医药学校高职高专药学类专业规划教材《药物分析》第2版,本次再版在保持第1版特色和优势的基础上,强调适应药学高职高专教育、教学的发展趋势,体现“以就业为导向,以能力为本位,以发展技能为核心”的职业教育培养理念,强调理论知识“必须、够用”,强化技能培养,突出实用性,真正体现“以学生为中心”的教材编写理念,特在每章正文内容之外设学习目标、链接、案例或工艺流程、小结、目标检测,在书后附实习指导、目标检测题参考答案、大纲,并配课程全部教学内容的课件。

全书共17章,包括6个方面的内容:药物分析通论、药典概况、药物分析各论,各种制剂分析、体内药物分析和药品质量标准的制定。药物分析各论全面介绍药物的结构与性质、鉴别试验、杂质检查和含量测定,其分析方法主要采用《中国药典》(2005年版)的方法。

本书注重讲解如何根据药物的化学结构与理化特性确定分析方法,注意培养学生的实际操作能力。通过学习本课程,可以使学生树立药品质量第一观念,掌握常用药物的鉴别、检查及含量测定的原理和操作技术,并能根据药品质量标准独立完成常用药品质量检验工作。同时,为了开拓学生视野,书中也介绍了其他国家药典的方法。

本书内容及其组合是一种尝试,限于编者水平,书中有疏漏和错误之处,恳请读者批评指正。

全书编写人员如下:第1章张士清(中国药科大学高等职业技术学院),第2章、第17章卓菊(广东食品药品职业学院),第3章、第6章刘清新(沧州医学高等专科学校),第4章、第12章唐倩(重庆医药高等专科学校),第5章崔蓉(金华职业技术学院医学院),第7章、第14章孙国兵(贵阳护理职业学院),第8章马虹(贵阳护理职业学院),第9章、第10章蒲强红(乐山职业技术学院),第11章马廷升(怀化医学高等专科学校),第13章于森(沈阳药科大学高等职业技术学院),第15章、第16章李辉敏(九江学院医学院)。

本教材可供药学、药剂学、中药学、制药工程、制剂工程、医药市场营销等专业使用。

第1版编写说明

本书为21世纪高职高专系列教材,是本着以就业为导向,以能力为本位的宗旨新开发的专业课程教材。充分体现“实用为本,够用为度”的特点以适应新形势下高等职业技术教育的需要,满足社会对药学职业能力的需求。可供药学、药剂学、中药学、制药工程、制剂工程、医药市场营销等专业使用。

全书共17章,包括6个方面的内容:药物分析概况、药典概况、药物分析各论、各种制剂分析、体内药物分析和药品质量标准的制定。药物分析各论全面介绍药物的结构与性质、鉴别试验、杂质检查和含量测定,其分析方法主要采用《中国药典》(2000版)的方法。本书注重讲解如何根据药物的化学结构与理化特性确定分析方法,注意培养学生的实际操作能力。通过学习本课程,可以使學生树立药品质量第一观念,掌握常用药物的鉴别、检查及含量测定的原理和操作技术,并能根据药品质量标准独立完成常用药品质量检验工作。同时,为了开拓学生视野,书中也介绍了其他国家药典的方法。本书所辑内容及其组合是一种尝试,限于编者水平,书中难免有疏漏和错误之处,恳请读者批评指正。陈明琪老师完成了“抗生素类药物分析”一章的编写,陈娟老师完成了全书的文字及结构式输入,对他们的工作表示真挚的感谢。

编者

2005年2月

目 录

第1章 药物分析概况	(1)
第1节 药物分析的性质与主要任务	(1)
第2节 药品的质量和质量标准	(2)
第3节 药品检验工作的基本程序	(4)
第4节 药物分析中常用的分析方法	(7)
第5节 药物分析课程的学习要求	(9)
第2章 药典概况	(11)
第1节 科学全面控制药品的质量及管理	(11)
第2节 《中国药典》沿革	(12)
第3节 2005年版《中国药典》	(13)
第4节 主要国外药典简介	(19)
第3章 药物的鉴别	(25)
第1节 药物鉴别的试验项目	(25)
第2节 鉴别方法	(30)
第3节 鉴别试验条件	(34)
第4节 鉴别试验的专属性和灵敏度	(34)
第4章 药物的杂质检查	(38)
第1节 药物的杂质及其来源	(38)
第2节 药物的杂质检查方法	(39)
第3节 一般杂质检查	(41)
第4节 特殊杂质检查	(53)
第5章 芳酸及其酯类药物的分析	(61)
第1节 水杨酸类药物的分析	(62)
第2节 苯甲酸类药物的分析	(73)
第3节 其他芳酸类药物的分析	(79)
第6章 胺类药物的分析	(88)
第1节 对氨基苯甲酸酯类药物的分析	(88)
第2节 酰胺类药物的分析	(97)
第3节 苯乙胺类药物的分析	(102)
第4节 丙胺类药物的分析	(109)
第7章 巴比妥类药物的分析	(117)
第8章 磺胺类药物的分析	(127)
第9章 杂环类药物的分析	(136)
第1节 吡啶类药物的分析	(136)
第2节 吩噻嗪类药物的分析	(142)

第3节 苯并二氮杂卓类药物的分析	(148)
第4节 喹诺酮类药物的分析	(152)
第5节 咪唑类药物的分析	(155)
第10章 生物碱类药物的分析	(162)
第1节 苯烃胺类药物的分析	(162)
第2节 托烷类药物的分析	(164)
第3节 喹啉类药物的分析	(167)
第4节 异喹啉类药物的分析	(169)
第5节 吲哚类药物的分析	(171)
第6节 黄嘌呤类药物的分析	(172)
第7节 含量测定	(174)
第11章 甾体激素类药物的分析	(186)
第12章 维生素类药物的分析	(208)
第1节 维生素A的分析	(208)
第2节 维生素D的分析	(214)
第3节 维生素E的分析	(216)
第4节 维生素B ₁ 的分析	(219)
第5节 维生素C的分析	(222)
第13章 抗生素类药物的分析	(230)
第1节 概述	(230)
第2节 β -内酰胺类抗生素的分析	(231)
第3节 氨基糖苷类抗生素的分析	(240)
第4节 四环素类抗生素的分析	(246)
第14章 药物制剂分析	(255)
第1节 概述	(255)
第2节 片剂分析	(257)
第3节 注射剂的分析	(262)
第4节 胶囊剂、颗粒剂和软膏剂的分析	(267)
第5节 复方制剂分析	(270)
第6节 医院制剂分析	(271)
第15章 中药制剂和生化药物分析简介	(281)
第1节 中药制剂分析简介	(281)
第2节 生物药物分析简介	(294)
第16章 体内药物分析简介	(303)
第1节 概述	(303)
第2节 样品的种类、采集与贮存	(305)
第3节 样品的制备	(307)
第4节 常用体内药物分析方法与应用	(311)
第17章 药品质量标准的制定	(317)
第1节 概述	(317)

第2节 药品质量标准制定的主要内容	(318)
第3节 药品质量标准的起草说明	(322)
实习指导	(328)
参考文献	(336)
《药物分析》教学基本要求	(337)
目标检测选择题参考答案	(340)

第1章 药物分析概况



1. 掌握药物分析的定义、研究对象、主要内容和主要任务
2. 掌握药品检验工作的依据和程序
3. 了解药物分析的发展趋势

第1节 药物分析的性质与主要任务

一、药品与药物分析

1. 药品 药品不同于一般产品,是用于预防、治疗、诊断人的疾病,有目的调节人的生理功能,并规定有适应证和用法用量的物质,包括化学原料药、抗生素、生化药品及其制剂、放射性药品、血清疫苗、血液制品、诊断药品、中药材和中成药等。

2. 药物分析 药物分析是研究药物及其制剂的组成、理化性质、真伪鉴别、纯度检查和有效成分含量测定等内容的一门学科。

药物分析是药学领域的一个重要组成部分,是药学专业的一门专业课程,主要是运用化学、物理化学或生物化学的方法和技术,研究化学结构已经明确的合成药物或天然药物及其制剂的质量控制方法,也研究有代表性的中药制剂和生化药物及其制剂的质量控制方法,从各个环节全面地控制和不断提高药品的质量,以保证人民用药安全、合理、有效。

二、药物分析的主要任务

1. 对药品质量进行检验分析 为确保药品的质量,应严格按照国家规定的药品质量标准,对药品进行严格的分析检验,做出真伪与优劣的判断,提供能否供药用的依据,以确保用药安全与有效。因此,许多国家设有专门负责药品检验的法定机构,如中国药品生物制品检定所,省、市(县)各级药品检验所,药厂、医药公司、医院药剂科质量检验部门等,对药品质量进行各个环节的层层把关。

2. 对药品的生产过程进行质量控制 任何药物的质量形成都是生产出来的,而不是单纯检验出来的。为了全面控制药品质量,必须对药物的生产过程进行质量控制。因此,应积极开展药品从原料到成品的生产全过程的质量分析检验工作,不断促进生产工艺改进,提高药品的质量,提高药品质量的科学管理水平,以保证为临床提供优质的药品。

3. 对药品贮存过程的质量进行监督与控制 药物分析工作应与药品供应部门密切协作,对药品贮存过程的质量进行观察、检测与养护,以便采取科学合理的贮藏条件和管理方法,以确保药物的疗效与安全。

4. 积极开展临床药物分析 药品质量的优劣和临床用药是否合理,直接影响临床疗效。为了保证临床合理用药,应积极开展临床药物分析,即体内药物分析工作。临床药物分析包括

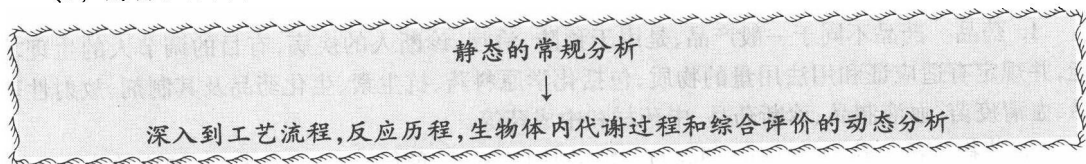
①运用适当的分离分析方法,测定药物制剂的生物利用度以及动力学数据;②研究药物在人体内的吸收、分布、生物转化和排泄过程,有利于更好地指导临床用药,减少药物的不良反应;③研究药物的作用机制,为寻求开发疗效更好、毒性更小的新药提供信息。

三、分析新技术的应用

追踪国际分析新技术的发展前沿,改进和自主开发质量控制平台和分析技术,以使我国药品质量研究与世界同步,进而达到药品标准的国际化

四、药物分析的发展趋势

- (1) 新剂型制剂的分析。
- (2) 新化学合成品的结构确认。
- (3) 天然产物活性成分结构确认。
- (4) 中药及其复方制剂质量的综合评价。
- (5) 药物在体内动力学过程及代谢产物的研究。



第2节 药品的质量和质量标准

药品的质量直接关系到人民的身体健康与生命安全。故只有质量合格的药品才能供药用,不合格的药品一律不得使用。每个药学工作者及医务工作者必须牢固地树立药品质量第一的观点。

一、药品质量

评价药品的质量应从以下两方面考虑:

1. 药物的疗效和不良反应 合格的药品应有肯定的疗效,尽量小的毒性及副作用。一般疗效好的药物,应在治疗剂量范围内不产生严重的毒性反应,不良反应较小,不影响疗效。

2. 药物的纯度 指药物的纯净程度,又称药用纯度或药用规格。由于药物的纯度会影响药物的疗效和毒副作用,故药物必须达到一定的纯度标准,才能安全有效以供药用。

药物中的杂质指药物在生产和贮存过程中可能引入的除药物以外的其他化学物质。杂质的存在,有的能引起生理危害性,产生毒副作用。例如,乙醚在麻醉中的过氧化物及醛对呼吸道有刺激性,能引起肺水肿及肺炎等,严重时甚至引起死亡。有的影响药物的稳定性,促使其氧化变质,如阿司匹林中引入水分能促使其水解失效。

药品的纯度可由药物的性状、物理常数、杂质限量、有效成分的含量、生物活性、毒性实验等方面来体现,这些均能反映出药品的质量。

药品质量标准即药物质量标准中的检查项目,多是对药品中一些指明的主要杂质的控制检查,是反映药物纯度的一个重要方面。但必须结合鉴别、含量测定等全面综合,才能评价药物的纯度。

二、药品的质量标准

在一个国家内,药品的质量应该有一个统一的规定,这个统一的规定就是国家药品质量标准,即药物质量标准。药品的质量标准是国家对药品的质量规格和检验方法所做的技术规定,对保证药品质量、促进药品生产和管理,确保用药的安全与有效均有极其重要的作用。药品的质量标准是药品现代化生产和质量管理的重要组成部分,是药品生产、供应、使用和监督管理部门必须遵循的法定技术依据,具有法律的约束力,也是药品生产和临床用药水平的重要标志。我国制定药品质量标准的指导思想:中药标准立足于特色,西药标准立足于赶超。

(一) 我国现行的药品质量标准为国家药品标准

1. 《中华人民共和国药典》简称《中国药典》(Chinese Pharmacopeia 简称 Ch. P),是由国家药典委员会编纂,经国家食品药品监督管理局批准颁布实施的,记载药品质量标准的国家法典。它是药品质量要求的准则,具有全国性的法律约束力。《中国药典》中收载的是防病、治病必需,疗效肯定、不良反应小、有一定的标准规定能控制或检定质量的品种以及确能反映我国医药科研成果的新药。

2. 国家食品药品监督管理局颁布的药品标准 该标准简称《局颁标准》。列入《局颁标准》的品种有①国家食品药品监督管理局审核批准的药品包括新药、仿制药品和特殊管理的药品等;②上版《中国药典》收载而现行版未列入的,疗效肯定,国内几省仍生产、使用并需修订的药品。国家食品药品监督管理局制定的《局颁标准》,也具有全国性的法律约束力。

除国家药品标准外,目前尚有各省、自治区、直辖市的《地方标准》,收载的药品均是国家药品标准中未收载的地方标准品种,多是本辖区使用较多、疗效较好、生产较稳定的品种,在辖区内具有法律的约束力。但由于各地生产水平参差不齐,往往同一品种,不同地区制定的标准存在差异,扩大国家标准药品的收载范围,减少地方标准,以利于标准的统一和水平的提高。

药品只有合格和不合格两种,以药品质量标准为准绳来判断。凡属药品质量标准收载的药品,其质量不符合标准规定的为不合格药品,均不得生产、不得出厂、不得使用。制造与供应不符合药品质量标准的药品是违法行为,将依据《中华人民共和国药品管理法》追究相应的责任,对构成犯罪的将依法追究刑事责任。

目前,世界上许多国家都编了本国的药典。可供药物分析参考的国外药典主要有《美国药典》(The Pharmacopeia of the United States of American,简称 USP)、《英国药典》(British Pharmacopeia,简称 BP)、《日本药局方》(简称 JP)等。另外,还有区域性药典如《北欧药典》、《欧洲药典》和《亚洲药典》等,世界卫生组织(WTO)还编了《国际药典》(The International Pharmacopeia,简称 Ph Int)。

作为药物分析工作者,应正确地理解与使用药品质量标准,熟练地掌握药物分析方法、原理和操作技能。

随着科学技术的发展、生产工艺技术的提高,药品质量标准在经过一段时间的应用后,可根据具体情况,修订原有质量标准。有关药品质量标准制定的内容本书将在后面章节中介绍。

自2001年12月1日起施行的《中华人民共和国药品管理法》中第32条规定“药品必须符合国家药品标准”。明确取消了地方药品标准。从2001年12月1日起至2002年11月30日,国家食品药品监督管理局对《药品管理法》修订前按照当时实行的地方药品标准批准生产的药品品种,逐个进行审查,经审查,对符合《中华人民共和国药品管理法》有关规定的,纳入国家药品标准,可以继续生产;对不符合规定的,立即停止该品种的生产并撤销其批准文号。

《药品法》第12条

药品生产企业必须对其生产的药品进行质量检验；不符合国家药品标准或者不按照省、自治区、直辖市人民政府药品监督管理部门制定的中药饮片炮制的，不得生产，不得出厂，不得销售。

链接

(二)《中国药典》的基本结构和内容

《中华人民共和国药典》为我国药典的全称，简称《中国药典》，其后用括号注明是哪一年版，如最新的药典可表示为《中国药典》(2005年版)，如用英文表示 Chinese Pharmacopeia，缩写为 Ch. P。药典的内容一般分为凡例、正文、附录和索引4部分。

1. 凡例(General notices) 解释和使用《中国药典》，正确进行质量鉴定的基本原则，并把与正文品种，附录及质量检查有关的共性问题加以规定，避免在全书中重复说明。

2. 正文(Monographs) 是药典的主要内容，记载了药品或制剂的质量标准。主要包括品名(中文名，汉语拼音名与英文名)、结构式、分子式与分子量、来源或有机药物的化学名称、含量或效价规定、处方、制法、性状、鉴别、检查和含量测定等

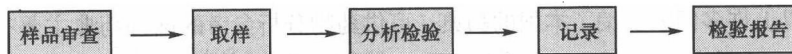
3. 附录(Appendix) 包括制剂通则，通用检测方法和指导原则。按分类编码，共归纳为19类，即制剂通则、一般杂质检查方法、一般鉴别试验、有关物理常数测定法、试剂配制法以及色谱法、光谱法等内容。

4. 索引(Index) 中文索引(汉语拼音索引)和英文名称索引。

第3节 药品检验工作的基本程序

药品检验工作是药品质量控制的重要组成部分，其目的是保证人民用药安全、有效、合理。因此，药物分析工作者必须树立药品质量第一观念，具备高度的责任感，养成严谨求实的科学态度和工作作风，具有熟练、正确的操作技能，从而保证药品检验工作的公正性和客观性。

药品检验工作的基本程序如下：



一、样品审查

在收到送检样品后，应对样品进行全面审查，如样品数量、包装情况、外观性状、检验目的等。确定检验的依据，即药品质量标准(如《中国药典》)正确理解药品质量标准规定的检验项目和方法，然后再进行分析。

二、取 样

分析任何药品首先需要取样。要从大量的样品中取出能代表试样整体质量的小量样品进行分析，应特别注意样品的代表性与真实性，否则失去了检验的意义。

取样的基本原则是科学、均匀、合理。如固体原料药的取样,需用取样探子等。

· 取样量 设样品总件数为 x

当 $x \leq 3$ 时,每件取样

当 $x \leq 300$ 时,按 $\sqrt{x} + 1$ 随机取样

当 $x > 300$ 时,按 $\sqrt{x/2} + 1$ 随机取样

三、分析检验

分析检验时必须按照药品质量标准中规定的项目严格、准确的操作,并做出正确的判断。分析检验的内容主要包括鉴别、检查、含量测定3方面。

1. 鉴别(Identification) 鉴别是根据药物的组成、化学结构与理化性质进行试验,包括外观性状、物理常数的测定及鉴别试验如化学鉴别、光谱鉴别和色谱鉴别等。通过分析核对,鉴别其真伪,得出“是”与“否”的结论。

选用鉴别方法的原则,必须准确、灵敏、简便、快捷、能准确无误地做出结论。在鉴别时,对某一药品不能以一个鉴别试验作为判断的唯一的依据,同时须考虑其他有关项目的试验结果,全面考察才能得出结论。

例:苯甲酸

[性状] 本品为白色有丝光的鳞片或针状结晶或结晶性粉末;质轻;无臭或微臭;在热空气中微有挥发性;水溶液显酸性反应。

本品在乙醇、氯仿或乙醚中易溶,在沸水中溶解,在水中微溶。

熔点 本品的熔点(附录IV C)为 $121^{\circ}\text{C} \sim 124.5^{\circ}\text{C}$ 。

[鉴别] (1) 取本品约0.2g,加4%氢氧化钠溶液15ml,振摇,过滤,滤液中加三氯化铁试液2滴,即生成赭色沉淀。

(2) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集233图)一致。

2. 检查 药品的鉴别结果符合规定后,按照药品质量标准规定的检查项目逐一进行试验。《中国药典》检查项目下包括药物的有效性、均一性、纯度要求和安全性4方面。

药品的有效性,是以动物试验为基础,最终以临床疗效评价。药品的均一性,主要指制剂含量的均匀性,溶出度或释放度的均一性,装量差异及生物利用度的均一性。药品的安全性指异常毒性、降压物质、热源、细菌内毒素、无菌等。药品的纯度要求指对各类杂质的检查纯度要求即药物的杂质检查,亦称限度检查、纯度检查(detection of impurities)及主药的含量测定。本教材所述检查是指纯度检查。

药品中的杂质按其存在的情况可以分为一般性杂质和特殊性杂质,药物中杂质的检查是利用药品与杂质的物理性质、化学性质、物理化学性质及生物活性等差异进行检查的。

3. 含量测定(assay) 药品在通过鉴别无误、检查项目合格的基础上,进行含量测定。含量测定就是测定药物中有效成分的含量,不但能反映药物的纯度,而且也是保证药物疗效的一个重要环节。

含量测定常用化学分析法或物理分析法,通过测定药品中主要有效成分的含量,以确定药品含量是否符合药品标准的规定要求。

综上所述,鉴别是用来判断药物的真伪,而检查和含量测定则用来判断药物的优劣。判断

一个药品的质量是否符合要求,必须全面考虑,药品的鉴别、检查和含量测定的各项检查结果都应符合规定,才为合格品,若有任何一项与规定不符合,则为不合格品。

四、记 录

药品检验记录必须真实、完整、科学,检验记录包括供试品名称、批号、数量、来源(送检或抽检单位)、取样方法、包装情况、外观性状、检验目的、检验依据、收到日期、报告日期等逐一写清楚。在检验过程中应将观察到的现象、操作步骤、检验数据、结果、结论、处理意见等完整书写,不得涂改。如果记录写错,应将错处划出(用钢笔划),并在其旁边改正。记录本应妥善保存规定时间,以供备查。

涂改方式:划两条细线,在右上角写正确数字,并签名

检验记录(省略上半页)

[性状] 白色粉末 符合规定

[鉴别] 样 0.2g + 1 滴 NaOH T. S. → 黑色 ↓ 符合规定

[检查] 溶液颜色 $A_{440} = 0.02$ 符合规定

炽灼残渣 6# 16.5572g + 样 1.0124g →
700℃ → 放置 45' → 17.5693g

$\frac{16.5572 + 1.0124 - 17.5693}{1.0124} \times 100\% = 0.03\%$ 符合规定

[含量测定] 碘液 0.1026mol/L

9.8425

-9.6347

0.2078

0.00 → 22.95ml

$\frac{22.95 \times 0.008806 \times 0.1026}{0.2078 \times 0.1} \times 100\% = 99.8\%$ 符合规定

记录完成后,需复核。复核后的记录,属内容和计算错误的,由复核人负责;属检验操作错误的,由检验人负责。

品名 包装规格

批号 厂牌来源

数量 取样日期

取样数量 报告日期

检验依据

检验记录

结论

复核人 检验人

例 检验报告书(省略上半页)

检验项目 检验标准 检验结果 检验结论

[性状] 应白色粉末 白色粉末 符合规定

[鉴别] 应生成黑色↓ 生成↓黑 符合规定

[检查]

溶液颜色 $A_{440} \leq 0.07$ $A_{440} = 0.02$

符合规定

炽灼残渣 $\leq 0.1\%$ 0.03%

符合规定

[含量] $\geq 99.0\%$ 99.8%

符合规定

结论

本品经检验符合《中国药典》(2005年版)规定。

负责人 罗红 复核人 罗红 检验人 张杰

结论

1. 全面检验均符合质量标准。如:

本品为“维生素C”;符合《中国药典》(2005年版)的规定。

2. 全面检验后有个别项目不符合规定,但尚可药用。

本品为“葡萄糖”;检“乙醇溶液的澄清度”不符合规定,其他各项检验均符合《中国药典》(2005年版)的规定。认为可改作“口服葡萄糖”用,但不得供制备注射剂用。

3. 全面检验后不合药用者,或虽未全面检验但主要项目不合规定,可作不得供药用处理。如:

本品为“葡萄糖注射液”,其热原检查不符合《中国药典》(2005年版)的规定,不得供药用。

4. 根据送检者要求,仅作个别项目检验者。如:

本品(维生素B₁₂注射液)的pH值为5.5,检“pH值”符合《中国药典》(2005年版)的规定。

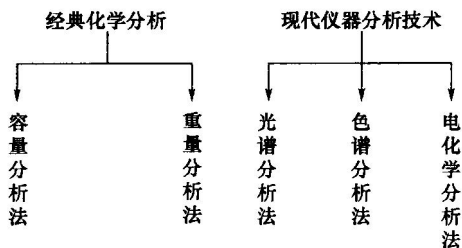
pH值 应为4.0~6.0

五、检验报告

根据分析检验的结果,写出检验报告书。报告书中主要内容有检品名称、数量、外观性状、检验目的、检验依据、检验结果、报告日期、检验人员和复核人员的签章、结论等。检验报告必须明确、肯定、有依据。要做出“符合某规定”或“不符合某规定”的结论。

检验报告上必须有检验者、复核者及部门负责人签名或盖章,签名或盖章应写全名,否则无效。

第4节 药物分析中常用的分析方法



(一) 经典化学分析

1. 容量分析法(滴定分析法) { 酸碱滴定法
氧化还原滴定法
络合滴定法
沉淀滴定法
非水溶液滴定法

优点:精密度好、操作简便、快速、结果准确。

缺点:专属性差。

原料药含量测定首选方法。

2. 重量分析法

优点:精密度好、准确度高、快速、结果准确。

缺点:专属性差、样品量大、操作较繁、需时较长。

在不能采用容量分析法测定原料药的含量时,再考虑重量分析法。

(二) 现代仪器分析技术

1. 光谱分析法 { 紫外—可见分光光度法(UV—Vis)
红外分光光度法(IR)
原子吸收分光光度法(AAS)
原子发射分光光度法(AES)
荧光分析法

(1) 紫外分光光度法

优点:灵敏度高、操作简便、样品用量少。

缺点:准确度不如重量法、容量法、专属性差。

主要用于测定含量低的制剂。

(2) 可见分光光度法

优点:灵敏度高、操作简便、样品用量少。

缺点:准确度不如重量法、容量法、专属性差。

用于测定有色物质或经显色、反应生成颜色的物质。

2. 色谱分析法 { 高效液相色谱法(HPLC)
气相色谱法(GC)
薄层色谱法(TLC)

特点:兼备分离分析功能,对复杂样品分析有利。

(1) HPLC 法

优点:分离度高、灵敏度好、样品用量少、重复性好,定量、鉴别同时进行。

缺点:准确度不如重量法、容量法。

1) 主要用于制剂、复方制剂含量测定。

2) 用于原料药多组分或杂质干扰时的含量测定。

3) 抗生素、激素类药物的测定。

(2) GC 法

优点:分离度高、灵敏度好、样品用量少、重复性好。

缺点:适用于分析易气化或能被衍生化的样品。

主要用于原料药中残留溶剂和挥发性杂质的检查。

3. 电化学分析法

- 电导法
- 电位法
- 电解法
- 伏安法

红外(IR)、磁共振(NMR)、质谱法(MS)、高效毛细管电泳(HPCE)及各种联用技术。如电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP—AES)、气—质联用(GC—MS)、液—质联用(HPLC—MS)、傅里叶变换—红外分光光度法(FT—IR)、傅里叶变换—磁共振(FT—NMR)、傅里叶变换—质谱法(FT—MS)。

第5节 药物分析课程的学习要求

- (1) 掌握药典的基本组成并能正确使用。
- (2) 掌握药物的鉴别、检查和含量测定的基本规律与基本方法。
- (3) 能从药物的结构出发,运用化学的、物理化学的以及其他的必要技术与方法进行质量分析。
- (4) 掌握化学制剂分析的特点及基本方法。
- (5) 掌握药物质量标准制定的基本原则、内容与方法。

药物分析参考书

《药物分析》刘文英主编
《现代药物分析选论》安登魁主编
《药物分析及应用》马广慈主编
《生物药物分析》曾经泽主编
《体内药物分析》姚彤炜主编
《中药制剂分析》魏璐雪主编
《药物分析》(杂志)
《药学学报》(杂志)
《中草药》(杂志)
《沈阳药科大学学报》(杂志)
《中国药科大学学报》(杂志)
《中药材》(杂志)
Journal of Chromatography B
Journal of Chromatographic Science
Biomedical Chromatography
Journal of Pharmaceutical and biomedical Analysis
Chromatographic
Analytical Biochemistry (ABC)
Planta medica