

# 医疗机构制剂检验 基本操作指南

Basic Operation Guide

for Analysing Preparations  
Made from Hospitals

主编 ◆ 周国华 傅小英



人民军医出版社

PEOPLE'S MILITARY MEDICAL PRESS

# 医疗机构制剂检验 基本操作指南

Basic Operation Guide

For Quality Control Preparation  
Units from Hospitals

2014年12月第1版



中国医药出版社  
CHINA MEDICAL SCIENCE PRESS

# 医疗机构制剂检验基本操作指南

Basic Operation Guide for Analysing Preparations Made from Hospitals

主 编 周国华 傅小英

副主编 章杰兵 张晓丹

主 审 古卓良

编 者 (以姓氏笔画为序)

卜 莹	古卓良	伍小勇	张心悦
张晓丹	武海萍	杭 娟	金 丽
周国华	赵春玲	贾沪宁	黄 欢
章杰兵	阙宁宁		



人民军医出版社

PEOPLE'S MILITARY MEDICAL PRESS

北 京

---

**图书在版编目(CIP)数据**

医疗机构制剂检验基本操作指南/周国华,傅小英主编. —北京:人民军医出版社,2012.1  
ISBN 978-7-5091-5092-4

I. ①医… II. ①周… ②傅… III. ①医疗卫生组织机构—制剂—检验—指南 IV. ①R943-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 275840 号

---

策划编辑:张怡泓      文字编辑:谢秀英      责任审读:余满松  
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)51927285  
网址:[www. pmmp. com. cn](http://www.pmmp.com.cn)

---

印刷:京南印刷厂      装订:桃园装订有限公司  
开本:787mm×1092mm 1/16  
印张:15.75      字数:377千字  
版、印次:2012年1月第1版第1次印刷  
印数:0001—2500  
定价:99.00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



## 主编简介

### Introduction to the Author

**周国华**，男，1964年12月生，江苏省通州市人，1982年9月入伍，1998年6月在清华大学获博士学位。以高级访问学者的身份在日本留学5年。现任南京军区疾病预防控制中心副主任兼南京军区联勤部药品仪器检验所所长、研究员。兼任全军药学会常委，全军药物分析与药物代谢专业分会主任委员，南京军区药理学会主任委员，江苏省药学会常务理事，南京大学兼职教授，中国药科大学、南京医科大学、第三军医大学博士生导师等职。为全军“122”工程学科带头人、江苏省医学重点人才、南京军区“334”工程领军人才、江苏省“科教兴卫”医学领军人才。主要从事药物分析和分子诊断新技术研究，共发表SCI期刊论文48篇（IF>5的有11篇）。获省部级科技进步二等奖4项。获得中国发明专利6项、新药证书4本。共承担国家、省部级科研课题21项。先后获江苏省有突出贡献的中青年专家、江苏省青年科技奖、军区优秀中青年科技人才等荣誉。



## 主编简介

---

Introduction to the Author

**傅小英**，女，50岁，新疆人，副主任药师，国家实验室计量认证评审员，总后卫生部师职助理员，1989年毕业于新疆医科大学药学专业，长期在药品监督、检验和供应管理一线工作，具备丰富的实践经验。承担军队科研项目3项，发表学术论文20余篇，获军队科技进步三等奖2项，组织编写多期《全军药材监督管理文件汇编》，担任全军药学专业委员会药物分析分会副主任委员等学术任职。

## 内 容 提 要

本书以 2010 年版《中华人民共和国药典》附录收录的与制剂检验相关项目和方法为重点,系统介绍了药品检验实验室的基本要求和安全管理,制剂检验的方法原理、操作步骤、注意事项、操作示例、检验记录、问题处理等内容。本书内容丰富,图文并茂,科学性和实用性强,可帮助药学工作者和有关人员正确掌握药品检验操作。

# 序

用药安全事关重大。药品制剂的检验把关是保证用药质量和安全的第一道关口。

近年来,军队各级药品仪器检验机构积极引进国内外先进检测标准器具和检测方法,加紧开展理论、技术和实践创新,着力推进全军药物制剂检测校准实验室国家认证工作,军队药物制剂监管能力水平明显提升,有效保证了军队官兵和老干部用药安全。随着人民群众经济生活水平提高、军队遂行多样化军事任务增多和医药科学技术发展,药品检验工作任务更加艰巨而繁重。认真总结工作经验,研究分析问题,规范操作规程,对全面推进军队药品检验工作能力建设具有重要意义。

我部药品器材局着眼全面提高各级药品仪器检验机构药品制剂检验能力,结合形势任务要求和实践探索,组织有关专家编写了《医疗机构制剂检验基本操作指南》一书。该书从药品制剂检验基本设施、基本原理、基本方法、基本问题等方面,介绍项目内容、传授方法要求,规范操作流程,特别是针对检验中需要注意的共性问题,操作中不好解决的难点问题,工作中容易出错的盲点问题,以图文并茂的形式,通俗易懂的语言,问题回答的模式,进行了深入浅出的详细解答,科学性、针对性、实用性和可操作性都比较强,是一本可以帮助药学工作者正确掌握药品检验操作的指导用书。希望全军药品仪器检验系统学习好、使用好、完善好《操作指南》,探索新途径,积累新经验,解决新问题,全面提高军队药物安全预警能力,为部队官兵和老干部安全用药做出新的更大贡献。

总后勤部卫生部



二〇一一年十一月十七日



# 前 言

为了更好地贯彻和执行《中华人民共和国药品管理法》，提高医疗机构制剂的质量，确保用药安全、有效，受总后卫生部药材局委托，南京军区联勤部药品仪器检验所组织专家编写了《医疗机构制剂检验基本操作指南》(以下简称《检验操作指南》)，用于规范医疗机构制剂检验人员的操作。本书以《中华人民共和国药典》2010年版附录收录的与制剂检验相关的项目和方法为重点，系统介绍了药品检验实验室的基本要求和安全管理，制剂检验的方法原理、操作步骤、注意事项、操作示例、检验记录、遇到问题怎么办等主要内容。本书以图文结合的形式阐述了检验过程中的注意事项；以问答的形式解释了药品检验过程中的难点和盲点；以示例的形式描述了制剂检验过程的基本操作及记录格式。本书融入了编者多年的药品检验经验，其中检验操作注意事项和遇到问题怎么办是本书的一大特色，对药检过程中经常出现或可能出现的问题作了详细解答。本书力求简明扼要，注重解决工作中遇到的实际问题。因此，可作为有一定理论基础、检验经验尚不足的医院制剂检验人员使用，也可作为大专院校学生实验用参考书。

全书的编写得到了总后卫生部药材局与南京军区联勤部卫生部领导机关、南京军区疾病预防控制中心领导的关心和大力支持。此外，江苏省药品检验所与中国药科大学等有关单位的专家也给予了技术指导，在此一并表示诚挚的感谢。

由于编者水平有限，本书还存在一些不足与疏漏，恳请各位读者批评指正。

编 者

2011年11月18日于南京

# 目 录

<b>1 药品检验实验室的基本要求及安全管理</b> .....	(1)
1.1 药品检验实验室的基本要求 .....	(1)
1.2 实验室安全管理 .....	(3)
1.3 遇到问题怎么办 .....	(5)
<b>2 分析天平与称量</b> .....	(7)
2.1 电子分析天平的操作步骤 .....	(7)
2.2 注意事项 .....	(7)
2.3 称量方法 .....	(8)
2.4 操作示例 .....	(8)
2.5 检验记录 .....	(8)
2.6 遇到问题怎么办 .....	(9)
<b>3 一般(常用)检查法</b> .....	(10)
3.1 铁盐检查法 .....	(10)
3.2 砷盐检查法 .....	(12)
3.3 重金属检查法 .....	(15)
3.4 干燥失重测定法 .....	(18)
3.5 可见异物检查法 .....	(21)
3.6 最低装量检查法 .....	(23)
3.7 相对密度测定法 .....	(27)
3.8 崩解时限检查法 .....	(30)
3.9 溶出度测定法 .....	(31)
3.10 pH 测定 .....	(36)
3.11 含量均匀度检查法 .....	(40)
<b>4 滴定分析法</b> .....	(44)
4.1 滴定分析器具 .....	(44)
4.2 滴定液 .....	(44)
4.3 滴定分析步骤 .....	(45)
4.4 滴定方式 .....	(48)
4.5 注意事项 .....	(49)
4.6 操作示例 .....	(49)
4.7 遇到问题怎么办 .....	(52)
<b>5 旋光度测定法</b> .....	(55)
5.1 操作步骤 .....	(55)
5.2 注意事项 .....	(55)

5.3	操作示例	(56)
5.4	检验记录	(56)
5.5	遇到问题怎么办	(57)
<b>6</b>	<b>紫外-可见分光光度法</b>	<b>(58)</b>
6.1	方法原理	(58)
6.2	紫外-可见分光光度计的基本构造	(58)
6.3	操作步骤	(59)
6.4	注意事项	(59)
6.5	操作示例	(59)
6.6	遇到问题怎么办	(64)
<b>7</b>	<b>薄层色谱法</b>	<b>(66)</b>
7.1	方法原理	(66)
7.2	操作步骤	(66)
7.3	注意事项	(67)
7.4	系统适用性试验	(68)
7.5	操作示例	(69)
7.6	遇到问题怎么办	(72)
<b>8</b>	<b>高效液相色谱法</b>	<b>(75)</b>
8.1	方法原理	(75)
8.2	操作步骤	(75)
8.3	注意事项	(76)
8.4	定量分析方法	(76)
8.5	操作示例	(79)
8.6	检验记录	(79)
8.7	遇到问题怎么办	(81)
<b>9</b>	<b>微生物检验一般要求</b>	<b>(86)</b>
9.1	对实验室设施的要求与环境监测	(86)
9.2	常用仪器与器具	(87)
9.3	无菌操作与技术要求	(88)
9.4	接种与分离的操作及要求	(89)
9.5	消毒与灭菌的操作及要求	(90)
9.6	常用培养基	(92)
9.7	菌种保藏与菌液制备	(94)
9.8	遇到问题怎么办	(96)
<b>10</b>	<b>无菌检查法</b>	<b>(99)</b>
10.1	环境及设备要求	(99)
10.2	方法验证	(99)
10.3	检验方法	(100)
10.4	注意事项	(104)

10.5	操作示例	(105)
10.6	检验记录	(108)
10.7	遇到问题怎么办	(110)
11	微生物限度检查法	(112)
11.1	环境及设备要求	(112)
11.2	方法验证	(112)
11.3	检验方法	(114)
11.4	注意事项	(123)
11.5	操作示例	(124)
11.6	检验记录	(126)
11.7	遇到问题怎么办	(133)
12	细菌内毒素检查法	(136)
12.1	方法原理	(136)
12.2	环境设备要求及试验前准备	(136)
12.3	操作步骤	(137)
12.4	注意事项	(137)
12.5	操作示例	(138)
12.6	检验记录	(138)
12.7	遇到问题怎么办	(140)
13	不溶性微粒检查法	(141)
13.1	环境设备要求及试验前准备	(141)
13.2	光阻法	(141)
13.3	显微计数法	(143)
13.4	遇到问题怎么办	(144)
14	实时溶出度测定法	(146)
14.1	光纤药物溶出度实时测定仪的工作原理	(146)
14.2	FODT-601 光纤药物溶出度实时测定仪系统	(147)
14.3	操作步骤	(147)
14.4	注意事项	(148)
14.5	操作示例	(148)
14.6	遇到问题怎么办	(149)
15	药品快速检验法	(151)
15.1	快速检验技术介绍	(151)
15.2	便携式药品快速检验箱	(152)
15.3	药品快速检测车	(153)
15.4	操作示例	(155)
15.5	遇到问题怎么办	(158)
16	中成药中非法添加化学药物的检测方法	(159)
16.1	LC-MS 的方法原理	(159)

16.2	注意事项	(159)
16.3	六类常见的中成药中非法添加化学药物的检测方法	(160)
16.4	应用实例	(166)
<b>17</b>	<b>药物分析中的有效数字</b>	<b>(172)</b>
17.1	概述	(172)
17.2	有效数字的修约及其运算	(172)
17.3	药品检验中的有效数字处理	(174)
17.4	注意事项	(176)
17.5	应用实例	(176)
17.6	遇到问题怎么办	(177)
<b>附录 A</b>	<b>检验记录与检验报告书的书写细则</b>	<b>(179)</b>
<b>附录 B</b>	<b>常用玻璃量器检定规程</b>	<b>(188)</b>
<b>附录 C</b>	<b>常用培养基的制备方法</b>	<b>(206)</b>
<b>附录 D</b>	<b>医药工业洁净室(区)悬浮粒子、浮游菌和沉降菌的测试方法《中华人民共和国国家标准 GB/T 16292~16294-1996》</b>	<b>(223)</b>

# 1 药品检验实验室的基本要求及安全管理

## 1.1 药品检验实验室的基本要求

药品检验实验室是对药品质量实施监督检查的场所,为了严格控制可能影响实验结果准确性的各种主客观因素,降低试验误差,确保药品检验数据及检验结论的准确、真实,必须加强药品检验实验室的标准化、规范化和科学化管理。

药检实验室设计应满足检验工作的要求,有完善的实验设施。实验室建筑面积应与其职能要求相适应,实验室应与办公室分开,且应具有与检验要求相适应的专用或兼用的采样间,具有符合留存供试品要求的留样间。实验室的环境应清洁、卫生、安静、无污染。

化学实验室中实验用台柜的基材除应符合环保要求外,面材还应具备耐腐蚀、耐高温、易清洗、防火的特点。应在水池中装配尖嘴水龙头,与冷凝回流用进水橡胶管相匹配;同时必须装配应急洗眼水龙头和喷淋装置。

化学实验室应根据药品和试剂性质的不同分类存放于适当位置。有机溶剂、固体化学试剂、挥发性化学试剂、酸碱盐等化合物均应根据存贮要求分别存放,橱柜上需明确标识试剂的名称并列表。易燃、易爆试剂须设置专柜,剧毒类试剂须双锁专人管理,并应符合相关安全管理要求,如配置摄像探头等。化学试剂要在阴凉、通风、干燥的地方保管,除应符合防火规范要求外,尚应采取防潮、防腐、通风等措施。化学试剂要由具有化学专业知识的技术人员专管。

化学实验室常常会产生对人体有害的气体,如二氧化硫、二氧化氮、硫化氢等,应设置带抽排风的通风柜或万向排气罩。实验后产生的废弃物应设处理、回收装置或采取有效处理措施,并符合国家有关环保的规定。

仪器室应便于仪器操作、清洁和维修,要有适当的防尘、防震、通风及专用的排气等设施;对温度或湿度变化敏感易影响检测结果的仪器,应备有恒温或除湿装置。仪器所用电源应保证电压恒定,有足够容量,并有良好的专用地线。对天平应设有防风装置,防止气流干扰称量过程,对一般药检实验室推荐采用如图 1-1 所示的防风罩;旋光仪应设有恒温环境,防止温度变化对测定的干扰,推荐采用如图 1-2 所示的密封恒温箱体,内设有半导体控温装置,实验前将待测样本放置到箱体中约半小时达到检测要求的温度后测定。

仪器设备的种类、数量、各种参数,应能满足所承担的药品检验工作的需要,应有必要的备品、备件和附件。仪器的量程、精度与分辨率等应能覆盖被测药品标准技术指标的要求。建议备有两台感量为 0.1mg 的天平、两台酸度计。

仪器应有专人管理,定期校准检定,对不合格、待修、待检的仪器,要有明显的状态标志,并及时进行相应的处理。可以按照图 1-3 的方法设计仪器的状态标志。仪器使用人应经考核合格后方可操作仪器。凡精密仪器设备应建立管理档案,其内容包括品名、型号、制造厂名、到货验收及使用的日期、出厂合格证和检定合格证、操作维修说明书、使用记录、维修记录、附件情况等,进口仪器设备的主要使用说明部分应附有中文译文。

精密仪器的使用应有使用登记制度,使用登记要突出对仪器运行状态的记录,可以按照图



图 1-1 天平防扰流罩

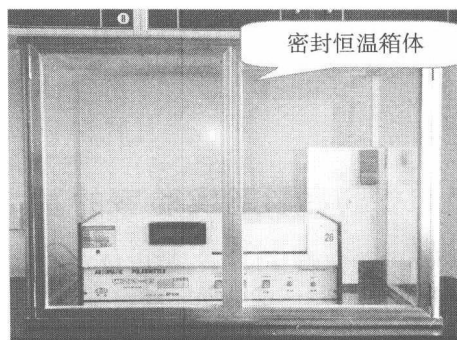


图 1-2 旋光仪密封恒温箱体

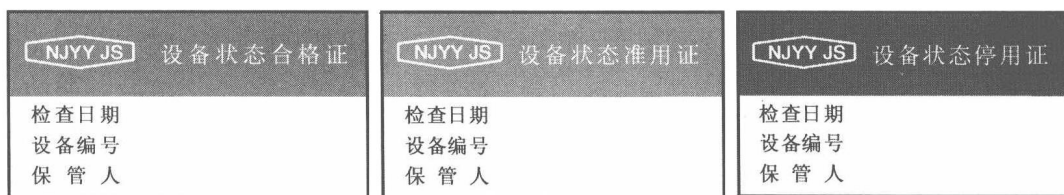


图 1-3 仪器的状态标志样式

1-4 的方法设计仪器使用登记本。其中包括封面(图 1-4, a)、仪器设备附件记录(图 1-4, b)、使用记录(图 1-4, c)、仪器计量检定/核查情况记录表(图 1-4, d)和维修/保养情况记录表(图 1-4, e)等内容。

无菌检查、微生物限度检查与抗生素微生物检定的实验室,应严格分开并明确标识,应将交叉污染的风险降低到最小。其基本原则为:①无菌检查、微生物限度检查实验室分无菌操作间和缓冲间;②无菌检查应在环境洁净度 10 000 级下的局部洁净度 100 级的单向流空气区域内或隔离系统中进行;③进入无菌操作间应有人净和物净的设施;④无菌操作间应根据检验品种的需要,保持对邻室的相对正压或相对负压,并按国家有关规定定期检测洁净度;⑤无菌操作间内禁放杂物,并应制定地面、门窗、墙壁、设施等的定期清洁、灭菌规程;应有专门的阳性对照菌接种间,并配有独立的排风系统或配有生物安全系统;⑥抗生素微生物检定实验室分为半无菌操作间和缓冲间;⑦半无菌操作间设有紫外线灯,操作台宜稳固,并保持水平;⑧实验室内应光线明亮,并有控制温度、湿度的设备;⑨实验室内应注意防止抗生素的交叉污染。

为保证实验室工作的有序进行,保证检验结果的可靠性与重现性,药检实验室必须制订一系列实验室管理制度和各项检验的标准操作规程并严格执行。

仪器使用记录本

a

仪器名称：\_\_\_\_\_ 型号规格：\_\_\_\_\_

出厂编号：\_\_\_\_\_ 购置日期：\_\_\_\_\_

使用科室：\_\_\_\_\_ 放置位置：\_\_\_\_\_

保管人员：\_\_\_\_\_ 生产厂家：\_\_\_\_\_

厂家联系方式：\_\_\_\_\_

交接记录

日期	移交人	接受人	监交人	移交前仪器状况	仪器位置是否改变

b

(一) 附件记录

名称	规格	数量	放置地点	备注

c

(二) 使用记录

日期	使用内容	使用起止时间	开机时状况	温湿度	使用后状况	使用者	备注

d

(三) 仪器计量检定 / 核查情况记录表

日期	计量检定 / 核查内容	计量检定 / 核查情况	计量检定 / 核查人	计量检定 / 核查结论	备注

e

(四) 维修 / 保养情况记录表

日期	维修 / 保养内容	维修 / 保养情况	维修 / 保养人	备注

图 1-4 精密仪器使用记录本

## 1.2 实验室安全管理

实验室安全包括人身安全和实验室仪器设备的安全。药检实验室应主要预防化学药品的中毒、生物药品的感染,操作过程中的烫伤、腐蚀等情况以及燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品等造成的火灾、爆炸和漏水等事故。

实验室的电气安全可以通过合理设计开关和指示灯来监控。实验室的用电可以分为三类(图 1-5):仪器动力电、房间照明电、冰箱等连续用电。其中仪器动力电在仪器使用时才接通,



平时应该处于断开状态；照明电必须人走电关；冰箱等连续用电必须一直开启。因此可以在实验室门外适当位置设计三种指示灯：红（动力电）、黄（照明电）、绿（冰箱电）。下班人员离开实验室时，绿灯必须亮，红黄灯必须关，如确实需要让某些仪器连续运行（如高效液相色谱仪进行洗柱操作或培养箱运行），可以让红灯亮，在灯旁挂上运行标志。这样整个实验室的用电情况一目了然，便于值班员检查和管理。如值班员发现某间实验室绿灯不亮，就应检查冰箱运行是否正常。

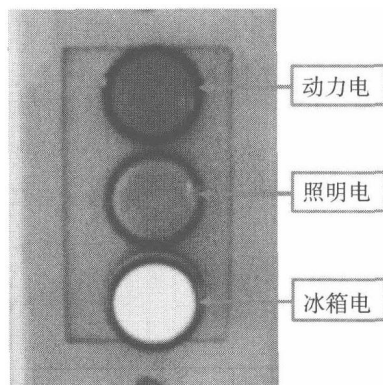


图 1-5 电气运行状态指示灯

实验室人员的人身安全可以通过明显的警示标识和配齐预防设施来实现。实验室应该在明显位置用醒目颜色和字体进行标识，防止发生差错。除在实验室配备灭火器、沙桶（箱）、喷淋装置、洗眼器外，还应该配备齐全的安全防护物品，如急救卫生箱、防护手套、防毒面具、防护眼镜及防护服。应对所属人员进行必要的安全培训。

实验室应根据实际情况建立合适的安全制度，如：

(1) 实验室内禁止饮食、吸烟，防止化学试剂入口，实验结束后要洗手。

(2) 使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时，操作要小心，防止溅伤和腐蚀皮肤、衣服等。易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体和气体，要在通风橱中操作，实验时戴好个人防护用品。

(3) 使用可燃物，特别是易燃物（如乙醚、丙酮、乙醇、苯、金属钠等）时，应特别小心。不要大量放在实验台上，严禁靠近明火。只有在远离明火时，才可大量倾倒易燃液体。低沸点的有机溶剂不能在明火上直接加热，只能在水浴上利用回流冷凝管加热或蒸馏。

(4) 进行微生物检测时，工作人员在进入专用工作区前，应在更衣室（或缓冲间）穿着背开式工作服或其他防护服。工作完毕后必须脱下工作服，不得穿工作服离开工作区。可再次使用的工作服必须先消毒后清洗。有涉及感染性材料的操作应在生物安全柜中进行。实验室应对溢漏等意外事件制定应急处理规程，所有相关技术人员应接受有关培训，凡发生溢漏事故或接触传染性物质后，均应立即报告直接上级主管人员并按规程执行。

(5) 实验过程中产生的废液中多具有腐蚀性和毒性。这类废液直接排放于下水管道将会污染环境，必须统一收集按规定处理。一切废液（物）不宜存放过长时间。

(6) 使用高压气体钢瓶时，要严格按照操作规程进行。钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源的地方。可燃性气瓶应与氧气瓶分开存放。

(7) 要在仔细阅读仪器操作规程并掌握操作方法后方可使用仪器，不要随便搬弄仪器，以免损坏或发生其他事故。发生故障时，应立即关闭仪器，并及时做好相关记录，同时告知仪器管理人员，不得擅自拆修。

(8) 实验室内特别要注意安全用电，防止触电，防止火灾。实验室内的管线设置应合理规范，电线的安全通电量应大于用电功率。应该用试电笔检查电器设备是否漏电，凡是漏电的仪器，一律不能使用。

(9) 使用自来水后要及时关闭阀门，遇停水时要立即关闭阀门，以防止来水后发生漏水，离开实验室之前应再检查水阀是否完全关闭。