



隨身課堂

《药物分析》

药物检验基本知识

药学院 药学教研室 邓礼荷老师

620673\13824600673



学习目标

- 1.掌握《中国药典》的主要内容，树立**药品质量第一**的观念。
- 2.熟悉药物分析的性质与主要任务。
- 3.熟悉药品检验工作的基本程序，树立**药品分析的整体观念**。
- 4.了解药物分析检验方法的进展。



主要内容

- 一、药物分析的性质与任务
- 二、药物的**质量和质量标准**
- 三、《**中国药典**》介绍
- 四、**药品检验工作的基本程序**
- 五、药物分析方法的进展与趋势



药物分析 · 性质

做什么 · 任务

根据什么来做 · 依据：药品质量标准

工作程序 · 药品检验的工作程序

基础 · 药品质量标准分析方法
验证



一、药物分析的性质与任务

- 药物分析
- 运用以化学、物理化学及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。

安全性

+

有效性



一、药物分析的性质与任务

1、药品质量检验

生产企业

合格者出厂

经营企业

合格者入库

医院制剂部门

合格者方可使用



一、药物分析的性质与任务

2、药品生产过程的质量控制

药品的质量是生产出来的，而不是检验出来的。

生产全过程：原料→中间体→成品



一、药物分析的性质与任务

[一季度肇庆7个药房或诊所查出不合格药品 肇庆同城会 新浪博客](#)

肇庆同城会, ... 发现79个品种186批次不合格。其中,肇庆共7个药房或诊所查出不合格药品。近日,记者走访市区多家药房,发现与公告中显示的同一产家、同一批号的药品仍有出售...

3、药品贮存过程的质量监督和控制

第一季度总计完成药品抽验617个品种2981批次,发现79个品种186批次不合格。其中,肇庆共7个药房或诊所查出不合格药品。近日,记者走访市区多家药房,发现与公告中显示的...

www.weibo.com/p/10016038547618... - 快照 - V 新浪微官网

4、临床药物分析： 血药浓度或代谢产物的监测，

[一季度肇庆7个药房或诊所查出不合格药品市内仍有药房售卖不合格...](#)

第一季度总计完成药品抽验617个品种2981批次,发现79个品种186批次不合格。其中,肇庆共7个药房或诊所查出不合格药品。近日,记者走访市区多家药房,发现与公告中显示的...

www.zhaoqing.gov.cn/jjqz2011/xwdt/zqy... - 快照 - V 中国肇庆



一、药物分析的性质与任务



[批准文号]国药准字H44021518



二、药品质量标准

- 药品质量标准 **具有法律效应**
- 是国家对**药品质量及检验方法**所作的技术规定。
- 是药品生产、经营、使用、检验和监督管理部门共同遵循的法定依据。



(一) 药品质量标准的分类

国家药品标准

- 中华人民共和国药典
- 国家药品监督管理局药品标准

其它药品标准

- 临床研究用药品质量标准
- 暂行或试行药品标准
(试行2年，再申请转正。)
- 企业标准



(二) 药品质量标准制订的原则

科学性、先进性、规范性、权威性

1、 坚持质量第一

安全、有效

2、 有针对性

注意各个环节

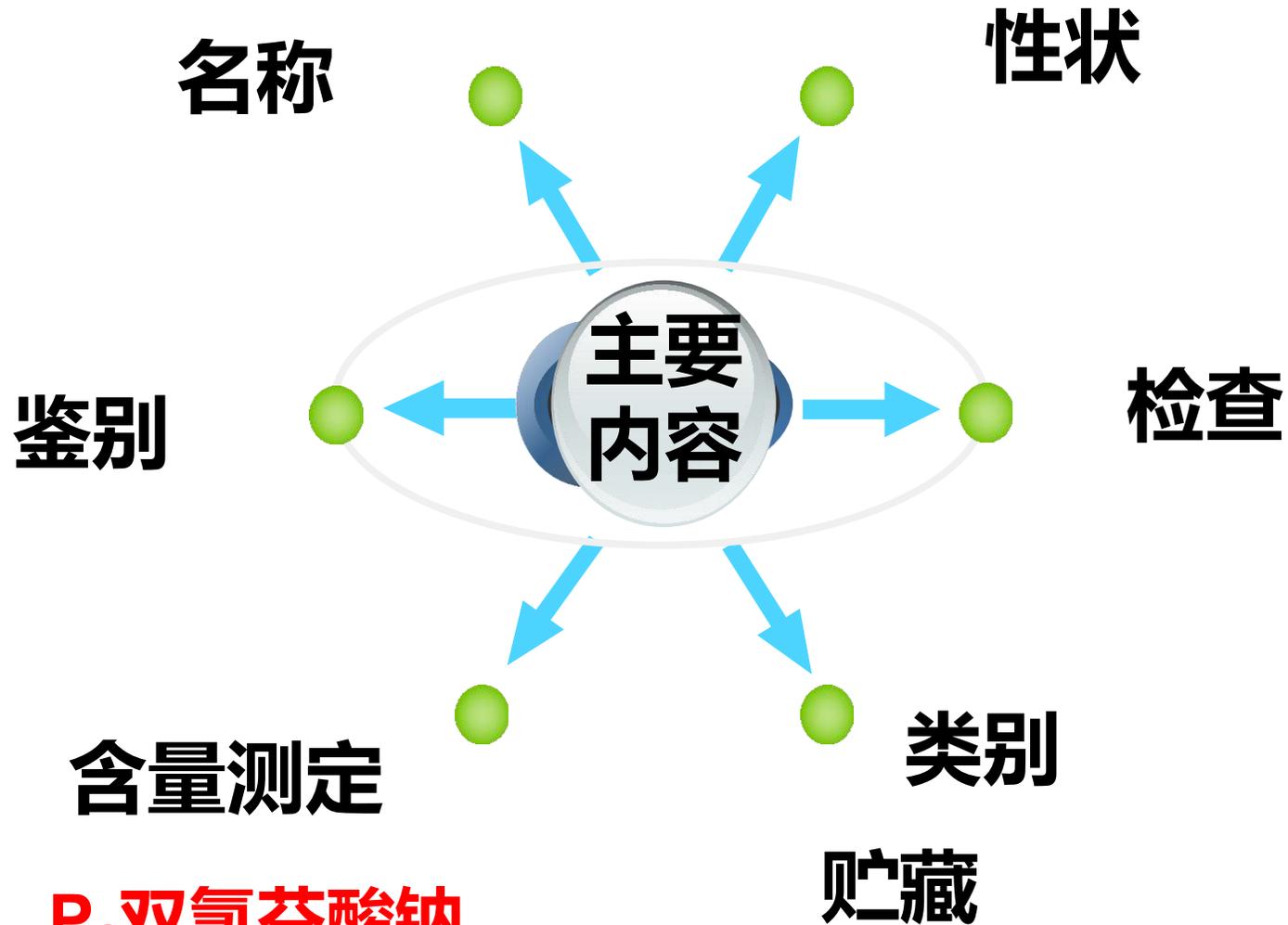
3、 检验方法先进

**准确、灵敏、
简便、快速**

4、 限度规定要恰当



(三) 药品质量标准的主要内容



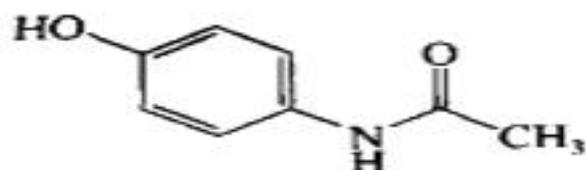
P₅异戊巴比妥、P₆双氯芬酸钠



对乙酰氨基酚

Duiyixian'anjifen

Paracetamol



$C_8H_9NO_2$ 151.16

本品为 4'-羟基乙酰苯胺。按干燥品计算，含 $C_8H_9NO_2$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末；无臭，味微苦。

本品在热水或乙醇中易溶，在丙酮中溶解，在水中略溶。

熔点 本品的熔点(附录 VI C)为 168~172℃。

【鉴别】 (1) 本品的水溶液加三氯化铁试液，即显蓝紫色。

(2) 取本品约 0.1g，加稀盐酸 5ml，置水浴中加热 40 分钟，放冷；取 0.5ml，滴加亚硝酸钠试液 5 滴，摇匀，用水 3ml 稀释后，加碱性 β -萘酚试液 2ml，振摇，即显红色。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 131 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.10g,加水 10ml 使溶解,依法测定(附录 VI H),pH 值应为 5.5~6.5。

乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加乙醇 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(附录 IX B)比较,不得更浓;如显色,与棕红色 2 号或橙红色 2 号标准比色液(附录 IX A 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 2.0g,加水 100ml,加热溶解后,冷却,滤过,取滤液 25ml,依法检查(附录 VIII A),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取氯化物项下剩余的滤液 25ml,依法检查(附录 VIII B),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

对氨基酚及有关物质 临用新制。取本品适量,精密称定,加溶剂〔甲醇-水(4:6)〕制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(附录Ⅷ N)。

重金属 取本品 1.0g,加水 20ml,置水浴中加热使溶解,放冷,滤过,取滤液加醋酸盐缓冲液(pH3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(附录Ⅷ H 第一法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 40mg,精密称定,置 250ml 量瓶中,加 0.4%氢氧化钠溶液 50ml 溶解后,加水至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,加 0.4%氢氧化钠溶液 10ml,加水至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在 257nm 的波长处测定吸光度,按 $C_8H_9NO_2$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 715 计算,即得。

【类别】 解热镇痛药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)对乙酰氨基酚片 (2)对乙酰氨基酚咀嚼片
(3)对乙酰氨基酚泡腾片 (4)对乙酰氨基酚注射液 (5)对乙酰氨基酚栓 (6)对乙酰氨基酚胶囊 (7)对乙酰氨基酚颗粒 (8)对乙酰氨基酚滴剂 (9)对乙酰氨基酚凝胶

对乙酰氨基酚片

Duiyixian'anjifen Pian

Paracetamol Tablets

本品含对乙酰氨基酚 ($C_8H_9NO_2$) 应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片、薄膜衣或明胶包衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.5g),用乙醇 20ml 分次研磨使对乙酰氨基酚溶解,滤过,合并滤液,蒸干,残渣照对乙酰氨基酚项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 100mg),加丙酮 10ml,研磨溶解,滤过,滤液水浴蒸干,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 131 图)一致。



【检查】对氨基酚 临用新制。取本品细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.2g),精密称定,置 10ml 量瓶中,加溶剂〔甲醇-水(4 : 6)〕适量,振摇使对乙酰氨基酚溶解,加溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取对氨基酚对照品和对乙酰氨基酚对照品适量,精密称定,加上述溶剂制成每 1ml 中各约含 $20\mu\text{g}$ 混合的溶液,作为对照品溶液。照对乙酰氨基酚中对氨基酚及有关物质项下的色谱条件试验,供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基酚不得过标示量的 0.1%。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录 X C 第一法),以稀盐酸 24ml 加水至 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时,取溶液滤过,精密量取续滤液适量,用 0.04% 氢氧化钠溶液稀释成每 1ml 中含对乙酰氨基酚 $5\sim 10\mu\text{g}$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录 IV A),在 257nm 的波长处测定吸光度,按 $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 715 计算每片的溶出量。限度为标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录 I A)。



【含量测定】 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 40mg),置 250ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 50ml 与水 50ml,振摇 15 分钟,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,照对乙酰氨基酚含量测定项下的方法,自“置 100ml 量瓶中”起,依法测定,即得。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)0.1g (2)0.3g (3)0.5g

【贮藏】 密封保存。



三、药品检验的工作程序

(一) 药品检验的机构

2010年9
月改名

国家法定检验机构

- 中国食品药品检定研究院
- 药品检验所（省级、地市级、县级）

其它检验机构

- 药厂的质检部门
- 经营部门的药检室
- 医疗单位的测试室



(二) 药品检验的基本程序

样品总件数为 X ，当 $X \leq 3$ 时，应当每件取样；当 $X \leq 300$ 时，取样的件数应当为 $\sqrt{X} + 1$ ；
当 $X > 300$ 时，按 $\frac{\sqrt{X}}{2} + 1$ 的件数来取样。

取样：科学、真实、代表

检验：依据药品质量标准

记录：真实、完整、简明、具体
报告：结论明确



(三) 药品检验原始记录的要求

- 药品检验记录必须真实、完整、科学检验记录，
- 内容包括：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。



(三) 药品检验原始记录的要求

- 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。



(三) 药品检验原始记录的要求

涂改方式：划一条细线，在右上角写正确数字，并盖章签名。

例

9.6543

~~-8.1270~~

~~1.5272~~

例

~~0.1031~~ 0.1032

例

消耗 ~~22.31ml~~ 22.05ml



（四）药品检验报告的要求

- 检验报告应完整、无破损缺页，字迹清楚，文字简洁，意思全面。报告内容包括：**所有记录内容及检验结果和结论**。
- 对于不符合规定的药品，除以上涉及的内容外，还应提出处理意见，供有关部门参考。最后，**检验记录、报告应由检验人员、复核人员及有关负责人签名或盖章，及检验单位盖章。**



（四）药品检验报告的要求

- 检验报告书的结论应包括检验依据和检验结论：
- **全检合格**：结论写“本品按×××检验，结果符合规定”。
- **全检中有一项不符合规定**：**即判为不符合规定**，结论写“本品按×××检验，结果不符合规定。”



(四) 药品检验报告的要求

- **非全项检查**：合格的结论写：“本品按×××检验上述项目，结果符合规定”。
- 如**有一项**不合格时，结论写：“本品按×××检验上述项目，结果不符合规定”。



（四）药品检验报告的要求

- 思考题：对尼可刹米注射液中的性状和鉴别进行检查（检查依据《中国药典》2020年版第二部）：
 - 1、性状和鉴别检查全部合格。
 - 2、性状检查不合格。

1、本品按《中国药典》2020年版第二部检验上述项目，结果**符合**规定”

2、本品按《中国药典》2020年版第二部检验上述项目，结果**不符**合规定”



- 思考题：对维生素C注射液的全部项目进行检查（检查依据《中国药典》2020年版第二部）：
 - 1、全部检查合格。
 - 2、含量测定检查不合格。

1、本品按《中国药典》2020年版第二部检验，**结果符合规定**”

2、本品按《中国药典》2020年版第二部检验，**结果不符合规定**”



四、中华人民共和国药典

- 一、 中国药典的概况
 - 1、 药典的定义
 - 药典是一个国家关于药品标准的法典，是国家管理药品生产与质量的依据。
 - 药典由**国家药典委员会**编纂，国家食品药品监督管理局批准并颁布实施。**具有法律的约束力**。



四、中华人民共和国药典

- 二、 中国药典的发展状况
 - 1、 我国最早的药典 --- 《唐本草》
 - 2、 新中国的药典
- 《中国药典》 Chinese Pharmacopoeia Ch.P , 已发行11版：1953、1963、1977、1985、1990、1995、2000、2005、2010、2015和2020年版，2020年版于2020年12月1日执行。



(一) 中国药典的发展状况

- 从1963年版起分为一部、二部；
- 从1985年版起每五年出版一次；
- 从2000年版起分为一、二两部
- 从2005年版起分为一部、二部、三部
- 从2015年版起分为一部、二部、三部、四部



（一）中国药典的发展状况

- 90，95，2000版另专门出版了《药品红外光谱集》，《中国药典临床用药须知》等专著。

此外，《中国药典》英文版

各年的增补本

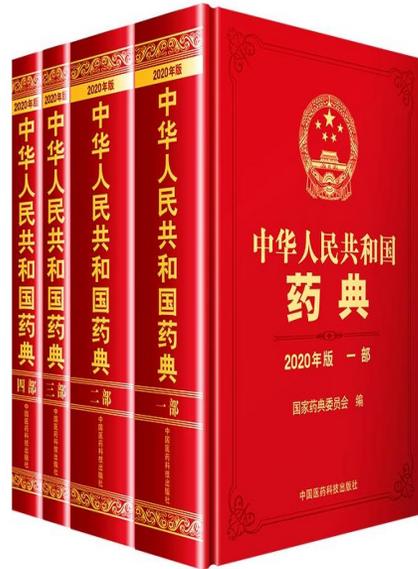
药典注释（一部、二部）

操作标准：中华人民共和国医药行业标准——药品检验操作规程。

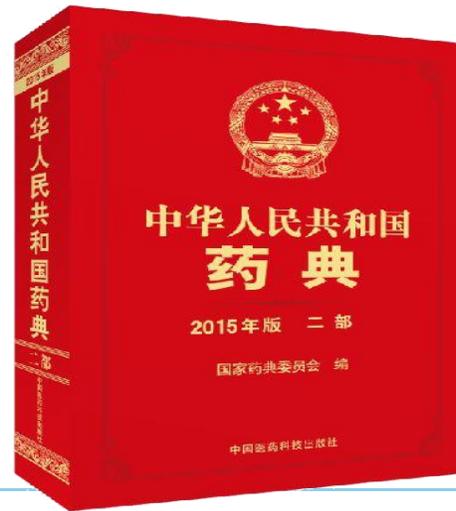


(二) 中国药典的组成

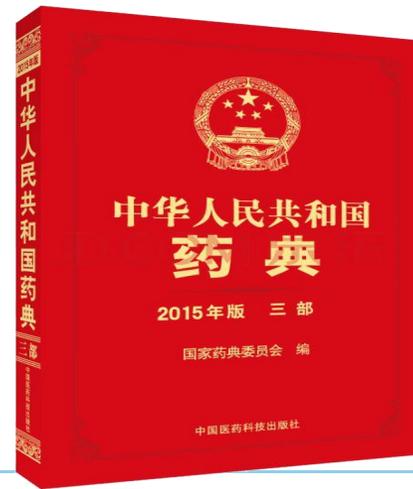
《中国药典》(2020版)特点 首次分为四部,由一部、二部、三部、四部及其增补版组成。一部收载中药;二部收载化学药品;三部收载生物制品;四部收载通则和药用辅料,通则包括制剂通则、通用方法(检测方法)和指导原则三部分内容。



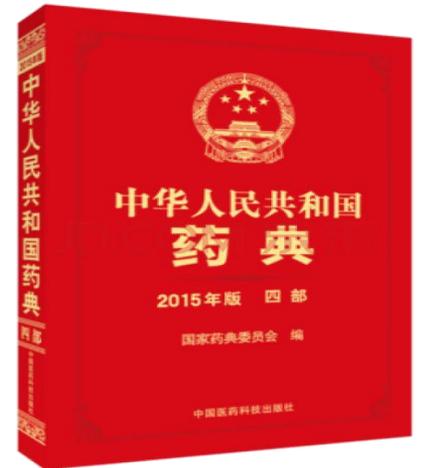
一部收载中药



二部收载化学药品



三部收载生物制品



四部收载通则和药用辅料



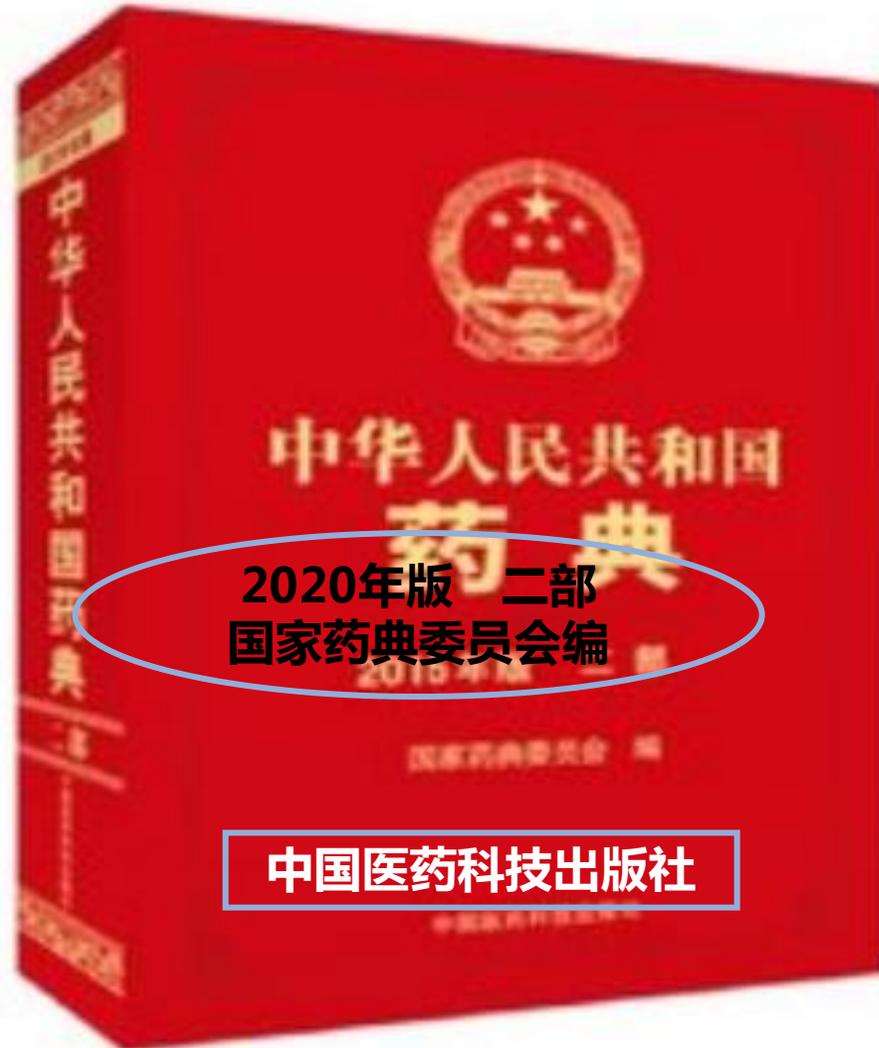
(二) 中国药典的组成

《中国药典》（2020年版）

- 一部：收载**药材及饮片**、植物油脂和提取物、成方制剂和单味制剂；
- 二部：收载**化学药品**、抗生素、生化药品、放射性药品；
- 三部：收载**生物制品**（疫苗、抗毒素及抗血清、血液制品、重组DNA制品、体内诊断制品）；
- 四部：收载凡例、**通则**（包括：制剂通则、通用方法 / 检测方法与指导原则）、药用辅料品种正文。



(三) 中国药典的查询方法



2020年版 二部
国家药典委员会编

中国医药科技出版社

百度：蒲标网

<https://www.drugfuture.com/standard/search.aspx>



(三) 中国药典的查询方法

蒲标网 | 弘正道 农残检测 33项农残检测 真数据真检测 电话: 185 2926 5... 维生素C

首页 GMP 法规 ICH 药典2020 生物制品 地方药材饮片 配方颗粒 蒲公英论坛

药典 ▾ 维生素C 搜索

常用标准法规	最新法规
 《中国药典》2020年版	 药物警戒质量管理规范
 《中国药典》2015年版	 中华人民共和国疫苗管理法
 药品生产质量管理规范 (2010年修订)	 药品上市后变更管理办法 (试行)
 中华人民共和国药品管理法 (2019年修订)	 药品注册管理办法 (2020)
 药品注册管理办法 (2020)	 药品生产监督管理办法 (2020)
 药品生产监督管理办法 (2020)	 中华人民共和国药品管理法 (2019年修订)
 ICH指导原则	 中华人民共和国药品管理法实施条例
 国家药包材标准 (2015)	 药品经营质量管理规范
 地方中药材标准	 医疗机构制备正电子类放射性药品管理规定
 生物制品专栏	 互联网药品交易服务审批暂行规定
 配方颗粒专栏	



(三) 中国药典的查询方法



助力中医抗疫 抗疫中药免费检 逢十送二 弘正道 农残检测
 低至799元/批次 33项农残检测 真数据真检测 电话: 185 2926 5931

[首页](#)
[GMP](#)
[法规](#)
[ICH](#)
[药典2020](#)
[生物制品](#)
[地方药材饮片](#)
[配方颗粒](#)

[蒲公英论坛](#)

Q 维生素C

搜索

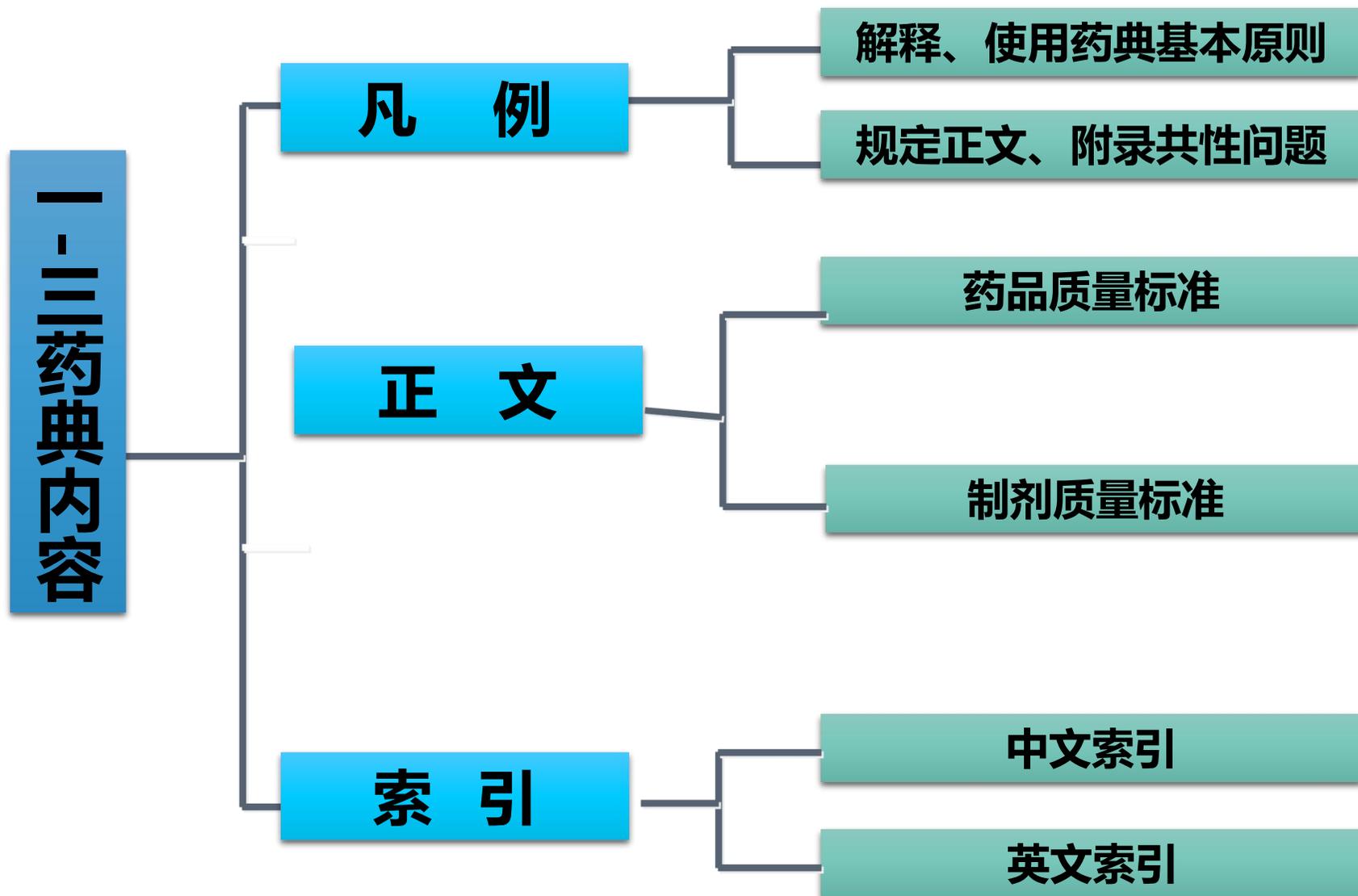
药典2020版

[一部](#)
[二部](#)
[三部](#)
[四部](#)

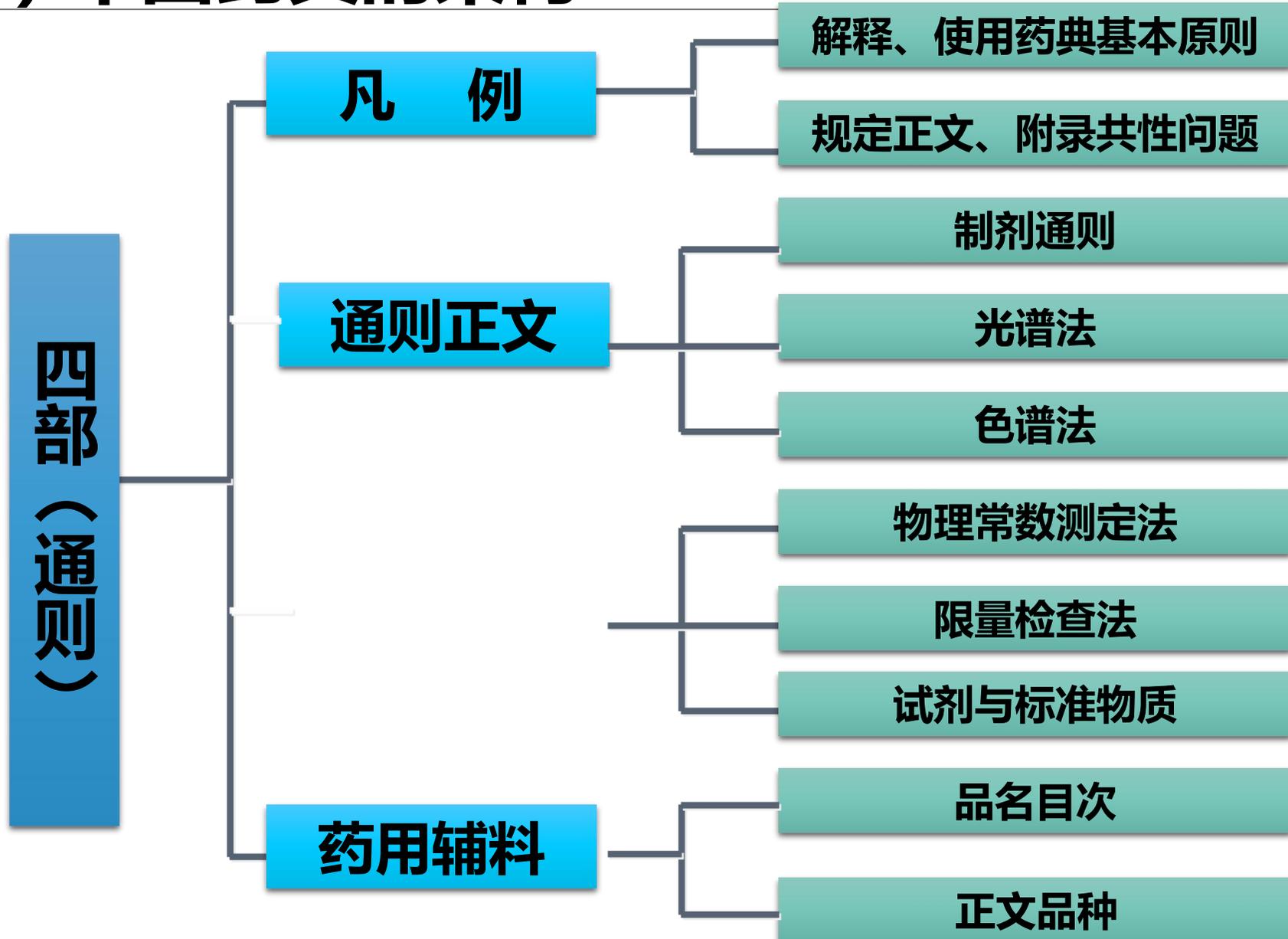
标题	来源	页码
▶ 维生素C	二部	1480
▶ 维生素C片	二部	1480
▶ 维生素C泡腾片	二部	1481
▶ 维生素C泡腾颗粒	二部	1481
▶ 维生素C注射液	二部	1482
▶ 维生素C颗粒	二部	1482
▶ 维生素C钙	二部	1483
▶ 维生素C钠	二部	1483
▶ 复方维生素C钠咀嚼片	二部	987



(四) 中国药典的架构及内容



(四) 中国药典的架构



中国药典沿革	I
本版药典(二部)新增品种名单	VI
本版药典(二部)未收载 2010 年版药典(二部)中的品种名单	X
本版药典(二部)采用药品名称与原药品名称对照	XI
凡例	XII
品名目次	1~20
正文品种第一部分	1~1591
正文品种第二部分	1593~1608
索引	索引 1~56
中文索引	索引 1~21
英文索引	索引 22~56



中国药典沿革·····	I
本版药典（四部）新增通则名单·····	VI
本版药典（四部）未收载 2010 年版药典附录名单·····	VI
本版药典（四部）新增药用辅料品种名单·····	VI
本版药典（四部）未收载 2010 年版药典药用辅料品种名单·····	VIII
凡例·····	IX
通则目次·····	1~4
导引图·····	导引图 1~导引图 5
通则·····	1~417
原子量表·····	417
成方制剂中本版药典未收载的药材和饮片·····	418~424
《中国药典》2015 年版通则编码与 2010 年版附录编码对照表·····	425~436
药用辅料·····	437~648
药用辅料品名目次·····	439~442
正文品种·····	443~648
索引·····	索引 1~12
中文索引·····	索引 3~8
英文索引·····	索引 9~12



(四) 中国药典的架构及内容

- 1. 凡例 (General Notice) =
- 是解释和使用《中国药典》正确进行质量检定的基本原则，并把与正文附录及质量检定有关的共性的问题加以规定，避免在全书中重复说明。
- 凡例中有关规定同样具有**法定约束力**。



(四) 中国药典的架构及内容

1. 凡例

《中国药典》（2020年版）凡例的项目有：

总则、正文、通则、名称与编排、项目与要求、**检验方法和限度**、标准品与对照品、**计量**、精确度、“试液、试药、指示剂”、动物试验、“说明书、包装、标签”等十二项，共三十九条款。



(四) 中国药典的架构及内容

2.正文

正文是根据药物自身的理化与生物学特性，按照批准的处方来源、生产工艺、贮藏运输条件等所制订的，用以检测药品质量是否达到用药要求并衡量其质量是否稳定均一的技术规定。

- ❖ (品名、结构式、分子式与分子量、来源或化学名称、含量或效价规定、制法、性状、鉴别、检查、含量测定、类别、规格、贮藏、制剂等)



(四) 中国药典的架构及内容

3. 通则

主要收载了制剂通则、通用检测方法和指导原则，共有23类 如
通则8000试剂与标准物质：8002试液、8003试纸、8004缓冲液、
8005指示剂与指示液、8006滴定液等的配制方法

4. 索引 (Index)

附有中文索引（汉语拼音索引）和英文名称索引，便于检索。



五、常用国外药典

(一) 英国药典：BP (2015)

(二) 美国药典：USP (37)

美国国家处方集：NF (28)

(三) 日本药局方：JP (16)

(四) 欧洲药典 Ph.Eur

(五) 国际药典：Ph.Int



思考題：

- 1、如何在《中國藥典》中查找對乙酰氨基酚片的质量标准？
- 2、片剂的制剂通则可以在那部分内容里面查找？





隨身課堂

《药物分析与检验技术》

药物检验基本知识

敬请关注下一节内容

药物性状检查

