

基础精讲班

# 药 学 专 业 知 识 （ 一 ）

国 家 执 业 药 师 资 格 考 试

主讲老师：姜 雅

2019

## » 第十章 药品质量与药品标准

---

2019

5072

## 》 第一节 药品标准与药典

---

### 一、国家药品标准

国家药品标准**具有法律效力★**，它是国家为保证药品质量所制定的关于药品的规格、检验方法以及生产工艺的技术要求，也是药品的生产、经营、使用、检验和监督管理部门共同遵循的法定依据。（★涉及药品全过程）

★包括（3种）：《中华人民共和国药典》、《药品标准》（“部颁标准”或“局颁标准”）和药品注册标准

2019

5073

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

### ★国家药品标准制定原则：

(1) **针对性**：根据药品在生产、流通、贮藏及临床使用等各个环节中影响药品质量的因素，有针对性地规定检测的项目，加强对药品内在质量的控制。

(2) **科学性**：根据“准确、灵敏、简便、快速”的原则，科学地选择检验方法，既要注意方法的普及性和适用性，又要注意先进分析技术的应用，不断提高检测的技术水平，以使我国的药品质量标准达到国际先进水平。

2019

5073

## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

---

(3) **合理性**：标准限度的规定要有合理性。在保证药品“安全、有效”的前提下，根据我国医药工业的生产和技术能力所能达到的实际水平合理制订标准限度。

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

---

### 二、国际药品标准

《美国药典》（**USP或USP-NF**）——《美国国家处方集》（NF）

《英国药典》（BP）

《欧洲药典》（**EP或Ph. Eur.**）

《日本药局方》（JP）

★《中华人民共和国药典》（ChP）——简称《中国药典》

★记缩写

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

---

### 【配伍选择题】

- A. INN
  - B. ChP
  - C. CADN
  - D. Ph. Eur.
  - E. USP
1. 美国药典的英文缩写是
  2. 中国药典的英文缩写是
  3. 欧洲药典的英文缩写是
  4. 《中国药品通用名称》的英文缩写是

【答案】 E B D C

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

### 三、中国药典

《中华人民共和国药典》，简称《中国药典》，其英文名称缩写为ChP。《中国药典》由国家药典委员会编制和修订，国家食品药品监督管理局（CFDA）颁布执行。

|    |                                  |
|----|----------------------------------|
| 一部 | 药材、饮片、油脂和提取物                     |
|    | 成方、单位制剂                          |
| 二部 | 化学药、抗生素、生化制品、                    |
|    | 放射性药品                            |
| 三部 | 生物                               |
| 四部 | 通则和药用辅料（通则包含制剂通则、通用方法/检测方法和指导原则） |



## 》第一节 药品标准与药典

---

凡例、通则及各部的标准正文三部分

“凡例”是为正确使用《中国药典》进行药品质量检定的基本原则

是对《中国药典》正文及与质量检定有关的共性问题的统一规定，在总则及各部中列于正文之前。

“凡例”是《中国药典》的重要组成部分，“凡例”中的有关规定具有法定的约束力。

2019

5073

## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

---

### （一）凡例

“凡例”系对本版药典收载的正文，通则，名称及编排，项目与要求，检验方法和限度，标准品、对照品，计量，精确度，试药、试液、指示剂，动物试验，说明书、包装和标签等内容的定义、检测方法与要求的统一规定。

2019

5073

## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

---

### 1. 正文

《中国药典》正文是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。并列出了《中国药典》正文的内容及其排列顺序。

### 2. 通则

“凡例”明确了《中国药典》通则收载的内容及其效力。

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

---

3、名称与编排：

①中文名称：《中国药品通用名称》（CADN），药品的法定名称；

②英文名称：除另有规定外，均采用国际非专利药名（INN）

2019

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

### 4、项目与要求

规格：即制剂的标示量，系指每一支、片或其他每一单位制剂中含有主药的重量（或效价）或含量（%）或装量。注射液项下，如为“1ml：10mg”，系指注射液装量为1ml，其中含有主药10mg

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

### 贮藏

|           |                                       |
|-----------|---------------------------------------|
| 避光        | 系指用不透光的容器包装；                          |
| 密闭        | 系指将容器密闭，以防止尘土及异物进入                    |
| 密封        | 系指将容器密封以防风化、吸潮、挥发或异物进入                |
| 熔封或<br>严封 | 系指将容器熔封或用适宜的材料严封，以防止空气与<br>水分的浸入并防止污染 |
| 阴凉        | 阴凉处系指不超过20℃                           |
| 凉暗        | 凉暗处系指避光并不超过20℃                        |
| 冷处        | 冷处系指2~10℃                             |
| 常温        | 常温系指10~30℃                            |

## 》第一节 药品标准与药典

---

2017+2015

119. 关于中国药典规定的药物贮藏条件的说法，正确的有（）

- A. 在阴凉处贮藏系指贮藏处处温度不超过 $20^{\circ}\text{C}$
- B. 在凉暗处贮藏系指贮藏处避光并温度不超过 $20^{\circ}\text{C}$
- C. 在冷处贮藏系指贮藏处温度为 $2-10^{\circ}\text{C}$
- D. 当未规定贮藏温度时|系指在常温贮藏
- E. 常温系指温度为 $10-30^{\circ}\text{C}$

【答案】：ABCDE

2019

5073

## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

---

5、检查方法和限度：均应按照规定的方法进行检查，在仲裁时，应以《中国药典》规定的方法为准。

原料药的含量（%），除另有注明者外，均按重量计。

如规定上限为100%以上时，系指用药典规定的分析方法测定时可能达到的数值，它为药典规定的限度或允许偏差，并非真实含量；

如未规定上限时，系指不超过101.0%。

2019

5073



## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

### 6. 标准物质

标准品与对照品系指用于鉴别、检查、含量测定的标准物质。

- 标准品系指用于生物检定、抗生素或生化药品中含量或效价测定的标准物质，按效价单位（ $\mu\text{g}$ ）计，以国际标准品标定；
- 对照品系指采用物理化学方法进行鉴别、检查或含量测量时使用的标准物质，其特性量值一般按纯度计。

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

### 7、计量单位

|         |   |
|---------|---|
| 长度      | 米 (m) 分米 (dm) 厘米 (cm) 毫米 (mm) 微米 ( $\mu\text{m}$ ) 纳米 (nm)          |
| 体积      | 升 (L) 毫升 (ml) 微升 ( $\mu\text{l}$ )                                  |
| 质 (重) 量 | 千克 (kg) 克 (g) 毫克 (mg) 微克 ( $\mu\text{g}$ ) 纳克 (ng)                  |
| 压力      | 兆帕 (MPa) 千帕 (kPa) 帕 (Pa)  |
| 动力黏度    | 帕秒 ( $\text{Pa} \cdot \text{s}$ )                                   |
| 运动黏度    | 平方毫米每秒 ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )                                   |
| 波数      | 厘米的倒数 ( $\text{cm}^{-1}$ )  |
| 密度      | 千克每立方米 ( $\text{kg}/\text{m}^3$ ) 克每立方厘米 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) |
| 放射性活度   | 吉贝可 (GBq) 兆贝可 (MBq) 千贝可 (kBq) 贝可 (Bq)                               |

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

### 8. 精确度

“**凡例**”规定了取样量的准确度和试验的精密度。试验中供试品与试药等“称重”或“量取”的量，均以阿拉伯数码表示，其精确度可根据数值的有效数位来确定

2019

5073

## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

|               |                                    |
|---------------|------------------------------------|
| 称取“0.1g”      | 系指称取重量可为0.06~0.14g                 |
| 称取“2g”        | 系指所取重量可为1.5~2.5g                   |
| 称取“2.0g”      | 系指称取重量可为1.95~2.05g                 |
| 称取“2.00g”     | 系指称取重量可为1.995~2.005g               |
| “精密称定”        | 指称取重量应准确至所取重量的千分之一                 |
| “称定”          | 指称取重量应准确至所取重量的百分之一                 |
| 取用量为“约”<br>若干 | 系指取用量不得超过规定量的±10%                  |
| “恒重”          | 指供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在<br>0.3mg以下的重量 |

## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

---

试验中的“空白试验”系指在不加供试品或以等量溶剂替代供试液的情况下，按同法操作所得的结果；

试验时的温度，未注明者，系指在室温下进行。温度高低对试验结果有显著影响者，除另有规定外，应以 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 为准。

2019

5073

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

9、 试药、试液，指示剂

①试验用水，除另有规定外，系指纯化水。

②酸碱度检查所用的水，系指新沸并放冷至室温的水

2019  
5073

## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

---

### （二）通则

通则主要收载制剂通则、通用方法/检测方法和指导原则。

#### 1. 制剂通则

系按照药物剂型分类，针对剂型特点所规定的基本技术要求。

#### 2. 通用方法/检测方法

系各正文品种进行相同检查项目的检测时所应采用的统一的设备、程序、方法及限度等，包括：光谱法、色谱法、物理常数测定法、限量检查法

#### 3. 指导原则

系为执行药典、考察药品质量、起草与复核药品标准等所制定的指导性规定，不作为强制的法定标准。

2019  
5073

## 》 第一节 药品标准与药典

---

**指导原则**——系为执行药典、考察药品质量、起草与复核药品标准等所制定的**指导性规定**，**不作为强制的法定标准**。

**包括**：各类指导原则（“XXXX指导原则”）等。

**举例**：“9101药品质量标准分析方法验证指导原则”规定了需要验证的分析项目、验证的内容及其方法与数据要求，**包括**——准确度、精密度、专属性、检测限、定量限、线性、范围及耐用性。

2019

5073



## ▶▶ 第一节 药品标准与药典

---

2017A

34. 药典中收载针对各剂型特点所规定的基本技术要求的部分是

( )

- A. 前言
- B. 凡例
- C. 二部正文品种
- D. 通则
- E. 药用辅料正文品种

【答案】： D

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

---

### （三）正文——药品标准的主体

★按顺序可分别列有：

品名（中文名、汉语拼音与英文名）、有机药物的结构式、分子式与分子量、来源（中药）或化学名称、含量或效价的规定、处方、制法、性状、鉴别、检查、含量或效价测定、类别、规格、贮藏、制剂及杂质信息。

2019

5073

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

2016X

116. 药品标准正文内容，除收载有名称、结构式、分子式、分子量与性状外，还载有

- A. 鉴别
- B. 检查
- C. 含量测定
- D. 药动学参数
- E. 不良反应

【答案】：ABC

2019

5073

## 第一节 药品标准与药典

阿司匹林 Asipilin

【性状】

【鉴别】  $\text{FeCl}_3$

【检查】 游离水杨酸

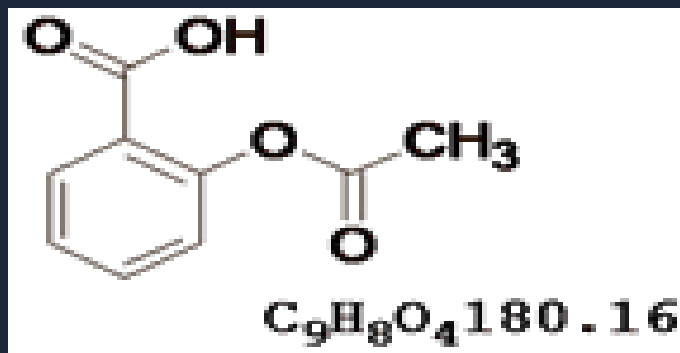
【含量测定】 酸碱滴定

【类别】 解热镇痛非甾体抗炎药，抗血小板聚集药

【贮藏】

【制剂】 片剂、肠溶制剂、栓剂

本品为2-（乙酰氧基）苯甲酸，按干燥品计算，含 $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$ 不得少于99.5%。



## 》第一节 药品标准与药典

---

提醒：正文规定的内容我们也只记重要考点。

### 考点1：名称

《中国药典》收录的名称：中文名称（法定）、汉语拼音和英文名称。

“阿司匹林”：中文名——《中国药品通用名称》（CADN）

“Aspirin”：英文名——“国际非专利药名”（INN）

2019

5073

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

考点2：分子式和分子量

★ “阿司匹林” 分子式 ( $C_9H_8O_4$ )：C首位，H第二，其余元素按英文字母顺序排列，原子个数右下标。

★ “阿司匹林” 分子量 (180.16)：数字写到小数点后第二位。

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

---

考点3：含量或效价的规定（含量限度）

原料药：用有效物质所占的百分数（%）表示，一般指重量百分数★

抗生素或生化药品：含量限度用效价单位★（国际单位IU）表示

制剂：用含量占标示量的百分率来表示

阿司匹林按干燥品计算，含C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>不得少于99.5%。

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

---

考点4：性状——外观、嗅味、溶解度、物理常数

(1) 溶解度——“极易溶解”、“易溶”、“溶解”、“略溶”、“微溶”、“极微溶解”、“几乎不溶或不溶”——7种

“极易溶解”，是指溶质1g (ml) 能在溶剂不到1ml中溶解

“几乎不溶或不溶”是指溶质1g (ml) 在溶剂10000ml中不能完全溶解

2019

5073



## 》第一节 药品标准与药典

---

2018A

32. 《中国药典》收载的阿司匹林标准中, 记载在[性状]项的内容是 第10章

- A. 含量的限度
- B. 溶解度
- C. 溶液的澄清度
- D. 游离水杨酸的限度
- E. 干燥失重的限度

【答案】： B

2019

5073

## ➤ 第一节 药品标准与药典

(2) 物理常数——主要有：相对密度、馏程、熔点、凝点、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、碘值、皂化值和酸值。

熔点：①可以辅助鉴别药品真伪；②反映药物纯度。



2019

5073

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

考点5：鉴别

定义：指用规定的试验方法来辨别药品的真伪

**阿司匹林的鉴别**——①加热水解后与 $\text{FeCl}_3$ 反应生成紫堇色化合物；②碱水解后再酸化析出水杨酸沉淀及醋酸臭味；③红外光谱法鉴别（IR）

{ 化学法：显色、沉淀、气体生成、焰色反应  
物理化学法：仪器分析方法（光谱法、色谱法）  
生物学方法：利用微生物或实验动物

2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

### 考点6：检查

药品质量标准检查项下，收载反应药品安全性、有效性的试验方法和限度，以及均一性、纯度等制备工艺要求的内容。

|        |   |
|--------|---|
| 安全性检查  | “无菌”、“热原”、“细菌内毒素”   |
| 有效性的检查 | 在鉴别、纯度检查和含量测定中不能有效控制的项目，与疗效有关。抗酸药物需检查“制酸力”、含氟有机药物的“含氟量”、难溶性的药物需检查粒度、含乙炔基的药物要检查“乙炔基” |
| 均一性检查  | 制剂的均匀程度。“重量差异”、“含量均匀度”  |
| 纯度检查   | 药物中杂质检查。一般杂质（广泛分布）、特殊杂质（如阿司匹林中的游离水杨酸、异烟肼中的游离肼）                                      |

## 》第一节 药品标准与药典

### 考点7：含量和效价测定

|         |                  |      |                             |
|---------|------------------|------|-----------------------------|
| 化学分析法   | 精密度高，准确性好        | 原料药  | 酸碱滴定、氧化还原滴定                 |
| 仪器分析法   | 灵敏度高、专属性强        | 药物制剂 | 紫外/荧光/原子吸收 分光光度法；高效液相/气相色谱法 |
| 生物活性测定法 | 根据药品对微生物作用强度测定效价 | 抗生素  | 生物/微生物检定法                   |

## 》第一节 药品标准与药典

---

2018B[82~83]

A溶出度

B热原

C. 重量差异

D. 含量均匀度

E. 干燥失重

82. 在药品质量标准中, 属于药物安全性检查的项目是( )

83. 在药品的质量标准中, 属于药物有效性检查的项目是( )

【答案】: BA

2019

5073

## ➤ 第一节 药品标准与药典

---

【最佳选择题】

《中国药典》的现行版本为

- A. 2000年版
- B. 2003年版
- C. 2005年版
- D. 2010年版
- E. 2015年版

【答案】 E

2019  
5073

## 》第一节 药品标准与药典

---

【最佳选择题】

《中国药典》中，收载阿司匹林“含量测定”的部分是

- A. 一部凡例
- B. 一部正文
- C. 二部凡例
- D. 二部正文
- E. 三部正文

【答案】 D

2019  
5073



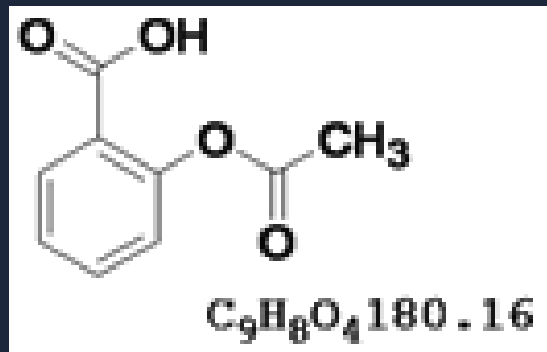
## 》第一节 药品标准与药典

### 【综合分析选择题】

药典中具有如此结构的药物：

1. 该药物的法定名称为

- A. 扑热息痛
- B. 布洛芬
- C. 阿司匹林
- D. 乙酰水杨酸
- E. 阿莫西林



【答案】 C

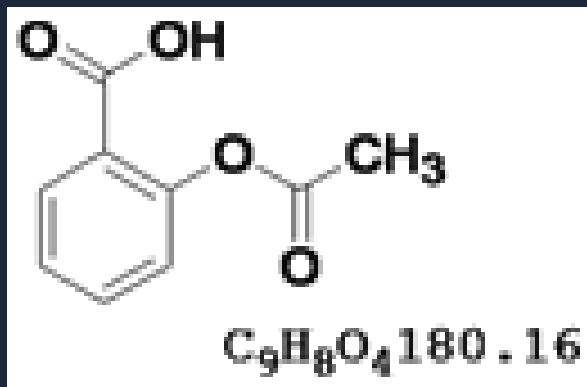
2019

5073

## 》第一节 药品标准与药典

2. 该药物检查项下的特殊杂质为

- A. 重金属
- B. 游离水杨酸
- C. 酮体
- D. 莨菪碱
- E. 乙炔基



【答案】 B

2019

5073

# 感谢观看

---

请继续关注，精彩课程内容待续……

2019

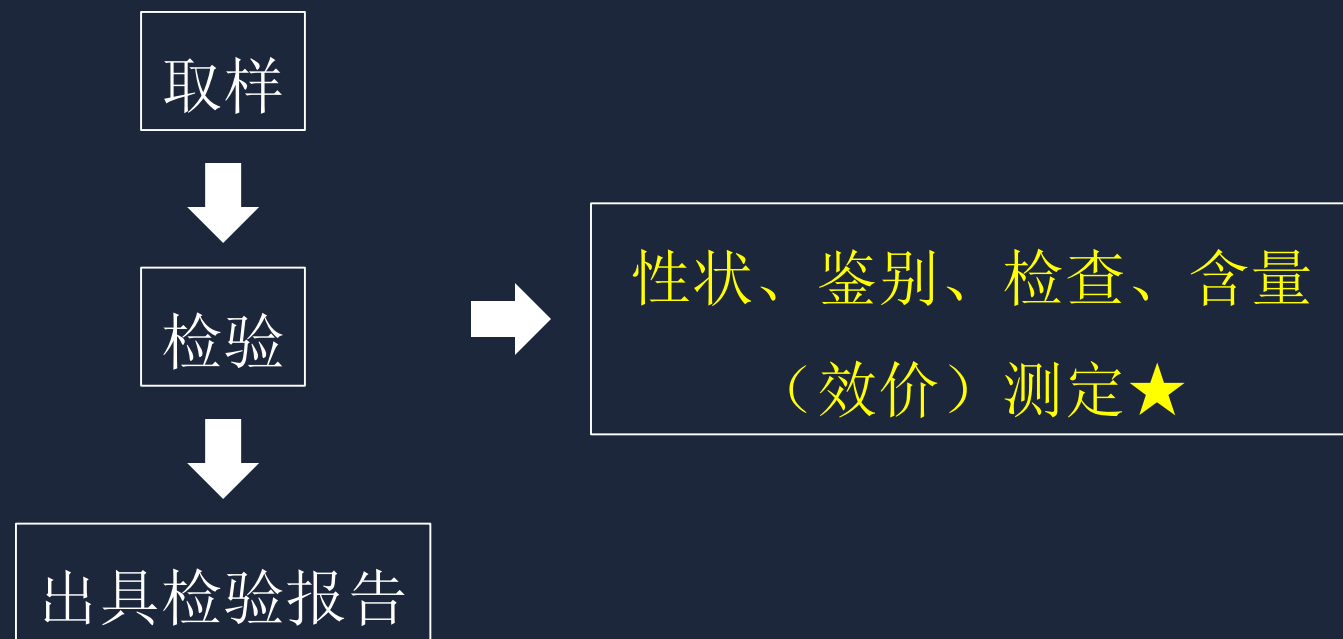
5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

|                 |              |  |
|-----------------|--------------|--|
| (二) 药品检验与体内药物检测 | 1. 药品检验程序与项目 | (1) 取样<br>(2) 性状<br>(3) 鉴别<br>(4) 检查<br>(5) 含量与效价测定<br>(6) 微生物限度检查 |
|                 | 2. 药品质量检验    | (1) 药品监督机构<br>(2) 药品检验类别<br>(3) 药品检验报告                             |
|                 | 3. 体内药物检测    | (1) 体内样品的种类<br>(2) 体内样品的测定<br>(3) 药动力学参数的测定                        |

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 一、药品检验的程序与项目



2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### （一）取样

取样原则：①样品应真实且有代表性，方法具科学性；②一般为**多部位等量取样★**，混合后作为样品进行检验；③一次取得的样品至少可供3次检验用。

2019  
5073

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### （二）性状——检验工作第一步

药物性状：①外观——形态、色泽、嗅味等；②物理常数——熔点、旋光度等。

|  |  |
|--|--|
| 外观   | 系根据药品标准规定对药品质量的初步感官评价。因为感官评价存在一定的主观性，所以外观在药品质量评价中作为参考依据。 |
| 物理常数测定法  | 药物的物理常数是其固有的物理特性，是评价药品质量的主要客观指标之一                        |
| 药品质量标准“性状”项下收载的物理常数包括：熔点、相对密度、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、凝点、馏程、碘值、皂化值和酸值等 |  |

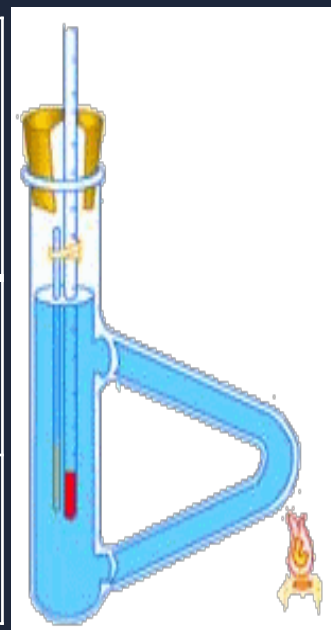
## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 2. 物理常数测定法

#### (1) 熔点测定法——毛细管测定法

★条件：遇热晶型不转化，初熔点与全熔点易区分

|     |                          |                |
|-----|--------------------------|----------------|
| 第一法 | 测定易粉碎固体药品（★多数药物，未注明均为此法） | 普鲁卡因、硫酸阿托品     |
| 第二法 | 测定不易粉碎固体药品               | 脂肪、脂肪酸、石蜡、羊毛脂等 |
| 第三法 | 测定凡士林或其他类似物              | 乙琥胺★           |





## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (2) 旋光度测定法（记几个数字）

旋光现象：当平面偏振光通过含有某些光学活性物质（含有不对称碳原子的化合物），会使振动平面向左或向右旋转。

向左旋转——左旋（-）。向右旋转——右旋（+）。

旋光度：旋转的度数，用  $\alpha$  标示

比旋度：偏振光透过长1dm，且每1ml中含有旋光性物质1g的溶液，在一定波长与温度下，得的旋光度。以  $[\alpha]_D^t$  表示。

药典规定温度t为20℃用钠光D线（589.3nm）作光源

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

具有旋光性的药物，在“性状”项下收载有“比旋度”——肾  
上腺素、硫酸奎宁、葡萄糖、阿莫西林、氢化可的松等

★【顺口】葡萄不亏一身轻啊



2019  
5072

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

【最佳选择题】

《中国药典》药品检验中，下列不需要测定比旋度的是

- A. 肾上腺素
- B. 硫酸奎宁
- C. 阿司匹林
- D. 阿莫西林
- E. 氢化可的松

【答案】 C

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 【配伍选择题】

《中国药典》规定的熔点测定法

- A. 第一法
  - B. 第二法
  - C. 第三法
  - D. 第四法
  - E. 第五法
1. 测定易粉碎固体药品的熔点采用
  2. 测定脂肪酸、石蜡等的熔点采用
  3. 测定凡士林的熔点采用

【答案】 A B C

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

|     |                          |                |
|-----|--------------------------|----------------|
| 第一法 | 测定易粉碎固体药品（★多数药物，未注明均为此法） | 普鲁卡因，硫酸阿托品     |
| 第二法 | 测定不易粉碎固体药品               | 脂肪、脂肪酸，石蜡、羊毛脂等 |
| 第三法 | 测定凡士林或其他类似物              | 乙琥胺★           |

2019

5073

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

【最佳选择题】

吸收系数符号  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  中的1%是指

- A. 1g/100g
- B. 1g/100ml
- C. 1mg/100g
- D. 1mg/100ml
- E. 1ml/100g

【答案】 B

2019  
5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### （三）鉴别

- 化学鉴别法：颜色、沉淀、气体生成、焰色反应
- 物理化学法：仪器分析方法（光谱法、色谱法）
- 生物学方法：利用微生物或实验动物

2019

5072

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 1. 化学鉴别法——颜色、沉淀、气体、焰色

#### (1) 颜色反应（7种）——记例子★

|   |  |  |
|---|--|--|
| 三氯化铁反应：酚羟基<br>+FeCl <sub>3</sub> →显色                | ①对乙酰氨基酚、阿司匹林（先水解）<br>②去氧肾上腺素（1个酚羟基）→紫色<br>③肾上腺素（邻2酚羟基）→翠绿色 |  |
| 重氮化反应：芳伯氨基+亚<br>硝酸钠→重氮盐 +碱性β<br>萘酚→橙黄色/猩红色偶氮<br>化合物 | 磺胺甲噁唑  |  |
| 双缩脲反应：氨基醇+硫<br>酸铜（碱性）→蓝色                            | 盐酸麻黄碱★   |  |



## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

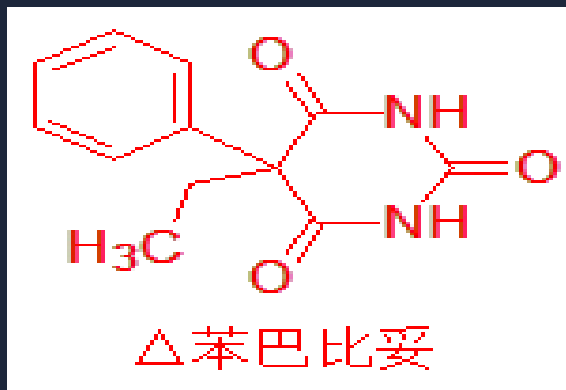
绪表

|  |                   |
|--|-------------------|
| Vitali反应：茛菪酸（硝酸共热）+ 醇制氢氧化钾→深紫色             | 硫酸阿托品（t-托）        |
| Marquis反应：异喹啉类生物碱 + 甲醛-硫酸→紫堇色              | 吗啡★（M-吗）          |
| 硫色素反应（碱性下）：Vb <sub>1</sub> + 铁氰化钾→蓝色荧光的硫色素 | 维生素B <sub>1</sub> |
| 氧化还原褪色：①司可巴比妥钠使碘褪色；<br>②维生素C使二氯靛酚钠试液褪色     | 司可巴比妥钠、维生素C       |

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (2) 沉淀反应 (2个例子★)

|                                      |                                |
|--------------------------------------|--------------------------------|
| 丙二酰脲的银盐反应：巴比妥类+碳酸钠+硝酸银→白色沉淀（一银盐和二银盐） | 巴比妥类（含丙二酰脲结构）<br><br>（二-儿子，芭比） |
| 斐林试剂反应：葡萄糖+碱性酒石酸铜→红色沉淀（氧化亚铜）         | 葡萄糖、果糖、麦芽糖（还原性糖）               |



2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (3) 气体生成反应

尼可刹米与氢氧化钠共热→二乙胺臭气，使湿润的红色石蕊试纸变蓝色。（气的想杀死你）



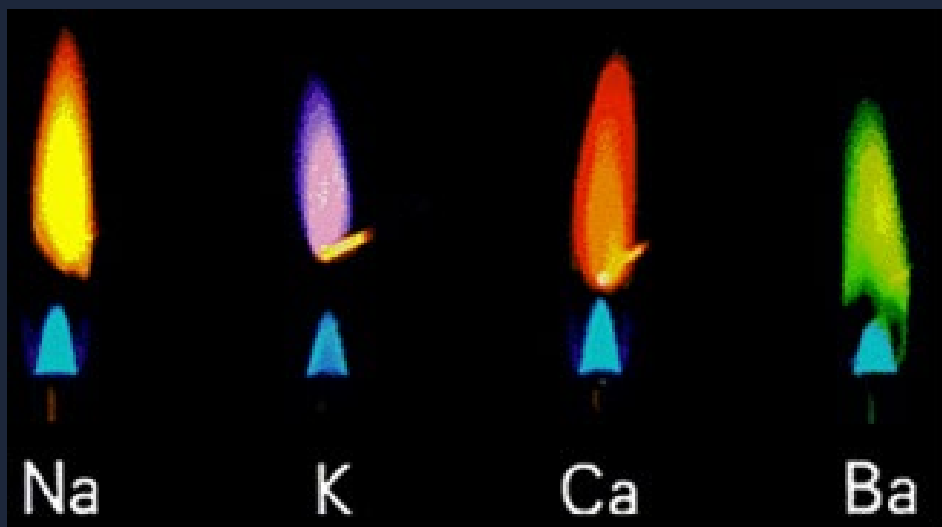
2019  
5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (4) 焰色反应

本法适用于含钠 (Na)、钾 (K)、钙 (Ca)、钡 (Ba)、锂 (Li) 等金属离子的盐类药物的鉴别。

★钾紫、钠黄、钙红、钡黄绿 (通过绿玻璃显蓝色)



2019

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 2. 光谱鉴别法

200nm~400nm为紫外光区;

400nm~760nm为可见光区;

★常用分光光度法

紫外可见分光光度法

红外分光光度法

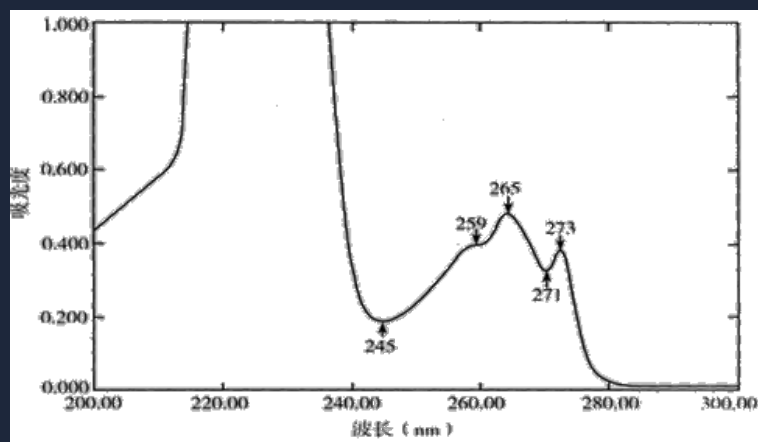
2019

## 第二节 药品质量检验与体内药物检测

(1) 紫外-可见分光光度法

波长范围：200nm-760nm

★用于鉴别的通常为紫外吸收光谱：200nm~400nm



纵坐标：吸光度

横坐标：波长

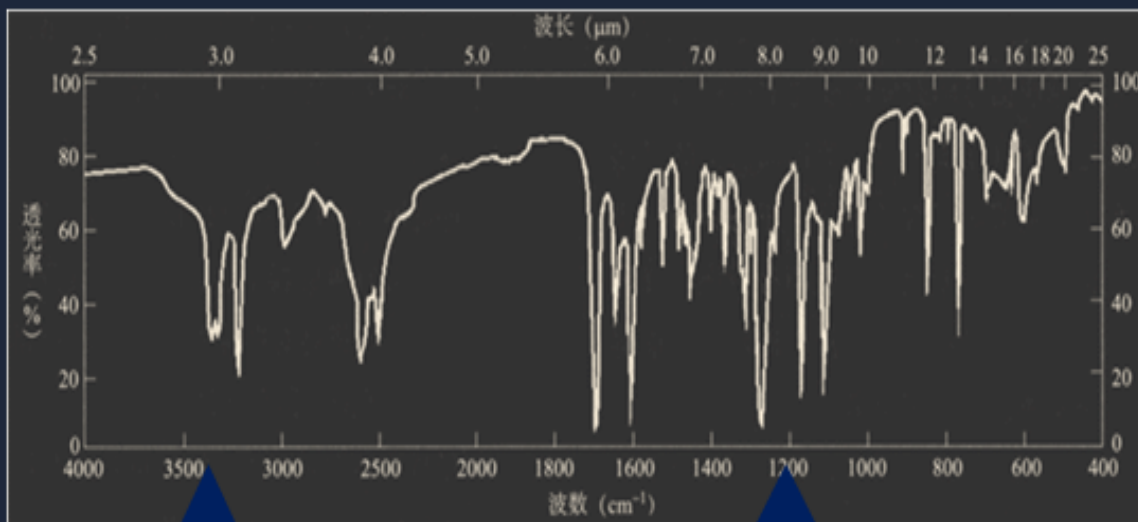
布洛芬：在265nm与273nm的波长处有最大吸收在245nm与271nm的波长处有最小吸收

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (2) 红外分光光度法

波长范围：2.5  $\mu\text{m}$ ~25  $\mu\text{m}$  ( $4000\text{cm}^{-1}$ ~ $400\text{cm}^{-1}$ )

特点：IR光谱有类似人指纹一样的专属特征，常用于**鉴别**★



官能团区：疏，易辨认  
( $4000\sim1300\text{cm}^{-1}$ )

指纹区：密，较敏感  
( $1300\sim400\text{cm}^{-1}$ )

纵坐标：透光率 (T%)

横坐标：波长/波数 ( $\text{cm}^{-1}$ )

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### ★典型化学基团的红外吸收特征峰

| 峰位 ( $\text{cm}^{-1}$ ) | 峰强   | 振动形式  | 归属基团或化学键  |
|-------------------------|------|---|---|
| 3750~3000               | 强    | $\nu_{\text{OH}}$ 、 $\nu_{\text{NH}}$                             | O-H、N-H   |
| 3300~3000               | 弱~中等 | $\nu_{\equiv\text{CH}}$ 、 $\nu_{=\text{CH}}$ 、 $\nu_{\text{ArH}}$ | $\equiv\text{C-H}$ 、 $=\text{C-H}$ 、Ar-H            |
| 3000~2700               | 弱~强  | $\nu_{-\text{CH}}$  | C-H (烷基)、-CHO                                       |
| 2400~2100               | 弱~中等 | $\nu_{\text{C}\equiv\text{C}}$ 、 $\nu_{\text{C}\equiv\text{N}}$   | $\text{C}\equiv\text{C}$ 、 $\text{C}\equiv\text{N}$ |
| 1900~1650               | 强    | $\nu_{\text{C=O}}$  | C=O (醛、酮、羧酸及其衍生物)                                   |
| 1670~1500               | 中等~强 | $\nu_{\text{C=C}}$ 、 $\nu_{\text{C=N}}$ 、 $\delta_{\text{N-H}}$   | C=C、C=N、N-H   |
| 1300~1000               | 强    | $\nu_{\text{C-O}}$  | C-O (醚、酯、羧酸)  |
| 1000~650                | 中等~强 | $\delta_{=\text{C-H}}$ 、 $\delta_{\text{Ar-H}}$                   | 不同取代形式双键、苯环   |



## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 【最佳选择题】

紫外-可见分光光度法常用的波长范围是

- A. 200~400nm
- B. 400~760nm
- C. 200~760nm
- D. 760nm~2500nm
- E. 2.5 μm~25 μm

【答案】 C

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

2017B

[90-91]

A. <200nm

B. 200-400nm

C. 400-760nm

D. 760-2500nm

E. 2.5-25um

90. 紫外-可见分光光度法的紫外吸收波长是

91. 药物近红外光谱的范围是

【答案】 BD

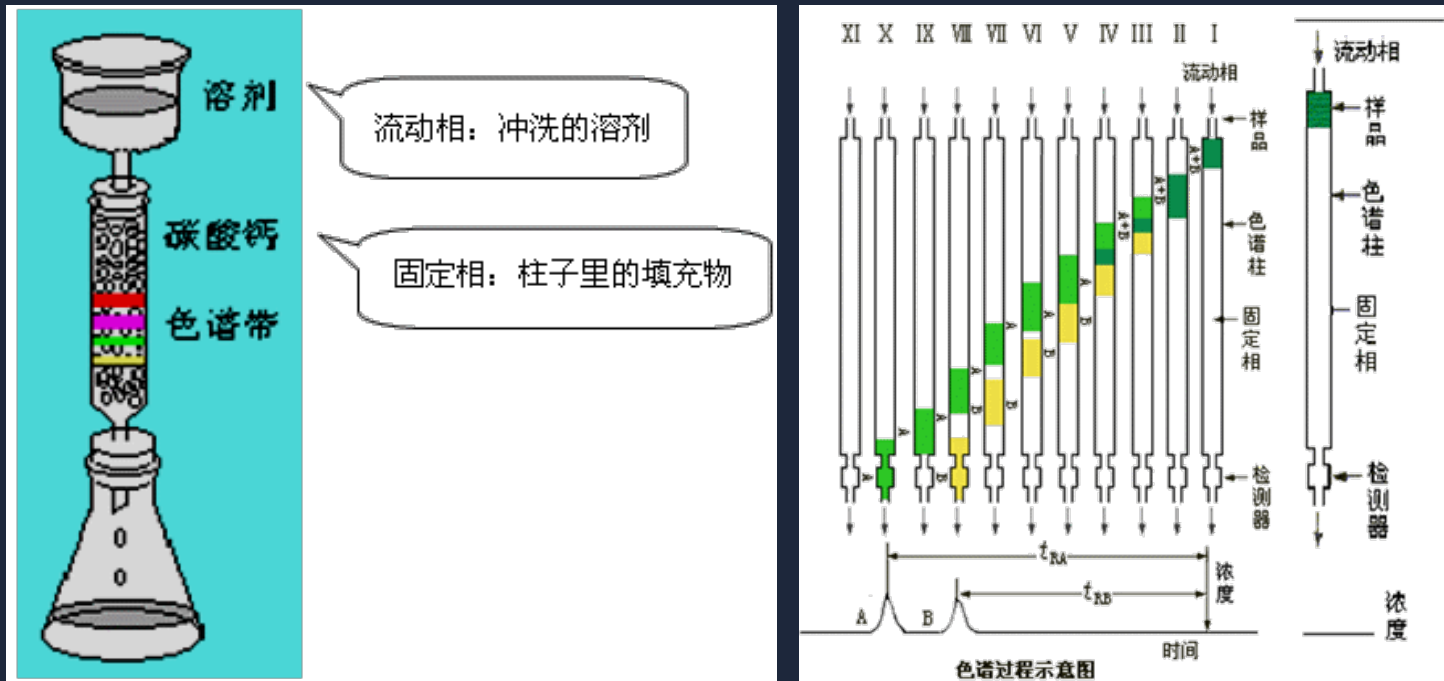
2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

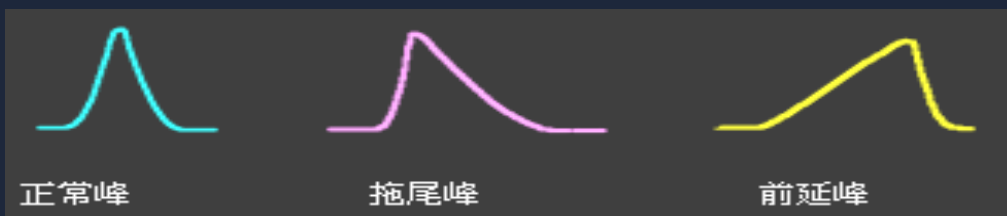
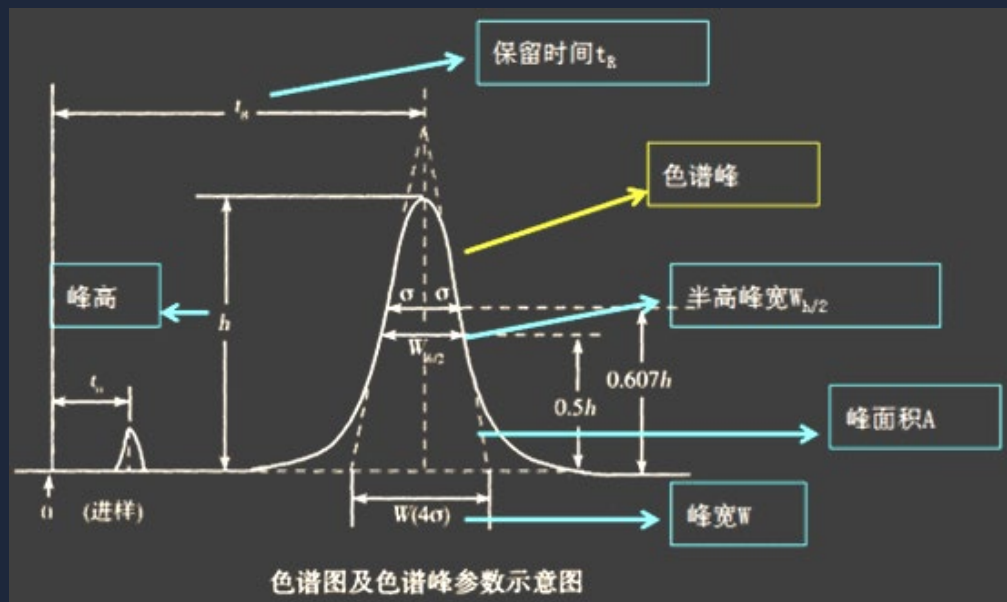
### 3. 色谱鉴别法

★色谱法特点：高灵敏度、高选择性、高效能、应用范围广等优点，是分析混合物的最有效手段。



## 第二节 药品质量检验与体内药物检测

色谱图：色谱响应信号随时间的变化曲线称为流出曲线或色谱图。



## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (1) 常用术语

①保留时间 ( $t_R$ ) : 从进样开始到某个组分色谱峰顶点的时间间隔。单位通常为分钟 (min)。

②半高峰宽 ( $W_{h/2}$ ) : 峰高一半处的峰宽,  $W_{h/2}=2.355 \sigma$   
( $\sigma$  : 色谱峰上的拐点, 即0.607倍峰高处至峰高垂线间的距离)

③峰宽 ( $W$ ) :  $W=4 \sigma =1.699 W_{h/2}$

④峰高 ( $h$ ) : 组分色谱峰顶点至时间轴的垂直距离称为峰高。  
单位通常为毫伏 (mV)

⑤峰面积 ( $A$ ) : 组分色谱峰与基线围成的区域的面积称为峰面积, 单位通常为毫伏·秒 (mV·s)

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

描述色谱峰的参数

- ①保留时间——组分的鉴别（间-鉴）
- ②峰高或峰面积——组分的含量测定
- ③峰宽/半高峰宽——色谱柱柱效评价

2019  
5073

## ► 第二节 药品质量检验与体内药物检测

34、某药物采用高效液相色谱法检测，药物响应信号强度随时间变化的色谱图及参数如下，其中可用于该药物含量测定的参数是

A、 $t_0$

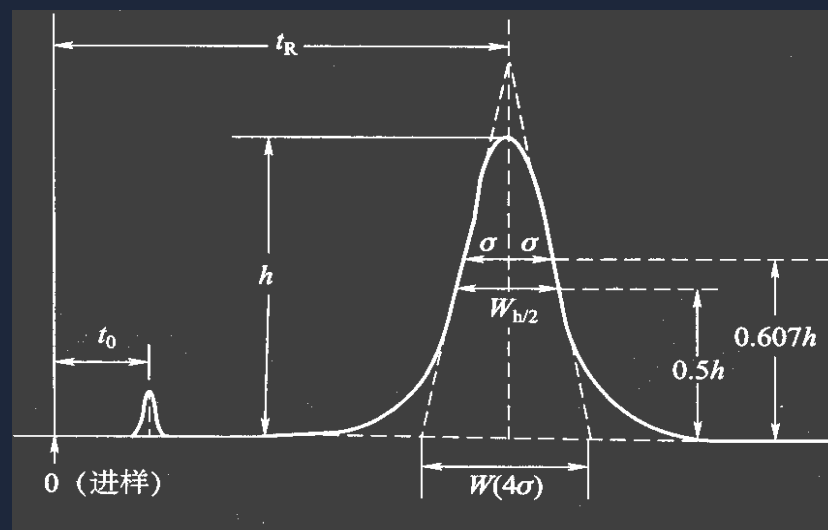
B、 $t_R$

C、 $W$

D、 $h$

E、 $\sigma$

【答案】D



2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

【解析】色谱鉴别法常用术语：保留时间 ( $t_R$ )、半高峰宽 ( $W_{h/2}$ )、峰宽 ( $W$ )、峰高 ( $h$ )、峰面积 ( $A$ )。

保留时间主要用于组分的鉴别；半高峰宽或峰宽主要用于色谱柱柱效的评价；峰高或峰面积主要用于组分的含量测定。

2019

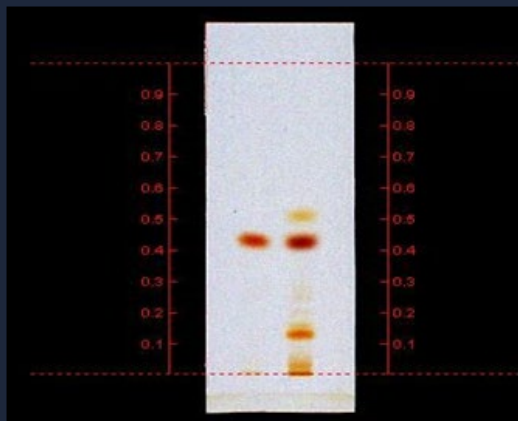
5073



## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (2) 常用方法

①薄层色谱法（TLC）：系将供试品溶液点样于涂布有固定相的薄层板上，经展开、检视后所得的色谱图，与药物对照品按同法操作所得的色谱图进行比较，主要用于**鉴别或杂质检查**。



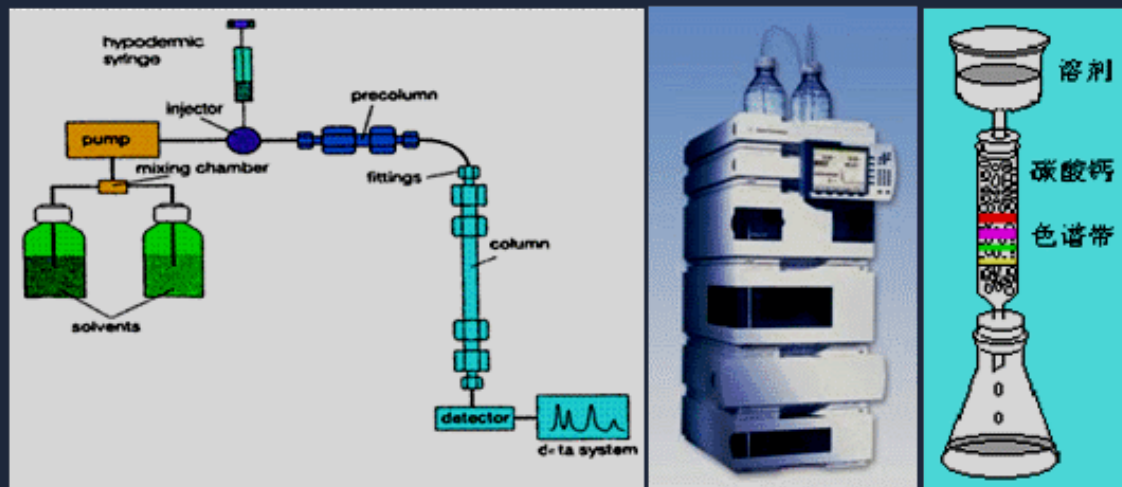
比移值 ( $R_f$ ) ——了解

2019

5073

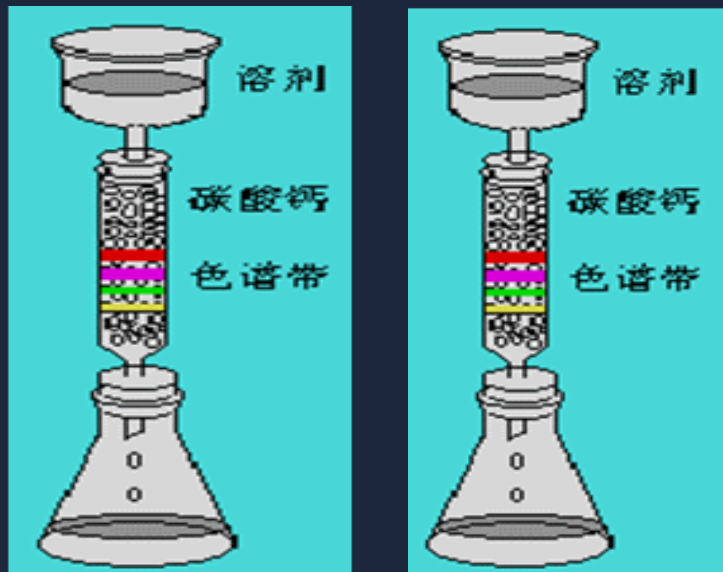
## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

②高效液相色谱法（HPLC）：分离效能高、应用广泛



2019  
5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测



★反相色谱：流动相极性>固定相极性——应用最广泛

★正相色谱：固定相极性>流动相极性

★常利用色谱峰保留时间 ( $t_R$ ) 进行鉴别

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### （四）检查

检查是在鉴别呈正反应后，顺次进行的检验项目。药品标准的检查项下，收载有反映药品的安全性与有效性的试验方法和限度、均一性与纯度等制备工艺要求等内容。

药物的纯度检查即为药物中的杂质检查，检查方法亦主要采用化学法、光谱法和色谱法。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 1. 化学分析法（记住例子）

阿司匹林中“溶液的澄清度”检查

阿司匹林中“重金属”检查（硫代乙酰胺法含铅，最适宜PH3.5）

阿司匹林中“炽灼残渣”检查

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 2. 光谱分析法（记住例子）

肾上腺素中的酮体，采用紫外-可见分光光度法检查相关杂质

地蒎酚中二羟基蒎醌的检查，采用紫外-可见分光光度法检查相关杂质

具有光学异构体的药物如硫酸阿托品中的莨菪碱的检查可通过测定样品溶液的旋光度进行纯度检查。

阿托品无旋光性，莨菪碱为左旋体。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 3. 色谱分析法

(1) 薄层色谱法:常用方法有杂质对照法与自身稀释对照法.

布洛芬中有关物质的检查

(2) 高效液相色谱法:常用方法有内标法、外标法、加校正因子的主成分自身对照法、不加校正因子的主成分自身对照法和面积归一化法。

例如: 阿司匹林中游离水杨酸 (外标法)

(3) 气相色谱法:主要用于残留溶剂的检查, 方法有:内标法、外标法和标准加入法。

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (五) 含量与效价测定

|                  |           |                      |
|------------------|-----------|----------------------|
| 化学分析法<br>(滴定分析法) | 原料药含量测定首选 | 酸碱滴定法、非水溶液滴定法、氧化还原滴定 |
| 仪器分析法            | 药物制剂含量测定  | 紫外-可见分光光度法、高效液相色谱法   |
| 生物活性测定法          | 抗生素效价测定   | 微生物检定法               |

2019  
5073



## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 1. 滴定分析法——通过定量反应测定含量

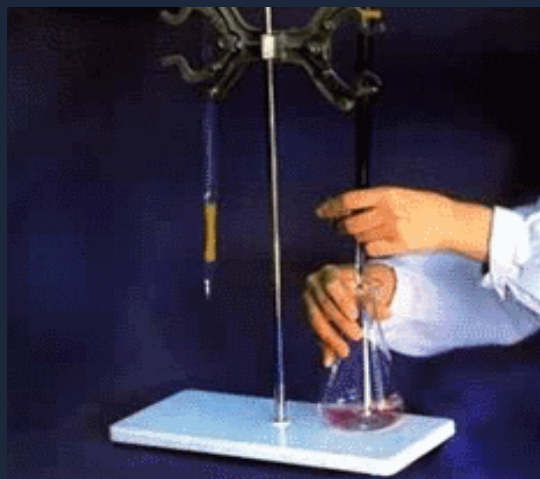
滴定液（浓度已知）

待测药品（浓度未知）

定量的反应



计算待测药品的含量



2019

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (1) 酸碱滴定法

适用于：酸碱性药物及能与酸碱发生中和反应的药物；（比如：  
阿司匹林

|           |       |                  |
|-----------|-------|------------------|
| 酸碱指示剂指示终点 | 酸性指示剂 | 甲基橙、溴酚蓝、溴甲酚绿、甲基红 |
|           | 碱性指示剂 | 溴百里酚蓝、酚红、酚酞、百里酚酞 |

2019  
5073

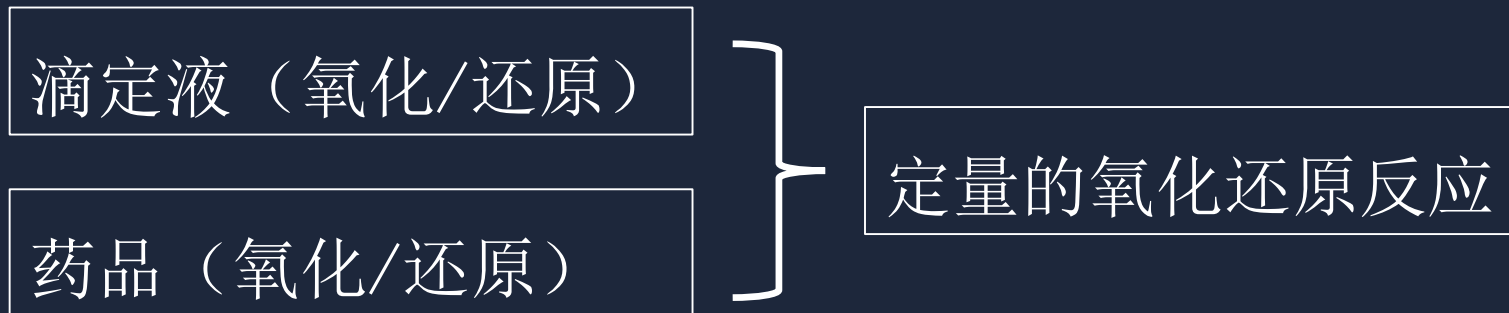
## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (2) 非水溶液滴定法

|       |   |
|-------|---|
| 非水碱量法 | 溶剂：冰醋酸或冰醋酸-醋酐<br>滴定液：高氯酸的冰醋酸溶液<br>指示终点：结晶紫、电位法<br>测定对象：有机弱碱及其氢卤酸盐、硫酸盐、磷酸盐、有机酸盐，以及有机酸的碱金属盐；比如：地西泮、肾上腺素、盐酸麻黄碱、硫酸阿托品、水杨酸钠、枸橼酸钾 |
| 非水酸量法 | 溶剂：乙二胺、二甲基甲酰胺； 滴定液：甲醇钠<br>指示终点：麝香草酚蓝<br>测定对象：有机弱酸或酸性的酰亚胺类；比如乙琥胺   |

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### (3) 氧化还原滴定法



★包含：碘量法、铈量法、溴量法、溴酸钾法、重铬酸钾法、高锰酸钾法及亚硝酸钠法等

2019

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### ① 碘量法

|           |           |                       |                        |                      |
|-----------|-----------|-----------------------|------------------------|----------------------|
| 直接碘量法     |           | $I_2$ 滴定液 滴定<br>还原性药物 | 条件：酸性/<br>中性<br>指示剂：淀粉 | 维生素C<br>二巯丙醇         |
| 间接碘<br>量法 | 置换碘<br>量法 | 氧化性药物                 | 指示剂：淀粉                 |                      |
|           | 剩余碘<br>量法 | 强还原性药物+               | 指示剂：淀粉<br>(近终点加入       | 复方对乙酰氨基酚<br>片中的“咖啡因” |

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### ② 铈量法

原理：硫酸铈 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 滴定 还原性药物

指示剂：邻二氮菲

代表药物（金属低价化合物或还原性药物）：硫酸亚铁片、葡萄糖酸亚铁及其制剂、富马酸亚铁及其制剂、硝苯地平。

顺口【消失的亚铁】

记忆方法：是是非非，市区的地铁

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### ③亚硝酸钠滴定法（重氮化反应）

条件：酸性条件下

★催化剂：溴化钾

★指示终点：电位法、永停滴定法（药典方法）、内指示剂法和外指示剂法

代表药物[★含有芳伯胺基的药物（或潜在的）]：盐酸普鲁卡因

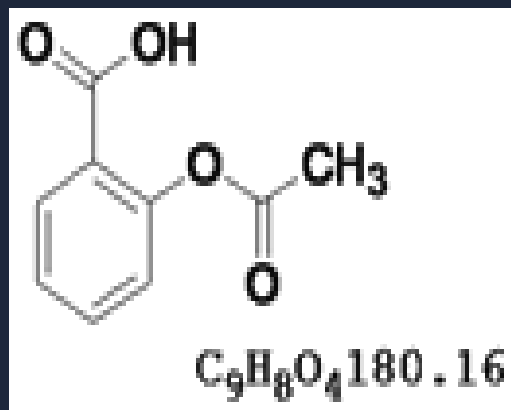
2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

3. 该药物原料药含量测定方法为

- A. 红外光谱法
- B. 生物活性测定法
- C. 高效液相色谱法
- D. 酸碱滴定法
- E. 氧化还原滴定法



【答案】 D

2019

5073



## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 【配伍选择题】

以下滴定分析法所使用的滴定液是

- A. 氢氧化钠滴定液
  - B. 甲醇钠滴定液
  - C. 亚硝酸钠滴定液
  - D. 硫酸铈滴定液
  - E. 高氯酸滴定液
- 1. 酸碱滴定法
  - 2. 非水碱量法
  - 3. 非水酸量法

【答案】 A E B

2019

5073

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 2. 紫外-可见分光光度法

含量测定原理：被测药物的吸光度与药物的浓度和液层的厚度（光路长度）成正比。

$$A = -\lg \frac{I}{I_0} = -\lg T = Ecl$$

$A$  为吸光度， $I_0$  为入射光强度， $I$  为透射光强度， $T$  为透光率， $E$  为吸收系数， $c$  为被测物质溶液的浓度， $l$  为液层厚度。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

△吸收系数  $E$ ：是物质的物理常数（同种物质具有相同的  $E$ ），随浓度  $c$  单位的不同，吸收系数  $E$  有不同的意义和表示方法。

A：当  $c$  以“mol/L”为单位时， $E$  称为摩尔吸收系数，用  $\varepsilon$  表示。

B：当  $c$  用“g/100ml”为单位时， $E$  称为比吸收系数，用  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  表示。

溶液浓度为1%（1g/100ml）、液层厚度为1cm时，在一定条件（波长、溶剂、温度）下的吸光度——更常用。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

紫外-可见分光光度法如何测定含量？

A: 对照品对照法:

$$A_{\text{对}} = E c_{\text{对}} l$$

$$A_{\text{测}} = E c_{\text{测}} l$$

$$A_{\text{对}}/C_{\text{对}} = A_{\text{测}}/C_{\text{测}}$$

——★各国药典主要采用方法

B: 吸收系数法:  $A = E c l$      $C = A/E l$

2019  
5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 3. 高效液相色谱法

含量测定——内标法、外标法

(1) 内标法——可避免样品前处理及进样体积误差对结果的影响

代表药：甲地高辛、布洛伪麻胶囊（加校正因子）

S：内标物质 R：对照品 X：待测药品

①校正因子  $(f) = \left( \frac{A_S}{C_S} \right) / \left( \frac{A_R}{C_R} \right)$

②含量  $(C_X) = f \frac{A_X}{A_S / C_S}$

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

(2) 外标法——精密称取对照品和供试品，分别测定

R: 对照品 X: 待测药品

$$\text{含量 } (C_X) = C_R \frac{A_X}{A_R}$$

代表药：炔诺酮

2019  
5073

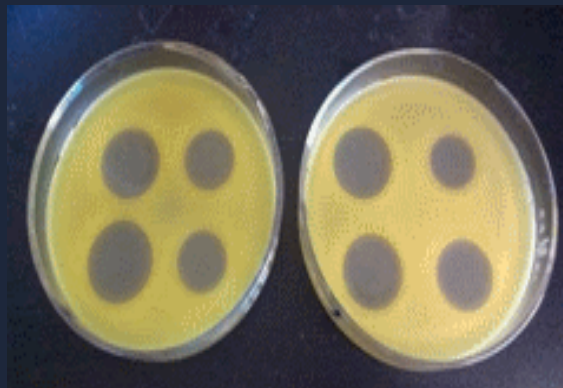
## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 4. 抗生素微生物检定法

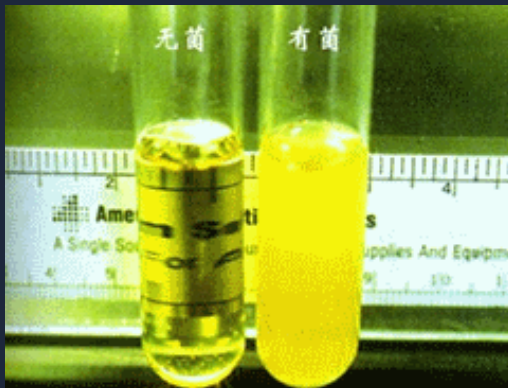
——根据量反应平行线原理设计，通过检测抗生素对微生物的抑制作用，计算抗生素活性（效价）的方法。

| ★分类 | 培养基   | 原理                                   | 检定方法         |
|-----|-------|--------------------------------------|--------------|
| 管碟法 | 琼脂培养基 | 比较标准品与供试品两者对接种的试验菌产生的抑菌圈的大小          | 二剂量法<br>三剂量法 |
| 浊度法 | 液体培养基 | 通过测定培养后细菌浊度值的大小，比较标准品与供试品对试验菌生长抑制的程度 | 标准曲线法        |

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测



管碟法



浊度法

测定结果经计算所得效价，如低于估计效价的90%或高于估计效价的110%时，应调整其估计效价，重新试验。

代表药：硫酸庆大霉素★ [1000单位（1mg）/ml，可信限率 $\leq 7\%$ ]

2019



## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### （六）非无菌产品微生物限度检查

#### 1、微生物计数法

（1）计数方法：包括平皿法、薄膜过滤法和最可能数法（MPN法）

（2）供试品检查：

#### 2、控制菌检查法

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

2016A

31. 非无菌药物被某些微生物污染后可能导致其活性降低，所以多数非无菌制剂需进行微生物限度检查，常用于药品微生物限度检查的方法是：

- A. 平皿法
- B. 铈量法
- C. 碘量法
- D. 色谱法
- E. 比色法

【答案】：A

2019

5073

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 3、非无菌药品微生物限度标准

(1) 制剂通则、品种项下要求无菌的及标示无菌的制剂和原辅料：应符合无菌检查法规定。

(2) 用于手术、严重烧伤、严重创伤的局部给药制剂：应符合无菌检查法规定。

(3) 非无菌化学药品制剂、生物制品制剂、不含药材原粉的中药制剂的微生物限度标准

2019

5073

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

(3) 非无菌化学药品制剂、生物制品制剂、不含药材原粉的中药制剂的微生物限度标准

| 给药途径           | 需氧菌总数  | 霉菌和酵母菌总数 | 控制菌                                 |
|----------------|--------|----------|-------------------------------------|
| 口服给药           |        |          |                                     |
| 固体制剂           | $10^3$ | $10^2$   | 不得检出大肠埃希菌；<br>含脏器提取物的制剂还<br>不得检出沙门菌 |
| 液体制剂           | $10^2$ | $10^1$   |                                     |
| 耳用制剂<br>皮肤给药制剂 | $10^2$ | $10^1$   | 不得检出金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌                  |

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

(3) 非无菌化学药品制剂、生物制品制剂、不含药材原粉的中药制剂的微生物限度标准

| 给药途径                     | 需氧菌<br>总数 | 霉菌和<br>酵母菌总数 | 控制菌                      |
|--------------------------|-----------|--------------|--------------------------|
| 其他局部给药<br>制剂             | $10^2$    | $10^2$       | 不得检出金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌       |
| 直肠给药                     |           |              |                          |
| 固体制剂                     | $10^3$    | $10^2$       | 不得检出金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌       |
| 液体制剂                     | $10^2$    | $10^2$       |                          |
| 口腔黏膜给药<br>牙龈给药制剂<br>鼻用制剂 | $10^2$    | $10^1$       | 不得检出大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌 |

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

(3) 非无菌化学药品制剂、生物制品制剂、不含药材原粉的  
中药制剂的微生物限度标准

| 给药途径    | 需氧菌<br>总数 | 霉菌和<br>酵母菌总数 | 控制菌                                       |
|---------|-----------|--------------|---|
| 呼吸道吸入给药 | $10^2$    | $10^1$       | 不得检出大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌、 <b>耐胆盐革兰阴性菌</b> |
| 阴道、尿道给药 | $10^2$    | $10^1$       | 不得检出金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌、白色念球菌；中药制剂还不得检出梭菌      |

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

口服大肠埃希菌、动物还去沙门菌、局肠皮耳萄铜绿、口齿鼻呼大肠菌、阴道尿道梭念珠

- ① 口服的不管是固体还是液体制剂：不得检出大肠埃希菌；含脏器提取物的制剂还不得检出沙门菌
- ② 局部给药制剂、直肠、皮肤，耳用制剂不得检出金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌
- ③ 口腔黏膜给药、牙龈给药制剂、鼻用制剂、呼吸道吸入给药，还不得检出大肠埃希菌
- ④ 阴道尿道梭念珠：阴道、尿道给药还不得检查出白色念球菌，中药制剂还不得检出梭菌

2019  
5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 二、药品质量检验——申报程序上的问题

|           |  |
|-----------|--|
| 2. 药品质量检验 | <ul style="list-style-type: none"><li>(1) 药品监督机构</li><li>(2) 药品检验类别</li><li>(3) 药品检验报告</li></ul> |
|-----------|--|

2019  
5073



## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### （一）药品监督检验机构（了解）

CFDA下设的中国食品药品检定研究院：①承担各省级药品检验所（或称：食品药品检验所，药品检验检测院等）的技术考核与业务指导，②国家药品标准物质的标定，③药品注册检验（包括样品检验和药品标准复核）及进口药品的注册检验与④药品监督（评价性）检验和复验（仲裁检验）等工作。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

省级药品检验所：①辖区内药品的抽验与委托检验（口岸药检所承担药品进出口检验）以及②药品的注册检验

市（县）级药品检验所：承担辖区内的药品监督检查与管理工作

药品生产企业-质量保证（QA）与质量管理（QC）部门：依据药品质量标准的规定和药品检验实验室的具体条件制定相应的标准操作规范（SOPs）★，并实施企业内药品的生产过程监控与出厂检验

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### （二）药品检验类别

★药品检验分类（依据检验目的）：出厂检验、委托检验、抽查检验、复核检验（仲裁检验）、审核检验、进出口检验等。

1. 出厂检验：药品生产企业的出厂检验。

2. 委托检验：药品生产企业缺少使用频次较少的检验仪器设备而无法完成的检验项目，可以实行委托检验；

受托检验方资质：①具有相应检测能力并通过实验室资质认定或实验室认可的检验机构；②具有相应检测能力并通过GMP认证的药品生产企业。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 3. 抽查检验★

|      |        |                            |
|------|--------|----------------------------|
| 评价抽验 | 国家药品抽验 | 掌握、了解辖区内药品质量总体水平与状态        |
| 监督抽验 | 省级药品抽验 | 对监督检查中发现的质量可疑药品所进行的有针对性的抽验 |

4. 复核检验（复验）★：对抽验结果有异议时，由药品检验仲裁机构（如中国食品药品检定研究院）进行的再次抽验（仲裁检验）。

复核检验亦包括对药品注册标准的审核检验。

2019  
5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 5. 进口药品检验

- A. 已获《进口药品注册证》或批件的进口药品：“进口检验”并核发“进口药品检验报告书”
- B. 进口小样：“（进口）委托检验”
- C. 申请《进口药品注册证》对质量标准进行的复验为：“（进口药品质量标准）复核检验”，并核发“进口药品检验报告书”

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

2018X120. 依据检验目的不同, 药品检验可分为不同的类别。关于药品检验的说法中正确的有

A. 委托检验系药品生产企业委托具有相应检测能力并通过资质认定或认可的, 检验机构对本企业无法完成的检验项目进行检验

B. 抽查检验系国家依法对生产、经营和使用的药品按照国家药品标准进行抽查检验

C. 出厂检验系药品检验机构对药品生产企业要放行出厂的产品进行的质量检验

D. 复核检验系对抽验结果有异议时, 由药品检验仲裁机构对有异议的药品进行再次抽检

E. 进口药品检验系对于未获得《进口药品注册证》或批件的进口药品进行的检验

【答案】： ABCD

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### （三）药品检验报告书

1. 检验记录与检验卡——出具检验报告的依据（★不是检验报告的组成部分）

A. 检验记录：应原始、真实，记录完整、简明、具体，书写字迹应清晰，色调一致，不得任意涂改。★若发现有误，可用单线或双线划去（应保持原有字迹可辨），并在修改处签名或盖章。

B. 检验结果：无论成败均应详细记录；对废弃的数据或失败的检验，及时分析原因，并在原始记录中注明。

C. 检验卡：将检验记录逐页顺序编码，根据各项检验记录填写检验卡，并对检验作出明确结论。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 2. 检验报告书

记载了药品检验机构对药品质量作出的技术检定结论，具有法律效力★，对药品检验结果的判定必须明确、有依据。

内容包括：①品名、规格、批号、数量、包装、有效期、生产单位、检验依据；②取样日期、报告日期；③检验项目、标准规定、检验结果；④检验结论。（了解）

★签章：报告书上须有①检验者、②复核者（或技术部门审核）和③部门负责人（或管理部门批准）的签章及检验机构公章，签章应写全名，否则该检验报告无效。

2019

5073





## 第二节 药品质量检验与体内药物检测

| XXXXXX (药品企业名称) |                                    |                                    |          |
|-----------------|------------------------------------|------------------------------------|----------|
| 药品检验报告书         |                                    |                                    |          |
| 报告书编号: 20151003 |                                    |                                    |          |
| 检品名称            | 左氧氟沙星片                             |                                    |          |
| 批 号             | 20151001                           | 规 格                                | 0.1g     |
| 生产单位            | XXXXXX                             | 剂 型                                | 片剂       |
| 供样单位            | XXXXXX                             | 包 装                                | 铝塑板      |
| 检品数量            | 6 盒×12 片×2 板/盒                     | 有 效 期                              | 20170930 |
| 检验目的            | 出厂检验                               | 检验日期                               | 20151009 |
| 检验项目            | 全检                                 | 报告日期                               | 20151023 |
| 检验依据            | 《中国药典》(2015 年版) 二部                 |                                    |          |
| 检验项目            | 标准规定                               | 检验结果                               |          |
| [性 状]           | 薄膜衣片, 除去包衣后显白色至淡黄色                 | 薄膜衣片, 除去包衣后显白色                     |          |
| [鉴 别]           |                                    |                                    |          |
| (1) 液相色谱        | 主峰保留时间应与对照品保留时间一致                  | 主峰保留时间与对照品保留时间一致                   |          |
| (2) 紫外光谱        | 226、294nm 波长处有最大吸收, 263nm 波长处有最小吸收 | 226、294nm 波长处有最大吸收, 263nm 波长处有最小吸收 |          |

2019

5053

## 第二节 药品质量检验与体内药物检测

|                     |                       |                       |
|---------------------|-----------------------|-----------------------|
| [检 查]               |                       |                       |
| 有关物质                | 杂质 A $\leq 0.3\%$     | 杂质 A 0.1%             |
|                     | 其他单杂 $\leq 0.3\%$     | 其他单杂 0.2%             |
|                     | 其他总杂 $\leq 0.7\%$     | 其他总杂 0.5%             |
| 溶 出 度               | 限度为标示量的 80%           | 86.0% ; 81.0% ; 90.6% |
|                     |                       | 94.7% ; 84.6% ; 88.1% |
|                     |                       | 平均值 87.5%             |
| 重量差异                | $\pm 7.5\%$           | -3.8% ~ +5.6%         |
| [含量测定]              | 应为标示量的 90.0% ~ 110.0% | 99.8%                 |
| 结 论                 |                       |                       |
| 本品按《中国药典》检验,结果符合规定。 |                       |                       |
| QA 批准: QC 审核: 检验员:  |                       |                       |

①药品检验机构的报告书抬头: “XXX省食品药品检验所药品检验报告书”

②检验报告书编号: 通常为8位数, 前4位数为年份, 后4位数为顺序编号, 也可添加检验类别代码。

## 第二节 药品质量检验与体内药物检测

③药品检验机构的报告书，在〔检验项目〕栏的最后空白处打印或加盖“以下空白”字样或印章，以示报告内容的完结

④药品检验机构的报告书，签名为：授权签字人及签发日期

陕西省药品检验所检验报告

报告书编号: 20050135第 1 页共 1 页

|          |                       |                   |            |
|----------|-----------------------|-------------------|------------|
| 检品名称     | 百解灵片                  |                   |            |
| 批 号      | 050201                | 规 格               | 0.3g/片含量   |
| 生产单位或产地  | 西安仁仁药业有限公司            | 剂 型               | 片 剂        |
| 供样单位     | 西安仁仁药业有限公司            | 包 装               | 铝塑板及纸盒     |
| 检验目的     | 委托检验                  | 效期/失效日期           | 200701     |
| 检验项目     | 全检                    | 签封数量              | 5盒x36片/盒   |
| 检品数量     | 15盒x36片/盒             | 收验日期              | 03/09/2005 |
| 检验依据     | SFDA标准(试行)YBZ03162004 |                   |            |
| 检验项目     | 标准规定                  | 检验结果              |            |
| 【性状】     | 应为糖衣片,除去糖衣后,呈棕褐色;味苦   | 为糖衣片,除去糖衣后呈棕褐色;味苦 |            |
| 【鉴别】     |                       |                   |            |
| (1) 颜色反应 | 应检出芦荟苷                | 检出芦荟苷             |            |
| (2) 颜色反应 | 应检出西青果                | 检出西青果             |            |
| 【检查】     |                       |                   |            |
| 崩解时限     | 1小时                   | 25分钟              |            |
| 微生物限度    | 应符合规定                 | 符合规定              |            |

【含量测定】

每片含芦荟以芦荟大黄素(C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)计,不得少于5.0μg

7.1μg

(以下空白)

检验结论

本品按国家食品药品监督管理局标准(试行)YBZ03162004检验,结果符合规定

授权签字人

刘维新

签发日期

05/18/2005

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

119： 以下为左氧氟沙星的部分报告书

| 检验项目 | 标准                                      | 检验结果                                  |
|------|---|---------------------------------------|
| 液相色谱 |   |                                       |
| 紫外光谱 | 应在226nm、294nm波长处有最大吸收<br>在263nm波长处有最小吸收 | 226nm、294nm波长处有最大吸收<br>在263nm波长处有最小吸收 |
| 杂质A  | ≤0.3%                                   | 0.3%                                  |
| 其他杂质 | ≤0.3%                                   | 0.2%                                  |
| 其他总杂 | ≤0.7%                                   | 0.8%                                  |
| 含量测定 | 标示量为90.0-110.0%                         | 110.1%                                |

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

以下合格的项目有

紫外光谱

杂质A

其他杂质

其他总杂

含量测定

【答案】：ABC

【解析】：根据检验报告，紫外光谱、杂质A、其他杂质都符合规定。

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

### 三、体内药物检测

|           |   |
|-----------|---|
| 3. 体内药物检测 | <ul style="list-style-type: none"><li>(1) 体内样品的种类★</li><li>(2) 体内样品的测定</li><li>(3) 药动学参数的测定</li></ul> |
|-----------|---|

#### (一) 体内样品的种类★

★包括：血样（最常用）、尿液（代谢物丰富）、唾液（采集便利）、活体组织（少用）

2019

5073

## ▶▶ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

1. 血样 包括：全血、血浆、血清

血浆最为常用。血药浓度监测通常都是指血浆或血清中药物浓度的测定。加入抗凝剂后，全血离心制得血浆（占全血量的50%–60%）  
不加抗凝剂，自然沉降后离心制得血清（占全血量的20%–40%）  
短期保存时可置冰箱冷藏4℃，长期保存在–20℃或–80℃下冷冻

贮藏

|    |                   |            |        |
|----|-------------------|------------|--------|
| 全血 | 通常采静脉血            |            |        |
| 血浆 | 全血+抗凝剂→离心<br>→上清液 | 占全血量50~60% | 更可靠的指标 |
| 血清 | 全血→离心→上清液         | 占全血量20~40% | 制备方便   |

抗凝剂：肝素、EDTA、草酸盐、枸橼酸盐等

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 2. 尿液

用于药物尿液累积排泄量、药物尿清除率或生物利用度的研究，以及药物代谢物及其代谢途径、类型和速率等的研究。

★尿液采集后应立即测定（放置时可因细菌繁殖而变混浊）。

★若不能立即测定（如需收集24h的尿液），必须采集后立即处置（低温或加入防腐剂后冷藏保存）。保存时间<36h——冰箱冷藏；长时间保存——冰冻。

★常用防腐剂：二甲苯、氯仿、醋酸或盐酸等

2019

5073



## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### （二）体内样品的测定法（2种）

#### 1. 免疫分析法

特点：很高的选择性、很低的检出限；用于测定各种抗原、半抗原或抗体

包括：①放射免疫法（灵敏度最高）；②非放射免疫法——荧光免疫法、发光免疫法、酶免疫法及电化学免疫法

#### 2. 色谱分析法——适用于复杂样品微量药物专属准确定量

包括：气相色谱法（GC）、高效液相色谱法（HPLC）和色谱-质谱联用法（GC-MS、LC-MS）等

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

2016X

115. 临床治疗药物的药理学参数通常基于新的的获得，常用的血药浓度测定方法

- A. 红外分光光度法 (IR)
- B. 薄层色谱法 (TLC)
- C. 酶免疫潜 (ELISA)
- D. 高相液相色谱法 (HPLC)
- E. 液相色谱-质谱联用法 (LG-MS)

【答案】： CDE

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### （三）药物动力学参数的测定（了解）

#### 1. 体内样品采集

- A. 急性中毒诊断时，应立即取样测定
- B. 测定药动学参数时应各阶段多时间点取样（更完整）

#### 2. 药物动力学参数测定示例

地高辛的治疗药物监测十分重要——治疗窗窄（治疗浓度与中毒浓度接近）；肾脏排泄；有肝肠循环；药物相互作用。

A. 血清免疫法常用于临床快速监测； B. 液-质联用法（更专属灵敏）则常用于临床药物动力学及经时过程的研究

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

### 【最佳选择题】

关于药品检验报告书，下列说法错误的是

- A. 检验报告书具有法律效力
- B. 对结果的判断必须明确
- C. 报告书编号通常是8位
- D. 检验者的签章可以不写全名
- E. 药检机构签发的报告书必须有签发日期

【答案】 D

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

33、临床治疗药物检测的前提是体内药物浓度的准确测定，在体内药物浓度测定中，如果抗凝剂、防腐剂可能与被测的药物发生作用，并对药物浓度的测定产生干扰，则检测样品宜选择

- A、汗液
- B、尿液
- C、全血
- D、血浆
- E、血清

【答案】E

2019

5073

## ➤ 第二节 药品质量检验与体内药物检测

---

103. 奥美拉唑肠溶片间次40mg后, 0.5~3.5h血药浓度达峰值, 达峰浓度为0.22~1.16mg/L, 开展临床试验研究时, 可用于检测其血药浓度的方法是

- A. 水溶液滴定法
- B. 电位滴定法
- C. 紫外分光光度法
- D. 液相色谱-质谱联用法
- E. 气相色谱法

【答案】：D

2019

5073

# 感谢观看

---

请继续关注，精彩内容待续……

2019

5073