

实训四 葡萄糖注射液的质量检验

操作连环画

一、主要内容

葡萄糖注射液

- 性状

- 鉴别

- 检查：

pH值测定、5-羟甲基糖醛检查、重金属检查

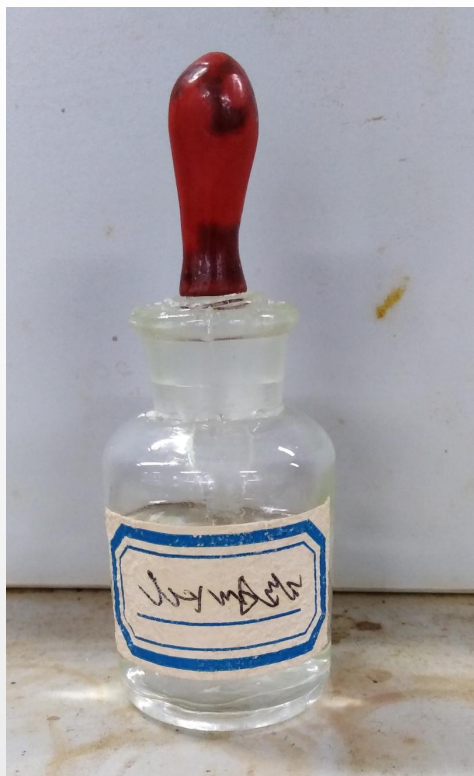
二、实验相关试药、试液、仪器



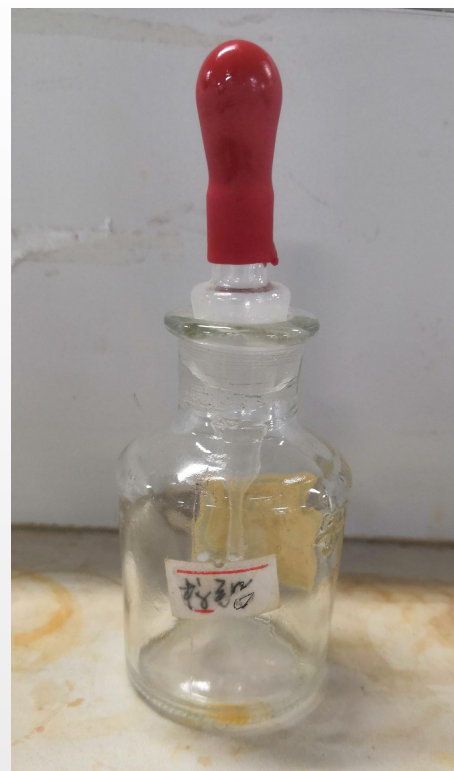
葡萄糖注射液



碱性酒石酸铜试液



饱和氯化钾溶液



标准铅溶液

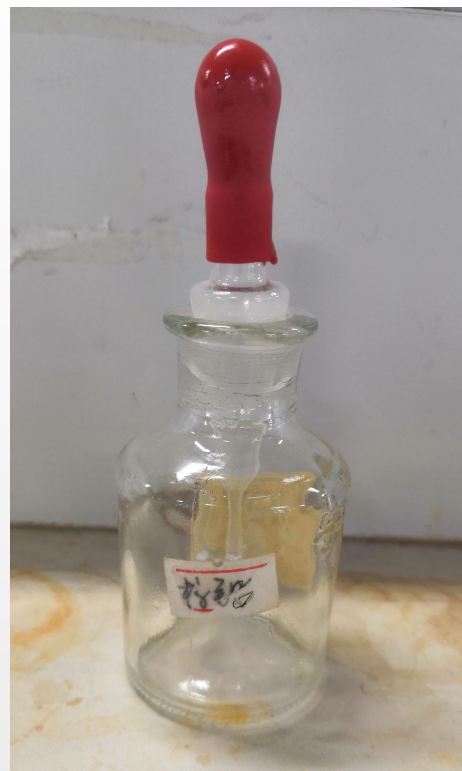


醋酸缓冲溶液
pH=3.5

配制试液



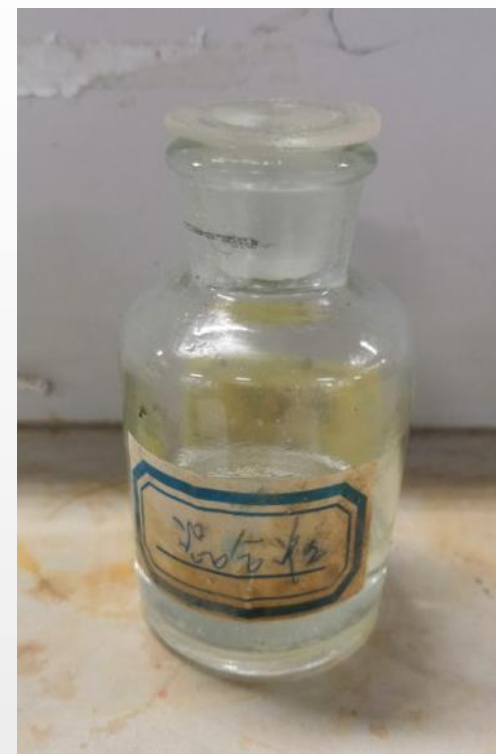
碱性酒石酸铜



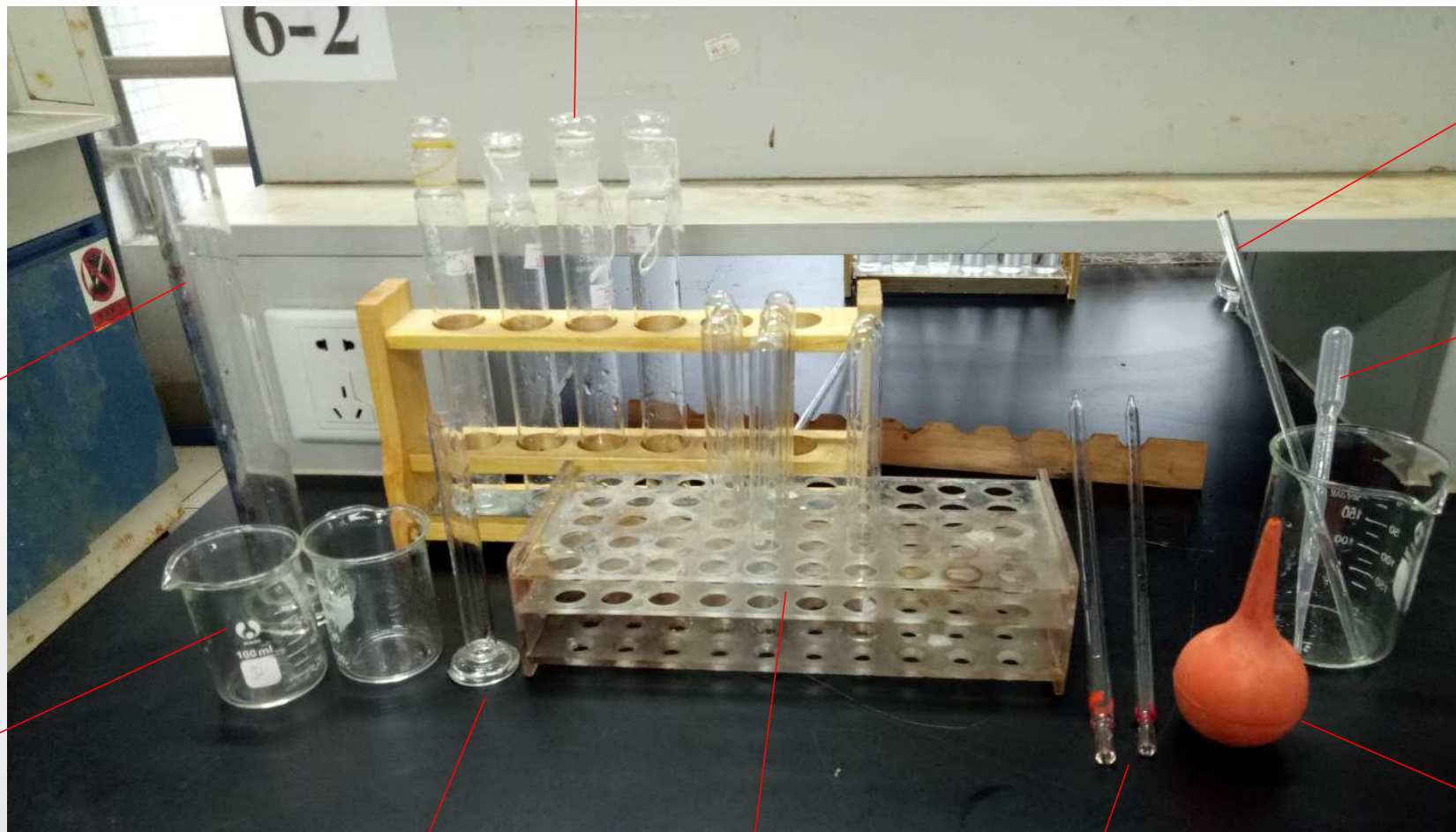
标准铅溶液



硫代乙酰胺混合液



实验仪器



比色管

玻璃棒

胶头滴管

100ml量筒

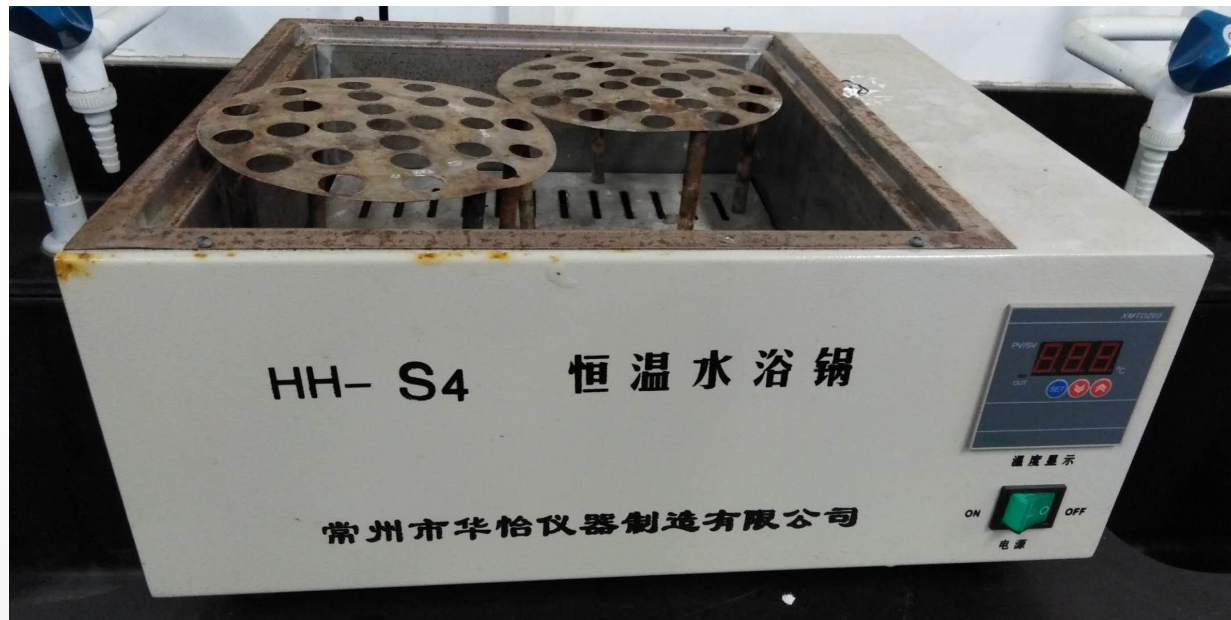
烧杯

10ml量筒

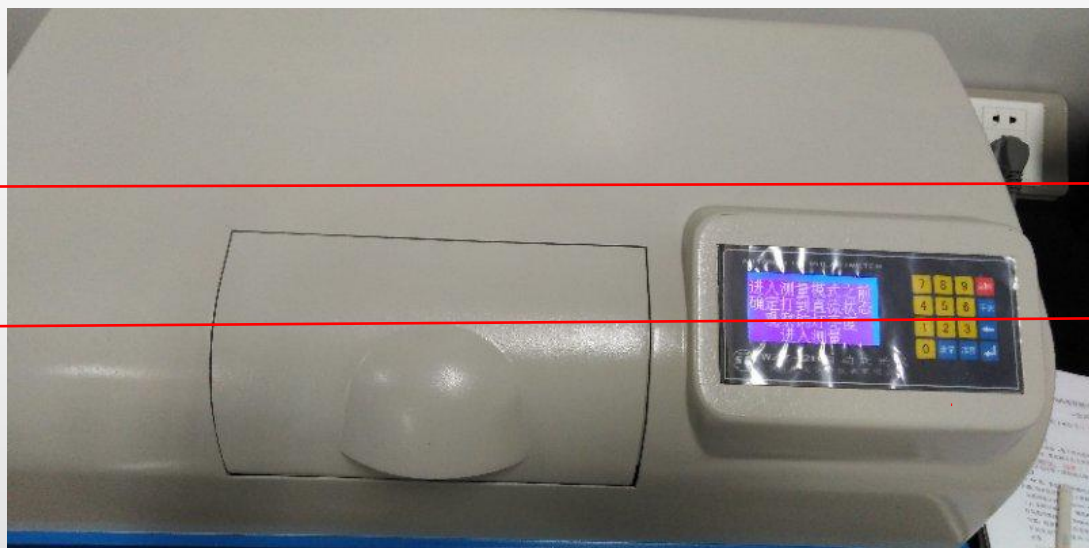
试管

吸量管

洗耳球



水浴锅



~~自动旋光仪~~



紫外分光光度计

三、操作流程及与原理回顾

1、性状

取葡萄糖注射液适量→置于黑色背景前→观察现象并记录(无色或几乎无色澄明液体)



取葡萄糖注射液适量

置黑色背景前



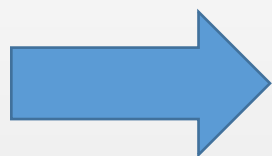
无色澄清透明液体

2、鉴别

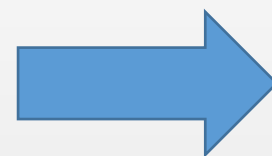
取葡萄糖注射液2ml→缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液→观察现象并记录(生成氧化亚铜红色沉淀)



取葡萄糖注射液
2ml



缓缓滴入微温的碱性
酒石酸铜



产生红色沉淀

3、检查

①PH值

取葡萄糖注射液50ml→用水稀释至100ml制成含葡萄糖为5%→每100ml加饱和氯化钾溶液0.3ml(约6滴)→使用ph计测定ph值→记录数据(ph值应为3.2~6.5)

PHS-3C酸度计：按“pH/mv”功能键，选择“pH”测定功能→按“温度”功能键，调节至室温→按“定位”功能键，进行定位校正→冲洗并擦干电极→将电极探入pH为6.86标准缓冲液→数值显示稳定，调节pH读数为6.86→按“确定”键→再次冲洗并擦干电极→按“斜率”功能键，进行斜率校正→将电极探入pH为4.00缓冲液→数值显示稳定，调节pH读数为4.00→按“确定”键→冲洗并擦干电极→将电极探入供试品溶液

加水至100ml



定容至100ml



摇匀，即得待测液

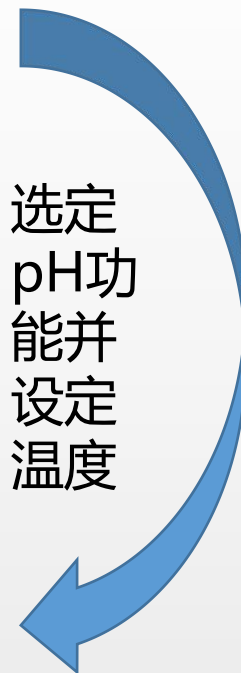


选定
pH功
能并
设定
温度

取葡萄糖注射液50ml



调节pH读数为6.86



冲洗并擦干电极

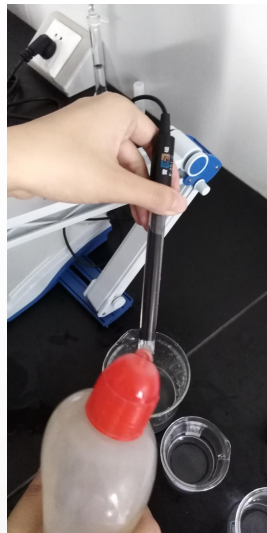
冲洗并擦干电极



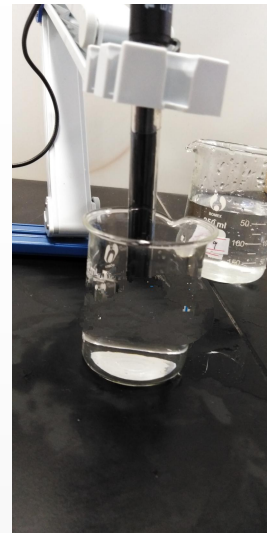
电极探入pH为4.00
标准缓冲液



调节pH读数为
6.86



冲洗并擦干电
极



电极探入供试
品溶液

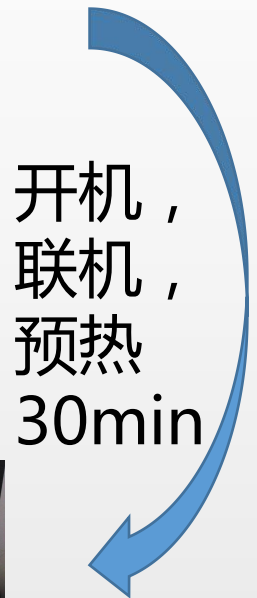
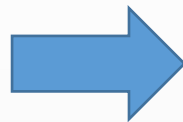
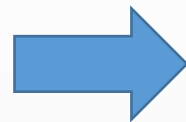
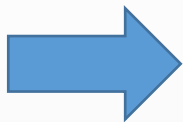


记录pH值4.27

②、5-羟甲基糠醛

精密取葡萄糖注射液10ml→置100ml容量瓶→加水稀释至刻度，摇匀→在284nm波长出测定吸光度→记录吸光度结果(吸光度应不得大于0.32)

紫外-可见光分光光度计：开机→仪器初始化→点“单点测定”图标→点“T/A/C/E”转换选择“吸光度”测定方法→设置波长为284nm→S₁光路放入空白液水进行校零→点击“驱动”按钮→再点击“满度”按钮→校零完成→S₁光路再放入待测液→记录数据



精密取葡萄糖注射液10ml

初匀

加水稀释至刻度，定容

摇匀，即得待测液

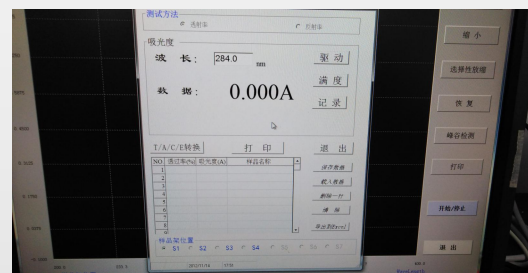
开机，联机，预热30min



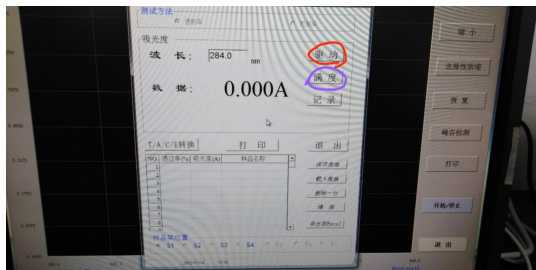
放入空白液



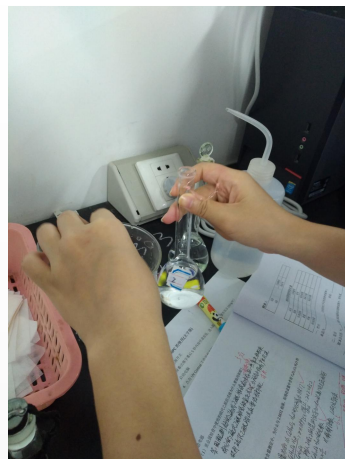
自来水冲洗并擦干外壁



选择“吸光度”测定方法
设置波长为284nm



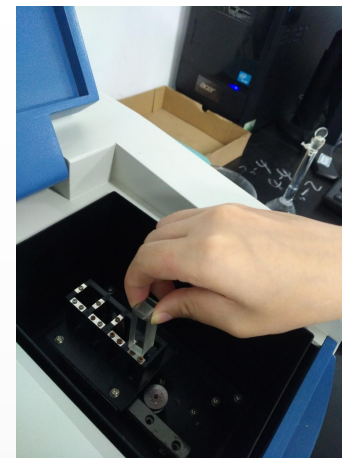
校零：点击“驱动”按钮，再点击“满度”按钮



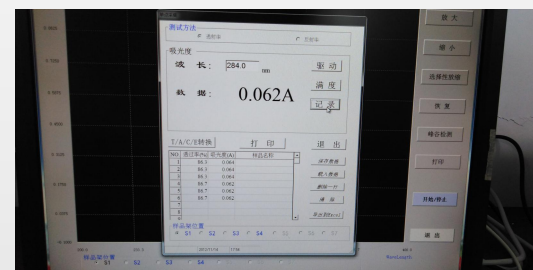
待测液润洗比色皿



用擦镜纸擦干外壁



放入待测液



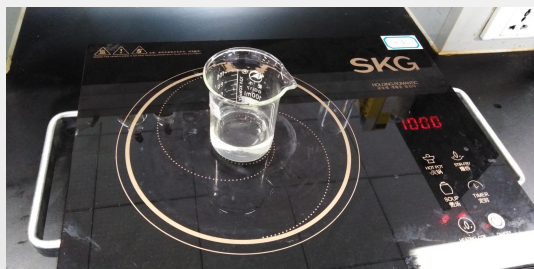
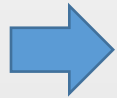
记录数据
0.062

3、重金属

取25ml纳氏比色管3根，分别标注甲乙丙管

乙管：取葡萄糖注射液30ml→蒸发至约20ml，放冷→加2ml醋酸盐缓冲液(pH3.5) + 水适量使成25ml的供试品溶液→(三管同时操作)加2ml硫代乙酰胺试液→摇匀，静置2min→同置白纸上，**自上往下观察**颜色深浅

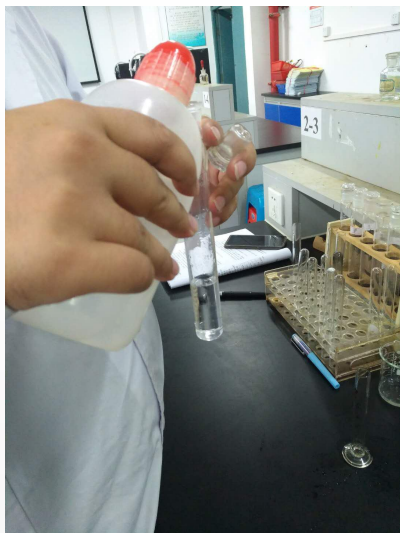
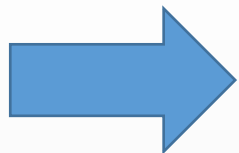
葡萄糖注射液倒入比色管



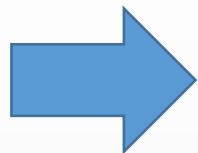
蒸发至约20ml，放冷

取葡萄糖注射30ml

加2ml醋酸盐缓冲液(pH3.5)



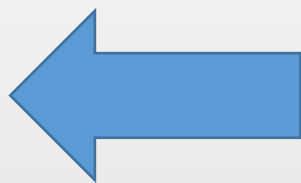
加水稀释至25ml



三管同时加入硫代乙酰胺试液



置白色背景，甲丙管比色
乙管显出的颜色比甲管显出的颜色浅



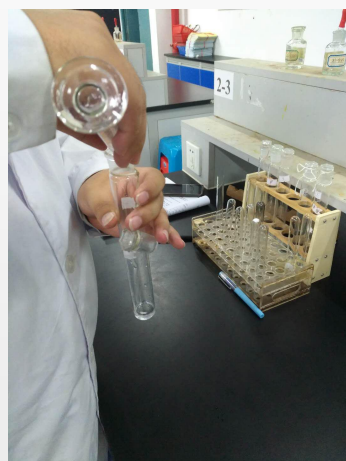
置白色背景，甲丙管比色
丙管显出的颜色比甲管显出的颜色深



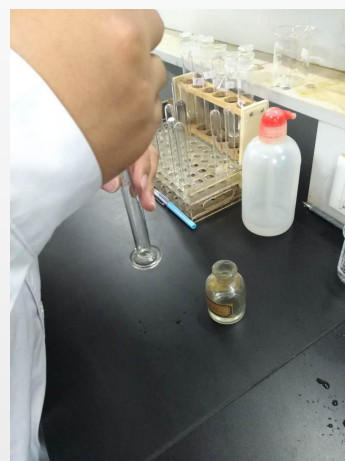
甲管：加1.5ml标准铅溶液与2ml醋酸盐缓冲液(pH3.5)→加水稀释至25ml→**(三管同时操作)**加2ml硫代乙酰胺试液→摇匀，静置2min→同置白纸上，**自上往下观察**颜色深浅



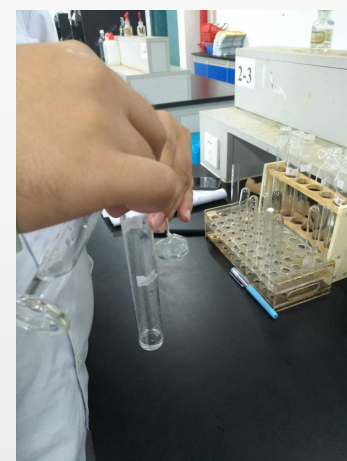
取1.5ml标准铅溶液



加入比色管

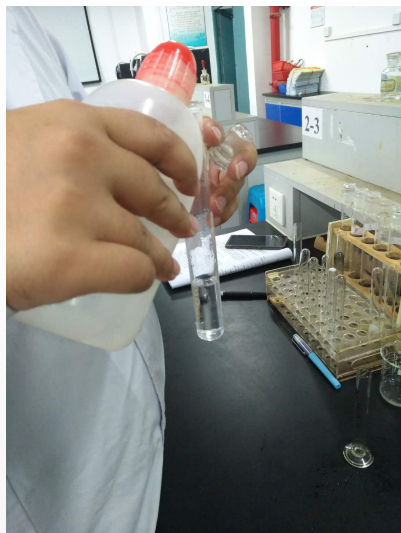
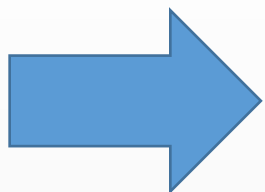


取2ml醋酸盐缓冲液

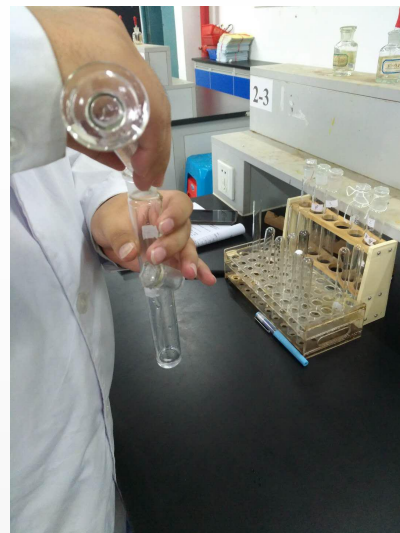
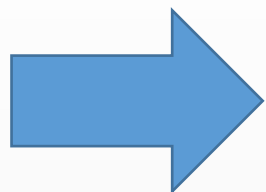


加入比色管





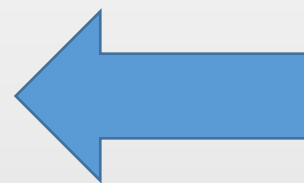
加水稀释至25ml



三管同时加入硫代乙酰胺试液



置白色背景，甲丙管比色
乙管显出的颜色比甲管显出的颜色浅

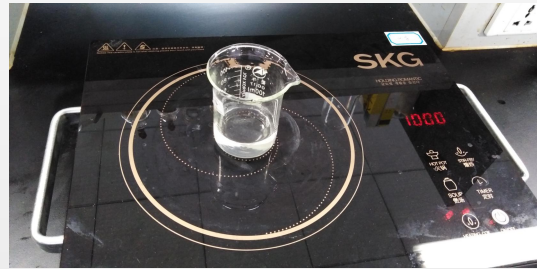
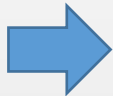


置白色背景，甲丙管比色
丙管显出的颜色比甲管显出的颜色深

丙管：取葡萄糖注射液30ml→蒸发至约20ml，放冷→加适量的水溶解→再加1.5ml标准铅溶液与2m醋酸盐缓冲液(pH3.5)→加水稀释至25ml→**(三管同时操作)**加2ml硫代乙酰胺试液→摇匀，静置2min→同置白纸上，**自上往下观察**颜色深浅



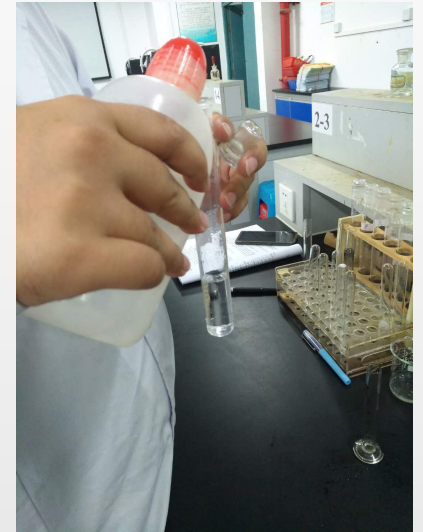
取葡萄糖注射30ml



蒸发至约20ml，放冷

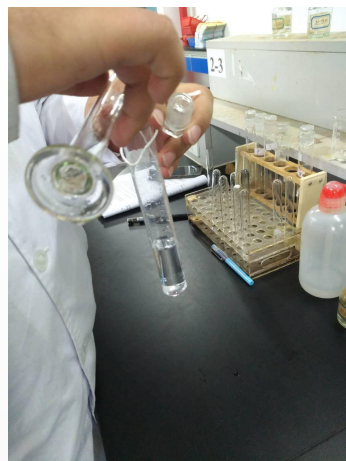
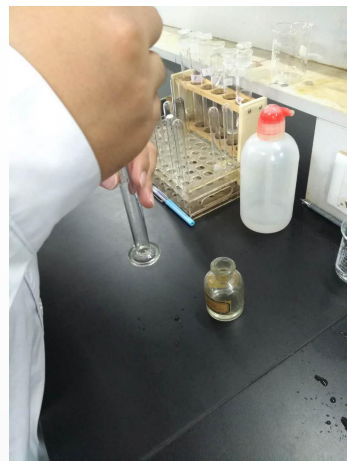
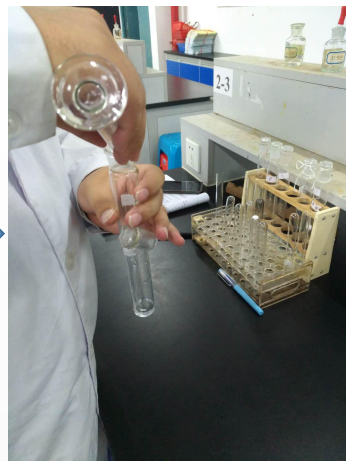


葡萄糖注射液倒入比色管



加适量水溶解



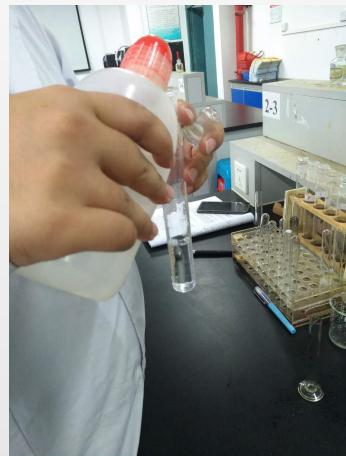


取1.5ml标准铅溶液

加入比色管

取2ml醋酸盐缓冲液

加入比色管



置白色背景，乙管显出的颜色比甲管显出的颜色浅

置白色背景，丙管显出的颜色比甲管显出的颜色深

三管同时加入硫代乙酰胺试液

加水稀释至25ml

原理回顾

【鉴别】：葡萄糖的分子结构中有醛基，醛基具有还原性，与碱性酒石酸铜反应生成红色沉淀

【检查】：(1)pH值：根据被测葡萄糖注射液中具有羟基，能分解出氢离子，根据氢离子浓度测得pH值。

(2)5-羟甲基糠醛：紫外--可见分光光度法，当光通过被测物质溶液时，物质对光的吸收程度随光的波长不同而改变。葡萄糖注射液在高温加热灭菌下，可脱水分解产生5-羟甲基糠醛，5-羟甲基糠醛具有共轭双烯结构，可进行紫外--可见分光光度法的测量，在284nm波长处有吸收，吸光度应不得大于0.32。

(3)重金属：葡萄糖注射液中的金属杂质在规定的实验条件下与硫代乙酰胺作用显色。

~~【含量测定】：葡萄糖的分子结构中有手性碳原子，因此具有旋光性；比旋度能反应药物的纯度，测出药物的旋光度，再根据公式计算标示量百分含量。~~

谢谢观看