

实训七 甲硝唑片的含量测定

产成品请验单

编号：

编码：

请验部门：

请验人：

请验日期：

品名		规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	
质量部签收人		签收日期	

①：车间（白）
②：质量部（红）

一、实训目标

通过本实训，要求掌握高效液相色谱法测定甲硝唑片含量的原理及操作方法，并能进行有关计算。能够按照标准操作规程操作高效液相色谱仪。

二、相关理论知识

合成抗菌药物的结构特点和性质，其主要含量测定方法。高效液相色谱仪的原理及操作。多媒体演示测定操作并提供移动媒体文件以便自学。

三、标准操作规程

1. 依据：《中国药典》2015 版二部正文 213 页。如未作说明，所有试液配制、检验方法等的标准操作依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2010 版。

2. 操作

2.1 色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（20:80）为流动相；检测波长为 320nm；理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

2.2 测定法 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当于甲硝唑 0.25g），置 50ml 量瓶中，加 50% 甲醇适量，振摇使甲硝唑溶解，用 50% 甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，精密量取 10 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取甲硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

3. 整理原始记录，发出检验报告书。

四、注意事项

1. 流动相的制备与保存 用液相色谱专用的试剂配置流动相，水应为新鲜制备

的高纯去离子水，可用超级纯水器制得或用重蒸馏水。凡规定 PH 值的流动相，应使用精密 pH 计进行调节。配制流动相所用的试剂必须使用相应的 0.45 μm （或 0.22 μm ）的滤膜过滤，使用前脱气。应配制足量的流动相备用。

2. 样品的配制 标准品和样品需用规定的溶剂配制成标准样品和待测样品。在定量测定时，对照样品和待测样品均应分别配制 2 份。在待测样品注入液相色谱以前，一般要经过相应的 0.45 μm （或 0.22 μm ）的针式过滤器进行过滤。必要时待测样品要进行预净化，以免对液相色谱系统产生污染和堵塞，影响色谱分离及其结果。

五、思考题

1. 原料药与制剂含量的表示方法有何不同？
2. 色谱柱的使用和保存应注意的问题有哪些？