

实训十五 甲硝唑片的含量测定

产成品请验单 (5分,原则上每格扣0.5分) 注: 编号, 编码不写

编号:

编码:

请验部门: 药分实训室 请验人: 实训室负责人 请验日期: 当天

品名	甲硝唑片	规格	0.2g/片
批号	180119	数量	500 瓶
生产日期	2018.01.19	有效期至	2021.01.18
生产厂家	亚宝集团药业集团股份有限公司	检验项目	含量测定
质量部签收人	批长	签收日期	当天

①: 车间(白) ②: 质量部(红)

一、实训预习报告 (23分)

1、实训目标 (2分, 无写出利用高效液相色谱法进行甲硝唑含量测定扣1分)

通过本实训, 要求掌握高效液相色谱法测定甲硝唑的含量的原理及操作, 并能进行外标法含量测定的有关计算。能够按照标准操作规程操作高效液相色谱仪。

2、根据归纳实训的简要步骤, 制定实训计划 (6分, 步骤3分每项1分, 计划3分) (手写, 用流程的形式写出实训的步骤, 拍照后再粘贴到此处)

(1) 甲硝唑对照品溶液的配制: 精密称取甲硝唑对照品 0.025g (两份) → 分别置于 100 ml 量瓶中 → 加流动相溶解并稀释至刻度, 摆匀。

(2) 供试品溶液的配制: 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, 两份) →置 50ml 量瓶中→加 50% 甲醇溶解、稀释至刻度, 摆匀→滤过, 精密量取续滤液 5 ml, →置 100 ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摆匀。

(3) 含量测定: 分别精密量取对照品溶液和供试品溶液各 10 μl 注入液相色谱仪→记录色谱图→按外标法以峰面积计算→发出报告。

(4) 高效液相色谱仪的简要操作步骤:

开机→排气→跑基线→进样→收集色谱数据→清洗→关机

实训计划:

(1)熟悉实训指导中关于岛津高效液相色谱仪的标准操作规程。

(2)根据实训内容作出安排, 先配制对照品溶液和供试品溶液, 再按照岛津高效液相色谱仪的标准操作规程进行测定, 记录色谱图, 然后再进行数据的处理。

3、根据实训标准操作规程列出需要使用的仪器 (5分, 每项1分)

序号	名称	规格或型号	数 量	序 号	名称	规格或型号	数 量
1	电子天平	万分之一	1	4	移液管	5 ml	1

2	称量瓶	中	4	5	高效液相色谱仪	岛津 LC-10A	
3	容量瓶	100 ml, 50 ml	6				

4、思考题: (10 分, 每题 5 分)

(1) 原料药与制剂含量的表示方法有何不同? (5 分, 没写出公式各扣 1 分)

答: 原料的含量表示方法: 用百分含量, 含量% = $\frac{m}{s} \times 100\%$ (2.5 分)

制剂的含量表示方法: 用标示量的百分含量, 标示量% = $\frac{\text{实际含量}}{\text{标示量}} \times 100\%$

(2.5 分)

如: 片剂: 标示量% = $\frac{\text{每片实际含量}}{\text{标示量}} \times 100\%$

(2) 色谱柱的使用和保存应注意的问题有哪些? (5 分)

答:

色谱柱的使用时注意: 使用完要进行冲柱 (用甲醇冲 30 分钟, 如使用含盐流动相, 则先用 10% 甲醇水冲 1h 以上, 再用 50% 甲醇水冲约 20 分钟, 再用甲醇冲 1h 以上) (2.5 分, 注: 没写冲柱, 但还有其他补充, 可扣一分)

保存色谱柱时注意: 应将柱内充满乙腈或甲醇, 柱接头要拧紧, 防止溶剂挥发干燥。绝对禁止将缓冲溶液留在柱内静置过夜或更长时间。 (2.5 分)

二、实训报告

1、原始记录 (43 分)

天平型号: 万分之一 (1 分) 编号: 不填 高效液相色谱仪型号: LC-10A
(1 分) 编号: 不填

色谱条件 色谱柱型号: ODS 柱或 C18 柱 (1 分); 流动相: 甲醇—水 (20 : 80 (1 分)); 检验波长: 320 (1 分) nm; 流速: 1.0 (1 分) ml / min; 进样量: 10 μ l (1 分) μ l;

理论板数按甲硝唑峰计算 4631 (0.5 分) (应不低于 2000)。

(1) 对照品溶液的制备: 取甲硝唑对照品(批号: 不填, 来源: 不填), $W_{R1} = 25.2 \text{ mg}$ (0.5 分), $W_{R2} = 25.0 \text{ mg}$ (0.5 分) (对照品含量: 不填), 置 100ml 容量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摆匀, 即得每 1ml 约含 0.25mg 甲硝唑的对照品溶液 (配制批号: 不填)。

(2) 供试品溶液的制备: 取本品 20 片, 精密称定 $W_{\text{总}} = 6.1740 \text{ g}$ (0.5 分), $W_{\text{平均}} = 0.3087 \text{ g}$ (0.5 分), 研细, 精密称取细粉适量 ($W_{x1} = 0.3848 \text{ g}$ (0.5 分), $W_{x2} = 0.3827 \text{ g}$ (0.5 分)), 分别置 50ml (0.5 分) 容量瓶中, 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 ml(0.5 分)，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，即得供试品溶液。

(3) 测定数据：照高效液相色谱法（通则 0512），精密量取对照品溶液 R₁，连续进样 5 次，记录色谱图，计算其相对标准偏差；再精密量取对照品溶液 R₂ 与供试品溶液，连续进样两次记录色谱图。

在对照品 R₁ 的色谱图中，其峰面积分别为 A_{R1-1}=4249657 0.5 分；A_{R1-2}=4258652 0.5 分；A_{R1-3}=4269432 0.5 分；A_{R1-4}=4258682 0.5 分；A_{R1-5}=4269357 0.5 分；平均值 A_{R1}=4261156 (1 分)；计算其相对标准偏差为0.2% (2 分)（应不大于 2.0%）。

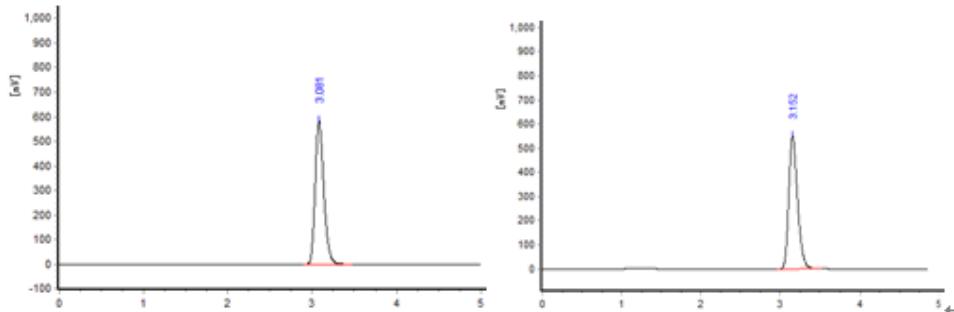
在对照品 R₂ 的色谱图中，其峰面积分别为 A_{R2-1}=4148503 0.5 分；A_{R2-1}=4205266 0.5 分；平均值 A_{R2}=4176884 1 分。

在供试品溶液 X₁ 的色谱图中，其峰面积分别为：A_{X1-1}=4148948 0.5 分；A_{X1-2}=4173841 0.5 分；平均值 A_{X1}=4161394 1 分。

在供试品溶液 X₂ 的色谱图中，其峰面积分别为：A_{X2-1}=4382022 0.5 分；A_{X2-2}=4379392 0.5 分；平均值 A_{X2}=4380707 1 分。

实训结果（粘贴图谱和数据）(2 分)

甲硝唑片的含量测定图谱及相关数据



	峰面积 [$\mu\text{V} \cdot \text{s}$]	理论塔片数	平均峰面积	称样量	
对照 1	4249657	4631	4261156	25.2 mg	规格: 0.2 g/片 平均片重: 0.3087 g
	4258652	4631			
	4269432	4759			
	4258682	4631			
	4269357	4759			
对照 2	4148503	4874	4176884	25.0 mg	
	4205266	4776			
样 1	4148948	5030	4161394	0.3848 g	
	4173841	5025			
样 2	4382022	5319	4380707	0.3872 g	
	4379392	5217			

计算公式及结果: (公式 2 分, 有效数字约不正确每份扣 0.5 分, 共 2 分)

(数据处理都手写, 拍照后再粘贴到此处)

$$\therefore \text{标示量\%} = \frac{C_R \times \frac{A_x}{A_R} \times V_x \times D \times \text{平均片重}}{m_s \times \text{标示量}} \times 100\%$$

1) $X_{1-1\%}$ (2 分) (代入数据和结果各 1 分)

$$\text{标示量\%} = \frac{0.252 \times \frac{4161394}{4261156} \times 50 \times \frac{100}{5} \times 0.3087}{0.3848 \times 0.2 \times 10^3} \times 100\% = 98.72\%$$

2) $X_{1-2\%}$ (2 分)

$$\text{标示量\%} = \frac{0.252 \times \frac{4380707}{4261156} \times 50 \times \frac{100}{5} \times 0.3087}{0.3872 \times 0.2 \times 10^3} \times 100\% = 103.28\%$$

3) $X_{2-1\%}$ (2 分)

$$\text{标示量\%} = \frac{0.250 \times \frac{4161394}{4176884} \times 50 \times \frac{100}{5} \times 0.3087}{0.3848 \times 0.2 \times 10^3} \times 100\% = 99.91\%$$

4) $X_{2-2\%}$ (2分)

$$\text{标示量\%} = \frac{0.250 \times \frac{4380707}{4176884} \times 50 \times \frac{100}{5} \times 0.3087}{0.3872 \times 0.2 \times 10^3} \times 100\% = 104.52\%$$

平均值: (1分)

$$\bar{X} = \frac{98.72\% + 103.28\% + 99.91\% + 104.52\%}{4} = 101.61\% = 101.6\%$$

$$RSD = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \times 100\%$$

相对标准偏差 (公式 1分, 代入数据 1分, 结果 1分 注: “%”也以可以省去)

$$RSD = \frac{1}{101.61\%} \sqrt{\frac{(98.72\% - 101.61\%)^2 + (103.28\% - 101.61\%)^2 + (99.91\% - 101.61\%)^2 + (104.52\% - 101.61\%)^2}{4-1}} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{1}{101.61\%} \sqrt{\frac{(8.35 + 2.79 + 2.89 + 8.47)\%^2}{3}} \times 100\% = \frac{2.74\%}{101.61} = 2.7\%$$

2. 检验报告 23分 (表头 5分, 原则上每格扣 0.5分, 检验依据 1分; 检验结果 10分; 结论 5分; 签名 3分)

检验报告书

编码:

报告编号:

品 名	甲硝唑片		
规 格	0.2g/片	批 号	180119
包装规格	50瓶/件	取样日期	当天
数 量	500瓶	报告日期	当天
件 数	10	有效期至	2018.01.18
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
【含量测定】	本品含甲硝唑(<chem>C6H9N3O3</chem>)应为标示 101.6% , 符合规定(各量的93.0% ~107.0%)。	5分
结 论	按《中国药典》2015年版(二部)测定甲硝唑片的含量,结果符合规定	

结 论	按《中国药典》2015年版(二部)测定甲硝唑片的含量,结果符合规定
-----	-----------------------------------

负责人：填批长	复核人：填小组另一同 学	检验人：本人	盖章
---------	-----------------	--------	----

3. 实训结果分析与讨论（6分，结果分析3分，讨论3分）

结果分析：是指分析结果合格或不合格的原因，可从操作过程、样品质量、仪器质量等方面分析

讨论：可以对实训提出问题，同时提出解决问题的方法，也可实训过程中体会最深刻或最值得注意的问题。

备注：1.文档命名不规范酌情扣分（共5分）

2.文档内命名不规范酌情扣分（共5分）