

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, 摇匀。

(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, 摇匀 → 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, 摇匀。

(3) 含量测定: 分别精密量取对照品溶液和供试品溶液各 10 μ l 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 (0.5 分) 容量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，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 R_1 ，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 R_2 与供试品溶液，连续进样两次记录色谱图。

在对照品 R_1 的色谱图中，其峰面积分别为 $A_{R1-1} = \underline{4249657 \text{ 0.5 分}}$ ； $A_{R1-2} = \underline{4258652 \text{ 0.5 分}}$ ； $A_{R1-3} = \underline{4269432 \text{ 0.5 分}}$ ； $A_{R1-4} = \underline{4258682 \text{ 0.5 分}}$ ； $A_{R1-5} = \underline{4269357 \text{ 0.5 分}}$ ；平均值 $A_{R1} = \underline{4261156 \text{ (1 分)}}$ ；计算其相对标准偏差为 0.2% (2 分)（应不大于 2.0%）。

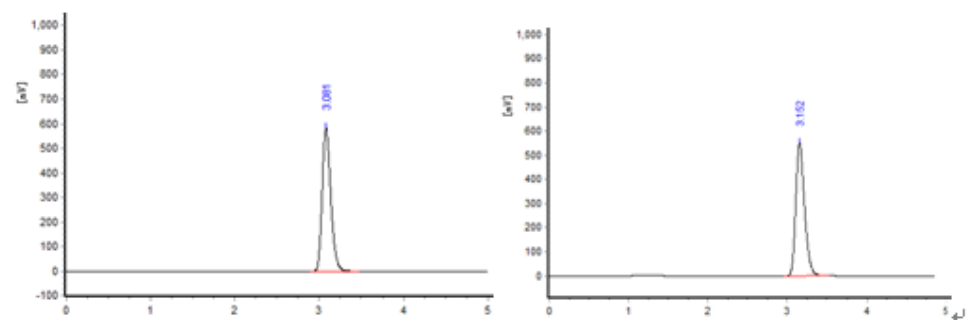
在对照品 R_2 的色谱图中，其峰面积分别为 $A_{R2-1} = \underline{4148503 \text{ 0.5 分}}$ ； $A_{R2-2} = \underline{4205266 \text{ 0.5 分}}$ ；平均值 $A_{R2} = \underline{4176884 \text{ 1 分}}$ 。

在供试品溶液 X_1 的色谱图中，其峰面积分别为： $A_{X1-1} = \underline{4148948 \text{ 0.5 分}}$ ； $A_{X1-2} = \underline{4173841 \text{ 0.5 分}}$ ；平均值 $A_{X1} = \underline{4161394 \text{ 1 分}}$ 。

在供试品溶液 X_2 的色谱图中，其峰面积分别为： $A_{X2-1} = \underline{4382022 \text{ 0.5 分}}$ ； $A_{X2-2} = \underline{4379392 \text{ 0.5 分}}$ ；平均值 $A_{X2} = \underline{4380707 \text{ 1 分}}$ 。

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[uV*s]↻	理论塔片数↻	平均峰面积↻	称样量↻	规格：0.2g/片↻ 平均片重：0.3087g↻
对照 1↻	4249657↻	4631↻	4261156↻	25.2mg↻	
	4258652↻	4631↻			
	4269432↻	4759↻			
	4258682↻	4631↻			
	4269357↻	4759↻			
对照 2↻	4148503↻	4874↻	4176884↻	25.0mg↻	
	4205266↻	4776↻			
样 1↻	4148948↻	5030↻	4161394↻	0.3848g↻	
	4173841↻	5025↻			
样 2↻	4382022↻	5319↻	4380707↻	0.3872g↻	
	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)

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

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

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（C ₆ H ₉ N ₃ O ₃ ）应为标示量的 93.0% ~107.0% 。	101.6%，符合规定(各 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		

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）