



隨身課堂

《药物分析与检验技术》

模块四 药物杂质检查 ---氯化物检查

药学院 邓礼荷老师



掌握氯化物的检查原理，能理解氯化物的杂质检查方法。



任务三：一般杂质检查

01



一般杂质检查规则

- 1.遵循平行原则：仪器的配对性，供试管与对照管的共同操作；
- 2.正确取样和供试品的称量范围；
- 3.正确的比浊、比色方法；
- 4.检查结果不符规定或在限度边缘时，应对供试管和对照管各复查两份。



一、氯化物检查法

(一) 原理 (对照法)

药物: $\text{Cl}^- + \text{AgNO}_3 \xrightarrow{\text{HNO}_3} \text{AgCl}$ 白色浑浊

对照: $\text{NaCl (c, V)} + \text{AgNO}_3 \xrightarrow{\text{HNO}_3} \text{AgCl}$ 白色浑浊



一、氯化物检查法

(二) 检查方法 药典通则

例：葡萄糖中氯化物检查(对照法)



样品管



对照管

两管

$$L = \frac{0.60g \times 6.0 \times 10 \times 10^{-6}}{6} \times 100\% = 0.01\% \rightarrow$$

6.0mL(浓度: $10\mu\text{gCl}^-/\text{ml}$)

标准氯化钠溶液 $\xrightarrow{\text{同上}}$

40 ml $\xrightarrow[1.0\text{mL}]{\text{AgNO}_3 \text{ TS}}$ $\xrightarrow[\text{暗处放置 } 5 \text{ min}]{\text{用水稀释至 } 50\text{mL}}$ 比较浑浊程度

可计算杂质限量 (0.01%) , 如何算?



一、氯化物检查法

(三) 测定条件

1. 标准NaCl溶液的浓度： $10\mu\text{gCl}^-/\text{ml}$ ，50ml溶液中含50 ~ 80 μg 的 Cl^- 所显浑浊梯度明显，相当于标准NaCl溶液5 ~ 8ml。

2. 硝酸酸性条件：以50ml供试溶液中含稀硝酸10ml为宜。

3. 避光、暗处放置5分钟后比浊
氯化银见光易分解



为什么要加硝酸？

- (1)加速AgCl浑浊的形成；
- (2)产生较好的乳浊；
- (3)避免弱酸银盐沉淀的形成，排除干扰
(CO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 、 SO_3^{2-})。



一、氯化物检查法

(四) 注意事项

1. 平行操作原则

2. 供试液和对照液稀释后，再加硝酸银溶液。

(使生成白色浑浊而不是白色沉淀)

3. 供试品溶液不澄清处理方法

供试品溶解后溶液不澄清,应过滤,过滤时的滤纸要先用含硝酸的水溶液(1→100)洗涤, 除去滤纸中含有的氯化物。



一、氯化物检查法

(四) 注意事项

4. 供试品溶液有色时的处理方法

a. 内消色法 (略)

如枸橼酸铁铵中氯化物的检查.

一定量的供试液 $\xrightarrow{\text{稀 HNO}_3 10\text{ ml, 分成二等份}}$

$\left\{ \begin{array}{l} \text{第一份} \xrightarrow{\text{AgNO}_3 \text{ TS}} \xrightarrow{\text{过滤}} \text{滤液} \\ \text{标准 NaCl 液} + \text{水} \rightarrow 40\text{ ml} + \text{AgNO}_3 \text{ TS} + \text{水} \rightarrow 50\text{ ml} \text{ 作对照管} \\ \text{第二份} \xrightarrow{\text{水}} 40\text{ ml} + \text{AgNO}_3 \text{ TS} + \text{水} \rightarrow 50\text{ ml} \text{ 作样品管} \end{array} \right.$



一、氯化物检查法

(四) 注意事项

4. 供试品溶液有色时的处理方法

b. 外消色法

向供试品溶液中加入某种试剂,使溶液颜色褪去后再依法检查。例: 高锰酸钾中氯化物的检查:
加入适量乙醇,使颜色消失后再检查 (溶液呈紫色)



一、氯化物检查法

(四) 注意事项

5. 供试品溶液显碱性的处理方法

先中和为中性后再检查。

——避免硝酸银在碱性条件下生成氢氧化银和氧化银。



一、氯化物检查法

(四) 注意事项

6. 当有其它干扰物质存在时，必需在检查前除去

Br^- 、 I^- 、 CNS^- 、 S^{2-}

(Br^- 、 I^- 的除去方法见教材P44)

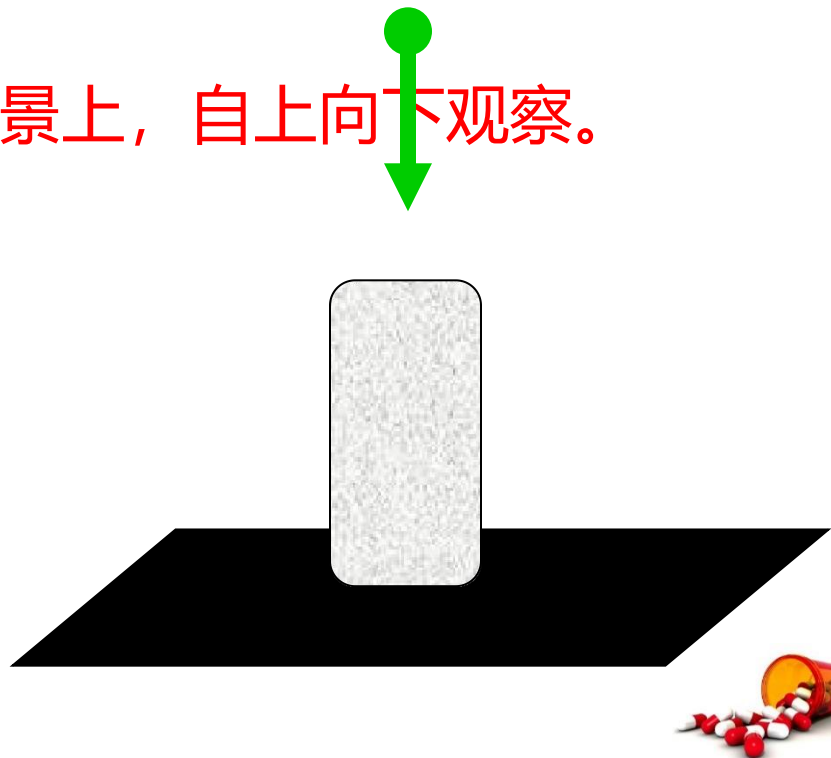


一、氯化物检查法

(四) 注意事项

7. 比浊方法：同置于黑色背景上，自上向下观察。

黑色的背景上
自上而下的观察



讨论：

- 1) 加稀硝酸的目的；
- 2) 稀释到40ml后加硝酸银试液的目的；
- 3) 供试品溶液不澄清处理方法；
- 4) 供试品溶液有色时的处理方法；
- 5) 供试品溶液显碱性的处理方法。



检测

1. 药物中氯化物杂质检查，是使该杂质在酸性溶液中与硝酸银作用生成氯化物浑浊，所用的稀酸是 B

A. 硫酸 B. 硝酸 C. 盐酸 D. 醋酸 E. 磷酸

2. 中国药典（2020年版）规定，检查氯化物杂质时，一般取用标准氯化钠溶液（ $10\mu\text{gCl}^-/\text{ml}$ ）5~8ml的原因是：E

A. 使检查反应完全 B. 药物中含氯化物的量均在此范围
C. 加速反应 D. 避免干扰
E. 所产生的浊度梯度明显



3. 采用硝酸银试液检查氯化物时，加入硝酸使溶液酸化的目的是（多选）

ABCDE

- A. 加速生成氯化银浑浊反应
- B. 消除某些弱酸盐的干扰
- C. 消除碳酸盐干扰
- D. 消除磷酸盐干扰
- E. 避免氧化银沉淀生成



4. 下列哪些条件为药物中氯化物检查的必要条件 (多选)

- A. 所用比色管需配套
- B. 稀硝酸酸性下(10ml/50ml)
- C. 避光放置5分钟
- D. 用硝酸银标准溶液做对照
- E. 在白色背景下观察

ABC





隨身課堂

《药物分析与检验技术》

模块四 药物杂质检查 ---氯化物检查

敬请关注下一节内容

硫酸盐、重金属检查

