

实训九 吡拉西坦片的含量测定

产成品请验单

编号:

编码:

请验部门:

请验人:

请验日期:

品名	吡拉西坦片	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	含量测定
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吡拉西坦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》2020 年版二部正文 577 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》2015 年版。

2.含量测定 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于吡拉西坦 0.1g），置 100ml 量瓶中，加流动相适量，振摇使吡拉西坦溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取吡拉西坦对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取唑拉西坦适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇—水(10: 90)为流动相，检测波长为 210nm；进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按吡拉西坦峰计算不低于2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

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. 高效液相色谱法测定含量有哪些方法? 写出含量计算的相关公式。
2. 系统适用性试验主要包括哪些内容?