

实训四 葡萄糖注射液的质量检验

产成品请验单 (3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 (邱新华) 请验日期: 填当天

品名	10% 葡萄糖注射液	规格	500ml:50g
批号	19110906	数量	500 瓶
生产日期	19.11.09	有效期至	21.11.08
生产厂家	信合援生制药股份有限公司	检验项目	性状、鉴别、 检查
质量部签收人	填批长	签收日期	填当天

⊖ ⊙
车 质
间 量
(部
白)
(红
);

一、实训预习报告

1. 实训目标 (2分)

通过本实训, 要求掌握 10% 葡萄糖注射液的质量检验程序和方法, 能够规范书写检验原始记录及检验报告书。

2. 根据标准操作规程归纳实训的简要步骤, 制定实训计划。(10分)

简要步骤: (8分)

(1) 性状 取本品→观察→记录结果 (0.5分)

(2) 鉴别取本品 2ml→碱性酒石酸铜试液 2 滴→水浴→观察现象→记录结果 (0.5分)

(3) 检查

1) pH 值 取本品 50ml+水 100ml→含葡萄糖为 5% 的溶液+饱和氯化钾溶液 0.3ml, 按 pH S-3C 酸度计操作规程测定溶液的 pH 值→记录结果。(2分)

2) 5-羟甲基糠醛 精密取本品 10ml→置 100ml 量瓶+水→刻度→摇匀→管好分光光度计操作规程在 284nm 测定吸收度→记录结果 (2分)

3) 重金属 取 3 支比色管分别标记为甲、乙、丙管 (3分)

甲管: 标准铅溶液 1.5ml + 醋酸盐缓冲液 2ml+水→25ml

乙管: 取本品 30ml 置 50ml 烧杯中蒸发→20ml →放冷转移到乙管+醋酸盐缓冲液 2ml+水→25ml

丙管: 取本品 30ml 置 50ml 烧杯中蒸发→20ml →放冷转移到乙管+标准铅溶液 1.5ml +醋酸盐缓冲液 2ml+水→25ml

三管分别加硫代乙酰胺试液 2ml→摇匀, 放置 2 分钟→比色→记录结果。

实训计划

计划: (2分)

(1) 认真查阅和理实训指导及《中国药典》2015 版二部正文 10%葡萄糖注射液 1270 页, 通则中物理常数测定法中的 pH 值测定法, 限量杂质检查方法中重金属检查法,

(2) 按组长要求顺序, 几项实训内容交替进行。

3.根据标准操作规程列出所需的试药和试液 (4分)

试药: 10%葡萄糖注射液。

试液: 碱性酒石酸酮试液、饱和氯化钾溶液、硫代乙酰胺试液(溶液+混合液)、醋酸盐缓冲液(pH3.5)、磷酸盐缓冲液(pH6.86)、邻苯二甲酸氢钾标准缓冲液(pH4.00)、标准铅溶液。

4、根据标准操作规程列出需要使用的仪器 (11分)(每项1分)多了不扣分

序号	名称	规格或型号	数量	序号	名称	规格或型号	数量
1	试管	中等	1	6	容量瓶	100ml	2
2	量筒	2ml, 100ml	各1	7	紫外分光光度计	T6	1
3	水浴锅	HH-S ₄ (或HH-4)	1	8	比色皿	1cm	2
4	酸度计	pHS-3C	1	9	比色管	50ml	3
5	吸量管	10ml、2ml(2支)	3	10	胶头滴管、烧杯		各1
				11	澄明度检测仪	YB-II	1

5、思考题 (10分)(每题5分)

(1) 重金属检查中使用的硫代乙酰胺试液为什么要临用新配?

硫代乙酰胺试液不稳定 (1分); 硫代乙酰胺在碱性条件下, 水解生成 S²⁻, 水浴加热后, 加快 S²⁻的生成, 试液中的 S²⁻具有还原性, 易使氧化成单质硫而失效, (3分); 故药典规定配制的硫代乙酰胺溶液应置冰箱中保存, 临用前取混合液[氢氧化钠(1mol/L)15 ml、水 5.0 ml 和甘油 20 ml 组成]5.0 ml, 加上述硫代乙酰胺溶液 1.0 ml, 置水浴上加热 20s, 冷后, 立即使用。(1分)。

(2) 测定 pH 时, 采用的缓冲液有哪两种? 其 pH 值分别为多少? pH 计中的“定位”、“斜率”两个按钮(旋钮)分别用于调节什么?

答: 采用缓冲液有: 磷酸盐标准缓冲液和邻苯二甲酸氢钾标准缓冲液 (2分)

其 pH 值分别为 6.86 和 4.00 (1分)

“定位”用于调节 pH 值 6.86; “斜率”用于调节 pH 值 4.00 (2分)

二、实训报告

1.检验原始记录(填写到附表1)

2.检验报告(填写到附表2)

3.实训结果分析与讨论 (5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。

附表 1： 共 35 分

（表头 3 分，原则上每格扣 0.5 分，检验依据 1 分，签名各 0.5 分）

记录 名称	10%葡萄糖注射液	记录编码	
		版本号	

10%葡萄糖注射液检验原始记录

品名	10%葡萄糖注射液	记录编号	
规格	500ml:50g	批号	19110906
包装规格	50 瓶/件	检品来源	生产车间
数量	500 瓶	取样日期	当天
件数	10	检验日期	当天
检验依据	《中国药典》（2015 年版）二部		

一、性状

本品为 无色的澄明液体 **1 分**（应为无色的澄明液体）。

结论：1 分符合规定

二、鉴别

（1）取本品适量，V=1 分（2） ml，缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液中，即生成

1 分（砖红色沉淀）（应为红色沉淀）。

结论：1 分（符合规定）

三、检查

1.pH 值：为 2 分（3.8）（应为 3.2-6.5）（数据无按要求修约扣 1 分）

定位用标准缓冲液：磷酸盐标准缓冲液 pH=1 分（6.86）；

校准用标准缓冲液：邻苯二甲酸氢钾标准缓冲液 pH=1 分（4.00）；

取本品适量，按 pH5-3C 酸度计标准操作规程依法测定，pH 值为 1 分（3.85）。

结论：1 分（符合规定）

2.5-羟甲基糠醛 精密量取本品适量（约相当于葡萄糖 1.0 g）（V₁=1 分（10.00ml），V₂=1 分（10.00ml）），置 100 ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（通则 0401）在 284 nm 的波长处测定，吸光度为 2 分（0.171）（应不得大于 0.32）。

数据记录 5 分，如有涂改，一个数据扣 1 分，直至扣完 5 分。

记录数据:	A ₀	A ₁	A ₂	A ₃	A 平均值
第一份	0.001	0.172	0.172	0.173	0.171
第二份		0.172	0.172	0.173	0.171

结论：1 分（符合规定）

3.重金属 采用方法:《中国药典》2015年版四部通则 0821 第 1分(第一) 法。

标准铅溶液的制备:精密量取标准铅贮备液 10.00(1分) ml, 置 100ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1ml 相当于 10 g 的 Pb)。本液仅供当日使用。

取三支对等的 25ml 比色管, 分别标记为甲管、乙管和丙管。

甲管中加入标准铅溶液 1分(1.5ml) ml 与醋酸盐缓冲液 (pH3.5) 2 ml 后, 加水稀释成 25 ml; 另取本品适量(约相当于葡萄糖 3 g), V=1分(30ml) ml, 蒸发至约 20 ml, 放冷, 转移至乙管中, 加醋酸盐缓冲液 (PH 为 3.5) 2 ml 后, 加水稀释至 25 ml; 丙管中加入经蒸发浓缩至约 20 ml 的供试品, 再加入标准铅溶液 1分(1.5ml) ml, 醋酸盐缓冲液 (PH 为 3.5) 2 ml 后, 加水稀释至 25 ml; 在甲、乙、丙三管中分别加入硫代乙酰胺试液各 2 ml, 摇匀, 放置 2 分钟, 同置白纸上, 自上向下透视, 当丙管中显示出的颜色不浅于甲管时, 要求乙管中显出的颜色与甲管比较。(不得更深)

结果 1分(丙管颜色比甲管深), 2分(乙管颜色比甲管颜色浅)。

结论: 1分(符合规定)

4.无菌(略)

5.细菌内毒素(略)

四、含量测定(略)

检验人: (1分)

复核人: (1分)

附表 2: 20分

成品检验报告单

(表头 1分, 检验依据 1分; 结论 2分; 签名 1分)

编码:

报告编号:

品名	10%葡萄糖注射液		
规格	500ml:50g	批号	19.11.09
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	21.11.08
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(15分, 每项3分)
【性状】	无色的澄明液体		无色澄明液体
【鉴别】	(1) 应呈正反应		呈正反应, 符合规定
化学反应			
【检查】			
pH值	3.2-6.5		3.8, 符合规定
5-羟甲基糠醛	吸光度不得大于 0.32		0.17, 符合规定
重金属	不得过百万分五		符合规定
结论	按《中国药典》2015年版检验上述项目, 结果符合规定。		
负责人:	复核人:	检验人:	盖章: