

实训四 葡萄糖的质量检验

原料请验单

编号：

编码：

请验部门： 仓库

请验人：

请验日期：

品名	葡萄糖	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	全检
质量部签收人		签收日期	

①：车间（白）
②：质量部

一、实训目标

通过本实训，要求掌握的葡萄糖（原料）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。

二、相关理论知识

复习糖类和苷类药物的物理、化学性质和药物分析原理等相关内容。

三、标准操作规程

依据：《中国药典》2020年版二部正文 1514 页葡萄糖质量标准。如未作说明，所有试液配制、检验方法等均依据药典通则和《中国药品检验标准操作规程》2015年版进行操作。

四、操作过程

（一）【性状】

1.外观性状

取一定量的供试品，置白色纸上用肉眼仔细观察其颜色、晶型等。本品为无色结晶或白色结晶性或颗粒性粉末，无臭，味甜。应符合规定。

2.比旋度

取本品约 10 g，精密称定，置 100 ml 量瓶中，加水适量与氨试液 0.2 ml，溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 分钟，在 25℃时，按 WZZ-2B 自动旋光仪标准操作规程依法测定（通则 0621），比旋度为+52.6°至+53.2°。

（二）、【鉴别】

1.取本品约 0.2g, 加水 5 ml 溶解后, 缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液中, 即生成氧化亚铜的红色沉淀。

2.取干燥失重项下的本品适量, 依法测定, 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 702)一致。

(三)【检查】

1.酸度

取本品 2.0 g, 加水 20 ml 溶解后, 加酚酞指示液 3 滴与氢氧化钠滴定液(0.02 mol/L) 0.20 ml, 应显粉红色。

2.溶液的澄清度与颜色

取本品 5.0 g, 加热水溶解后, 放冷, 用水稀释至 10 ml, 溶液应澄清无色; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 不得更浓; 如显色, 与对照液(取比色用氯化钴液 3.0 ml、比色用重铬酸钾液 3.0ml 与比色用硫酸铜液 6.0 ml, 加水稀释成 50 ml) 1.0ml 加水稀释至 10 ml 比较, 不得更深。

3.乙醇溶液的澄清度

取本品 1.0 g, 加乙醇 20 ml, 置水浴上加热回流约 40 分钟, 溶液应澄清。

4.氯化物

取本品 0.60 g, 依法检查(通则 0801), 与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.01%)。

5.硫酸盐

取本品 2.0g, 依法检查(通则 0802), 与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.01%)。

6.亚硫酸盐与可溶性淀粉

取本品 1.0g, 加水 10ml 溶解后, 加碘试液 1 滴, 应即显黄色。

7.干燥失重

取本品 1.0~2.0g, 在 105℃干燥至恒重, 减失重量为 7.5~9.5%(通则 0831)。

8.炽灼残渣

取本品 1.0g, 遗留残渣不得过 0.1%(通则 0841)。

9.蛋白质

取本品 1.0g，加水 10 ml 溶解后，加磺基水杨酸溶液（1→5）3 ml，不得发生沉淀。

10.钡盐

取本品 2.0 g，加水 20 ml 溶解后，溶液分成两等份，一份中加稀硫酸 1ml，另一份中加水 1ml，摇匀，放置 15 分钟，两液均应澄清。

11.钙盐

取本品 1.0 g，加水 10 ml 溶解后，加氨试液 1 ml 与草酸铵试液 5ml，放置 1 小时，如发生浑浊，与标准钙溶液[精密称取碳酸钙 0.1250g，置 500ml 量瓶中，加水 5ml 与盐酸 0.5ml 使溶解，用水稀释至刻度，摇匀。每 1 ml 相当于 0.mg 的钙（Ca）]1.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

12.铁盐

取本品 2.0 g，加水 20 ml 溶解后，加硝酸 3 滴，缓缓煮沸 5 分钟，放冷，加水稀释使成 45ml，加硫氰酸铵溶液（30→100）3 ml，摇匀，如显色，与标准铁溶液 2.0 ml 用同一方法制成的对照液比较，不得更深（0.001 %）。

13.重金属

取本品 4.0 g，加水 23 ml 溶解后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2 ml，依法检查（通则 0821 第一法），含重金属不得过百万分之五。

14.砷盐

取本品 2.0 g，加水 5 ml 溶解后，加稀硫酸 5 ml 与溴化钾溴试液 0.5 ml，置水浴上加热约 20 分钟，使保持稍过量的溴存在，必要时，再补加溴化钾溴试液适量，并随时补充蒸散的水分，放冷，加盐酸 5 ml 与水适量使成 28 ml，依法检查（通则 0822 第一法），应符合规定（0.0001%）。

（1）检砷装置的准备 取 60 mg 醋酸铅棉花撕成疏松状，用小玻棒将少量棉花分多次轻而均匀地装入导气管，装置高度为 60~80 mm。用镊子取出一片溴化汞试纸（试纸大小以能覆盖孔径而不露出平面外为宜），置旋塞顶平面上，盖住孔径，旋紧旋塞。

（2）标准砷斑的制备 精密量取标准砷溶液 2 ml，置检砷瓶中，加盐酸 5 ml 与水 21 ml，再加碘化钾试液 5 ml 与酸性氯化亚锡试液 5 滴，在室温放置 10 分钟后，加锌粒 2g，立即将已装好醋酸铅棉花及溴化汞试纸的导气管

密塞于检砷瓶上，并将检砷瓶置 25℃~40℃水浴中，反应 45 分钟、取出溴化汞试纸，即得。

(3) 供试品砷斑的制备 取本品 2.0 g，加水 5 ml 溶解后，加稀硫酸 5 ml 与溴化钾溴试液 0.5 ml，置水浴上加热约 20 分钟，使保持稍过量的溴存在，必要时，再补加溴化钾溴试液适量，并随时补充蒸散的水分，放冷，加盐酸 5 ml 与水适量使成 28 ml，依法检查，将生成的砷斑与标准砷斑比较，记录结果。

(4) 结果判断 将生成的供试品砷斑与标准砷斑比较，不得更深。

(显示的颜色浅于标准砷斑显示的颜色，即为“砷盐限量小于或等于 0.0001 %”，判为符合规定，深于标准砷斑显示的颜色则判为不符合规定。)

15. 微生物限度

(1) 取本品 10 g，用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液制成 1: 10 的供试液。

(2) 细菌数、霉菌数和酵母菌数 取供试液，依法检查（通则 1105 平皿法），每 1g 供试品中细菌数不得过 1000cfu，霉菌和酵母菌总数不得过 100cfu。

(3) 大肠埃希菌 取 1: 10 的供试液 10 ml，依法检查（通则 1106），不得检出。

(五)、整理原始记录，发出检验报告书。

五、注意事项

1. 斐林试剂（碱性酒石酸铜试液）由一定量的硫酸铜溶液与一定量的酒石酸钾与氢氧化钠溶液等量混合而成，长期贮存会产生沉淀，故应临用前新配制。

2. 铁盐检查时，采用硝酸氧化 $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$ ，不再加过硫酸铵，标准溶液与供试品溶液同法操作。供试品溶液加硝酸煮沸时，采用小火，注意爆沸，必要时补充适量水。

3. 砷盐检查时采用湿性破坏，在酸性溶液中用溴进行有机破坏使砷游离。有朵破坏可以检砷瓶或小烧杯中进行，20min 内要保持过量的溴存在，随时补充消耗的溴化钾试液和水分，使溶液呈黄色，20min 后要将多余的溴除尽，使溶液无色。

4. 酸度检查是以玻璃电极为指示电极，甘汞电极为参比电极。测定中尤其要注意玻璃电极的使用与维护。

六、思考题

1. 简述硫酸盐检查的基本原理和条件。

2. 砷盐检查中，加入碘化钾试液和酸性氯化亚锡试液的目的是什么？