

实训五 药物的特殊杂质检查

产成品请验单

编码:

请验人:

请验日期:

品名	吲哚美辛肠溶片	规格	
批号		数量	
生产日期		有效期至	
生产厂家		检验项目	有关物质检查
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，要求掌握药物特殊杂质检查的检测方法。

二、相关理论知识

代表药物的特殊杂质检查的原理、方法，高效液相色谱法操作。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 592 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. 操作：吲哚美辛肠溶片有关物质检查

- 2.1 照高效液相色谱法（通则 0512）、岛津 LC 10A 高效液相色谱仪标准操作规程测定。

- ## 2.2 供试品溶液、对照溶液的制备

供试品溶液 取本品 10 片，除去包衣后，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当吡哌美辛 50mg），置 100ml 量瓶中，加甲醇适量，超声使吡哌美辛溶解，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 10ml 量瓶中，用 50%甲醇稀释至刻度，摇匀。

对照溶液精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用 50% 甲醇稀释至刻度，摇匀。

- 2.3 色谱条件、系统适用性要求与测定法见吡啶美辛有关物质项下。

2.4 限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。

2.6.4 吡哌美辛有关物质项下色谱条件、系统适用性要求与测定法

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1mol/L 冰醋酸溶液—乙腈 (50:50)为流动相；检测波长为 228nm；进样体积 50 μ l。

系统适用性要求 理论板数按吡哌美辛峰计算不低于 2000，吡哌美辛峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至供试品溶液主峰保留时间的 3 倍。

3. 整理原始记录，发出检验报告书。

四、思考题

1. 比较特殊杂质与一般杂质的区别。
2. 氟康唑有关物质用高效液相色谱法测定，其中使用了什么检测器？