

实训六 甲硝唑片的含量测定

产成品请验单

编号:	编码:		
请验部门:	请验人:	请验日期:	
品名	甲硝唑片	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甲硝唑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 254 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,精密称取细粉适量(约相当于甲硝唑 0.25g),置 50ml 量瓶中,加 50%甲醇溶液适量,振摇使甲硝唑溶解,用 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 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(20: 80)为流动相;检测波长为 320nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 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 μ m（或 0.22 μ m）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 μ m（或 0.22 μ m）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. 原料药与制剂含量的表示方法有何不同？
2. 色谱柱的使用和保存应注意的问题有哪些？