

药分：药物的杂质检查 PDF转换可能丢失图片或格式，建议
阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/17/2021_2022__E8_8D_AF_E5_88_86_EF_BC_9A_E8_c23_17054.htm

第九章 药物的杂质检查
第一节 杂质和杂质限量检查
1、药物的纯度：指2、药物纯净的程度。
3、药物中杂质的来源：生产过程中引入和贮藏过程中产生。
4、杂质的限量检查：药物中所含杂质的最大允许量称杂质限量。
第二节 一般杂质的检查方法
1、氯化物的检查：利用氯化物在硝酸酸性溶液中与硝酸银试液作用，2、生成氯化物的白色混浊比色。以50ml中含硝酸10 ml为宜。以内消法消除颜色干扰。
3、硫酸盐检查法：是利用SO₄与氯化钡在盐酸酸性溶液中生成硫酸钡的白色浑浊液，4、比较。加盐酸防碳酸钡或磷酸钡沉淀生成，50ml中含稀盐酸2 ml，PH=1。内消法
5、铁盐检查法：中国药典采用硫氰酸盐法检查药物中的铁盐杂质。铁盐在盐酸酸性溶液中与硫氰酸铵生成可溶性硫氰酸铁配位离子，6、比较。50ml中含稀盐酸4 ml为宜。
7、重金属检查法：指8、在实验条件下能与S作用显色的金属杂质，9、以铅为代表。药典收载四法：第一法：硫代乙酰胺法：用醋酸铅缓冲液(PH 3)，以硝酸铅配制标准铅贮备液，用外消色法。用于在实验条件下供试品澄清、无色、对检查无干扰或经处理后对检查无干扰的药物。第二法：是将供试品炽灼破坏后检查或取炽灼残渣下遗留的残渣进行检查的方法。用于水、乙醇中难溶或能与重金属离子形成配位化合物而干扰检查的有机药物。500---600 C 第三法：用于难溶于稀酸但能溶于碱性水溶液(磺胺类、巴比妥类) NaOH 水 NaS
第四法：微孔滤膜法。形成铅斑比较。10、砷

盐检查法：(一)古蔡法：加入碘化钾与氯化亚锡将五价砷还原为三价砷，抑制锑化氢生成。醋酸铅棉花吸收硫化氢。含锑药物：改用白田道夫法检查，加少量氯化汞提高反应灵敏度。(二)二乙基二硫代氨基甲酸银法(Ag-DDC法)：原理：砷化氢与Ag-DDC吡啶溶液作用，使Ag-DDC中银还原为红色胶态。

11、酸碱度的检查：检查药物的酸碱性杂质。所用水为新沸放冷至室温的水。

- 1、酸碱滴定法
- 2、PH值法
- 3、指示剂法
- 4、溶液颜色检查法：控制药物中有色杂质的含量。
 - 1、对照比色
 - 2、分光光度法
- 5、易炭化物检查法：检查药物中遇硫酸易炭化或易被氧化而呈色的微量有机杂质。
- 6、澄清度检查法：检查药物中微量不溶杂质，用作注射剂的原料药一般作此项检查。药典 0.5号。
- 7、炽灼残渣检查法：检查有机药物中混入的各种无机杂质。一般为 0.1-0.2%
- 8、干燥失重测定法：经干燥所减失的重量，主要为水分，也包括其他挥发性物。
 - 1、常压恒温干燥法：连续两次差异0.3mg以下，
 - 2、继续1h，
 - 3、105 C
 - 4、干燥剂干燥法：受热易分解或挥发药物，
 - 5、干燥剂有硅胶、浓硫酸、二氧化二磷。
 - 6、减压干燥法：适用于低熔点，
 - 7、受热不
 - 8、稳定或水分难赶除的药物。

第三节 特殊杂质的检查方法

- 一、直接检查：
- 二、显色法和沉淀法：利用杂质与一定试剂反应产生颜色与沉淀进行检查。
- 三、容量分析法：通过消耗滴定液的体积不超过一定量来控制。
- 4、旋光度法：利用杂质与药物旋光性质不同
- 5、检查。
- 6、分光光度法：紫外分光光度法、红外分光光度法(用于药物中无效或低效晶型的检查)
- 7、色谱法：分离后再检查
 - 1、薄层色谱法：(1)杂质对照品法 (2)高低浓度对比法
 - 2、纸色谱法：用于极性较大的药物的杂质的检查
 - 3、高效液相色谱法

谱法：分离效能高，应用广。4、气相色谱法：用于药物中挥发性杂质的检查，如残留的溶剂。100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com