

药物分析之西药分析有机溶剂残留量测定法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18019.htm 本法用以检查药物在生产过程中引入的有害有机溶剂残留量，包括苯、氯仿、1,4-二氧六环、二氯甲烷、吡啶、甲苯及环氧乙烷。如生产过程中涉及其他需要检查的有害有机溶剂，则应在各品种项下另作规定。本法照气相色谱法（附录 E）测定。色谱条件与系统适用性试验以直径为0.25~0.18mm的二乙烯苯-乙基乙烯苯型高分子多孔小球作为固定相，柱温为80~170；并符合下列要求：（1）用待测物的色谱峰计算的理论板数应大于1000；（2）以内标法测定时，内标物与待测物的两个色谱峰的分离度应大于1.5；（3）以内标法测定时，每个标准溶液进样5次，所得待测物与内标物峰面积之比的相对标准偏差不大于5%；若以外标法测定，所得待测物峰面积的相对标准偏差不大于10%。标准溶液的制备精密称取各药品项下规定的有机溶剂和内标物质适量，分别加入无有机物的水溶解并配制成浓度为10.0 μg/ml的标准及内标贮备液。精密量取上述标准及内标贮备液各0.1~1ml，加无有机物的水稀释至10.0ml，混匀，即得。用外标法测定时只量取标准贮备液稀释。供试品溶液的制备精密称取供试品0.1~1g，加无有机物的水或合适的无有机物的水溶液使溶解，并稀释至10.0ml，混匀，即得。除各品种正文中另有规定外，各有机溶剂残留量的限度如下：有机溶剂限度，% 苯 0.01 氯仿 0.005 二氧六环 0.01 二氯甲烷 0.01 吡啶 0.01 甲苯 0.01 环氧乙烷 0.001 【附注】（1）内标物的选择 二氧六环与吡啶可以互为内标，苯与甲苯可以互为内标

，氯仿的内标物为1,2-二氯乙烷。(2) 温度选择 测定二氧六环、吡啶、苯、甲苯时柱温为170℃，测定氯仿、二氯甲烷时柱温为140℃，测定环氧乙烷时柱温为80℃。进样口及检测器温度应高出柱温30℃。(3) 测定方法 从方法的精密度考虑，二氧六环、吡啶宜用第一法；苯、甲苯、氯仿、二氯甲烷可以用第一法或第二法.环氧乙烷直接用第二法.其中在用第二法测定苯、甲苯时，在水浴中加热时间为30分钟，测定环氧乙烷时在水浴中加热时间为5分钟。如果用第一法时，样品本身会给色谱系统带来干扰或严重污染，则宜采用第二法。(4) 供试品取用量决定于其溶解度，如供试品在水中难溶，可以改用酸、碱溶液溶解。标准贮备液的取用量取决于供试品取用量及残留有机溶剂的限度。 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