

药物分析之西药分析重金属检查法 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_18032.htm 重金属系指在实验条件下能与硫代乙酰胺或硫化钠作用显色的金属杂质。标准铅溶液的制备 称取硝酸铅0.160g，置1000ml量瓶中，加硝酸5ml与水50ml溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。临用前，精密量取贮备液10ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得(每1ml相当于10 μg的Pb)。配制与贮存用的玻璃容器均不得含铅。第一法 除另有规定外，取25ml纳氏比色管两支，甲管中加标准铅溶液一定量与醋酸盐缓冲液(pH3.5)2ml后，加水或该药品项下规定的溶剂稀释成25ml，乙管中加入该药品项下规定的方法制成的供试液25ml；若供试液带颜色，可在甲管中滴加少量的稀焦糖溶液或其他无干扰的有色溶液，使之与乙管一致；再在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各2ml，摇匀，放置2分钟，同置白纸上，自上向下透视，乙管中显出的颜色与甲管比较，不得更深。如在甲管中滴加稀焦糖溶液仍不能使颜色一致时，可取该药品项下规定的二倍量的供试品和试液，加水或该药品项下规定的溶剂使成30ml，将溶液分成甲乙二等分，乙管中加水或该药品项下规定的溶剂稀释成25ml；甲管中加入硫代乙酰胺试液2ml，摇匀，放置2分钟，经滤膜(孔径3 μm)滤过，然后甲管中加入标准铅溶液一定量，加水或该药品项下规定的溶剂使成25ml；再分别在乙管中加硫代乙酰胺试液2ml，甲管中加水2ml，照上述方法比较，即得。供试品如含高铁盐影响重金属检查时，可取该药品项下规定方法制成的供试液，加抗坏血酸0.5

~ 1.0g，并在对照液中加入相同量的抗坏血酸，再照上述方法检查。配制供试品溶液时，如使用的盐酸超过1.0ml（或与盐酸1.0ml相当的稀盐酸），氨试液超过2ml，或加入其他试剂进行处理者，除另有规定外，对照液中应取同样同量的试剂置瓷皿中蒸干后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml与水15ml，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加标准铅溶液一定量，再用水稀释成25ml。第二法除另有规定外，取炽灼残渣项下遗留的残渣，加硝酸0.5ml，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后（或取供试品一定量，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加硫酸0.5~1.0ml，使恰湿润，用低温加热至硫酸除尽后，加硝酸0.5ml，蒸干，至氧化氮蒸气除尽后，放冷，在500~600℃炽灼使完全灰化），放冷，加盐酸2ml，置水浴上蒸干后加水15ml，滴加氨试液至对酚酞指示液显中性，再加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加水稀释成25ml；另取配制供试品溶液的试剂，置瓷皿中蒸干后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml与水15ml，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加标准铅溶液一定量，再用水稀释成25ml；照上述第一法检查，即得。第三法除另有规定外，取供试品适量，加氢氧化钠试液5ml与水20ml溶解后，置纳氏比色管中，加硫化钠试液5滴，摇匀，与一定量的标准铅溶液同样处理后的颜色比较，不得更深。第四法 仪器装置 滤器由具有螺纹丝扣并能密封的上下二部，以及垫圈、滤膜和尼龙垫网所组成。如图。A为滤器上盖部分，入口处应能与50ml注射器紧密联接；B为连接头；C为垫圈（外径10mm，内径6mm）；D为滤膜，直径10mm，孔径3.0 μm，用前经在水中浸泡24小时以上；E为尼龙垫网（孔径不限），直径10mm；F为滤器下部，出口处套上一合适橡

皮管。标准铅斑的制备 精密量取标准铅溶液一定量，置小烧杯中，用水或该药品项下规定的溶剂稀释成10ml，加入醋酸盐缓冲液(pH3.5)2ml与硫代乙酰胺试液 1.0ml,摇匀，放置10分钟，用50ml注射器转移至上述滤器中进行压滤(滤速约为每分钟1ml)，滤毕,取下滤膜，放在滤纸上干燥，即得。检查法 取照各药品项下规定方法制成的供试液10ml，照标准铅斑的制备，自“加入醋酸盐缓冲液(pH3.5)2ml”起，依法操作,将生成的斑点与标准铅斑比较,不得更深。若供试溶液有颜色或浑浊，应用滤膜进行预滤，如滤膜上有污染，应换滤膜再滤，直至滤膜不再染色；然后取滤液10ml,照标准铅斑的制备,自“加入醋酸盐缓冲液(pH3.5)2ml”起，依法操作，并照上述检查法中所述比较，即得。 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