

药物分析笔记：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_ti2020/19/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_19083.htm

杂质和杂质限量检查 1

1、药物的纯度：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。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SO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

，来源：考试大6、比较。50ml中含稀盐酸4 ml为宜。7、重

金属检查法：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：检查药物的酸碱杂质。所用水为新沸放冷至室温的水。

十、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%

十一、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℃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。来源：考试大6、减压干燥法：适用于低熔点，7、受热不来源：考试大8、稳定或水分难赶除的药物。

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。

5、旋光度法：利用杂质与药物旋光性质不同6、检查。

7、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)8、色谱法：分离后再检查

1、薄层色谱法：来源：考试大(1)杂质对照品法(2)高低浓度对比法来源：考试大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：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