

2007年执业药师考试考点大汇总-药物分析-药物制剂分析 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/263/2021_2022__EF_BC_92_EF_BC_90_EF_BC_90_EF_c23_263756.htm 药物制剂分析

考点1：片剂的常规检查项目 《中国药典》制剂通则的片剂项下，规定有两项检查，即“重量差异”和“崩解时限”的检查。所有的片剂都必须符合有关的规定。

1. 重量差异的检查 重量差异是指按规定称量方法测得片剂每片的重量与平均片重之间的差异程度。药典规定平均重量 $< 0.3g$ ，重量差异限度 $\pm 7.5\%$ ；平均重量 $\geq 0.3g$ ，限度 $\pm 0.5\%$ 。检查方法：取药片20片，精密称定总重量，计算平均片重，再分别准确称定各片的重量，计算每片片重与平均片重差异的百分率。《中国药典》对重量差异限度的要求见下表：《中国药典》规定，20片中超出重量差异限度的药片不得多于2片，并不得有1片超出限度的1倍。糖衣片和肠溶衣片应在包衣前检查片芯的重量差异，符合规定后方可包衣，包衣后不再检查重量差异。

2. 崩解时限的检查 崩解时限是指固体制剂在规定的介质中，以规定的方法进行检查，崩解溶散至 $< 2.0mm$ 碎粒所需时间的限度。规定溶出度、释放度或融变时限检查的片剂，可不进行崩解时限检查。检查装置为升降式崩解仪。主要结构为一能升降的金属支架与下端镶有筛网的吊篮，并附有挡板，将吊篮通过上端的不锈钢轴悬挂于金属支架上，浸入1000ml烧杯中，并调节吊篮位置使其下降时筛网距烧杯底部25mm，烧杯中盛有温度为 37 ± 1 的水，调节水位使吊篮上升时筛网在水面下25mm处，并使支架上下移动的距离为 $55 \pm 2mm$ ，往返频率为每分钟30~32次。检查规定为6片应

在15分钟内全部溶化或崩解成碎粒，并通过筛网。如有1片崩解不完全，应另取6片复试，均应符合规定。糖衣片、薄膜衣片或浸膏片也按上述装置和方法检查，薄膜衣片可改在盐酸溶液（9 1000）中进行检查，应在1小时内全部崩解。如有1片不能崩解，应另取6片，按上述方法复试，均应符合规定。肠溶衣片按上述装置与方法，先在盐酸溶液（9 1000）中检查2小时，每片均不得有裂缝、崩解或软化现象；继将吊篮取出，用少量水洗涤后，每管各加入挡板一块，再按上述方法在磷酸盐缓冲液（pH6.8）中进行检查，1小时内应全部崩解。如有1片不能崩解，应另取6片，按上述方法复试，均应符合规定。检查泡腾片时，取供试品1片，置250ml烧杯中，烧杯中盛有200ml水，水温为15~25℃，应有许多气泡放出，当片剂或者碎片周围气体停止逸出时，片剂应崩解、溶解或分散在水中，无聚集的颗粒剩留。除另有规定外，按上述方法检查6片，各片均应在5分钟内崩解。

考点2：片

剂含量均匀度和溶出度的检查 1. 含量均匀度的检查 含量均匀度是指小剂量的片剂、胶囊剂、膜剂或注射用无菌粉末等每片（个）含量偏离标示量的程度。凡检查含量均匀度的制剂不再检查重（装）量差异。检查方法：除另有规定外，取供试品10片（个），按照各药品项下规定的方法，分别测定每片（个）以标示量为100的相对含量 X ，求其均值 \bar{X} 和标准差 S 以及标示量与均值之差的绝对值 A （ $A=|100-\bar{X}|$ ）；如 $A \leq 1.80S$ 且 $A \leq 15.0$ ，则供试品的含量均匀度符合规定；若 $A > 1.80S$ 或 $A > 15.0$ ，则不符合规定；若 $A > 1.80S$ 且 $A > 15.0$ ，则应另取20片（个）进行复试。根据初、复试结果，计算30片（个）的均值 \bar{X} 、标准差 S 和标示量与均值之差的绝对值 A ；如 $A \leq 1.45S$

15.0，则供试品的含量均匀度符合规定；若 $A - 1.45S > 15.0$ ，则不符合规定。如该药品项下规定含量均匀度的限度为 $\pm 20\%$ 或其他百分数时，应将上述各判断式中的15.0改为20.0或其他相应的数值，但判别式中的系数不变。以上含量均匀度检查方法是以标示量为标准来进行计算的，这就保证了剂量的准确性。各片含量的差异，用其相对含量的标准差S来衡量，若各片的含量差异大，S就大，各片的含量差异小，S就小。结果的判定是综合标准差S以及均值与标示量之差A来考虑的。当检查结果处于合格和不合格区的边缘时，规定另取20片进行复试，从而减小了错判的可能。除另有规定外，含量均匀度的限度为15%。

2. 溶出度的测定

溶出度是指药物在规定介质中，在一定条件下从片剂或胶囊剂等固体口服剂中的溶出速度和溶出程度。凡检查溶出度的制剂，不再进行崩解时限的检查。《中国药典》溶出度测定法收载有3种方法：

(1) 第一法（转篮法）。样品置于溶出度仪的转篮中，转篮通过篮轴与电机相连，转速可任意调节（一般为50~200转/分）。转篮置于1000ml烧杯中，烧杯中盛溶出介质。仪器有6套装置，可同时测定6份供试品。取样点应在转篮上端和液面中间距烧杯壁10cm处。测定时，取经脱气处理的溶剂900ml，注入烧杯中，加温，使溶剂温度保持在 37 ± 0.5 ，取供试品6个，分别投入转篮中，将转篮降至容器中，按规定速度旋转，除另有规定外，至45分钟时，在规定取样点取样，立即经不大于 $0.8 \mu\text{m}$ 的微孔滤膜过滤，按各药品项下的方法测定，计算每片（个）的溶出度。

(2) 第二法（桨法）。桨法使用搅拌桨搅拌，测定时将供试品分别放入容器中，启动搅拌桨，除另有规定外，45分钟时取样测定。其余装置

和要求与转篮法相同。（3）第三法（小杯法）。小杯法的操作容器为250ml的圆底烧杯，用搅拌桨搅拌，测定时取经脱气处理的溶剂100~250ml，注入容器内，其余操作和要求同第二法。小杯法溶剂的体积较小，适用于药物含量较低的片剂溶出度的测定。测定结果判断标准：6片（个）中每片（个）的溶出量，按标示量计算，均应不低于规定限度（Q）；除另有规定外，限度（Q）为标示含量的70%。如6片（个）中仅有1~2片（个）低于规定限度，但不低于Q10%，且其平均溶出度不低于规定限度时，仍可判为符合规定。如6片（个）中有1片（个）低于Q10%，应另取6片（个）复试；初、复试的12片（个）中仅有1~2片（个）低于Q10%，且其平均溶出度不低于规定限度时，亦可判为符合规定。供试品的取用量如为2片（个）或2片（个）以上时，算出每片（个）的溶出量，均不得低于规定限度，不再复试。温度是影响溶出速率的重要因素。《中国药典》规定，溶出介质的温度应控制在 37 ± 0.5 ，为保持测定温度的恒定，溶出度仪均有恒温装置，测定的容器置于水浴中，水浴的温度应能使容器内溶剂的温度保持在 37 ± 0.5 。转篮或搅拌桨的转速对溶出速率也会有影响，测定时应按药品质量标准的规定进行。 考点

3：附加剂对测定的干扰及排除 1. 糖类 淀粉、糊精、蔗糖、乳糖等是片剂常用的稀释剂。乳糖具有还原性，淀粉、糊精、蔗糖虽然本身无明显的还原性，但它们水解后可产生葡萄糖，具有还原性。因此糖类可能干扰氧化还原滴定，特别是使用具有较强氧化性的滴定剂，如高锰酸钾法、溴酸钾法等。在选择含糖类附加剂片剂的含量测定方法时，应避免使用氧化性强的滴定剂。同时应用阴性对照品做对照试验，若

阴性对照品要消耗滴定剂，说明附加剂对测定有干扰，应换用其他的方法测定。如硫酸亚铁的原料药，《中国药典》采用高锰酸钾法测定含量。硫酸亚铁片由于可能含糖类的附加剂，所以改用铈量法进行测定，硫酸铈是比高锰酸钾弱的氧化剂，使用铈量法可以避免糖类附加剂的干扰。2. 硬脂酸镁 硬脂酸镁是片剂常用的润滑剂，是以硬脂酸镁

($C_{36}H_{70}MgO_4$) 和棕榈酸镁 ($C_{32}H_{62}MgO_4$) 为主要成分的混合物。硬脂酸镁的干扰作用可分为两个方面，一方面 Mg^{2+} 可干扰配位滴定法，另一方面硬脂酸根离子可干扰非水滴定法。 Mg^{2+} 与 EDTA 配合物的稳定常数 ($\lg K_{MY}$) 为 8.64，在 pH 10 左右可以和 EDTA 形成稳定的配位化合物。如果被测金属离子与 EDTA 配合物的稳定常数比 Mg^{2+} 的 EDTA 配合物大得多， Mg^{2+} 也不会干扰测定。若 Mg^{2+} 有干扰，可以加掩蔽剂掩蔽，如在 pH 6 ~ 7.5 条件下，酒石酸可以和 Mg^{2+} 形成稳定的配位化合物而将其掩蔽。硬脂酸根离子在冰醋酸溶剂中碱性增强，能被高氯酸滴定，因而可干扰非水溶液滴定法。若主药含量大，硬脂酸镁的含量小，则对测定结果影响不大，可不考虑其干扰，直接进行测定；在主药含量少而硬脂酸镁含量大时，硬脂酸镁的存在可使测定结果偏高。若药物是脂溶性的，可采用适当的有机溶剂提取出药物后再测定。如硫酸奎宁原料药采用非水溶液滴定法测定含量，硫酸奎宁片则是取片粉适量，置分液漏斗中，加氯化钠 0.5g 与 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml，用氯仿 50ml 提取出药物，分取氯仿液，加醋酐 5ml，再用高氯酸滴定液滴定。有文献报道，可采用草酸做掩蔽剂消除硬脂酸根的干扰，硬脂酸镁和草酸反应，可生成难溶性的草酸镁和硬脂酸，草酸镁和硬脂酸不会干扰测定。

当硬脂酸镁对测定有干扰时，也可换用其他方法测定含量。如盐酸吗啡、盐酸氯丙嗪等多种有机碱性药物，其原料药采用非水溶液滴定测定含量，片剂则采用紫外分光光度法测定。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