

2007年执业药师考试考点大汇总-药物分析-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_ti2020/263/2021_2022__EF_BC_92_EF_BC_90_EF_BC_90_EF_c23_263762.htm 药物的杂质检查

考点1：杂质和杂质的限量检查 1. 药物的杂质 是指药物中存在的无治疗作用或影响药物的稳定性疗效，甚至对人体健康有害的物质。在药物的生产和贮藏过程中，都可能引入杂质。 2. 杂质的来源 (1) 生产过程中引入杂质。例如未反应的原料、中间体、副产物、提取的结构类似物、制剂中的新产物、残留的试剂和溶剂、无机盐（砷、铅、铁等）。

(2) 贮藏过程中引入产生杂质。药品在贮藏过程中，尤其是贮藏保管不善，或贮藏时间过长，在外界条件如温度、湿度、日光、空气的影响下，或因微生物的作用，可能发生水解、氧化、分解、异构化、晶型转变、聚合、潮解和发霉等变化，使药物中产生有关的杂质。 3. 杂质的分类 (1) 按来源分类，可分为一般杂质和特殊杂质。一般杂质是指在自然界中分布较广泛，在多种药物的生产和贮藏过程中容易引入的杂质，如酸、碱、水分、氯化物、硫酸盐、砷盐、重金属等。一般杂质的检查方法收载在《中国药典》的附录中。特殊杂质是指在个别药物的生产和贮藏过程中引入的杂质。如阿司匹林中的游离水杨酸。特殊杂质的检查方法收载在该药物的质量标准中。(2) 按性质分类，可分为信号杂质和有害杂质。信号杂质本身一般无害，但其含量的多少可以反映出药物的纯度水平，如含量过多，表明药物的纯度差。氯化物、硫酸盐等就属于信号杂质。重金属、砷盐、氰化物等，对人体有毒害，为有害杂质，在质量标准中要加以严格控制，

以保证用药的安全。(3)按结构分类,可分为无机杂质和有机杂质。无机杂质有氯化物、硫酸盐、硫化物、氰化物、重金属等。有机药物中引入的原料、中间体、副产物、分解产物、异构体和残留的有机溶剂等属于有机杂质。

4. 杂质的限量检查

(1) 杂质限量。药物中所含杂质的最大允许量,叫做杂质限量。(2) 杂质的限量检查。不测定杂质含量,只检查杂质的量是否超过限量。这种杂质检查的方法叫做杂质的限量检查。杂质的检查多数为限量检查。(3) 杂质限量的表示方法。通常用百分之几或百万分之几来表示。例如,砷盐不超过10ppm;重金属不超过20ppm。(4) 杂质限量的计算。即计算时应注意:单位统一(g或mg);供试品是否有稀释过程;限量的表示方法(%或ppm)。

考点2: 氯化物检查法

1. 检查原理

$$\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{AgCl} \downarrow$$

(比浊) 氯化物检查法是检查药物中的 Cl^- 。《中国药典》的氯化物检查法是利用 Cl^- 在硝酸酸性溶液中与硝酸银试液作用,生成氯化银的白色浑浊液,与一定量标准氯化钠溶液在相同条件下生成的氯化银浑浊液比较,以判断供试品中的氯化物是否超过了限量。

2. 检查方法

《中国药典》的检查方法为:除另有规定外,取各药品项下规定量的供试品,加水溶解使成25ml,再加稀硝酸10ml;溶液如不澄清,应滤过;置50ml纳氏比色管中,加水使成约40ml,摇匀,即得供试溶液。另取各药品项下规定量的标准氯化钠溶液,置50ml纳氏比色管中,加稀硝酸10ml,加水使成40ml,摇匀,即得对照溶液。于供试溶液与对照溶液中,分别加入硝酸银试液1.0ml,用水稀释至50ml,摇匀,在暗处放置5分钟,同置黑色背景上,从比色管上方向下观察,比较,即得。

3. 试验条件

稀硝酸下

进行。标准氯化钠溶液每1ml相当于10 μg的Cl⁻。在测定条件下，氯化物浓度以50ml中含50 ~ 80 μg的Cl⁻为宜，相当于标准氯化钠溶液5 ~ 8ml。在此范围内氯化物所显浑浊梯度明显，便于比较。检查在硝酸酸性溶液中进行。加入硝酸可避免弱酸银盐如碳酸银、磷酸银以及氧化银沉淀的形成而干扰检查，同时还可加速氯化银沉淀的生成并产生较好的乳浊。酸度以50ml溶液中含稀硝酸10ml为宜。为了避免光线使单质银析出，在观察前应在暗处放置5分钟。由于氯化银为白色沉淀，比较时应将比色管置黑色背景上，从上向下观察，比较。供试品溶液如不澄清，可用含硝酸的水洗净滤纸中的氯化物后滤过，取滤液进行检查。供试品溶液如带颜色，可按《中国药典》附录所规定的方法处理。即取两份供试品溶液，于其中一份中先加入硝酸银试液1.0ml，摇匀，放置10分钟，如显浑浊，可反复滤过，至滤液澄清，即得无氯化物杂质又具有相同颜色的澄清溶液。再在其中加入规定量的标准氯化钠溶液与水适量使成50ml，作为对照溶液；另一份中加入硝酸银试液1.0ml与水适量使成50ml，作为供试溶液，将两液在暗处放置5分钟后比较，即可消除颜色的干扰。此法又称为内消色法。如枸橼酸铁铵为棕黄色，《中国药典》采用以上方法消除其颜色对检查的干扰。对某些带有颜色的药物，还可根据其化学性质设计排除干扰的方法。如检查高锰酸钾中的氯化物，可先加乙醇适量使其还原褪色后再依法检查。

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