

微波消解药物制剂

1 前言

所谓药物制剂，从狭义上来讲，就是具体的按照一定形式制备的药物成品，如阿莫西林胶囊等，从广义上来讲是药物制剂学，是一门学科。药物制剂其实就在我们身边。如果我们感冒了，我们会吃一些感冒药，有的人吃的是胶囊，有的人吃的是片状的。其实“胶囊”、“片状”这就是药物制剂。我们选取一种片状药物制剂，采用微波消解作为重金属检测的前处理方法，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANKPLUS 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。

2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

将样品粉碎成细小颗粒，颗粒度越小越容易消解。

3.2 酸体系选择

药物制剂通常为有机物，需要选择具有氧化性的试剂进行消解，选用硝酸作为实验的首选试剂，同时加入少量的过氧化氢辅助氧化，效果更佳。

3.2.1 消解实验

称取实验样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	200	400	15	20

实验结束，待冷却至 60℃以下，压力为零，取出罐架转移至通风橱中，打开消解罐，放置在赶酸器上 150℃赶酸至小于 1mL，转移定容后，存在少量白色沉淀。

3.2.2 酸体系探究

通过查阅所选用药物制剂样品的成分，发现含有一定量的二氧化钛，因此消解实验中需要加入氢氟酸来将其去除。

重新称取实验样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸、1mL 过氧化氢和 1mL 氢氟酸，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	200	400	15	20

实验结束，待冷却至 60℃以下，压力为零，取出罐架转移至通风橱中，打开消解罐，赶酸定容后，溶液澄清透明。

3.4 取样量

药物制剂反应会生成一定量的二氧化碳，在取样量为 0.1g 时，最大压力超过 2MPa，因此本实验的取样量不应超过 0.1g。

4 实验结果

药物制剂样品，采用硝酸+过氧化氢的混酸体系进行消解实验，在取样量为 0.1g，最高实验温度 200℃时，压力可达 2MPa，样品无法完全消解。通过添加氢氟酸来去除样品中存在的二氧化钛成分，可将本次实验所选用的药物制剂样品彻底消解。

注意事项

1. 实验前应对样品的组成有充分的认识，这样在进行实验时可以有针对性的选择合理的试剂搭配。
2. 药物类样品通常为含有较多的有机成分，消解时被氧化为二氧化碳，会产生较大的压力，在满足检测需求的情况下，应选择尽量小的取样量，或添加预处理步骤。