

计算题——举例

1. 检查某药物中重金属，若取样量为 1g，要求含重金属不得过百万分之十五，应吸取标准铅溶液（10 μg Pb/mL）多少 mL？

解答：根据限量计算公式：杂质限量 = $\frac{\text{杂质最大允许量}}{\text{供试品量}} \times 100\%$

杂质最大允许量 = 标准铅溶液浓度 \times 体积 (V) = 10 μg \times V

V = 供试品量 \times 杂质限量 / 标准铅溶液浓度 = 1g \times $\frac{15/10^6}{10\mu\text{g}}$ = 1.5 (ml)

若供试品为注射液，取样 50mL，依法检查，规定含重金属不得过千万分之三，应取标准铅溶液多少 mL？只要将供试品量改为 50mL，按上述同法计算：

V = 50mL \times $\frac{3/10^7}{10\mu\text{g}}$ = 1.5 (ml) (注意 1mL 与 1g 相当)

2. 检查某药物中的砷盐，取标准砷溶液 2mL（每 1mL 相当于 1 μg 的 As）制备标准砷斑，砷盐限量为 0.0001%，应取供试品的量？

解答：根据限量计算公式：杂质限量 = $\frac{\text{杂质最大允许量}}{\text{供试品量}} \times 100\%$

杂质最大允许量 = 1 μg \times 2mL = 2 μg ，砷盐限量为 0.0001%

故：应取供试品量 = $\frac{2\mu\text{g}}{0.0001\%} \times 100\% = 2\text{g}$

3. 取某药物适量，加盐酸-甲醇溶液制成每 1ml 中含 10mg 的溶液，照紫外-可见分光光度法，在 490nm 的波长处测定，吸光度不得超过 0.15。已知杂质在 490nm 处的 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 为 300，求该杂质的限量。

解答：根据紫外-可见光谱法含量测定计算公式，测定溶液中被测物的百分浓度 (%) = 吸光度 (A) 除以百分吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)，此题中杂质的百分吸收系数为 300，药物测定溶液 (10mg/ml) 的吸光度为 0.15，这是由杂质引起的吸光度，故样品溶液中杂质的浓度% = $\frac{0.15}{300} = 0.0005\%$ ，由此计算得到的是药物中杂质的百分浓度 (g/100ml)，换算成 mg/ml，即 0.0005% \times 1000/100 = 0.005 mg/ml。根据杂质限量计算式：

$$\text{杂质的限量} = \frac{\text{杂质浓度}}{\text{样品液浓度}} \times 100\% = 0.005/10 \times 100\% = 0.05\%$$

4. 醋酸甲地孕酮中其它甾体检查：取本品适量，精密称定，以无水乙醇为溶剂，配制成每 1ml 含 2mg 的溶液(1) 与每 1ml 含 0.04mg 的溶液(2)。分别取溶液(1)和溶液(2)各 10 μ l，进样，记录色谱图至主成分峰保留时间的两倍。溶液(1)显示的杂质峰数不得超过 4 个，各杂质峰面积及其总和分别不得大于溶液(2)主峰面积的 1/2 和 3/4。试计算最大一个杂质和总杂质的限量分别是多少？

解答：被测物供试溶液(1) 的浓度为 2mg/ml，杂质对照液即溶液(2)的浓度为 0.04mg/ml，进样量各为 10 μ L（两溶液进样体积相同，计算时不必考虑）。规定：单个杂质峰面积不得大于溶液(2)主峰面积的 1/2（即 0.04 \times 1/2）；各杂质峰面积总和不得大于溶液(2)主峰面积的

3/4（即 0.04 \times 3/4），根据限量计算公式：杂质限量 = $\frac{\text{杂质最大允许量}}{\text{供试品量}} \times 100\%$ ，故：

$$\text{最大一个杂质的限量} = \text{溶液(2)浓度} \times 1/2 \text{ 除以溶液(1) 的浓度} = \frac{0.04 \times 1/2}{2} \times 100\% = 1.0\%$$

$$\text{总杂质的限量} = \text{溶液(2)浓度} \times 3/4 \text{ 除以溶液(1) 的浓度} = \frac{0.04 \times 3/4}{2} \times 100\% = 1.5\%$$

5. 维生素 C 注射液含量测定：精密量取维生素 C 注射液适量（相当于维生素 C 0.2g），依法操作，以淀粉为指示液，用碘滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显蓝色。每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 8.806mg 的维生素 C。已知：注射液规格 2mL:0.1g，取维生素 C 注射液 4.00mL，碘滴定液 F=1.005，消耗碘滴定液(0.05mol/L)22.45mL，计算本品相当于标示量的百分含量？

解答：根据容量法含量计算公式：含量 (%) = $\frac{V \times T \times F}{W} \times 100\%$ ，W=注射液取样量（根据规格，应取 4mL）。

$$\text{注射液的含量 (g/100ml)} = \frac{22.45 \times 8.806 \times 1.005}{4 \times 1000} \times 100\% = 4.967\% = 0.04967\text{g/mL}$$

上式计算得到的是实际含量，除以规格量，即为相当于标示量的百分含量：

$$\text{标示量}\% = \frac{0.04967\text{g/mL}}{0.1\text{g}/2\text{mL}} \times 100\% = 99.34\%$$

6. 司可巴比妥钠的含量测定：精密称取 0.1053g，置 250mL 碘量瓶中，加水 10mL，振荡使溶解，精密加入溴滴定液（0.05mol/L）25mL，依法操作，用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定，同法做空白校正。每 1mL 溴滴定液（0.05mol/L）相当于 13.01mg 的

司可巴比妥钠。已知样品消耗硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）15.10mL，空白消耗硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）23.12mL。0.1mol/L 的硫代硫酸钠滴定液的 F 值=1.003，计算样品的百分含量。

解答：溴量法一般采用剩余滴定法，第一滴定剂溴的浓度不需要标定，多余的溴滴定剂用第二标准液硫代硫酸钠滴定液回滴，同时做空白试验进行校正，因此，样品消耗溴滴定液的量由空白和样品消耗的硫代硫酸钠滴定液体积之差得出，计算如下：

$$\text{样品}\% = \frac{(23.12 - 15.10) \times 13.01 \times 1.003}{0.1053 \times 1000} \times 100\% = 99.4\%$$

7. 复方酮康唑乳膏中酮康唑的含量测定：按 HPLC 法，取本品约 4 g，精密称定（4.1125g），加无水乙醇适量，水浴加热使溶解，并稀释至 50.0ml，滤过，精密量取续滤液 10 μ l，注入液相色谱仪；另取酮康唑对照品适量，精密称定，加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1 ml 中含 0.805 mg 的溶液，摇匀，同法测定。按外标法以峰面积计算。测得对照液中酮康唑峰面积为 510；供试液中酮康唑峰面积为 502。已知乳膏规格：10mg 酮康唑和 0.25mg 丙酸氯倍他索/g，计算酮康唑相当于标示量的百分含量？

解答：首先根据色谱外标法计算公式 $C_X = C_R \frac{A_X}{A_R}$ ，求出供试溶液中酮康唑含量：

$$\text{供试溶液中酮康唑含量} = \frac{502 \times 0.805 \text{ mg/ml}}{510} = 0.7924 \text{ mg/mL}$$

然后根据样品稀释倍数与取用量，计算酮康唑的百分含量：

$$\text{百分含量}\% = 0.7924 \text{ mg/mL} \times \frac{50}{4.1125 \text{ g} \times 1000} \times 100\% = 0.9634\%$$

再根据乳膏中酮康唑的标示量，计算：相当于标示量% = $\frac{0.009634}{10 \text{ mg/g}} \times 100\% = 96.34\%$