

# 片剂的质量检查



2021~2022学年 药剂学I 实验课

- ✓ 每组用1000ml烧杯取约800ml纯水，37°C水浴预热
- ✓ 每组准备50ml、10ml容量瓶各3个；另外每一排同学准备100ml容量瓶1个、50ml容量瓶5个
- ✓ 在讲台取上节课制备的药片



# 片剂的质量检查

实验目的

- ✓ 熟悉片剂质量的一般检测方法;
- ✓ 掌握硬度仪、脆碎度仪和崩解仪等相关仪器的使用方法。

实验指导

实验内容

思考题

注意事项



# 片剂的质量要求

实验目的

根据2020版中国药典，片剂需要进行的质量检查主要有：

实验指导

外观、重量差异、硬度、脆碎度、崩解时限、溶出度、含量、含量均匀度、释放度、发泡量、分散均匀性、微生物限度等。

综合性药学实验

实验内容

【发泡量】阴道泡腾片照下述方法检查，应符合规定。

检查法 除另有规定外，取 25ml 具塞刻度试管(内径 1.5cm，若片剂直径较大，可改为内径 2.0cm)10 支，按表中规定加水一定量，置  $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  水浴中 5 分钟，各管中分别投入供试品 1 片，20 分钟内观察最大发泡量的体积，平均发泡体积不得少于 6ml，且少于 4ml 的不得超过 2 片。

平均片重	加水量
1.5g 及 1.5g 以下	2.0ml
1.5g 以上	4.0ml

思考题

【分散均匀性】分散片照下述方法检查，应符合规定。

检查法 照崩解时限检查法(通则 0921)检查，不锈钢丝网的筛孔内径为  $710\mu\text{m}$ ，水温为  $15 \sim 25^{\circ}\text{C}$ ；取供试品 6 片，应在 3 分钟内全部崩解并通过筛网，如有少量不能通过筛网，但已软化成轻质上漂且无硬心者，符合要求。

【微生物限度】以动物、植物、矿物来源的非单体成分制成的片剂，生物制品片剂，以及黏膜或皮肤炎症或腔道等局部用片剂(如口腔贴片、外用可溶片、阴道片、阴道泡腾片等)，照非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法(通则 1105)和控制菌检查法(通则 1106)及非无菌药品微生物限度标准(通则 1107)检查，应符合规定。规定检查杂菌的生物制品片剂，可不进行微生物限度检查。

注意事项



# 片剂外观

实验目的

实验指导

实验内容

思考题

注意事项

- ✓ 完整光洁
- ✓ 色泽均匀
- ✓ 无杂斑
- ✓ 无异物

处方组成、制备工艺等都会对片剂外观产生影响

微晶纤维素



乳糖



预胶化淀粉





# 片重差异

实验目的

实验指导

实验内容

思考题

注意事项

【重量差异】照下述方法检查，应符合规定。

检查法 取供试品 20 片，精密称定总重量，求得平均片重后，再分别精密称定每片的重量，每片重量与平均片重比较(凡无含量测定的片剂或有标示片重的中药片剂，每片重量应与标示片重比较)，按表中的规定，超出重量差异限度的不得多于 2 片，并不得有 1 片超出限度 1 倍。

平均片重或标示片重	重量差异限度
0.30g 以下	±7.5%
0.30g 及 0.30g 以上	±5%

糖衣片的片芯应检查重量差异并符合规定，包糖衣后不再检查重量差异。薄膜衣片应在包薄膜衣后检查重量差异并符合规定。

凡规定检查含量均匀度的片剂，一般不再进行重量差异检查。

含量均匀度——小剂量片剂

1. 每片主药含量小于25mg
2. 主药含量小于片重25%

对主药含量高的片剂而言，由于主药含量较高，容易混匀，一般认为颗粒中含药量是均匀的

Why?



# 片剂的硬度与脆碎度

实验目的

片剂应有适宜的抗压性和耐磨性、耐震荡性。

实验指导

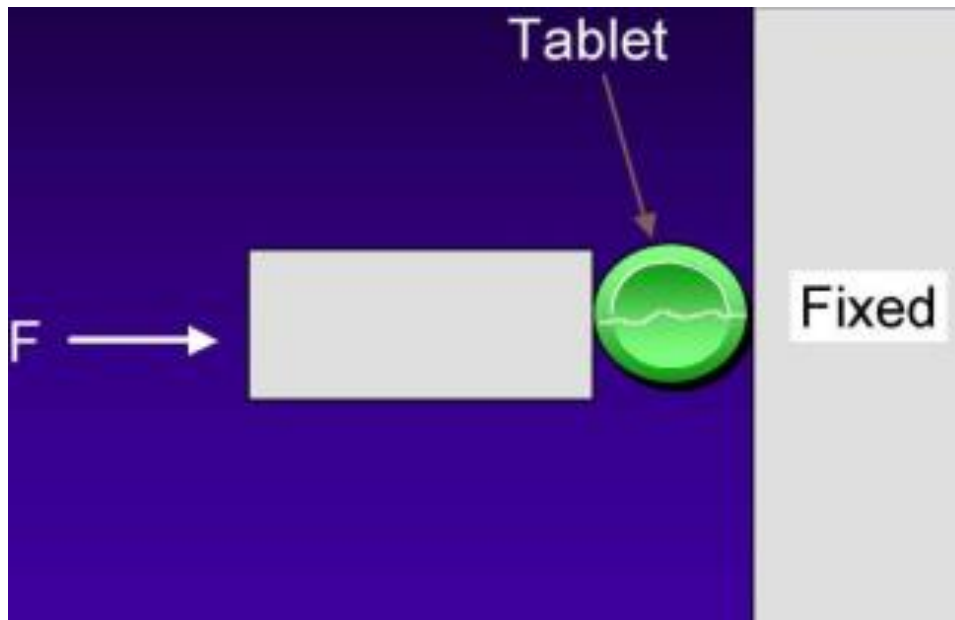
硬度过低或脆碎度不合格，片剂可能在包装、运输过程中磨损破裂；  
硬度过高，则会影响片剂的崩解和溶出。

实验内容

片剂硬度测定：片剂的**径向**破碎力

思考题

注意事项







# 脆碎度的测定

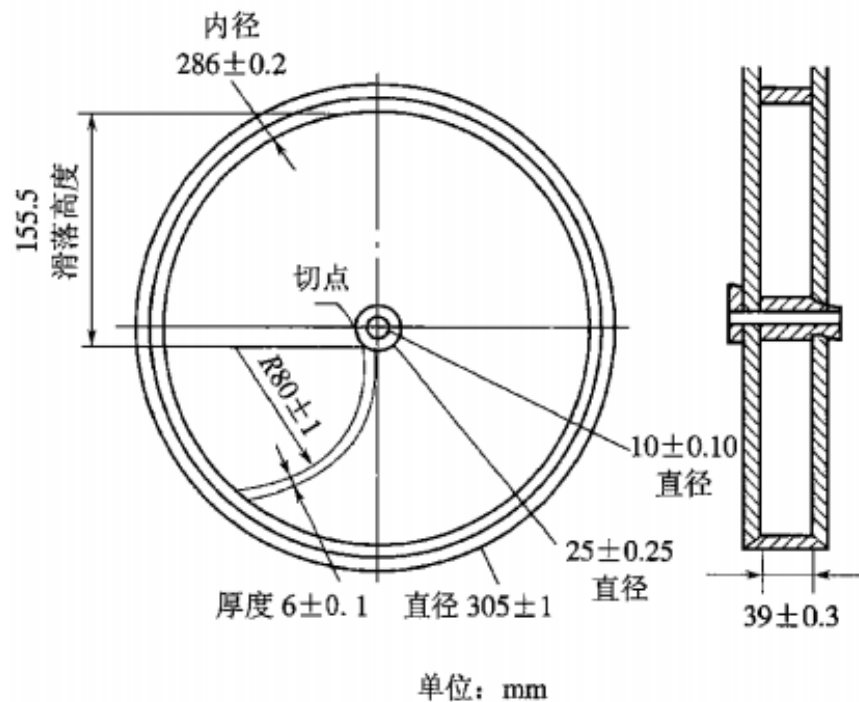
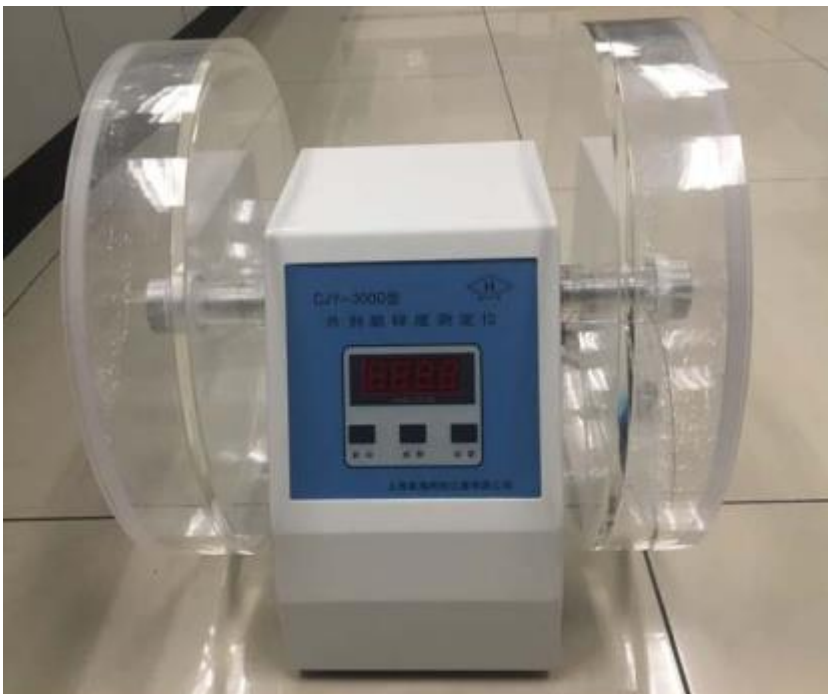
实验目的

实验指导

实验内容

思考题

注意事项





# 崩解时限

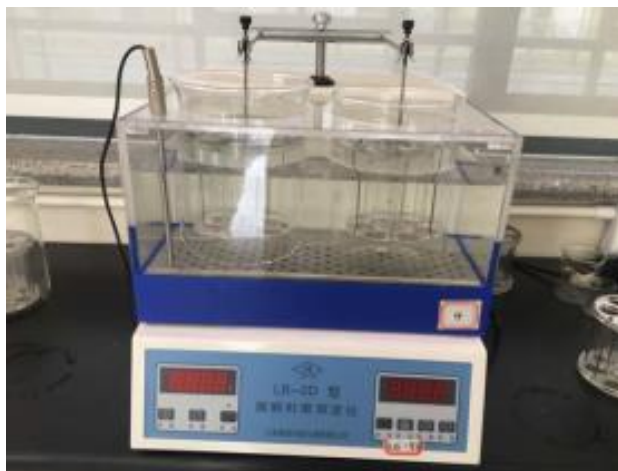
实验目的

实验指导

实验内容

思考题

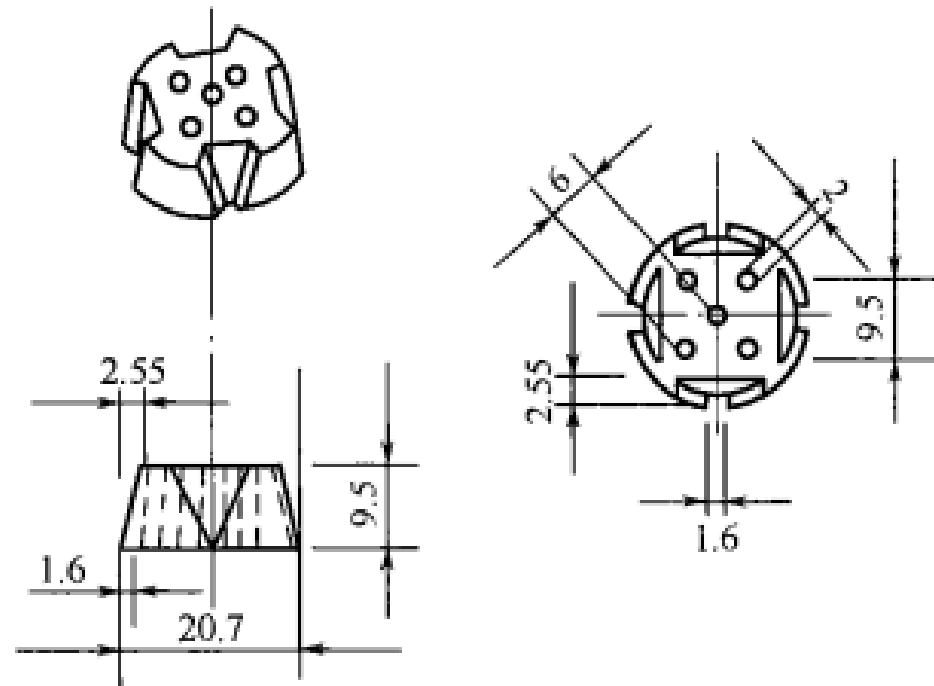
注意事项



崩解时限：片剂在规定条件下全部崩解溶散或成碎粒，全部通过崩解仪筛网的时间。

凡规定检查溶出度、释放度或分散均匀性的制剂，不再进行崩解时限检查。

思考题：溶出度和崩解时限的关系？



单位：mm

图 2 升降式崩解仪挡板结构





# 吲哚美辛片的质量检查

实验目的

✓ 外观

实验指导

✓ 片重差异 20片

✓ 硬度 6片

实验内容

✓ 脆碎度 6.5g (约80片)

✓ 崩解时限 6片

思考题

✓ 含量测定 20片

注意事项

总共需要约150片

若上次实验获得的药片数量不足，可将片重差异和脆碎度实验的片剂再次用于其他实验

至少需要80片



# 外观检查

---

实验目的

应完整光洁、色泽均匀，无杂斑，无异物

实验指导

肉眼观察并记录即可

实验内容

思考题

注意事项



# 片重差异检查

实验目的

实验指导

实验内容

思考题

注意事项

随机取20片  
精密称量总重  
计算平均片重



精密称量每片  
药片的片重



$$\text{片重差异}\% = \frac{\text{单片重} - \text{平均片重}}{\text{平均片重}} \times 100\%$$

平均片重或标示片重	重量差异限度
0.30g 以下	±7.5%
0.30g 及 0.30g 以上	±5%

超出重量差异限度的药片不得多于2片，并不得有1片超出限度的一倍



# 硬度检查

实验目的

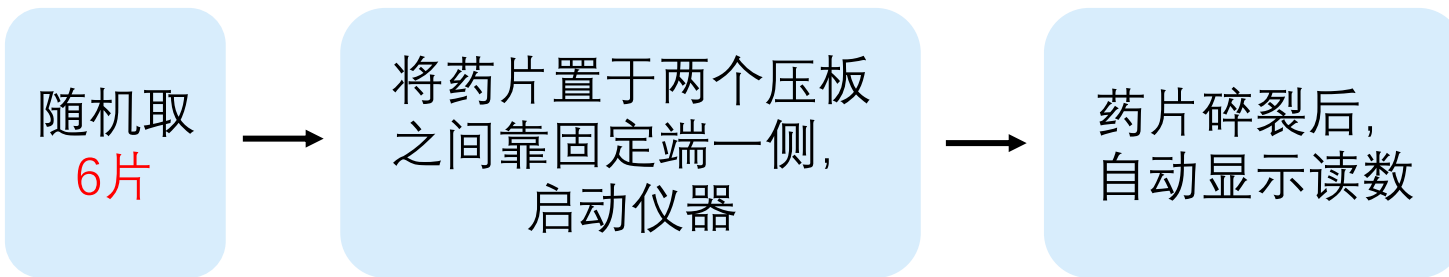
片剂硬度仪的使用与上次实验课压片时相同。

实验指导

实验内容

思考题

注意事项



记录6片的硬度

注意事项：硬度仪启动时应盖上盖子，防止硬度过大的药片在测试中崩裂；  
硬度仪最后一组使用完毕后，请收拾干净底下的碎片。



# 脆碎度检查

实验目的

实验指导

实验内容

思考题

注意事项

随机取若干片，使总重量约为6.5g



用毛刷或电吹风，除去片剂表面的细粉，然后精密称重

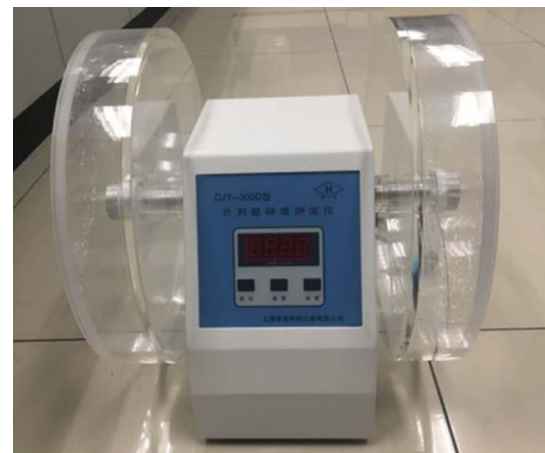


将药片放置在脆碎度仪圆筒中，安装完毕，启动机器（参数已设好：转速 $25\pm 1\text{rpm}$ ，时间4min）



机器停止后取出药片，观察外观，除去片剂表面细粉，再次精密称重，计算实验前后质量缺失

1. 不得出现断裂、龟裂或粉碎现象。
2. 试验前后缺失重量未超过实验前重量的1%时，判为符合规定。



1两组同学一起用

2结束清理圆筒中残留的细粉



# 崩解时限检查

实验目的

崩解仪使用方法，与之前胶囊剂实验相同。

实验指导

实验内容

将吊篮  
挂在支  
架上



放入盛有37℃  
纯水的1000ml  
烧杯中



随机取6片药片  
分别置于吊篮  
的玻璃管中



启动崩解仪，记录  
6片全部崩解通过  
筛网的时间

思考题

各片在15分钟内全部崩解并通过筛网，即为合格；

如有1片不能完全崩解，应另取6片复试

注意事项





# 含量测定——紫外分光光度计法

实验目的

## 1. 标准曲线（每一排制备1条标准曲线，溶剂别弄混）

实验指导

精密称取IDM原料药约50mg于100ml容量瓶

加入约50ml无水乙醇，振摇溶解（难溶可超声加速溶解）

用纯水定容，摇匀得IDM储备液，浓度为500 $\mu\text{g}/\text{ml}$

实验内容

思考题

精密吸取储备液于50ml容量瓶，用50%乙醇稀释成5、10、20、30、40 $\mu\text{g}/\text{ml}$

以50%乙醇作空白，于320nm处测定吸光度 $A_{320}$ ，回归 $A_{320}-C(\text{IDM})$ ，得标准曲线

注意事项



# 含量测定——紫外分光光度计法

实验目的

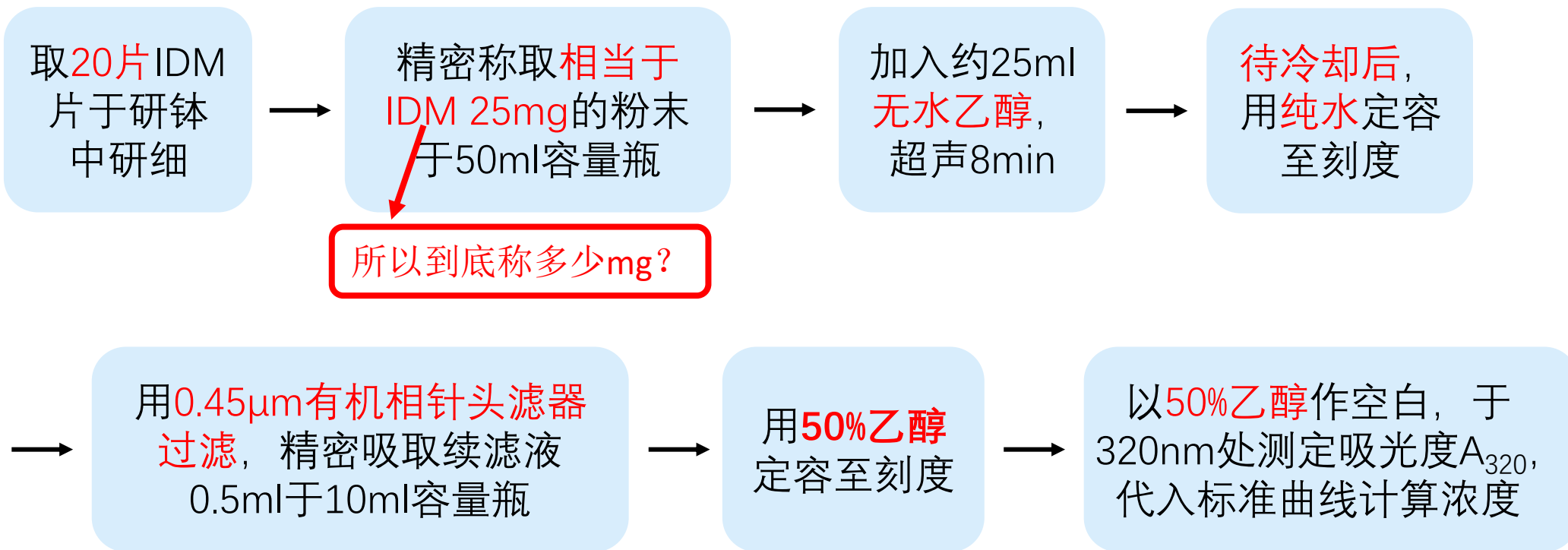
实验指导

实验内容

思考题

注意事项

## 2. IDM片含量测定（每组各自测自己的，平行3份）



平行3份计算平均含量和SD值，所测含量为主药含量标示量的95%~105%即为合格



# 思考题

---

实验目的

1. 溶出度与崩解时限的关系?

实验指导

2. 片剂溶出度实验应怎样设计?

实验内容

思考题

注意事项

