

# 微波消解原料药

## 1 前言

原料药，指用于生产各类制剂的原料药物，是制剂中的有效成份，由化学合成、植物提取或者生物技术所制备的各种用来作为药用的粉末、结晶、浸膏等，但病人无法直接服用的物质。原料药在 ICH Q7A 中的完善定义:旨在用于药品制造中的任何一种物质或物质的混合物，而且在用于制药时，成为药品的一种活性成分。此种物质在疾病的诊断，治疗，症状缓解，处理或疾病的预防中有药理活性或其他直接作用，或者能影响机体的功能或结构。我们选择一种原料药样品，通过微波消解进行前处理，探索最适合的消解参数，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

新仪 MASTER-18 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%)

### 3 实验方法

3.1 样品化学式： $C_{36}H_{33}N_6O_8K$

#### 3.2 消解方案探究

称取原料药样品约 40mg ( 精确至 0.1mg ) 置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，静置 5min 左右，待无明显反应，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

表一

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1  | 150   | 10     | 400  |
| 2  | 180   | 5      | 400  |
| 3  | 210   | 60     | 400  |

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，样品可完全消解至澄清透明状态。

#### 3.3 取样量

通过实验发现，当取样量为 40mg 时，最高实验压力接近 3MPa，为保证实验安全性，本次选择的原料药样品取样量不得超过 40mg。

### 4 结果

实验选择的原料药  $C_{36}H_{33}N_6O_8K$  样品，取样量为 40mg，采用硝酸+过氧化氢的混酸体系进行实验，最高实验温度 210°C，保温 1h 左右，样品可完全消解。