

水杨酸溶出度校正片（100103-200409）说明书

为了充分保障溶出度测定结果良好的重现性,对新安装的溶出度仪应采用溶出度校正片进行校正,对当前使用的溶出度仪也应定期(或在出现异常情况时)进行校正,溶出度校正的数据是检定溶出度仪是否良好和实验操作是否规范的依据。

水杨酸溶出度片是非崩解型溶出度校正片。

1. 校正方法

1.1 调试溶出度仪 按照中国药典 2005 年版二部附录 C 要求进行。

1.2 溶出介质的制备

取磷酸二氢钾 6.80g, 加氢氧化钠 1.58g,用水稀释至 1000ml,即得磷酸盐缓冲液(pH = 7.4 ± 0.05)。将配制好的磷酸盐缓冲液加热至约 41℃,趁热减压过滤(0.45 μm)。减压条件下电磁搅拌 5 分钟或超声脱气 5 分钟(最大体积 4000ml)。

也可采用其他等效的脱气方法,使溶出介质中的溶解氧不超过 2.8mg/L 即可。

1.3 对照品溶液的制备

取水杨酸对照品约 20mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加溶出介质适量,使水杨酸溶解并稀释至刻度,摇匀。作为对照品溶液。

为了加快水杨酸的溶解速度,也可先用少量乙醇溶解后再用溶出介质稀释至刻度。但是乙醇的用量应不超过总体积的 1%。

1.4 供试品溶液的制备

1.4.1 篮法和桨法

方法 A

取溶出介质各 900ml,分别注入每个溶出杯中,注意不要将空气带入溶出介质中,不要搅拌,温度平衡后,保持在 37 ± 0.5 ℃,调整转速为 100 转/分钟。用吹风机(冷风)洗耳球或软刷小心除去片子表面的粉尘,选取水杨酸溶出度校正片 6 片。将 6 片校正片分别置于干燥的转篮中,或同时投入六个杯中(桨法)。自校正片接触溶出介质时开始计时,经 30 分钟时取样(误差应不超过 20 秒),用不大于 0.8 μm 孔径的滤膜过滤,取续滤液为供试品溶液。

方法 B

也可以每片间隔 30 秒,逐片置于溶出杯中。桨法自第一片校正片接触溶出介质开始启动搅拌桨并计时,从第二片开始,注意在校正片的投放过程中要避免与桨杆或桨叶发生碰撞,校正片在溶出杯中的位置应处于溶出杯底部的中心位置,如有差异,校正片距溶出杯底部中心的距离应不超过 1cm。取样时间也相应间隔 30 秒。其余操作同方法 A。

1.4.2 小杯法

方法 A

取溶出介质各 250ml,分别注入每个溶出杯中,注意不要将空气带入溶出介质中,不要搅拌,温度平衡后,保持在 37 ± 0.5 ℃。调整转速为 100 转/分钟。用吹风机(冷风)吸耳球或软刷小心除去片子表面的粉尘,选取水杨酸溶出度校正片 6 片。将 6 片校正片同时置

于六个溶出杯中，自校正片接触溶出介质时开始计时，经 30 分钟时取样（误差应不超过 20 秒）。用不大于 0.8μm 孔径的滤膜过滤，取续滤液 5ml，用溶出介质稀释至 25ml 作为供试品溶液。

方法 B

也可以每片间隔 30 秒，逐片置于溶出杯中，自第一片校正片接触溶出介质开始启动搅拌并计时，从第二片开始，注意在校正片的投放过程中要避免与桨杆或桨叶发生碰撞，校正片在溶出杯中的位置应处于溶出杯底部的中心位置，取样时间每片相应间隔 30 秒。其余操作同方法 A。

1.5 测定法

方法 1：取供试品溶液及对照品溶液 照分光光度法(中国药典 2005 年版二部附录 IV A)，采用 0.3cm 吸收池，在 296nm 的波长处测定吸光度，按照下表中给定的计算公式计算每片的溶出量，并计算 6 片溶出量之间的相对偏差（RSD%）。

方法 2：如果采用 0.5 或 1.0cm 的吸收池测定，可以将对照品溶液和供试品溶液经适当稀释后，进行测定。只要在测定范围内线性满足测定要求（ $r \geq 0.999$ ），也可不经稀释直接测定。

溶出方法	溶出量计算公式
篮法	每片的溶出量% = $\frac{A_{\text{供}} \times 900 \times f}{\bar{F} \times 300} \times 100\%$
桨法	每片的溶出量% = $\frac{A_{\text{供}} \times 900 \times f}{\bar{F} \times 300} \times 100\%$
小杯法	每片的溶出量% = $\frac{A_{\text{供}} \times 250 \times f}{\bar{F} \times 300} \times 100\%$

$A_{\text{供}}$ ：30 分钟供试品溶液的吸光度

\bar{F} ：两份对照品的平均响应因子 $\bar{F} = \frac{F_1 + F_2}{2}$

(F_1 和 F_2 的比值应在 0.99~1.01 范围内,否则需要检查误差来源,直到符合要求为止)

F_1 ：第一份对照品响应因子 $F_1 = \frac{A_1}{C_1}$

F_2 ：第二份对照品响应因子 $F_2 = \frac{A_2}{C_2}$

A_1 ：第一份对照品溶液的吸光度

A_2 ：第二份对照品溶液的吸光度

C_1 ：第一份对照品溶液的浓度（mg/ml）

C_2 : 第二份对照品溶液的浓度 (mg/ml)

f : 供试品溶液的稀释倍数

2. 实验要求

30 分钟时每片的溶出量及 6 片溶出量的相对标准偏差 (RSD%) 均应在下表规定的限度范围内。

试验方法	篮法	桨法	小杯法
溶出量 (%)	21 ~ 26	20 ~ 27	17 ~ 25
相对标准偏差限度 RSD(%)	5	7	8

3. 注意事项

- 3.1 由于包装或运输过程中的碰撞可能会对片子的完整性造成影响, 对于有破损的校正片不能用于试验。
- 3.2 若采用自动取样和测定装置进行, 自动取样过滤器的孔径可以为 10 μ m。
- 3.3 对照品溶液应平行两份。

【规格】 300mg/片

【批号】 100103-200409

【包装】 20 片/瓶

【保存条件】 避光, 防潮