# 药物分析[大全]

来源：网络 作者：独坐青楼 更新时间：2024-12-22

*第一篇：药物分析[大全]江西省“赣鄱英才555工程”人选条件一、“创新创业人才引进计划”人选“创新创业人才引进计划”人选一般应取得博士学位或具有正高级职称（有创业经历的可适当放宽），年龄一般不超过55周岁，诚实守信，遵守法律法规，引进后连...*

**第一篇：药物分析[大全]**

江西省“赣鄱英才555工程”人选条件

一、“创新创业人才引进计划”人选

“创新创业人才引进计划”人选一般应取得博士学位或具有正高级职称（有创业经历的可适当放宽），年龄一般不超过55周岁，诚实守信，遵守法律法规，引进后连续服务年限不少于3年。同时符合下列条件之一：

（一）在国外著名高校、科研院所担任教授或相当职务的专家学者；掌握关键技术、急需紧缺的海外高层次人才可适当放宽为担任副教授或相当职务。

（二）在国际知名企业、金融机构、国际组织中担任中高级职务的专业技术人才和经营管理人才。

（三）拥有自主知识产权、掌握核心关键技术或具有高成长性项目，具有海外自主创业经验，熟悉相关产业发展和国际规则的高层次创业人才。

（四）中国科学院院士、中国工程院院士；国家级重点学科、重点实验室、工程技术(研究)中心、工程实验室的首席科学家。

（五）国家科学技术奖一、二等奖、省级科学技术奖一等奖的主要获奖人(前五位)。

（六）国家“千人计划”人选，中国科学院“百人计划”人选，教育部“长江学者奖励计划”特聘教授和国家级教学名师；国家有突出贡献中青年专家、国家杰出青年科学基金获得者，“新世纪百千万人才工程”国家级人选；全国杰出专业技术人才、中国青年科技奖、卫生部有突出贡献中青年专家等荣誉称号获得者；全国宣传文化系统“四个一批”人选。

（七）在企业管理工作中业绩突出，并在行业内有较大影响的大中型企业高层经营管理人才。

（八）江西省重点工程、重大项目、重点产业和创新产业急需紧缺的其他高层次人才。

（九）各重点领域引进人才同时还应分别符合以下条件：

1、重点创新项目引进人才应符合下列条件之一：在重大专项涉及的领域，能够解决关键技术和工艺的操作性难题，或拥有市场开发前景的自主创新产品；承担过与重大专项相关的重大项目，具有较强的产品开发能力。

2、重点学科和重点实验室引进人才应符合下列条件之一：具有国际领先、国内一流研究水平，近5年在国际重要核心刊物上发表过具有重要影响的学术论文；获得国际认可奖项（或证书）、掌握重要实验技能或科学工程建设关键技术。

3、企业和金融机构引进人才应符合下列条件之一：拥有能够促进企业自主创新、技术产品升级，并能为企业产生效益的优秀科研成果；具有丰富的金融管理、资本运作经验，在业界有较大影响。

4、高层次创业人才应符合下列条件之一：拥有技术含量高、市场开发前景广阔的专利、发明或专有技术，能够填补国内或省内空白并进行产业化生产；有创业经验或曾在国际知名企业担任中高层管理职位3年以上，熟悉相关领域和国际规则，有经营管理能力；为所在企业的主要创办人且为第一大股东（股权一般不低于30%，一家企业只能申报一名创业人才），企业成立1年以上、5年以下，其拥有核心技术的产品已处于中试或产业化阶段。

二、“高端人才柔性特聘计划”人选

“高端人才柔性特聘计划”人选应符合“创新创

业人才引进计划”所列基本条件，在我省每年工作时间一般应累计不少于2个月，且连续服务年限不少于3年，年龄不限。

三、“领军人才培养计划”人选

“领军人才培养计划”人选主要从我省高新技术企业、创新型（试点）企业、设有省级以上技术中心的企业主要负责人、技术骨干，在企业服务的高校或科研机构等单位科技人员，以及在相关学术技术领域有重大突破、产生较大经济社会效益的优秀领军人才中推选，且年龄一般不超过55周岁，入选后连续服务年限不少于3年。主要分创业和创新两类，具体条件为：

（一）创业类人选应符合下列条件之一：

1、创（领）办科技型企业，拥有自主知识产权的科技成果和发明专利，初步实现成果产业化，产品和技术处于国内同行业领先水平，依法经营，按章纳税的企业法人或高级经营管理人员；所在企业拥有一支素质优良、结构合理的优势技术创新团队及完善的企业治理结构和管理制度，近三年内主要经营管理指标处于国内同行业先进水平，能够引领和带动我省相关

产业的发展。

2、承担企业重大技术攻关或产品开发项目，运用具有自主知识产权的先进技术，解决成果转化和产业化过程中重大关键技术问题的企业技术骨干或负责人；所研发的产品为企业主导产品且在国内乃至国际市场上竞争力较强，有良好的市场前景。

3、以技术入股形式参与创（领）办科技型企业，组织并参与企业重大技术攻关或产品开发，掌握具有自主知识产权的关键技术，成功解决成果转化和产业化过程中重大关键技术问题的高校或科研单位科技人员；研发项目技术含量高，创新性较强，产品有明确的市场需求和较强的市场竞争力。

（二）创新类人选应符合下列条件之一：

1、符合上述“创新创业人才引进计划”所列基本条件的优秀人才。

2、具有国内先进水平、省内领先水平，在相关学科学术技术领域有重大突破或重要科技成果转化并产生较大经济社会效益的优秀领军人才。

**第二篇：药物分析**

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

第七章 芳香胺类药物的分析

教学目的和要求

1、进一步掌握结构、性质与鉴别检查、含量测定的关联。

2、熟悉芳胺类、苯乙胺类、芳氧丙醇胺类类药物的分析方法。

3、掌握我国药典收载的此类药物的质量标准。

4、综合运用所学知识，对分析方法评价、比较和选择，逐步培养制定药物质量标准的能力。

5、进一步掌握常用的分析方法：高效液相色谱法，非水滴定法，溴量法。教学重点，难点 重点

1．芳胺类药物的亚硝酸钠滴定法，用永停法指示终点。药典收载用此法进行含量测定的药物：苯佐卡因；盐酸普鲁卡因及注射液；盐酸普鲁卡因胺及片剂，注射液；醋氨苯砜及注射液；盐酸克仑特罗 2．此类药物的非水滴定法 难点：

亚硝酸钠法测定含量的实验条件，此法对伯胺和仲胺测定时的不同化学反应

第一节 芳胺类药物的分析

芳胺类药物主要分为两类：一类为芳伯氨基未被取代，而在芳环对位有取代的对氨基苯甲酸酯类。另一类则为芳伯氨基被酰化，并在芳环对位有取代的酰胺类药物。

一、结构与性质

(一)对氨基苯甲酸酯类药物

本类药物分子中都具有对氨基苯甲酸酯的母体，结构通式如下：

1、典型药物：苯佐卡因、盐酸普鲁卡因和盐酸丁卡因等局部麻醉药。结构为:

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

苯佐卡因

盐酸普鲁卡因(Benzocaine)(Procaine Hydrochloride)

盐酸丁卡因

(Tetracaine Hydrochloride)

盐酸普鲁卡因胺（抗心律失常药）因其化学性质与本类药物很相似，也在此一并列入讨论。其结构如下：

2、主要化学性质

1）芳伯氨基特性 显重氮化－偶合反应；与芳醛缩合反应；易氧化变色等。

2）水解特性 含酯键（或酰胺键）易水解。其水解的快慢受光线、热或碱性条件的影响。水解产物主要为对氨基苯甲酸（PABA）。

3）弱碱性 除苯佐卡因外，因其脂烃胺侧链为叔胺氮原子，故具有弱碱性。因此能与生物碱沉淀剂发生沉淀反应；但在水溶液中不能用标准酸直接滴定，在非水溶剂中能滴定。

4）其它特性 本类药物的游离碱多为碱性油状液体或低熔点固体，难溶于水，可溶于有机溶剂。其盐酸盐均系白色结晶性粉末，具有一定的熔点，易溶于水和乙醇，难溶于有机溶剂。

(二)酰胺类药物

本类药物均系苯胺的酰基衍生物，其共性是具有芳酰氨基，基本结构为：

1、典型药物：对乙酰氨基酚（扑热息痛）等解热镇痛药、盐酸利多卡因和盐酸布比卡因等局部麻醉药及醋氨苯砜抗麻风药。结构为：

对乙酰氨基酚

醋氨苯砜新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

(Paracetamol)(Acedapsone)

盐酸利多卡因

盐酸布比卡因

(Lidocaine Hydrochloride)(Bupivacaine Hydrochloride)

2、主要化学性质

1）水解后显芳伯氨基特性 芳酰氨基在酸性溶液中易水解为芳伯氨基，并显芳伯氨基特性反应。水解反应的速度受空间位阻影响：对乙酰氨基酚>利多卡因、布比卡因。

2）水解产物易酯化 对乙酰氨基酚和醋氨苯砜→醋酸→醋酸乙酯的香味。3）酚羟基特性 对乙酰氨基酚(FeCl3)。

4）弱碱性 利多卡因和布比卡因的脂烃胺侧链有叔胺氮原子，显碱性，可以成盐，与生物碱沉淀剂发生沉淀反应。其中与三硝基苯酚试液反应生成的沉淀具有一定的熔点。

5）与重金属离子发生沉淀反应 盐酸利多卡因和盐酸布比卡因酰氨基上的氮可在水溶液中与铜离子或钴离子络合，生成有色的配位化合物沉淀。此沉淀可溶于氯仿等有机溶剂后呈色。

此外，本类药物的紫外吸收和红外吸收光谱特征均可供分析用。

二、鉴别试验

(一)重氮化－偶合反应

分子结构中具有芳伯氨基或潜在芳伯氨基的药物，均可发生重氮化反应，生成的重氮盐可与碱性β－萘酚偶合生成有色的偶氮染料。

苯佐卡因、盐酸普鲁卡因和盐酸普鲁卡因胺(盐酸溶液中)+ 亚硝酸钠进行重氮化反应；

对乙酰氨基酚和醋氨苯砜(盐酸或硫酸)加热水解 + 亚硝酸钠进行重氮化反应。

如盐酸普鲁卡因的鉴别反应如下：

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

又如对乙酰氨基酚的鉴别方法 取本品约0.1g，加稀盐酸5ml，置水浴中加热40分钟，放冷；取0.5ml，滴加亚硝酸钠试液5 滴, 摇匀, 用水3ml稀释后，加碱性β－萘酚试液2ml，振摇，即显红色。

盐酸丁卡因结构中的芳香仲胺在酸性溶液中与亚硝酸钠反应，生成乳白色的 N－亚硝基化合物沉淀（可与具有芳伯氨基的同类药物区别）。

(二)与三氯化铁反应---对乙酰氨基酚（+FeCl3试液→蓝紫色）。(三)与重金属离子反应

1.与Cu2+和Co2+反应 盐酸利多卡因，在碳酸钠试液中，与硫酸铜反应生成蓝紫色配位化合物，溶于氯仿则显黄色。（盐酸普鲁卡因、盐酸丁卡因和苯佐卡因等无此反应）。

盐酸利多卡因，在酸性溶液中与氯化钴试液反应，生成亮绿色细小钴盐沉淀。

2.与Hg2+反应 盐酸利多卡因 + 硝酸汞试液煮沸→显黄色；对氨基苯甲酸酯类药物显红色或橙黄色，可与之区别。

3.羟肟酸铁盐反应 盐酸普鲁卡因胺分子中具有芳酰胺结构，加入浓过氧化氢溶液，缓缓加热至沸后，先被氧化成羟肟酸，再与三氯化铁作用形成配位化合物羟肟酸铁，其溶液显紫红色，随即变为暗棕色至棕黑色。中国药典95年版采用本法鉴别盐酸普鲁卡因胺。

(四)水解产物反应

本类药物分子中有些具有酯的结构，在碱性条件下水解，利用其水解产物与试剂的反应进行鉴别。中国药典95年版采用此法鉴别盐酸普鲁卡因、苯佐卡因。

1.盐酸普鲁卡因的鉴别方法 取本品约0.1g，加水2ml溶解后，加10％氢氧化钠溶液1ml，即生成白色沉淀，加热变为油状物（普鲁卡因）；继续加热，产生的蒸汽（二乙氨基乙醇）能使湿润的红色石蕊试纸变为蓝色；热至油状物消 新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

失后（生成可溶于水的对氨基苯甲酸钠），放冷，加酸酸化，即析出白色沉淀。此沉淀能溶于过量的盐酸。

2.苯佐卡因的鉴别方法 取本品约0.1g，加氢氧化钠试液5ml，煮沸，即有乙醇生成，加碘试液，加热，即生成黄色沉淀，并发生碘仿的臭气。

(五)制备衍生物测熔点(六)紫外特征吸收光谱

(七)红外吸收光谱

红外吸收光谱具有特征性强，专属性好的特点。因此，国内外药典均把红外吸收光谱作为一种鉴别方法，而且采用该法鉴别的药品不断增加。如中国药典（1995年版）用红外吸收光谱法鉴别的药品，由1990年版的207种增加到316种。该法特别适用于化学结构比较复杂、化学结构相互之间差别较小的药物的鉴别与区别。因为这些药物采用其他理化方法难以进行区别，而用红外吸收光谱法就比较容易区别。以盐酸普鲁卡因与盐酸普鲁卡因胺的红外图谱为例说明。

四、杂质检查

(一)对乙酰氨基酚的杂质检查

合成工艺：A、对硝基氯苯→水解→对硝基酚→还原→对氨基酚→乙酰化，制得；B、酚→亚硝化、还原→对氨基酚，乙酰化。在生产过程中除可能引入一般杂质外，还可能引入特殊的杂质。

1.乙醇溶液的澄清度与颜色 生产工艺中使用铁粉作为还原剂，可能带入成品中，致使乙醇溶液产生浑浊。中间体对氨基酚的有色氧化产物，在乙醇中显橙红色或棕色。

检查方法 取本品1.0g，加乙醇10ml溶解后，溶液应澄清，无色；如显浑浊，与1号浊度标准液比较，不得更浓；如显色，与棕红色2号或橙红色2号标准液比较,不得更深。

2.有关物质 由于本品的生产工艺路线较多，不同生产工艺路线所带入的杂质也有所不同，这些杂质主要包括中间体、副产物及分解产物。例如：对氨基酚、对氯乙酰苯胺、O-乙酰基对乙酰氨基酚、偶氮苯、氧化偶氮苯、苯醌和醌亚胺等。以对硝基氯苯为原料，可能引入对氯乙酰苯胺，药典采用薄层色谱法对此项杂质进行限度检查。

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

检查方法 取本品的细粉1.0g，置具塞离心管或试管中，加乙醚5ml，立即密塞，振摇30分钟，离心或放置澄清，取上清液作为供试品溶液；另取每 1ml中含对氯乙酰苯胺1.0mg的乙醇溶液适量，用乙醚稀释成每1ml中含50μg的溶液作为对照液。吸取供试品溶液200μl与对照溶液40μl，分别点于同一硅胶GF254 薄板上。以氯仿－丙酮－甲苯（13:5:2）为展开剂，展开后，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视，供试品溶液如显杂质斑点，与对照溶液的主斑点比较，不得更大，更深。

3.对氨基酚 本品在合成过程中，由于乙酰化不完全或贮藏不当发生水解，均可引入对氨基酚，使本品产生色泽并对人体有毒性，应严格控制其限量。利用对氨基酚在碱性条件下可与亚硝基铁氰化钠生成蓝色配位化合物，而对乙酰氨基酚无此反应的特点，与对照品比较，进行限量检查。

检查方法 取本品1.0g，加甲醇溶液（1→2）20ml溶解后，加碱性亚硝基铁氰化钠试液1ml，摇匀，放置30min；如显色，与对乙酰氨基酚对照品1.0g加对氨基酚50μg用同一方法制成的对照液（临用配制）比较，不得更深(0.005％)。

(二)盐酸普鲁卡因注射液中对氨基苯甲酸的检查

普鲁卡因分子结构中有酯键，易发生水解反应。其注射液制备过程中受灭菌温度、时间、溶液pH值、贮藏时间以及光线和金属离子等因素的影响，可发生水解反应生成对氨基苯甲酸和2-二乙氨基醇。其中对氨基苯甲酸随贮藏时间的延长或高温加热，可进一步脱羧转化为苯胺，而苯胺又可被氧化为有色物，使注射液变黄，疗效下降，毒性增加。故中国药典90年版规定，本品注射液应检查水解产物对氨基苯甲酸，其限度不得超过1.2％。

检查方法 精密量取本品，加乙醇稀释使成为每1ml中含盐酸普鲁卡因2.5mg的溶液，作为供试品溶液。取对氨基苯甲酸对照品,加乙醇制成每1ml中含30μg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液各10μl，分别点于含有羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶H薄层板上，用苯－冰醋酸－丙酮－甲醇（14:1:1:4）为展开剂，展开后，取出晾干，用对二甲氨基苯甲醛溶液（2％对二甲氨基苯甲醛乙 6 新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

醇溶液100ml，加入冰醋酸5ml制成）喷雾显色。供试品溶液如显与对照品溶液相应的杂质斑点，其颜色与对照品溶液主斑点比较，不得更深。

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

五、含量测定(一)亚硝酸钠滴定法

本类药物分子结构中具有芳伯氨基或水解后具有芳伯氨基，在酸性溶液中可与亚硝酸钠反应，可用亚硝酸钠滴定法测定含量。由于本法适用范围广，常被国内外药典所采用。

中国药典（2024年版）收载用本法测定含量的有：苯佐卡因、盐酸普鲁卡因及其片剂，盐酸普鲁卡因胺及其片剂与注射液，醋酸氨苯砜及其注射液。

1.原理 芳伯氨基药物在酸性溶液中与亚硝酸钠定量反应，生成重氮盐，用永停法或外指示剂法指示反应终点。

2.测定的主要条件 重氮化反应的速度受多种因素的影响，亚硝酸钠滴定液及反应生成的重氮盐也不够稳定，因此在测定中应注意以下主要条件：

1)加入适量溴化钾加快反应速度：在盐酸存在下，重氮化反应的历程为：

慢 快 快

整个反应的速度取决于第一步，而第一步反应的快慢与含芳伯氨基化合物中芳伯氨基的游离程度有密切关系。如芳伯氨基的碱性较弱，则在一定强度酸性溶液中成盐的比例较小，即游离芳伯氨基多，重氮化反应速度就快；反之，则游离芳伯氨基较少，重氮化反应速度就慢。所以，在测定中一般向供试溶液中加入适量溴化钾（中国药典规定加入2g），使重氮化反应速度加快。

溴化钾与盐酸作用产生溴化氢，后者与亚硝酸作用生成NOBr： HNO2 ＋ HBr → NOBr ＋H2O(1)若供试溶液中仅有HCl，则生成NOCl：

HNO2 ＋ HCl → NOCl ＋H2O(2)由于(1)式的平衡常数比(2)式的约大300倍，即生成的NOBr量大得多，也就是在供试液中NO+的浓度大得多，从而加速了重氮化反应。新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

2)加过量盐酸加速反应：因胺类药物的盐酸盐较其硫酸盐的溶解度大，反应速度也较快，所以多采用盐酸。盐酸的用量按其反应，1mol的芳胺需与2mol的盐酸作用，但实际测定时往往加入过量的盐酸，有利于：①重氮化反应速度加快；②重氮盐在酸性溶液中稳定；③防止生成偶氮氨基化合物，而影响测定结果。

酸度加大，反应向左进行，故可以防止偶氮氨基化合物的生成。若酸度过大，又可阻碍芳伯氨基的游离，反而影响重氮化反应速度。在太浓的盐酸中还可使亚硝酸分解。所以，加入盐酸的量一般按芳胺类药物与酸的摩尔比约为1:2.5～6。

3)室温（10～30℃）条件下滴定：通常温度高，重氮化反应速度快；但温度太高，可使亚硝酸逸失，并可使重氮盐分解：

一般温度每升高10℃，重氮化反应速度加快2.5倍，但重氮盐分解的速度亦相应地加速2倍；所以滴定一般在低温下进行。由于低温时反应太慢，经试验，可在室温下进行。

4)滴定管尖端插入液面下滴定：重氮化反应为分子反应，反应速度较慢，帮滴定不宜过快。为了避免滴定过程中亚硝酸挥发和分解，滴定时将滴定管尖端插入液面下约2/3处，一次将大部分亚硝酸钠滴定液在搅拌条件下迅速加入，使其尽快反应。然后将滴定管尖端提出液面，用少量水淋洗尖端，再缓缓滴定。尤其是在近终点时，因尚未反应的芳伯氨基药物的浓度极稀，须在最后一滴加入后，搅拌1～5分钟，再确定终点是否真正到达。这样可以缩短滴定时间，也不影响结果。

3.指示终点的方法 有电位法、永停滴定法、外指示剂法和内指示剂法等。药品标准中多采用永停滴定法或外指示剂法指示终点。

1)永停滴定法： 中国药典规定用永停法指示亚硝酸钠滴定法的终点。电极应为铂－铂电极系统。用亚硝酸钠液滴定，终点前，溶液中无亚硝酸，线路无电流通过，电流计指针指零。终点时溶液中有微量亚硝酸存在，电极即起氧化还原反应，线路中遂有电流通过，此时电流计指针突然偏转，并不再回复，即为滴定终点。

2)外指示剂法：

(二)非水溶液滴定法 新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

(三)分光光度法

对乙酰氨基酚在0.4％氢氧化钠溶液中，于257nm波长处有最大吸收，其紫外吸收光谱特征，可用于其原料及其制剂的含量测定。该法较亚硝酸钠滴定法灵敏度高，操作简便，因此被国内外药典所收载。如USP（24）采用甲醇－水混合溶剂，于244nm波长处测定吸收度，与对照品溶液进行对照测定其含量；而中国药典（2024年版）则采用百分吸收系数（剂、注射液、栓剂及胶囊剂的含量。1.对乙酰氨基酚的测定

2.片剂溶出度测定

3.分光光度法测定人唾液中对乙酰基酚的含量(四)比色法

(五)盐酸普鲁卡因胺的快速荧光测定---参阅教材P128

(六)高效液相色谱法

用高效液相色谱法，以苯甲酸为内标，可以同时测定盐酸普鲁卡因注射液中的普鲁卡因及其降解产物对氨基苯甲酸(PABA)，不需分离提取，方法准确简便。

练习题

98：133．盐酸普鲁卡因胺常用的鉴别反应有（AB）A.重氮化—偶合反应 B.羟肟酸铁盐反应 C.氧化反应 D.磺化反应 E.碘化反应

97：137．采用亚硝酸钠法测定含量的药物有（CD）A.苯巴比妥 B.盐酸丁卡因 C．苯佐卡因 D.醋氨苯砜

E.盐酸去氧肾上腺素

95：85．下列药物中不能用亚硝酸钠滴定法测定含量者（A））法，测定对乙酰氨基酚原料、片新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

A.乙酰水杨酸 B.对氨基水杨酸钠 C.对乙酰氨基酚 D.普鲁卡因 E.苯佐卡因

96：81（99：72）.亚硝酸钠滴定法中，加KBr的作用是（B）A.添加Br-B.生成NO+·Br-C．生成HBr D.生成Br2 E.抑制反应进行

95：75．中国药典（1990年版）所收载的亚硝酸钠滴定法中指示终点的方法为（B）

A.电位法 B.永停法

C.外指示剂法 D.内指示剂法 E.自身指示剂法

96：127．亚硝酸钠滴定法中，可用于指示终点的方法有（BCDE）A.自身指示剂法 B.内指示剂法 C.永停法 D.外指示剂法 E.电位法

例1.ChP（2024）亚硝酸钠滴定法测定对氨基水杨酸钠的含量时，指示滴定终点的方法为（C）A.自身指示终点法 B.电位法指示终点 C.永停滴定法

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

D.氧化还原指示剂法 E.酸碱指示剂法

例2.以下那种药物中应检查对氨基苯甲酸（E）A.盐酸普鲁卡因 B.盐酸普鲁卡因胺 C.注射用盐酸普鲁卡因 D.盐酸普鲁卡因胺片 E.盐酸普鲁卡因注射液

例3.盐酸普鲁卡因采用亚硝酸钠滴定法测定含量时的反应条件是（ABCDE）A.强酸

B.加入适量溴化钾 C.室温（10～30℃）下滴定 D.滴定管尖端深入液面 E.永停法指示终点

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

第二节 苯乙胺类药物的分析

一、结构与性质

(一)基本结构与典型药物

本类药物为拟肾上腺素类药物，共性为具有苯乙胺的基本结构。其中肾上腺素、盐酸异丙肾上腺素和盐酸多巴胺分子结构中苯环的3,4位上都有2个邻位酚羟基，与儿茶酚类似，都属于儿茶酚胺类药物。药典中收载本类原料药物近20种，在鉴别、检查和含量测定等方面具有代表性的药物供分析用。本类药物的基本结构为：

(二)主要化学性质

1.弱碱性 本类药物分子结构中具有烃氨基侧链，其氮为仲胺氮，故显弱碱性。其游离碱难溶于水，易溶于有机溶剂，其盐可溶于水。

2.酚羟基特性 本类药物分子结构中具有邻苯二酚（或苯酚）结构，可与重金属离子络合呈色，露置空气中或遇光、热易氧化，色渐变深，在碱性溶液中更易变色。

3.光学活性 多数药物分子结构中具有手性碳原子，具有旋光性，可供分析用。

此外，药物分子结构中苯环上的其它取代基，如盐酸克仑特罗的芳伯氨基，也各具特性均可供分析用。还可利用其紫外吸收与红外吸收光谱进行定性或定量分析。

二、鉴别试验

(一)与三氯化铁反应---酚羟基

肾上腺素和盐酸去氧肾上腺素等药物的分子结构中具有酚羟基，与Fe3+ 离子络合显色，加入碱性溶液，随即被高铁离子氧化而显紫色或紫红色。

(二)与甲醛－硫酸反应

肾上腺素和盐酸去氧肾上腺素等药物可与甲醛在硫酸中反应，形成具有醌式结构的有色化合物。

(三)氧化反应---酚羟基

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

本类药物分子结构中多数具有酚羟基，易被碘、过氧化氢、铁氰化钾等氧化剂氧化而呈现不同的颜色。如肾上腺素在中性或酸性条件下，被碘或过氧化氢氧化后，生成肾上腺素红，放置可变为棕色多聚体；盐酸异丙肾上腺素在偏酸性条件下被碘迅速氧化，生成异丙肾上腺素红，加硫代硫酸钠使碘的棕色消退，溶液显淡红色。

重酒石酸去甲肾上腺素在上述条件下比较稳定，几乎不被碘氧化。为了与肾上腺素和盐酸异丙肾上腺素相区别，中国药典规定本品加酒石酸氢钾饱和溶液（pH 3.56）溶解，加碘试液放置5分钟后，加硫代硫酸钠试液，溶液为无色或仅显微红色或淡紫色。在此条件下肾上腺素和盐酸异丙肾上腺素可被氧化产生明显的红棕色或紫色。在pH 6.5的缓冲液中，这三种药物均可被碘氧化产生红色。故在pH 6.5条件下加碘试液，无法区别这三种药物。

（四）紫外特征吸收与红外吸收光谱

(五)与亚硝基铁氰化钠反应（Rimini试验）---脂肪伯氨基

三、杂质检查(一)酮体检查(二)有关物质检查

(三)盐酸苯乙双胍中有关双胍的检查

四、含量测定

本类药物的原料多采用非水溶液滴定法和溴量法测定含量，其制剂的测定方法较多，有提取容量法、阴离子表面活性剂滴定法、比色法、紫外分光光度法和高效液相色谱法等。

(一)非水溶液滴定法

在列举的13种典型药物中，有10种药物的原料药均采用非水溶液滴定法测定含量。常用的测定条件为：冰醋酸为溶剂，加入醋酸汞试液以消除氢卤酸的干扰，并用结晶紫指示液指示终点。仅盐酸甲氧明测定中以萘酚苯甲醇指示终点；盐酸苯乙双胍和盐酸克仑特罗的测定采用电位滴定法。如碱性较弱，终点不明显可加入醋酐，提高其碱性，使终点突跃明显。

1.重酒石酸去甲肾上腺素的测定 取本品0.2g，精密称定，加冰醋酸10ml，振摇溶解后(必要时微温)，加结晶紫指示剂1滴，用高氯酸滴定液（0.1mol/L）14 新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

滴定，至溶液显蓝绿色，并将滴定结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于31.93mg的C8H11NO3.C4H4O6。

由于重酒石酸在冰醋酸溶液中酸性较弱，不干扰高氯酸的滴定和结晶紫指示剂终点颜色的变化。故可以高氯酸直接滴定。

2.盐酸克仑特罗的测定 取本品约0.25g，精密称定，加冰醋酸20ml，微热使溶解，放冷，加醋酸汞试液5ml，照电位滴定法，用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于31.37mg的C12H18Cl2N2O·HCl。

\*醋酸汞的作用--消除氢卤酸的干扰。

\*为何用电位法指示终点？---由于盐酸克仑特罗的游离碱碱性较弱，终点突跃不明显。

3.硫酸沙丁胺醇的测定 取本品约0.4g，精密称定，加冰醋酸10ml，微热使溶解，放冷，加醋酐15ml和结晶紫指示液1滴用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于57.67mg的（C13H21NO3)2 H2SO4。

有机碱的硫酸盐，因硫酸在滴定液中酸性很强，只能滴定至HSO4-。\*为何在放冷的条件下加醋酐？

---防止氨基被乙酰化，乙酰化物碱性很弱，如为伯氨基的乙酰化物，以结晶紫为指示剂时不能被滴定，用电位滴定法尚可测定，但突跃很小，这样就会使滴定结果偏低。仲氨基的乙酰化物，以指示剂法和电位滴定法都不能被滴定。但在低温时可防止乙酰化，所以加冰醋酸溶解样品后，应在放冷的条件下再加醋酐。

(二)溴量法(三)比色法

利用药物分子结构中的酚羟基可与亚铁离子络合显色，测定盐酸异丙肾上腺素注射液和盐酸多巴胺注射液的含量。也可利用分子结构中的芳伯氨基进行重氮化－偶合反应显色，测定盐酸克仑特罗栓剂的含量。所以比色法也是本类药物制剂常用的含量测定方法，具有灵敏和简便的优点。以盐酸克仑特罗栓的含量测定为例。

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

1.测定原理 加氯仿使栓剂基质溶解后，用盐酸液（9→100）提取盐酸克仑特罗，加亚硝酸钠试液后，则分子中的芳伯氨基重氮化，在酸性溶液中，与N-(1-萘基)-乙二胺偶合显色，在500nm波长处进行比色测定。

2.测定方法 对照品溶液的制备 供试品溶液的制备 测定方法

(四)提取酸碱滴定法

(五)肾上腺素的荧光分光光度法(六)高效液相色谱法

利用液相色谱的高效分离、高灵敏度和高选择性的测定方法，不但对本类药物制剂进行常规分析，而且还广泛用于本类药物的临床药浓监控和体内药物动力学研究。

练习题

例1.能和重酒石酸去甲肾上腺素发生颜色反应的试液为（D）A.浓硫酸 B.甲醛试液 C.氨试液

D.甲醛—硫酸试液 E.茚三酮试液

例2.盐酸异丙肾上腺素的检查项目是（E）A.有关物质 B.二苯酮 C.盐酸 D.醛 E.酮体

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

第三节

芳氧丙醇胺类药物

一、结构与性质

(一)典型药物的结构

OOHNHOCH2OCH3NHOOHNHCH3CH3CH3CH3.HCl氧烯洛尔 盐酸卡替洛尔

主要理化性质新近发展很快的一类用于心脑血管病的药物。

氧烯洛尔：本品为白色结晶性粉末，味苦，在乙醇或丙酮中易溶，在乙醚或氯仿中略溶，在水中微溶。

盐酸卡替洛尔：本品为白色结晶性粉末，在水中溶解，在甲醇中略溶，在乙醇中极微溶解，在乙醚中几乎不溶，在冰醋酸中极微溶解。

二、鉴别试验 化学鉴别反应 紫外吸收峰特征：

盐酸卡替洛尔水溶液（8ug/ml）,在215与252nm波长处有最大吸收。氧烯洛尔乙醇溶液（40ug/ml），在275nm波长处有最大吸收。

三、盐酸卡替洛尔中有关物质检查 TLC（高低浓度对比法）限量1%（稀释100倍）

四、含量测定 非水滴定 分光光度法

体内药物分析(HPLC)

芳胺及芳烃胺类药物的分析小结

1、本类药物的结构和性质

2、芳胺类药物的鉴别试验方法和含量测定的亚硝酸钠滴定法，新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

芳胺类药物的特殊杂质检查和含量测定的非水溶液滴定法和分光光度法。（1）鉴别试验：各鉴别试验所用试剂及产生的现象；（2）亚硝酸钠滴定法。原理、主要测定条件及注意事项；（3）对氨基酚的检查；（4）对氨基苯甲酸的检查；

3、苯乙胺类药物的鉴别、检查和含量测定方法。[练习题及答案]

一、练习题 [A型题] 1．盐酸普鲁卡因注射液中检查的特殊杂质是

A.水杨醛 B.间氨基酚

C.水杨酸

D.对氨基苯甲酸 E.氨基酚 2．对乙酰氨基酚中检查的特殊杂质是

A.水杨醛 B.间氨基酚

C.对氨基酚

D.苯甲酸 E.苯酚 3．肾上腺素和盐酸去氧肾上腺素中检查的特殊杂质是

A.水杨醛 B.间氨基酚

C.对氨基酚

D.酮体 E.苯甲酸 [B型题] A.硫酸铜反应

B.氧化反应

C.还原反应

D.水解后重氮化-偶合反应

E.重氮化-偶合反应 1.盐酸利多卡因 2.肾上腺素 3.盐酸普鲁卡因 4．对乙酰氨基酚

A.溴量法 B.紫外分光光度法 C.亚硝酸钠滴定法 D.RP-HPLC法

E.非水滴定法 5.盐酸去氧肾上腺素 6.肾上腺素注射液 7.盐酸普鲁卡因 8．对乙酰氨基酚 [X型题]

新疆医科大学教案续页

第七章 芳香胺类药物的分析

1.直接能与FeCl3产生颜色反应的药物有

A.盐酸普鲁卡因

B.盐酸去氧肾上腺素

C.对乙酰氨基酚

D.盐酸利多卡因

E.盐酸丁卡因 2.直接和水解后能发生重氮化-偶合反应的药物有

A.盐酸丁卡因

B.盐酸普鲁卡因

C.对乙酰氨基酚

D.对氨基酚

E.盐酸肾上腺素

二、答案精讲 [A型题]

1．D 因为盐酸普鲁卡因注射液在灭菌过程中, 易水解生成对氨基苯甲酸, 是盐酸普鲁卡因注射液中要检查的特殊杂质, 故只能选D。2．C 3．D 因为肾上腺素和盐酸去氧肾上腺素中都检查酮体，酮体是其特殊杂质。故只能选D。[B型题] 1.A 2.B 3.E 4.D 5.A 6.D 7.C 8.B [X型题] 1.B C 因为直接能与FeCl3产生颜色反应的药物，要求分子结构中含有酚羟基，只有盐酸去氧肾上腺素和对乙酰氨基酚具有此结构。故只能选B，C。

2.B C D 因为直接和水解后能发生重氮化-偶合反应的药物，要求分子结构中含芳伯氨基或潜在芳伯氨基，只有盐酸普鲁卡因、对乙酰氨基酚和对氨基酚含有此结构。故只能选B，C，D。

**第三篇：药物分析**

药物分析 绪 论

[重点、难点、要点、基本概念]

一、国家药品质量标准

国务院药品监督管理部门颁布的《中华人民共和药典》和药品质量标准为国家药品质量标准。

Pharmacopoiea，缩写为BP），现行版本为BP（2024）。日本药局方，现行版为第十四改正版。缩写为JP（14）。欧

洲

药

典

(European

Pharmacopoiea，缩写为Ph.Eur), 现行版为第四版。国际药典(The International 试者的权益并保障其安全而制订的。主要包括方案设计、组织、实施、监查、稽查、记录、分析总结和报告。

5．分析质量的控制（Analytical Quality Control，AQC）主要用于检验分析结果的质量。

1．药品质量标准 药品质量标准是药品现代生产和管理的重要组成部分，是药品生产、经营、使用和行政、技术监督管理各部门共遵循的法定技术依据，也是药品生产和临床用药水平的重要标志。

2．中国药典 药典是国家监督管理药品质量的法定技术标准，药典受载的品种均有疗效确切、生产成熟、产品稳定的特点。《中国药典》是《中华人民共和国药典》简称，最新版药典可表示为中国药典（2024年版）；英文为：Pharmacopoeia（缩写为Ch.P）。建国后出版了七部药典（1953、1963、1977、1985、1990、1995和2024年版）。3．主要国外药典 目前世界上有数十个国家编订了国家药典，另外有区域性的北欧洲药典、欧洲药典和亚洲药典及WHO编订的国际药典。在药物分析中可供参考的国外药典有：

美国药典（The United States Pharmacopoiea，缩写为USP）2024年为25版。

美国国家处方集（The National Formulary，缩写为NF）2024年为20版。

USP(24)与NF(19)合并为一册出版, 缩写为USP(24)-NF(19), 共有三卷。

USP(25)-NF(20)为首版亚洲专版。英国药典（British

Pharmacopoiea，缩写为Ph.Int), 现行版为第三版。

二、药品质量管理规范

我国对药品质量标准控制的全过程起指导作用的法定性文件有：

1．药品非临床研究质量管理规定（Good Laboratory Practice, GLP）GLP是为料提高药品非临床研究的质量, 确保试验资料的真实性、完整性和可靠性，保证人民用药安全而制订的，主要适用于为申请药品注册而进行的非临床研究。

2．药品生产质量管理规范（Good Manufacture Practice，GMP）是用于药品制剂生产的全过程、原料生产中影响成品质量的关键工序，是药品生产和质量管理的基本准则。主要包括无聊、中间产品和成品的内控标准和检验操作规程，制订取样和留样制度等。

3．药品经营质量管理规范（Good Supply Practice，GSP）是为保证经销药品的质量，保护用户、消费者的合法权益和人民用药的安全而制订的。主要包括药品进、存、销环节确保质量所必备的硬件设施，人员资格及职责，质量管理程序和制度及文件管理系统。

4．药品临床试验管理规范（Good Clinical Practice，GCP）是为了保证药品临床过程规范，结果科学可靠，保护受

第一章 药典概况与药品检验工作

[重点、难点、要点、基本概念]

一、中国药典的基本内容

中国要点的基本内容可分为凡例、正文、附录和索引四部分。1.凡例 是解释和使用《中国药典》的基本原则，并把与正文品种、附录及质量鉴定有关的共性问题加以规定，避免在全书中重复说明。凡例是药典的一个重要组成部分，分类项目有：（1）名称与编排：药典收载的中文药品名称均为法定名称；英文名称出另有规定外，均采用国际非专利药品（International Nonproprietary Names

for

Pharmaceutical Substances，INN）。

有机药物化学名称应根据中国化学会编撰的《有机化学命名原则》命名，母体体的选择英语美国《化学文摘》（Chmical Abstract，CA）系统一致；药品的化学结构式采用WHO推荐的“药品化学结构式书写指南”书写。

（2）检验方法和限度：药典收载的原料和制剂，均应按规定的方法进行检验；如采用其他方法，试验结果必须与药典规定的方法一致。

各品种纯度和限度数值，均包括上限和下限及其中间数值；如片剂的含量限度为95%~105%，不但包括95%和105%，还包括95%到105%之间的数值；再如原料要规定不得低于99%时，虽然未规定上限，但其上限不超过101%。

试验结果在计算过程中，可比规定的有效数值多保留一位，然后根据有效数字修约规则进舍至规定的有效位。

（3）标准品、对照品：是指用于鉴别、检查、含量测定的标准物质，均由国务院药品监督管理部门指定的单位制备、标定和供应。标准品系指用于生物测定、抗生素或生化药品中含量或效价测定的标准物质，一国际标准品进行标定；对照品出另有规定外，按干燥进行计算后使用。标准品和对照品均附有使用说明书，质量要求，有效期和装量等

（4）计量：滴定液浓度, 如盐酸滴定液(0.1mol/L)；试液浓度，如0.1mol/L 盐酸溶液。温度，如水浴温度至98~100℃；室温指10~30℃。百分比用%符号表示，如%（g/g）、%（ml/ml）、%（ml/g）、%（g/ml）。液体的滴数是指，在20℃时，1.0ml水为20滴。溶液后标记（1→10），指固体溶质1.0g或液体溶质1.0ml加溶剂使成10ml的溶液。

（5）精密度：称量或量取的量，均以阿拉伯数字表示，其精密度可根据有效数字位数来确定，如称0.1g，系指0.06~0.14g, 称2g，系指1.5~2.5g, 称2.0g，系指1.95~2.05g。

称定和精密称定，称定系指准确到所称重量的百分之一，精密称定系指准确到所称重量的千分之一。

量取和精密量取，量取系指可用量筒，取用量不得超过规定量的±10%；精密量取系指量取体积的精密度应符合国家标准对移液管的精密度要求。

(二)正文

正文部分为药品或制剂的具体质量标准，正文品种按中文药品名称的笔画顺序排列。药品质量标准的基本内容包括：性状、鉴别、检查、含量测定、类别、贮藏、制剂等。

（三）附录

1．附录组成：制剂通则、生物制品通则、一般鉴别反应、分光光度法、色谱法、理化常数、有关滴法和测定方法、一般杂志检查、制剂检查、抗生素微生物测定法、升压物质检查法、放射性药品检查法、生物鉴定统计法、试药余滴定液、制药用水、灭菌法和原子量表。

2．附录内容举例 附录有十九类，每类含有一项或多项内容： 附录Ⅰ 制剂通则，含有ⅠA~ⅠV共21 项。

附录Ⅱ 生物制品通则、附录Ⅲ 一般鉴别试验都只含一项。附录Ⅳ 分光光度法，含有A，B，C，D，E，F。

（四）索引

索引中文和英文，中文按汉语拼音排序；英文按字母排序。

（五）2024年版中国药典进展 1．药典凡例和正文部分的增修订

凡例中对标准中运算结果和限度进一步作出了明确规定；正文部分收载品种有较大幅度增加，共计2691中，其中新增加399种。

2．药典附录的增修订

一部为90个，其中新增10个，修订31个，删除2个；二部为124个，其中新增27个，修订32个，删除2个。

3．系列标准及配套丛书 《中国药典》英文版；《中国药典2024年版电子版》；《中国药品通用名》；《药品红外光谱集》；《临床用药须知》；《药典增补本》等丛书。

二、主要国外药典简介

（一）美国药典

凡例（General Notices and Requirements）

分为19项，依次为书名、法定名称及法定品种、原子量和化学式、缩略语、有效数字与允许偏差、附录、药典论坛、增补本、试剂标准、参照试剂、USP参比标准品、效价单位、试剂成分及工艺、检查和含量、处方和配方、保存、包装、贮藏和标签、植物和动物药、重量和度量以及浓度。

2．正文

USP（24）-NF（19）收载药物品种为世界第一位，收载3777个品种。

原料药标准组成为：英文名，结构式，分子式，分子量，化学名与CA登记号，含量限度，包装和贮藏，USP参考标准，鉴别，物理常数，检查，含量测定。制剂标准组成为：英文名，含量限度，包装和贮藏，USP参考标准，鉴别，物理常数，检查，含量测定。

3．附录

USP（24）附录分为： 检查和含量测定的一般要求，所用仪器

微生物试验和含量测定

一般检查和检定

生物试验和含量测定

化学试验和含量测定

物理试验和测定

一般信息

空气溶胶，乙醇测定法，密度，色谱法，颜色和消色，溶液澄清度，总有机碳量，水的电导率，凝固温度，物理试验和测定种类

容器等。

电泳法，质谱法，核磁共振法，分光光度法和光散射，X-射线衍射法。

原子发射化学合成装置，生物指示剂，颜色-仪器测定法, 法定品种的杂质，一般信息

剂型在体外和体内的等效性, 体内生物等效性指导

相-溶解度分析,片剂脆碎度方法的认证，制药用水

（二）英国药典

第一卷为原料药

BP(2024)第二卷为药物制剂、血液制品、免疫制品、放射药物制剂和糖类药物。

红外光图、增补内容和索引

凡例 第一部分内容说明欧洲药典品种；

第二部内容为了适用BP正文和附录的，共有31 条，如法定标 准，标准的表示，温度，砝码和测定，恒重，浓度表示，水浴，试剂，指示剂，溶解度，鉴别，检查和检定。

第三部分为Ph Eur的凡例，如检查和检定项下内容更细化了，包括范围，计算，限量，杂质限

量的表示，植物药和当量；列出 缩写、符号和国际体系的单位。2．正文 BP(2024)收载品种2663个,其中1361个来源于第三版欧洲药典，原料药标准：英文名，结构式，分子式和分子量，CA登记号，化学名称，作用与用途，含量限度，性状，鉴别，检查，含量测 定，贮藏，最后列出杂质的结构式和名称。

制剂标准：英文名，含量限度，性状，鉴别，检查，含量测定，贮藏，制剂类别。

3．附录 共分24类，如第2类为光谱法：紫外和可见分光光谱法；红外

和近红外光谱；荧光分光光度法；X-射线荧光光谱法和质谱法。

第3类为色谱法：TLC法；PC法；GC法；HPLC法；排阻色谱

法和电泳法。

（三）日本药局方 JP（14）分为两步： 第一部包括通则、制剂总则、一般试验法和各医药品。第二部包括通则、生药总则、制剂总则、一般试验法和各医药品，原子量表、附录和索引。原料药标准：日文名、英文名、结构式、分子式和分子量、性状、鉴别、检查，含量测定和贮法，少数品种列出有效期。制剂标准：日文名、英文名、含量限度、制法、性状，鉴别，检查，含量 测定和贮法。

第一部和第二部均有红外光谱附图，还有配套丛书《解说书》。

三、药品检验工作的机构和基本程序

1．药品检验工作的机构

国家级《中国药品生物制品检定所》简称《中检所》。

地方级 省市、地区、县的药品检验所。药品检验的基本程序

分为取样、鉴别、检查、含量测定、写出报告。[练习题与答案]

一、练习题 [A型题]

1．我国药典名称的正确写法应该是

A．中国药典 B．中国药品标准（2024年版）C．中华人民共和国药典

D．中华人民共和国药典（2024年版）

E．药典 2．我国药典的英文缩写

A．BP B．CP

C．JP

D．ChP

E．NF 3．英国国家处方集的缩写是

A．USP B．PDG C．BNF D．CA

E．USN 4．药品的鉴别是证明 A．未知药物的真伪

B．已知药物的真伪

C．已知药物的疗效

D．药物的纯度

E．药物的稳定性

5．测定土霉素的效价时，需要

A．化学试剂（CP）B．分析试剂（AR）C．对照品

D．标准物质

E．标准品 6．中国药典（2024年版）规定称取2.0g药物时，系指称取

A．2.0g B．2.1g C．1.9g D．1.95g～2.05g

E．1.9g～2.1g

7．中国药典（2024年版）规定称取0.1g药物时，系指称取

A．0.15g B．0.095g C．0.11g D．0.095g～0.15g

E．0.06g～0.14g [B型题] 1～4 A．ChP B．USP C．JP D．BP E．NF 1．美国药典 2．英国药典 3．日本药局方 4．美国国家处方集 5～8 A．附录

B．正文

C．凡例

D．通则

E．一般信息 5．药品的质量标准应处在药典的

6．对溶解度的解释应处在药典的

7．通用检测方法应处在药典的 8．制剂通则 [X型题] 1．检验报告应有以下内容

A．供试品名称

B．外观性状

C．检验结果、结论

D．送检人盖章

E．报告的日期

2．中国药典的内容应包括

A．正文

B．性状

C．凡例

D．索引

E．附录

3．美国药典第25版的正文包括

A．品名、来源或化学名

B．物理常数

C．包装和贮藏

D．参比物质要求

E．化学文摘登录号

二、答案精讲 A型题

：1.D 2.D 3.C 4.B 5.E 6.D 7.E B型题

：1.B 2.D 3.C 4.E 5.B 6.C 7.A 8.A X型题

：

1.ABCE

2.ACDE

3.ABCDE

第二章 药物的鉴别试验 [重点、难点、要点、基本概念] 一、一般鉴别试验的项目与原理 药物的鉴别试验包括性状和鉴别

1．性状（definition）包括：（1）外观：指药物的聚集状态、晶形、色泽以及臭、味等性质。（2）溶解度：是药物的一种物理性质，在一程度上反映了药物的纯度。

（3）物理常数：药典中收载的有：相对密度、馏程、熔点、凝点、比旋度、折光率、黏度，酸值、皂化值、碘值、吸收稀疏。2．一般鉴别试验的原理（1）有机氟化物的鉴别原理：经氧瓶燃烧法破坏，被碱性溶液吸收为无

机氟化物，茜素氟蓝、硝酸亚铈在pH4.3

溶液中形成蓝紫色络合物。（2）水杨酸盐的鉴别原理：利用酚羟基在中性或弱酸性条件下，与三氯化

铁试液生成配位化合物，在中性时呈红色，弱 酸性时呈紫色。

（3）芳香第一胺的鉴别：利用重氮化-偶合反应的原理。（4）托烷生物碱类的鉴别：该生物碱具有莨菪碱结构，有Vitali反应，显紫色。

（5）无机金属盐：钠盐、钾盐、钙盐的颜色反映。钠的火焰光谱线有589.0nm、589.6nm，故显黄色。钾的火焰光谱线有766.49nm、769.90nm，故显紫色。钙钠的火焰光谱线有622nm、554nm、442.67nm与602nm，故显砖红色。（6）无机酸根：氯化物、硫酸

盐等。

3．专属鉴别试验的原理（speciic identfication test）：例如苯巴比妥中苯环、司可巴比妥中双键、硫喷妥钠中的硫元素，可根据各自的特性采用专属反应进行鉴别。

二、鉴别方法

药物的鉴别方法要求专属性强、重现性好、灵敏度高，操作简便、快速等。常用的的鉴别方法有：

呈色反应鉴别法：三氯化铁、茚三酮、重氮化-偶合等。

沉淀生成鉴别法：金属离子、生物碱沉淀剂等。1．化学鉴别法 荧光反应鉴别法：药物本身荧光、与试剂产生荧光。

气体生成反应鉴别法：

测定生成物的熔点：

紫外光谱鉴别法：λmax，λmin；Aλ1/Aλ2；λmax，A； 2．光谱鉴别法

红外光谱鉴别法：压膜法；糊法；膜法；溶液法。

薄层色谱鉴别法 3．色谱鉴别法

气相色谱鉴别法

高效液相色谱鉴别法

4．生物学法 利用微生物或实验动物进行鉴别的方法。5．药物鉴别方法的新动向 仪器鉴别方增加如IR和HPLC法等。

三、鉴别试验的条件 溶液的浓度 溶液的温度 溶液的酸碱度 试验时间 干扰成分的存在

四、鉴别试验的灵敏度 1．反应灵敏度和空白试验

在一定条件下，能在尽可能稀的溶液中观测出尽可能少量的供试品，反应对这一要求所能满足的程度，即称为反应的灵敏度。常用最低检出量和最低检出浓度表示。

空白试验是指在与供试品鉴别试验完全相同的条件下，除不加供试品外，其它试剂均同样加入而进行的试验。

2．提高反应灵敏度的方法（1）加入与水不互溶的有机溶剂提取浓集

（2）改变观测方法：目视观测溶液的颜色，改为可见分光光度法。

第三章 药物的杂质检查

[重点、难点、要点、基本概念]

一、杂质和杂质限量检查(一)药物的纯度

1．药物纯度的概念：药物的纯度是指药物的纯洁程度。2．药物纯度的评价：应把药物的形状、理化常数、杂质检查、含量测定等作为一个有联系的整体来评价药物的纯度。

（二）药物中杂质的来源 1．杂质的概念 药物中存在的无治疗作用，影响药物的疗效和稳定性，甚至对人体健康有害的物质，称为药物的杂质。2．杂质的来源

一是在生产过程中引入 主要有两个方面：

二是在贮藏过程中引入 3．杂质的分类 按杂质的来源分为一般杂质和特殊杂质；按性质可分为信号杂质和有害杂质。一般杂质是指在自然界中分布较广泛，在多种药物的生产和贮藏过程中容易引入的杂质，如酸、碱、水分、氯化物、硫酸盐、重金属、砷盐等。特殊杂质是指在个别药物的生产和贮藏过程中容易引入的杂质，如阿斯匹林中的游离水杨酸，肾上腺素中的肾上腺酮。药物中的杂质按其性质还可以分为信号杂质和有害杂质。信号杂质一般无害，但其含量的多少可以反映出药物的纯度水平，氯化物、硫酸盐等就属于信号杂质。有害杂质，如重金属、砷盐、氰化物等，对人体有害，在药品标准中必须严格控制。

（三）杂质的限量检查 1．杂质限量的概念 药物中所含杂质的最大允许量，叫做杂质限量。通常用百分之几或百万分之几（ppm）来表示。2．杂质限量的计算 杂质限量的计算公式：

杂质限量 = 杂质的最大允许量÷供试品的量×100%

L = C×V/S×100% 例1．对乙酰基酚中的氯化物的检查：

已知：S = 2.0g×25/100；C = 10μg/ml；V = 5.0ml

求： L = ？

解：L = C×V/S×100% =

10×5.0/2.0×10-6×25/100×100% = 0.01% 二、一般杂质的检查方法

（一）氯化物的检查

1．原理 是利用氯化物在硝酸性溶液中与硝酸银试液作用，生

成氯化银的白色浑浊液，与一定量标准氯化钠溶液在相同条件下生成的氯化银混浊液比较，以判断供试品中氯化物是否超过限量。

Cl-+ Ag+

AgCl 2．条件：[Cl-] 0.05mg～0.08mg/50ml, 即相当于标准氯化钠溶液

5ml～8ml。

酸度 稀硝酸10ml/50ml。

温度 30～40℃ 3．干扰的排除

（1）供试品液混浊：可用含硝酸的蒸馏水洗净氯纸中氯化物后过滤来消除混浊对氯化物检查的干扰。

(2）供试品有色：可采用内消色法，按中国药典附录规定的方法处理。即取两份供试品溶液，于其中一份中先加入硝酸银试液1.0ml，摇匀，放置10min，如显浑浊，可反复过滤，至滤液澄清，即得无氯化物杂质又具有相同颜色的澄清溶液，再在其中加入规定量的标准氯化钠溶液与水适量使成50ml，作为对照溶液；另一份中加入硝酸银试液1.0ml与水适量使成50ml，作为供试溶液，将两液在暗处放置5min后比较，即可消除颜色的干扰。

（二）硫酸盐检查法

1．原理 是利用SO42-在盐酸酸性溶液中与氯化钡试液作用，生成硫酸钡的白色浑浊液，与一定量标准硫酸钾溶液在相同条件下生成的硫酸钡浑浊液比较，以判断供试品中硫酸盐是否超过限量。

2．条件：[SO42-] 0.1mg～0.5mg/50ml, 即相当于标准硫酸钾溶液

1～5ml。

酸度 稀盐酸2ml/50ml。3．干扰的排除

供试品有色：可采用内消色法。

（三）铁盐检查法

1．原理 是利用Fe3+在盐酸酸性溶液中与硫氰酸铵试液作用，生成红色可溶性硫氰酸铁配位离子，与一定量标准铁溶液用同法处理后所显的颜色进行比较，以判断供试品中铁盐是否超过限量。

2．条件：[Fe3+] 0.01mg～0.05mg/50ml, 即相当于标准硫酸钾溶液

1～5ml。

酸度 稀盐酸4ml/50ml。3．干扰的排除

（1）当有Fe2+存在时，可加入氧化剂过硫酸铵氧化供试品中的Fe2+成Fe3+。

（2）当供试液管与对照溶液管色调不一致，或所呈硫氰酸铁的颜色较浅不便比较时，可分别移入分液漏斗中，加正丁醇或异戊醇提取，分别取提取液比色。

（四）重金属检查法

重金属是指在实验室条件下与S2-作用显色的金属杂质，如银、铅、汞、酮、镉、锡、锑、铋等，由于药品生产过程中遇到铅的机会比较多，铅在体内友易积蓄中毒，故检查时以铅作为代表。中国药典（2024年版）重金属的检查法一共收载了四种方法： 第一法为硫代乙酰胺法；第二法是将供试品在500~600℃在500炽灼破坏后，再按第一法检查；第三法是检查能溶入碱溶液，而不溶于酸溶液的药物，在碱性条件下用硫化钠作显色剂；第四法为微孔滤膜法，通过微孔滤膜过滤，使试验条件下生成的硫化铅沉淀富集于滤膜上，形成铅斑，比较供试溶液和对照溶液铅斑的颜色，来判断供试品种的重金属是否超过限量。以下重点讨论第一法。

1．原理 是利用硫代乙酰胺在弱酸性溶液中与硫氰酸铵试液作用，生成红色可溶性硫氰酸铁配位离子，与一定量标准铁溶液用同法处理后所显的颜色进行比较，以判断供试品中铁盐是否超过限量。

2．条件：[Fe3+] 0.01mg～0.05mg/50ml, 即相当于标准铅溶液 1～2ml。

酸度 稀盐酸4ml/50ml。3．干扰的排除

(1)供试品有色：可采用外消色法消除干扰。

(2)供试品有微量Fe3+：在弱酸性溶液中氧化硫化氢析出硫，产生混浊影响

比色，可加Vc或盐酸羟胺使Fe3+氧化成Fe2+离子再检查。

（五）砷盐检查法

《中国药典》采用古蔡法和二乙基二硫代氨基甲酸银法（Ag-DDC）检查药物中的微量的砷盐。1.古蔡法

(1)原理：是利用锌与酸作用产生新生态的氢，与药物中微量砷盐反应，生成具有挥发性的砷化氢，与溴化汞试纸，产生黄色至棕色的砷斑，与一定量标准砷溶液在相同条件下所生成的砷斑比较，以判断供试品中砷盐是否超过限量。

(2)试剂的作用：碘化钾和氯化

亚锡的主要作用是将五价的砷还原成三价的砷；醋酸铅棉的作用是消除供试品可能含有的少量的硫化物。2.Ag-DDC法

(1)原理：是利用砷化氢与Ag-DDC吡啶溶液作用，使Ag-DDC中的银还原为红色胶态银，以Ag-DDC溶液为空白，于510nm的波长处，测定吸收度，供试品溶液的吸收度不得大于标准砷溶液的吸收度。(2)试剂的作用：同古蔡法。

（六）溶液颜色检查法 溶液颜色检查法是控制药物中有色杂质量的方法。中国药典（2024年版）收载有三种方法： 1.标准比色液进行比较的方法 2.分光光度法 3.色差计法

（七）易炭化物检查法 易炭化物检查法是检查药物中遇硫酸易炭化或易氧化而呈色的微量有机杂质。常采用与标准比色液比色的方法进行检查。

（八）澄清度检查法

澄清度检查法是检查药物中的微量不溶性杂质。常采用与浊度标准液比浊的方法进行检查。

（九）炽灼残渣检查法 炽灼残渣检查法是检查有机药物中混入的各种无机杂质。常采用重量方法进行检查。

（十）干燥失重检查法 干燥失重检查法主要检查药物中的水分及其他挥发性的物质。常采用重量方法进行检查。常用的方法有三种： 压恒温干燥法 燥剂干燥法 压干燥法

（十一）有机溶剂残留量测定法 有机溶剂残留量测定法主要检查药物在生产过程中引入的有害的有机溶剂。

常采用气相色谱法方法进行检查。常用的方法有二种： 接进样法 空进样法

三、特殊杂质的检查方法

（一）利用药物和杂质在物理性质上的差异

臭味及挥发性的差异

例如黄凡士林中异性有机物检查：去本品2g，直火加热应无辛臭。

再例如浓过氧化氢中不挥发性杂质的检查：取本品10ml，水浴蒸干，在105℃干燥至恒重，残渣小于15mg。颜色的差异

例如磺胺嘧啶中有色杂质的检查：取本品2.0g,加氢氧化钠试液10ml溶解后，溶液应澄清无色，若显色与黄色3号比色液比较，不得更深。溶解行为的差异

例如吡哌酸检中不溶物的检查：双吡哌酸甲酯（Ⅰ）和吡哌酸甲酯（Ⅱ）均不溶于氢氧化钠试液。因此可通过溶液的澄清读来控制这些杂质。选光性的差异

例如硫酸阿托品中莨菪碱的检查：共识水溶液（50mg/ml）的选光度小雨-0.4℃。对光吸收性质的差异

（1）紫外分光光度法：①在一定的波长杂质有吸收，而药物无吸收；②杂质杂质紫外吸收光谱与药物紫外吸收光谱重叠；③药物在紫外区有明显吸收，而杂质吸收很弱货物吸收。

（2）原子吸收分光光度法：主要用于药物中金属盐等杂质的检查，如曾用于维生素C、硫酸庆大霉素和安痛定注射液中Na、K、Ca、Mg含量测定。

（3）红外分光光度法：主要用于药物中无效和低效晶型的检查，如甲苯米唑中A晶型的检查。

（4）荧光分析法：例如利血平中氧化产物的检查，是根据利血平纯品无荧光，其氧化产物有荧光。

吸附或分配性质的差异（1）TLC法：①杂质对照法；②高低浓度对照法。

（2）PC法：主要用于极性大的药物的杂质检查，如地高辛、盐酸苯乙双胍中有关杂质的检查。（3）HPLC法：①分面积归一化法；②不加校正因子的主成分自身对照法；③加校正因子的主成分自身对照法；④内标法加校正因子测定供试品中杂质的含量；⑤外标法测定供试品中某个杂质或主成分的含量。（4）GC法：同HPLC法。

（二）利用药物和杂质在化学性质上的差异

1．酸碱性的差异：①规定消耗滴定液的体积；②pH值测定法；③指示剂法。

2．氧化还原性质的差异：利用药物与杂质氧化还原电位的差异进行检查，如氯化物中碘化物或溴化物的检查。

3．杂质与一定的试剂反应产生沉淀：如生物碱中其他生物碱的检查，多采用此法。

4．杂质与一定的试剂反应产生颜色：利用药物重的杂质与某些试剂发生氧化化、络合、偶合等显色反应，进行药物中杂质的鉴别。

5．杂质与一定的试剂反应产生气体：利用此法可检查药物中的砷、硫、碳酸盐、氨盐、氰化物等。例如氰化物的检查中国药典采用：①改进普鲁士蓝法；②气

体扩散-三硝基苯酚法。6．药物经有机破坏后检查杂质：①硒的检查；②氟的检查。

二、练习题 [A型题]

1．含锑药物的砷盐检查方法为 A.古蔡法

B.碘量法 C.白田道夫法

D.Ag-DDC E.契列夫法

2．药物中杂质的限量是指 A.杂质是否存在 B.杂质的合适含量

C.杂质的最低量

D.杂质检查量

E.杂质的最大允许量

3．中国药典中收载的砷盐检查方法为

A.摩尔法

B.碘量法

C.白田道夫法

D.Ag-DDC E.契列夫法 [B型题]

A.稀HNO3 B.硫代乙酰胺试液

C.BaCl2试液 D.Ag-DDC试液

E.NH4SCN试液 1.铁盐检查 2.硫酸盐检查 3.氯化物检查 4.砷盐检查

A.AgNO3试液 B.硫代乙酰胺试液 C.BaCl2试液 D.KI-SnCl2试液

E.NH4SCN试液 5.重金属检查 6.硫酸盐检查 7.氯化物检查 8.砷盐检查 [X型题]

1．一般杂质检查包括 A.氯化物检查

B.硫酸盐检查

C.重金属检查

D.砷盐检查

E.铁盐检查 2．干燥失重检查法有： A.压恒温干燥法 B.燥剂干燥法 C.减压干燥法

D.摩尔法

E.白田道夫法

二、答案精讲 [A型题] 1．C 因为含锑药物的砷盐检查方法为白田道夫法，因为锑可被还原成锑化氢，可与溴化汞试纸生成题斑，干扰砷斑的检查，不能用古蔡法检查。2.E 3.D [B型题] 1.E 2.C 3.A 4.D 5.B 6.C 7.A 8.D 因为AsO43-还原成AsH3比较慢, KI-SnCl2试液可将AsO43-还原成AsO33-, 然后再还原成AsH3。[X型题] 1.A B C D E

2.A B C 因为干燥失重检查方法只有三种，即只能选A，B，C。

**第四篇：药物分析名词解释**

1.药物标准：根据药物自身的理化与生物学特性，按照批准的来源、处方、生产、工艺、贮藏运输条件等所制定的，用以检验药品质量是否达到用药要求并衡量其质量是否稳定均一的技术规定。

2.性状：是对药物的外观、嗅味、溶解度以及物理常数等的规定，反映了药物特有的物理性质。

3.熔点：一种物质按规定方法测定，由固体熔化成液体的温度熔融同时分解的温度或在熔化时自初熔到全熔的一段温度。

4.比旋度：在一定波长和温度下，偏振光透过长1dm且每1ml中含有旋光性物质1g的溶液时测得的旋光度。

5.吸收系数：在给定的波长、溶剂和温度等条件下，吸光物质在单位浓度、单位液层厚度时的吸收度称为吸收系数。

6.一般鉴别试验：依据某一类药物的化学结构或者理化性质的特性，通过化学反应来鉴别药物的真伪。

7.专属鉴别试验：根据每一种药物化学结构的差异及其所引起的理化性质的不同，选用某些特有的、灵敏的定性反应来判断药物的真伪。

8.比移值：薄层色谱法中原点到斑点中心的距离与原点到溶剂前沿的距离的比值。（百度)

9.色谱鉴别法：利用不同物质在不同色谱条件下，产生各自的特征色谱行为（比移值或保留时间）进行的鉴别试验。

标准物质：系指供试品中物理和化学测试及生物方法试验用，具有确定特性量值，用于校准设备、评价测量方法或者给供试药品赋值的物质，包括标准品、对照品、对照药材、参考品。

10.标准品：用于生物鉴定、抗生素或生化药品中含量或效价测定的标准物质。按效价单位(或μg)计，以国际标准品标定。

11.对照品,：用于结构确切物质（如化学药）分析。按干燥品（或无水物）进行计算后使用。

12.鉴别：根据药物的某些物理、化学或生物学等特性所进行的试验，以判定药物的真伪。

13.检查：是对药物的安全性、有效性、均一性和纯度四个方面的状态所进行的试验分析。

14.制剂的规格：制剂的规格，系指每一支、片或其他每一个单位制剂中含有主药的重量（或效价）或含量（%）或装量，即制剂的标示量。

16.空白试验：系指在不加供试品或以等量溶剂替代供试液的情况下，按同法操作所得的结果。含量测定中的“并将滴定的结果用空白试验校正”，系指按供试品所消耗滴定液的量（ml）与空白试验中所消耗滴定液的量（ml）之差进行计算。

17.含量（效价）测定：采用规定的试验方法对药品（原料及制剂）中有效成分的含量进行的测定。

19化学试剂的纯度与药物纯度的区别：均规定所含杂质的种类和限量.药物纯度从用药安全、有效和对药物稳定性等方面考虑,只有合格品和不合格品.试剂纯度是从杂质可能引起的化学变化对使用的影响以及试剂的使用范围和使用目的加以规定,它不考虑杂质对生物体的生理作用及毒副作用.20.纯度：药物的纯净程度。

21.杂质：药物中存在的无治疗作用或影响药物的稳定性和疗效，甚至对人体健康有害的物质。

22.一般杂质：指在自然界中分布广泛，在多种药物的生产或贮存过程中容易引入的杂质。

23.特殊杂质：指在药物的生产或贮存过程中，它是由于药物的性质、生产方法和工艺条件等原因，引入的杂质。

24.杂质限量：药物中所含杂质的最大允许量。通常用百分之几或百万分之几。

25.重金属：在实验条件下，能与硫代乙酰胺或硫代钠作用显色的金属杂质。

26.干燥失重：药品在规定的条件下，经干燥后所减失的量。用于检查药物中的水分及其他挥发性物质。

27.凯氏定氮法：测定化合物或混合物中总氮量的一种方法。即在有催化剂的条件下，用浓硫酸消化样品将有机氮都转变成无机铵盐，然后在碱性条件下将铵盐转化为氨，随水蒸气馏出并为过量的酸液吸收，再以标准碱滴定，就可计算出样品中的氮量。由于蛋白质含氮量比较恒定，可由其氮量计算蛋白质含量，故此法是经典的蛋白质定量方法。

28.氧瓶燃烧法：系指将含有待测元素的有机药物置于充满氧气的密闭的密闭的燃烧瓶中充分燃烧，使有机结构部分彻底分解为CO2和H2O，待测元素根据电负性的不同转化为不同价态的氧化物，被吸收于适当的吸收液中，再根据其性质和存在方式选择方法进行分析。

29.容量分析法：将已知浓度的滴定液由滴定管滴加到被测药物的溶液中，直到滴定液与被测药物反应完全，然后根据滴定液的浓度和被消耗的体积，按化学计量关系计算出被测药物的含量。

30.滴定度：每1ml规定浓度的滴定液所相当的被测药物质量。《中国药典》用毫克（mg）表示。

31.朗伯-比尔定律：单色光辐射穿过被测物质溶液时，在一定的浓度范围内被测物质吸收的量与该物质的浓度和液层的厚度（光路长度）成正比。

32.系统适用性试验System Suitability Test：用规定的对照品溶液或系统适用性试验溶液在规定的色谱系统进行试验，必要时可对色谱进行适当的调整，以符合要求。

33.准确度：系指用该方法测定的结果与真实值或参考值接近的程度。

34.精密度：系指在规定的测试条件下，同一个均匀供试品，经多次取样测定所得结果之接近的程度。

35.专属性：指有其他成分（杂质、降解物、辅料等）可能存在情况下采用的方法能准确测定出被测物的特性。

36.LOD：试样中被测物能被检测出的最低浓度或量。

37.LOQ：试样中被测物能被定量测定的最低浓度(µg/ml)，其测定结果应具有一定准确度和精密度。

38.线性：在设计范围内，测试结果与试样中被测物浓度直接呈正比关系的程度。

39.范围：能达到一定精密度、准确度和线性、测定方法适用的高低限浓度或量的区间。

40.耐用性：测定条件有小的变动的时，测定结果不受影响的承受程度。

41.制剂分析：利用物理、化学、物理化学乃至微生物测定方法，对不同剂型的药物制剂进行分析，以检验被检测的制剂是否符合质量标准规范的要求。

42.单方制剂：单一的一种药物制成的制剂。

43.复方制剂：是含２种及２种以上药物的制剂。

药物（drugs）是指用于预防，治疗，诊断人的疾病，有目的的调节人的生理机能并规定有适应症或者功能主治，用法和用量的物质。

药物分析（Pharmaceutical Analysis）是利用分析测定手段，发展药物分析方法，研究药物的质量规律，对药物进行全面检验与控制的科学。

GLP 药物非临床研究质量管理规范

GMP 药品生产质量管理规范

GSP 药品经营质量管理规范

GCP 药物临床试验质量管理规范

鉴别：根据药物的特性，采用专属可靠的方法，证明已知药物真伪的试验。

杂质检查：即纯度检查，对药物中所含杂质进行检查和控制，以使药品达到一定的纯净程度而满足用药要求。

含量测定：药品（原料及制剂）中所含特定成分的绝对质量占药品总质量的分数称为该成分的含量，凡采用理化方法对药品中特定成分的绝对质量进行的测定称为含量测定。

药典：是一个国家记载药品标准、规格的法典，一般由国家药品监督管理局主持编纂、颁布实施，国际性药典则由公认的国际组织或有关国家协商编订。

凡例（General Notices）是为正确使用《中国药典》进行药物质量检定的基本原则，是对《中国药典》正文，附录及与质量检定有关的共性问题的统一规定。

标准品 系指用于生物检定，抗生素或生化药品中含量或效价测定的标准物质，按效价单位（或ug）计，以国际标准品进行标定。对照品化学药品标准物质常称为对照品。精密称定 系指称取重量应准确至所取重量的千分之一。

精密量取 系指称取体积的准确度应符合国家标准中对该体积移液管的精度要求。

恒重 除另有规定外，系指供试品连续两次干燥或炽灼后的重量差异在0.3mg以下的重量。灵敏度法 系指在供试品溶液中加入一定量的试剂，在一定反应条件下，不得有正反应出现。古蔡氏法（Gutzeit）金属锌与酸作用产生新生态的氢，与药物中微量砷盐反应生成具有挥发性的砷化氢，遇溴化汞试纸，产生黄色至棕色的砷斑，与一定量标准砷溶液所生成的标准砷斑比较，判断供试品中砷盐是否符合限量规定。

炽灼残渣检查法（residue on ignition）炽灼残渣系指有机药物经炭化或挥发性无机药物加热分解后，再经高温炽灼，所产生的非挥发性无机杂质的硫酸盐。炽灼残渣检查用于控制有机药物经碳化或挥发性无机药物中非挥发性无机杂质。

残留溶剂（residual solvents）是指在合成原料药，辅料或制剂生产的过程中使用的，但在工艺中未能完全除去的有机溶剂。

高低浓度对比法 高低浓度对比法（主成分自身对照法）。先配制一定浓度的供试品溶液，然后稀释一定倍数得到另一低浓度溶液，作为对照溶液。将两种溶液点样，展开后，比较所得斑点。

热分析（thermal analysis）是在程序控制温度下，精确记录物质的物理化学性质随温度变化的关系。

浓度校正因子（F）表示滴定液的实测浓度是规定浓度的倍数。

回收实验是“对照试验”的一种。当所分析的试样组分复杂，不完全清楚时，向试样中加入已知量的被测组分，然后进行测定，检查被加入的组分能否定量回收，以判断分析过程是否存在系统误差的方法。所得结果常用百分数表示，称为“百分回收率”，简称“回收率”。准确度 系指用该方法测定的结果与真实值或参考值接近的程度，一般用回收率（%）表示。香草醛反应 巴比妥类药物分子结构中,丙二酰脲基团中的氢比较活泼,可与香草醛在浓硫酸存在下发生缩合反应,生成棕红色产物。

水解后剩余滴定法 利用阿司匹林酯结构在碱性溶液中易于水解的特性，加入定量过量的氢

氧化钠滴定液，加热使酯键水解后，再用硫酸滴定液回滴定剩余的氢氧化钠滴定液。

两步滴定法 水解后剩余量滴定法的改进，系指测定过程分两步进行，第一步中和制剂中的酸性水解产物和酸性稳定剂，同时中和阿司匹林的游离羧基，第二步水解与滴定，即水解后剩余量滴定法。

双相滴定法 采用两种互不相容的溶剂在分液漏斗中进行的滴定。某些化合物的酸碱形式分别仅溶于水和有机相，如果在单一相溶剂中进行酸碱滴定，那么析出的酸/碱因不溶于该溶剂而析出，导致滴定终点判断困难。

重氮化偶合反应 分子结构中具有芳伯氨基或潜在的芳伯氨基的药物，均可发生重氮化反应，生成的重氮盐可与碱性β萘酚耦合生成有色的偶氮染料。

溴量法 盐酸去氧肾上腺素和重酒石酸间羟胺原料药采用溴量法测定含量，原理系药物分子中的苯酚结构，在酸性溶液中酚羟基的邻对位活泼氢能与过量的溴定量的发生溴代反应，再以碘量法硫代硫酸钠滴定测定剩余溴。

羟肟酸铁盐反应 含有内酯的化合物，羧酸衍生物和一些酯类化合物在碱性条件下与羟胺作用，生成羟肟酸，在稀酸中与高铁离子呈色。

亚硝酸钠滴定法 药物分子结构中具有芳伯氨基或水解后具有芳伯氨基，在酸性溶液中可与亚硝酸钠反应，可用亚硝酸钠滴定法测定含量。

永停滴定法(dead-stoptitration)，又称双安培滴定法(doubleamperometrictitration)，或双电流滴定法，是根据滴定过程中电流的变化确定滴定终点的方法，属于电流滴定法 亚硝基铁氰化钠反应 甾体激素类药物分子结构中含有甲酮基以及活泼亚甲基时，例如黄体酮，能与亚硝基铁氰化钠反应，生成蓝紫色产物，该反应是黄体酮的专属灵敏的鉴别方法。酸性染料比色法 是针对生物碱药物，在一定的PH条件下，可与某些酸性染料结合显色，而进行分光光度法测定药物含量的方法。特别适用于少量供试品，尤其是小剂量药物制剂的定量分析，具有一定的专属性和准确度。

Vitali反应 该鉴别反应系托烷生物碱类的特征反应，原理是阿托品，莨菪碱等莨菪烷类生物碱结构中的酯键水解后生成莨菪酸，经发烟硝酸加热处理，转变为三硝基衍生物，再与氢氧化钾的醇溶液和固体氢氧化钾作用脱羧，转化成具有共轭结构的阴离子而显深紫色。离子对高效液相色谱：在流动相总加入与呈解离状态的待测组分离子电荷相反的离子对试剂，两者形成中性离子对化合物，增加了被测样品组分在固定相中的溶解度，使被测组分的分配系数增大，达到样品组分分离测定的目的。

三氯化锑反应（carr-price反应）维生素A在饱和无水三氯化锑的无醇三氯甲烷溶液中显蓝色，渐变成紫红色，其机制维生素A和氯化锑中存在的亲电试剂氯化高锑作用形成不稳定的蓝色碳正离子。

三点校正法 对于维生素A杂质的无关吸收在310~340nm的波长范围内几乎呈一条直线，且随波长的增大吸光度下降。物质对光吸收呈加和性的原理。

效价（IU/g）效价系指每克供试品中所含维生素A的国际单位数（IU/g）。

硫色素反应 维生素B1在碱性溶液中，可被铁氰化钾氧化成硫色素，硫色素溶于正丁醇（或异丁醇等），显蓝色荧光。该法为检测B1的专属性反应。

2.6-二氯靛酚反应 2.6-二氯靛酚为一染料，其氧化型在酸性介质中为玫瑰红色，碱性介质中为蓝色，与维生素C作用后生成还原型无色的酚亚胺。

三氯化铁联吡啶反应 维生素E在碱性条件下，水解生成游离的生育酚，生育酚经乙醚提取后，可被FeCl3氧化成对-生育醌，同时三价铁离子被还原为二价铁离子，二价铁离子与联吡啶生成红色的配位离子。

异烟肼比色法 甾体激素C3-酮基及其他位臵上的酮基能在酸性条件下与羰基试剂异烟肼缩合，形成黄色的异烟腙，在420nm波长附近具有最大吸收。

四氮唑比色法 用于皮质激素药物含量测定的方法。皮质激素类药物的C17-α-醇酮基有还原性，可以还原四氮唑盐成有色甲臜，此显色反应可用于皮质激素类药物的含量测定。Kober反应比色法 柯柏（kober）反应是指雌激素与硫酸-乙醇的呈色反应，在520nm附近有最大吸收，可用于雌性激素类药物含量的灵敏测定。

麦芽酚反应 此为链霉素的特征反应。链霉素在碱性溶液中，链霉糖经分子分子重排使环扩大形成六元环，然后消除N-甲基葡萄糖胺，在消除链霉胍生成麦芽酚（α-甲基-β-羟基-γ-吡喃酮），麦芽酚与高铁离子在微酸性溶液中形成紫红色配位化合物。

坂口反应 此为链霉素水解产物链霉胍的特有反应，本品水溶液加氢氧化钠试液，水解生成链霉胍，链霉胍和8-羟基喹啉（α-萘酚）分别同次溴酸钠反应，各自产物再相互作用生成橙红色化合物。

高分子杂质 系指药物中分子量大于药物本身的杂质的总称。

标示量 指该剂型单位剂量的制剂中规定的主药含量，通常在该剂型的标签上表示出来。重量差异 系指按规定称量方法称量片剂时，每片的重量与平均片重之间的差异。

崩解时限（disintegration）系指口服固体制剂应在规定时间内，于规定条件下全部崩解溶散或成碎粒，除不溶性包衣材料或破碎的胶囊壳外，全部通过筛网。

含量均匀度（content uniformity）系指小剂量或单剂量的固体制剂，半固体制剂和非均相液体制剂的每片（个）含量符合标示量的程度。

溶出度（dissolution）系指在规定条件下药物从片剂等制剂中溶出的速率和程度。

释放度 系指口服药物从缓释制剂、控释制剂或肠溶制剂在规定溶剂中释放的速度和程度。热原（pyrogen）系指能引起恒温动物体温异常升高的致热物质。

细菌内毒素，英文称作Endotoxin，是G-菌细胞壁个层上的特有结构，内毒素为外源性致热原，它可激活中性粒细胞等，使之释放出一种内源性热原质，作用于体温调节中枢引起发热。细菌内毒素的主要化学成分为脂多糖。.生化药物 生化药物是从生物体分离、纯化所得，可用于预防、治疗和诊断疾病的生化物质，其中部分现已通过化学合成或生物技术制备或重组。

**第五篇：药物分析口诀**

药物分析全部鉴别反应 总结

1、与FeCL3反应：四次胜对阿丙（四环素，雌二醇，肾上腺素，对乙酰氨基

酚，阿司匹林，丙磺舒）（各自颜色：四中（棕色），雌红，肾旨，对男子，阿紫

（天龙八部），米饼）

2.水解反应阿丙K鲁地阿司匹林 丙磺舒 维生素K 普鲁卡因 地西泮

3、与硫酸铜反应的药物：二磺右边麻（麻黄)，再加利多卡，二黄颜色草黄绿，、利多卡因美男子（蓝紫色）

4、重氮化偶合反应重氮化有五宝，对乙酰水解好，普鲁二磺加复方，独有对

乙红色少与斐林试剂反应（碱性酒石酸铜反应）：地里葡萄像红糖，2个红沉1棕沉。

6、与银盐反应：巴比妥类和VC，还有一个异烟肼。巴比都是白沉淀，其他都

是黑沉淀。铜盐反应苯巴比妥、司可巴比妥钠、注射用硫喷妥钠

24、有机氟化物（可与茜草氟兰反应）氟康唑、醋酸地塞米松）甲醛-硫酸反应苯巴比妥玫瑰红色。盐酸吗啡紫堇色硫酸反应地西泮、地西泮片（紫外 黄绿色）硫酸奎宁蓝色荧光钼硫酸试液的反应（盐酸吗啡专属鉴别反应）

13硫色素反应维生素B114、亚硝酸钠-硫酸反应苯巴比妥橙黄色橙红色

15被硝酸氧化呈色反应（盐酸氯丙嗪）

16、被硝酸氧化反应（水解 产生生育酚）（维生素E）亚硝基铁氰化钠反应：黄体酮

22、铁氰化钾试液反应（含酚羟基具有还原性的吗啡与不含酚羟基

无还原性的可待因）与醋酸铅试液反应注射用硫喷妥钠

19亚硒酸反应（磷酸可待因与其他阿片生物碱）

20、氢氧化钠反应（硝苯地平）

21、氢氧化钾甲醇溶液 呈色反应（维生素K1

托烷生物碱的 Vitali反应 硝酸 醇制氢氧化钾反应，硫酸阿托品

23过氧化氢试液反应（肾上腺素）

25、碘试液反应司可巴比妥钠。

26、绿奎宁反应（溴溶液与氨溶液）硫酸奎宁）

27、异烟肼反应（羰基）黄体酮

28、二氯靛酚钠反应（维生素C）亚甲蓝试液反应（维生素C注射液）与碘化铋钾反应：地西泮注射液

31沉淀反应复方磺胺甲噁唑片制备衍生物测定熔点

1、司可巴比妥钠。

2、注射用硫喷妥

3、磷酸可待因

9直接测定熔点药物

1、丙酸睾酮

2、黄体酮

3、雌二醇

4、氟康唑

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！