

说明：为缩短篇幅，大多数的问答题和简答题的答案只给出了答题要点。红字是答案。

(如有错误，请指正)

第一章 药典概况 (含绪论)

一、填空题

1. 中国药典的主要内容由 凡例、正文、附录 和 索引 四部分组成。
2. 目前公认的全面控制药品质量的法规有 GLP、GMP、GSP、GCP。
3. “精密称定”系指称取重量应准确至所取重量的 千分之一；“称定”系指称取重量应准确至所取重量的 百分之一；取用量为“约”若干时，系指取用量不得超过规定量的 ± 10%。
4. 药物分析主要是采用 物理学、化学、物理化学 或 生物化学 等方法和技术，研究化学结构已知的合成药物和天然药物及其制剂的组成、理化性质、真伪鉴别、纯度检查以及有效成分的含量测定等。所以，药物分析是一门 研究药品全面质量控制 的方法性学科。
5. 判断一个药物质量是否符合要求，必须全面考虑 鉴别、检查、含量测定 三者的检验结果。
6. 药物分析的基本任务是检验药品质量，保障人民用药 安全、合理、有效 的重要方面。

二、选择题

1. 《药品生产质量管理规范》可用 (D) 表示。
(A)USP (B)GLP (C)BP (D)GMP (E)GCP
2. 药物分析课程的内容主要是以 (D)
(A) 六类典型药物为例进行分析 (B) 八类典型药物为例进行分析
(C) 九类典型药物为例进行分析 (D) 七类典型药物为例进行分析
(E) 十类典型药物为例进行分析
3. 《药品临床试验质量管理规范》可用 (C) 表示。
(A)GMP (B)GSP (C)GLP (D)TLC (E)GCP
4. 目前，《中华人民共和国药典》的最新版为 (C)
(A)2000 年版 (B)2003 年版 (C)2005 年版 (D)2007 年版 (E)2009 年版
5. 英国药典的缩写符号为 (B)。
(A)GMP (B)BP (C)GLP (D)RP - HPLC (E)TLC
6. 美国国家处方集的缩写符号为 (D)。
(A)WHO (B)GMP (C)INN (D)NF (E)USP
7. GMP是指 (B)
(A) 药品非临床研究质量管理规范 (B) 药品生产质量管理规范 (C) 药品经营质量管理规范
(D) 药品临床试验质量管理规范 (E) 分析质量管理
8. 根据药品质量标准规定，评价一个药品的质量采用 (A)
(A) 鉴别，检查，质量测定 (B) 生物利用度 (C) 物理性质 (D) 药理作用

三、问答题

1. 药品的概念？对药品的进行质量控制的意义？

答：1) 药品是指用于预防、治疗、诊断人的疾病，有目的地调节人的生理机能并规定有适应证或者功能主治、用法用量的物质，是广大人民群众防病治病、保护健康必不可少的特殊商品。用于预防治疗诊断人的疾病的特殊商品。

2) 对药品的进行质量控制的意义：保证药品质量，保障人民用药的安全、有效和维护人民身体健康

2. 药物分析在药品的质量控制中担任着主要的任务是什么？

答：保证人们用药安全、合理、有效，完成药品质量监督工作。

3. 常见的药品标准主要有哪些，各有何特点？

答：国家药品标准（药典）；临床研究用药质量标准；暂行或试行药品标准；企业标准。

4. 中国药典（2005年版）是怎样编排的？

答：凡例、正文、附录、索引。

5. 什么叫恒重，什么叫空白试验，什么叫标准品、对照品？

答：恒重是供试品连续两次干燥或灼烧后的重量差异在 0.3mg 以下的重量；空白试验是不加供试品或以等量溶剂代替供试液的情况下，同法操作所得的结果；标准品、对照品是用于鉴别、检查、含量测定的物质。

6. 常用的药物分析方法有哪些？

答：物理的方法、化学的方法。

7. 药品检验工作的基本程序是什么？

答：取样、检验（鉴别、检查、含量测定）、记录和报告。

8. 中国药典和国外常用药典的现行版本及英文缩写分别是什么？

答：中华人民共和国药典：Ch.P

日本药局方：JP

英国药典：BP

美国药典：USP

欧洲药典：Ph.Eur

国际药典：Ph.Int

9. 药典的内容分哪几部分？建国以来我国已经出版了几版药典？

答：药典内容一般分为凡例，正文，附录，和索引四部分。建国以来我国已经出版了八版药典。（1953年，1963年，1977年，1985年，1990年，1995年，2000年，2005年）

10. 简述药物分析的性质？

答：它主要运用化学，物理化学，或生物化学的方法和技术研究化学结构已明确的合成药物或天然药物及其制剂的质量控制方法，也研究有代表性的中药制剂和生化药物及其制剂的质量控制方法。

四、配伍题

[1 ~ 2 题]

(A)RP-HPLC (B)BP (C)USP (D)GLP (E)GMP

(1) 反相高效液相色谱法 (A)

(2) 良好药品生产规范 (E)

[3 ~ 4 题]

- (A)GMP (B)BP (C)GLP (D)TLC (E)RP - HPLC
(1) 英国药典 (B)
(2) 良好药品实验研究规范 (C)

第二章 药物的鉴别试验

一、选择题

- 下列叙述中 不正确 的说法是 (B)
(A) 鉴别反应完成需要一定时间 (B) 鉴别反应不必考虑“量”的问题
(C) 鉴别反应需要有一定的专属性 (D) 鉴别反应需在一定条件下进行
(E) 温度对鉴别反应有影响
- 药物杂质限量检查的结果是 1.0ppm, 表示 (E)
(A) 药物中杂质的重量是 1.0 μg
(B) 在检查中用了 1.0g 供试品, 检出了 1.0 μg
(C) 在检查中用了 2.0g 供试品, 检出了 2.0 μg
(D) 在检查中用了 3.0g 供试品, 检出了 3.0 μg
(E) 药物所含杂质的重量是药物本身重量的百万分之一
- 药物中氯化物杂质检查的一般意义在于它 (D)
(A) 是有疗效的物质 (B) 是对药物疗效有不利影响的物质
(C) 是对人体健康有害的物质 (D) 可以考核生产工艺和企业管理是否正常
(E) 可能引起制剂的不稳定性
- 微孔滤膜法是用来检查 (C)
(A) 氯化物 (B) 砷盐 (C) 重金属 (D) 硫化物 (E) 氰化物
- 干燥失重主要检查药物中的 (D)
(A) 硫酸灰分 (B) 灰分 (C) 易碳化物 (D) 水分及其他挥发性成分 (E) 结晶水
- 检查某药品杂质限量时, 称取供试品 $W(\text{g})$, 量取待检杂质的标准溶液体积为 $V(\text{mL})$, 浓度为 $C(\text{g/mL})$, 则该药品的杂质限量是 (C)
(A) $W/CV \times 100\%$ (B) $CVW \times 100\%$ (C) $VC/W \times 100\%$ (D) $CW/V \times 100\%$ (E) $VW/C \times 100\%$

二、填空题

- 药物鉴别方法要求 专属性强, 再现性好, 灵敏度高、操作简便、快速。
- 常用的鉴别方法有 化学鉴别法、光谱鉴别法、色谱鉴别法 和 生物学法。

三、名词解释

1. 药物的鉴别试验

答：药物的鉴别试验是根据药物的分子结构、理化性质，采用化学、物理化学或生物学方法来判断药物的真伪。它是药品质量检验工作中的首要任务，只有在药物鉴别无误的情况下，进行药物的杂质检查、含量测定等分析才有意义。

2. 一般鉴别试验

答：一般鉴别试验是依据某一类药物的化学结构或理化性质的特征，通过化学反应来鉴别药物的真伪。对无机药物是根据其组成的阴离子和阳离子的特殊反应；对有机药物则大都采用典型的官能团反应。因此，一般鉴别试验只能证实是某一类药物，而不能证实是哪一种药物。

3. 专属鉴别试验

答：药物的专属鉴别试验是证实某一种药物的依据，它是根据每一种药物化学结构的差异及其所引起的物理化学特性不同，选用某些特有的灵敏的定性反应，来鉴别药物的真伪。

4. 色谱鉴别法

答：色谱鉴别法是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（ R_f 值或保留时间）进行的鉴别试验。

第三章 药物的杂质检查

一、选择题

1. 药物中的重金属是指 (D)
(A) Pb^{2+}
(B) 影响药物安全性和稳定性的金属离子
(C) 原子量大的金属离子
(D) 在规定条件下与硫代乙酰胺或硫化钠作用显色的金属杂质
2. 古蔡氏检砷法测砷时，砷化氢气体与下列哪种物质作用生成砷斑 (B)
(A) 氯化汞 (B) 溴化汞 (C) 碘化汞 (D) 硫化汞
3. 检查某药品杂质限量时，称取供试品 $W(g)$ ，量取标准溶液 $V(ml)$ ，其浓度为 $C(g/ml)$ ，则该药的杂质限量 (%) 是 (C)
(A) $\frac{VW}{C} \times 100\%$ (B) $\frac{CW}{V} \times 100\%$ (C) $\frac{VC}{W} \times 100\%$ (D) $\frac{W}{CV} \times 100\%$
4. 用古蔡氏法测定砷盐限量，对照管中加入标准砷溶液为 (B)
(A) 1ml (B) 2ml (C) 依限量大小决定 (D) 依样品取量及限量计算决定
5. 药品杂质限量是指 (B)
(A) 药物中所含杂质的最小允许量 (B) 药物中所含杂质的最大允许量
(C) 药物中所含杂质的最佳允许量 (D) 药物的杂质含量
6. 氯化物检查中加入硝酸的目的是 (C)
(A) 加速氯化银的形成 (B) 加速氧化银的形成
(C) 除去 CO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 CaO_2^{2-} 、 PO_4^{3-} 的干扰 (D) 改善氯化银的均匀度
7. 关于药物中杂质及杂质限量的叙述正确的是 (A)
(A) 杂质限量指药物中所含杂质的最大允许量
(B) 杂质限量通常只用百万分之几表示
(C) 杂质的来源主要是由生产过程中引入的其它方面可不考虑
(D) 检查杂质，必须用标准溶液进行比对
8. 砷盐检查法中，在检砷装置导气管中塞入醋酸铅棉花的作用是 (C)
(A) 吸收砷化氢 (B) 吸收溴化氢 (C) 吸收硫化氢 (D) 吸收氯化氢

9. 中国药典规定的一般杂质检查中不包括的项目 (C)
(A) 硫酸盐检查 (B) 氯化物检查 (C) 溶出度检查 (D) 重金属检查
10. 重金属检查中,加入硫代乙酰胺时溶液控制最佳的 pH值是 (B)
(A)1.5 (B)3.5 (C)7.5 (D)11.5
11. 硫氰酸盐法是检查药品中的 (B)
(A) 氯化物 (B) 铁盐 (C) 重金属 (D) 砷盐 (E) 硫酸盐
12. 检查药品中的杂质在酸性条件下加入锌粒的目的是 (A)
(A) 使产生新生态的氢 (B) 增加样品的溶解度 (C) 将五价砷还原为三价砷
(D) 抑制锑化氢的生产 (E) 以上均不对
13. 检查药品中的铁盐杂质,所用的显色试剂是 (C)
(A)AgNO₃ (B)H₂S (C) 硫氰酸铵 (D)BaCl₂ (E) 氯化亚锡
14. 对于药物中的硫酸盐进行检查时,所用的显色剂是 (D)
(A)AgNO₃ (B)H₂S (C) 硫代乙酰胺 (D)BaCl₂ (E) 以上均不对
15. 对药物中的氯化物进行检查时,所用的显色剂是 (C)
(A)BaCl₂ (B)H₂S (C)AgNO₃ (D) 硫代乙酰胺 (E) 醋酸钠
16. 检查药品中的重金属杂质,所用的显色剂是 (D)
(A)AgNO₃ (B) 硫氰酸铵 (C) 氯化亚锡 (D)H₂S (E)BaCl₂
17. 在碱性条件下检查重金属,所用的显色剂是 (B)
(A)H₂S (B)Na₂S (C)AgNO₃ (D) 硫氰酸铵 (E)BaCl₂
18. 古蔡法检查药物中微量的砷盐,在酸性条件下加入锌粒的目的是 (C)
(A) 调节 pH值 (B) 加快反应速度 (C) 产生新生态的氢
(D) 除去硫化物的干扰 (E) 使氢气均匀而连续的发生
19. 古蔡法是指检查药物中的 (D)
(A) 重金属 (B) 氯化物 (C) 铁盐 (D) 砷盐 (E) 硫酸盐
20. 用 TLC法检查特殊杂质,若无杂质的对照品时,应采用 (D)
(A) 内标法 (B) 外标法 (C) 峰面积归一化法
(D) 高低浓度对比法 (E) 杂质的对照品法
21. 醋酸氟氢松生产过程中可能引入对人体剧毒的微量杂质是 (C)
(A)Pb²⁺ (B)As³⁺ (C)Se²⁺ (D)Fe³⁺
22. 取左旋多巴 0.5g 依法检查硫酸盐,如发生浑浊与标准硫酸钾 (每 1ml 相当于 100 μg 的 SO₄²⁺)2mg 制成对照液比较,杂质限量为 (C)
(A)0.02 % (B)0.025 % (C)0.04 % (D)0.045 % (E)0.03 %
23. 为了提高重金属检查的灵敏度,对于含有 2~5 μg 重金属杂质的药品,应选用 (A)
(A) 微孔滤膜法依法检查 (B) 硫代乙酰胺法 (纳氏比色管观察)
(C) 采用硫化钠显色 (纳氏比色管观察)
(D) 采用 H₂S 显色 (纳氏比色管观察) E 采用古蔡法
24. 干燥失重检查法主要是控制药物中的水分,其他挥发性物质,对于含有结晶水的药物其干燥温度为 (B)
(A)105 (B)180 (C)140 (D)102 (E)80

25. 有的药物在生产和贮存过程中易引入有色杂质，中国药典采用 (A)
(A) 与标准比色液比较的检查法 (B) 用 HPLC法检查
(C) 用 TLC法检查 (D) 用 GC法检查 (E) 以上均不对
26. 药物的干燥失重测定法中的热重分析是 (A)
(A)TGA 表示 (B)DTA 表示 (C)DSC 表示 (D)TLC 表示 (E) 以上均不对
27. 少量氯化物对人体是没有毒害作用的，药典规定检查氯化物杂质主要是因为它 (D)
(A) 影响药物的测定的准确度 (B) 影响药物的测定的选择性
(C) 影响药物的测定的灵敏度 (D) 影响药物的纯度水平
(E) 以上都不对。
28. 氯化物检查是在酸性条件下与 AgNO_3 作用，生成 AgCl 的混浊，所用的酸为 (C)
(A) 稀醋酸 (B) 稀 H_2SO_4 (C) 稀 HNO_3 (D) 稀 HCl (E) 浓 HNO_3
29. 就葡萄糖的特殊杂质而言，下列哪一项是正确的 (E)
(A) 重金属 (B) 淀粉 (C) 硫酸盐 (D) 砷盐 (E) 糊精
30. 肾上腺素中肾上腺酮的检查是利用 (B)
(A) 旋光性的差异 (B) 对光吸收性质的差异
(C) 溶解行为的差异 (D) 颜色的差异 (E) 吸附或分配性质的差异
31. 有的药物在生产和贮存过程中易引入有色杂质，中国药典采用 (E)
(A) 用溴酚蓝配制标准液进行比较法 (B) 用 HPLC法
(C) 用 TLC法 (D) 用 GC法 (E) 以上均不对
32. 在药物重金属检查法中，溶液的 PH值在 (A)
(A)3 ~ 3.5 (B)7 (C)4 ~ 4.5 (D)8 (E)8 ~ 8.5
33. 药典规定检查砷盐时，应取标准砷盐溶液 2.0mg(每 1ml 相当于 1 μg 的 As)制备标准砷斑，今依法检查溴化钠中砷盐，规定砷量不得超过 0.000490。问应取供试品多少克？ (B)
(A)0.25g (B)0.50g (C)0.3g (D)0.6g
34. 中国药典 (2005 版) 重金属的检查法一共收载有 (D)
(A) 一法 (B) 二法 (C) 三法 (D) 四法 (E) 五法
35. 用硫氰酸盐的原理铁盐在酸性溶液中与硫氰酸盐生产红色可溶性配离子与一定量标准铁盐溶液同法处理后进行比色，所用的酸应为 (D)
(A) H_2SO_4 (B) HAC (C) HNO_3 (D) HCl (E) H_2CO_3
36. 中国药典检查残留有机溶剂采用的方法为 (D)
(A)TLC 法 (B)HPLC 法 (C)UV 法 (D)GC 法 (E) 以上方法均不对
37. AAS 是表示 (C)
(A) 紫外分光光度法 (B) 红外分光光度法
(C) 原子吸收分光光度法 (D) 气相色谱法 (E) 以上方法均不对
38. 硫代乙酰胺法是指检查药物中的 (E)
(A) 铁盐检查法 (B) 砷盐检查法 (C) 氯化物检查法 (D) 硫酸盐检查法 (E) 重金属检查法
39. 药典中一般杂质的检查 不包括 (B)
(A) 氯化物 (B) 生物利用度 (C) 重金属 (D) 硫酸盐 (E) 铁盐
40. 利用药物和杂质在物理性质上的差异进行特殊杂质的检查， 不属于 此法的检查方法是 (D)

- (A) 颜色的差异 (B) 臭, 味及挥发性的差异
(C) 旋光性的差异 (D) 氧化还原性的差异 (E) 吸附或分配性质的差异
41. 利用药物和杂质在物理性质上的差异进行特殊杂质的检查, 不属于此法的检查方法是 (B)
(A) 旋光性的差异 (B) 杂质与一定试剂反应生产气体
(C) 吸附或分配性质的差异 (D) 臭、味及挥发性的差异
(E) 溶解行为的差异
42. 利用药物和杂质在化学性质上的差异进行特殊杂质的检查, 不属于此法的检查法是 (D)
(A) 氧化还原性的差异 (B) 酸碱性的差异
(C) 杂质与一定试剂生产沉淀 (D) 溶解行为的差异
(E) 杂质与一定试剂生产颜色
43. 利用药物和杂质在化学性质上的差异进行特殊杂质的检查, 不属于此法的检查法是 (E)
(A) 酸碱性的差异 (B) 氧化还原性的差异
(C) 杂质与一定试剂生产沉淀 (D) 杂质与一定试剂生产颜色
(E) 吸附或分配性质的差异
44. 下列哪一项 不属于 特殊杂质检查法 (A)
(A) 葡萄糖中氯化物的检查 (B) 肾上腺素中酮体的检查
(C) ASA 中 SA 的检查 (D) 甾体类药物的“其他甾体”的检查
(E) 异烟肼中游离肼的检查
45. 利用药物和杂质在物理性质上的差异进行特殊杂质的检查, 不属于此法的检查法是 (E)
(A) 臭、味及挥发性的差异 (B) 颜色的差异 (C) 旋光性的差异
(D) 吸附或分配性质的差异 (E) 酸碱性的差异
46. 药物的纯度是指 (B)
(A) 药物中不含杂质 (B) 药物中所含杂质及其最高限度的规定
(C) 药物对人体无害的纯度要求 (D) 药物对实验动物无害的纯度要求

二、不定项选择题

1. 用对照法进行药物的一般杂质检查时, 操作中应注意 (AB)
(A) 供试管与对照管应同步操作 (B) 称取 1g 以上供试品时, 不超过规定量的 $\pm 1\%$
(C) 仪器应配对 (D) 溶剂应是去离子水 (E) 对照品必须与待检杂质为同一物质
2. 关于药物中氯化物的检查, 正确的是 (CE)
(A) 氯化物检查在一定程度上可“指示”生产、储存是否正常
(B) 氯化物检查可反应 Ag^+ 的多少
(C) 氯化物检查是在酸性条件下进行的
(D) 供试品的取量可任意
(E) 标准 NaCl 液的取量由限量及供试品取量而定
3. 检查重金属的方法有 (BCD)
(A) 古蔡氏法 (B) 硫代乙酰胺 (C) 硫化钠法 (D) 微孔滤膜法 (E) 硫氰酸盐法
4. 关于古蔡氏法的叙述, 错误的有 (CDE)
(A) 反应生成的砷化氢遇溴化汞, 产生黄色至棕色的砷斑

- (B) 加碘化钾可使五价砷还原为三价砷
(C) 金属锌与碱作用可生成新生态的氢
(D) 加酸性氯化亚锡可防止碘还原为碘离子
(E) 在反应中氯化亚锡不会同锌发生作用
5. 关于硫代乙酰胺法 错误的 叙述是 (AE)
(A) 是检查氯化物的方法 (B) 是检查重金属的方法
(C) 反应结果是以黑色为背景 (D) 在弱酸性条件下水解, 产生硫化氢
(E) 反应时 pH 应为 7~8
6. 下列 不属于 一般杂质的是 (D)
(A) 氯化物 (B) 重金属 (C) 氰化物 (D) 2- 甲基 -5- 硝基咪唑 (E) 硫酸盐
7. 药品杂质限度的基本要求包括 (ABCDE)
(A) 不影响疗效和不发生毒性 (B) 保证药品质量 (C) 便于生产
(D) 便于储存 (E) 便于制剂生产
8. 药物的杂质来源有 (AB)
(A) 药品的生产过程中 (B) 药品的储藏过程中 (C) 药品的使用过程中
(D) 药品的运输过程中 (E) 药品的研制过程中
9. 药品的杂质会影响 (ABDE)
(A) 危害健康 (B) 影响药物的疗效 (C) 影响药物的生物利用度
(D) 影响药物的稳定性 (E) 影响药物的均一性

三、填空题

1. 药典中规定的杂质检查项目, 是指该药品在 生产 和 储藏中 可能含有并需要控制的杂质。
2. 古蔡氏检砷法的原理为金属锌与酸作用产生 新生态氢, 与药物中微量砷盐反应生成具挥发性的 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产生的砷斑比较, 判断药物中砷盐的含量。
3. 砷盐检查中若供试品中含有锑盐, 为了防止锑化氢产生锑斑的干扰, 可改用 Ag(DDC)法。
4. 氯化物检查是根据氯化物在 硝酸酸性 介质中与 硝酸银 作用, 生成 氯化银 浑浊, 与一定量标准 氯化钠 溶液在 相同 条件和操作下生成的浑浊液比较浊度大小。
5. 重金属和砷盐检查时, 常把标准铅和标准砷先配成储备液, 这是为了 减小误差。
6. 药物的一般鉴别试验包括 化学鉴别 法、光谱鉴别 法和 色谱鉴别 法。
7. 中国药典规定检查药物中重金属时以 铅 为代表。多数药物是在酸性条件下检查重金属, 其溶液的 pH 值应在 弱酸性 (pH3.5 醋酸盐缓冲液), 所用的显色剂为 硫代乙酰胺试液。
8. 药物中存在的杂质, 主要有两个来源, 一是 生产过程中 引入, 二是 储存 过程中产生。
9. 葡萄糖中的特殊杂质是 糊精。

四、名词解释

1. 一般杂质
答: 一般杂质在药物在生产和储藏中容易引入的杂质
2. 特殊杂质

答：特殊杂质在该药物在生产和储藏中可能引入的特有杂质

3. 恒重

答：恒重是指供试品连续两次干燥或灼烧后的重量差异在 0.3mg 以下的重量

4. 杂质限量

答：杂质限量是指药物所含杂质的最大允许量

5. 药物纯度

答：药物纯度即药物的纯净程度

五、是非题

- () 1. 含量测定有些要求以干燥品计算，如分子中有结晶水则以含结晶水的分子式计算。
- (×) 2. 药物检查项目中不要求检查的杂质，说明药物中不含此类杂质。
- (×) 3. 药典中规定，乙醇未标明浓度者是指 75%乙醇。
- () 4. 凡溶于碱不溶于稀酸的药物，可在碱性溶液中以硫化氢试液为显色剂检查重金属。
- (×) 5. 药物中的杂质的检查，一般要求测定其准确含量。
- () 6. 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。
- (×) 7. 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无机杂质。
- (×) 8. 药物的干燥失重测定法是属于药物的特殊杂质的检查法。
- (×) 9. 干燥失重检查法是仅仅控制药物中的水分的方法。
- () 10. 用药物和杂质的溶解行为的差异进行杂质检查，是属于特殊杂质检查法。
- () 11. 干燥失重检查法主要控制药物中的水分，也包括其他挥发性物质的如乙醇等。
- () 12. 药物的杂质检查也可称作纯度检查。
- () 13. 重金属检查法常用显色剂有硫化氢，硫代乙酰胺，硫化钠。
- (×) 14. 药物必须绝对纯净。
- (×) 15. 药典中所规定的杂质检查项目是固定不变的。
- (×) 16. 在碱性溶液中检查重金属时以硫代氢为显色剂。

六、配伍题

[1 ~ 2题]

(A) 古蔡法 (B) 硫代乙酰胺法 (C) 硫氰酸盐法 (D) 重氮化 - 偶合比色法 (E) 酸性染料比色法

1、铁盐检查法 (C)

2、重金属检查法 (B)

[3 ~ 4题]

(A) 溶解行为的差异 (B) 对光吸收性的差异 (C) 旋光性的差异

(D) 臭、味及挥发性的差异 (E) 吸附或分配性质的差异

3、肾上腺素中肾上腺酮的检查 (B)

4、葡萄糖中糊精的检查 (A)

[5 ~ 6题]

(A) 酸性染料比色法 (B) 重氮化 - 偶合比色法 (C) 硫氰酸盐法 (D) 古蔡法 (E) 硫代乙酰胺法

5、重金属检查法 (E)

6、砷盐检查法 (D)

[7 ~ 8题]

(A) 在 Na₂CO₃试液中与硝酸银作用 (B) 在盐酸酸性液中与硫氰酸铵作用

(C) 在 pH4~ 6 溶液中与 Fe³⁺作用 (D) 在盐酸酸性液中与氯化钡作用

(E) 在硝酸酸性试液中与硝酸银作用

7、硫酸盐检查法 (D)

8、铁盐检查法 (B)

[9 ~ 10题]

(A) 在硝酸酸性试液中与硝酸银作用 (B) 在盐酸酸性试液中与氯化钡作用

(C) 在盐酸酸性试液中与硫氰酸铵作用 (D) 在 pH3.5 醋酸缓冲液中与 H₂S作用

(E) 在 Na₂CO₃试液中与硝酸银作用

9、氯化物检查法 (A)

10、重金属检查法 (D)

[11 ~ 12题]

(A) 在 pH3.5 醋酸缓冲液中与 H₂S作用 (B) 在 Na₂CO₃试液中与硝酸银作用

(C) 在盐酸酸性试液中与硫氰酸铵作用 (D) 在 pH4~ 6 溶液中与 Fe³⁺作用

(E) 在硝酸酸性试液中与硝酸银作用

11、重金属检查法 (A)

12、铁盐检查法 (C)

[13 ~ 14题]

(A) 古蔡法 (B) 白田道夫法 (C) 两者都是 (D) 两者都不是

13、若供试品为硫代物，亚硝酸盐，检查砷盐时采用 (C)

14、含锑药物中检查砷盐的时采用 (B)

七、计算题

1. 取葡萄糖 4.0g，加水 30ml 溶解后，加醋酸盐缓冲溶液 (pH3.5)2.6ml，依法检查重金属 (中国药典)，含重金属不得超过百万分之五，问应取标准铅溶液多少 ml? (每 1ml 相当于 Pb10μ g/ml)

解：L=CV/S V=LS/C= $5 \times 10^{-6} \times 4.0/10 \times 10^{-6}$ =2ml

2. 检查某药物中的砷盐，取标准砷溶液 2ml(每 1ml 相当于 1 μ g 的 As) 制备标准砷斑，砷盐的限量为 0.0001 %，应取供试品的量为多少?

解：S=CV/L= $2 \times 1 \times 10^{-6}/0.00001 \%$ =2g

3. 依法检查枸橼酸中的砷盐，规定含砷量不得超过 1ppm，问应取检品多少克? (标准砷溶液每 1ml 相当于 1 μ g 砷)

解：S= CV/ L= $2 \times 1 \times 10^{-6}/1\text{ppm}$ =2.0g

4. 配制每 1ml 中 10 μ g Cl 的标准溶液 500ml，应取纯氯化钠多少克? (已知 Cl : 35.45 Na : 23)

解： $500 \times 10 \times 10^{-3} \times 58.45/35.45$ =8.24mg

5. 磷酸可待因中检查吗啡：取本品 0.1g，加盐酸溶液 (9 10000) 使溶解成 5ml，加 NaNO₂试液 2ml，放置 15min，加氨试液 3ml，所显颜色与吗啡溶液 [吗啡 2.0mg 加 HCl 溶液 (9 10000) 使溶解成 100ml] 5ml，用同一方法制成的对照溶液比较，不得更深。问其限量为多少?

解：

$$L = \frac{C \times V}{S} = \frac{\frac{2.0\text{mg}}{100\text{ml}} \times 5.0\text{ml}}{0.1\text{g} \times 1000} \times 100\% = 0.1\%$$

八、简答题

1. 用薄层色谱法检查药物中的杂质，可采用高低浓度对比法检查，何为高低浓度对比法？

答：当杂质的结构不能确定，或无杂质的对照品时，可采用此法。

方法：将供试品溶液限量要求稀释至一定浓度做对照液，与供试品的溶液分别点加了同一

薄层板上、展开、定位、观察。杂质斑点不得超过 2~3 个，其颜色不得比主斑点深。

2. 药物重金属检查法中，重金属以什么代表？有哪几种显色剂？检查的方法共有哪几种？

答：(1) 在药品生产中遇到铅的机会较多，铅在体内易积蓄中毒，检查时以铅为代表。

(2) 有 H₂S、硫代乙酰胺、硫化钠

(3) 中国药典 (2005 版) 重金属检查法一共载有四法。

第一法 硫代乙酰胺法

第二法 将样品炽灼破坏后检查的方法。

第三法 难溶于酸而能溶于碱性水溶液的药物，用 Na₂S 作为显色剂

第四法 微孔滤膜法

3. 简述中国药典对药物中氯化物检查法的原理，方法及限量计算公式？

答：(1) 原理 $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \xrightarrow{\text{稀 HNO}_3} \text{AgCl} \downarrow$ (白色浑浊)

(2) 方法：利用氯化物在硝酸酸性溶液中与硝酸银试液作用，生成氯化银白色浑浊液，与一定量的标准氯化钠溶液在相同的条件下的与氯化银浑浊液比较，判断供试品中氯化物是否超过限量。

(3) 计算公式 $L = \frac{C \times V}{S} \times 100\%$

4. 试述药物的杂质检查的内容 (包括杂质的来源，杂质的限量检查，什么是一般杂质和特殊杂质。)

答：(1) 杂质的来源：一是生产过程中引入。二是在储存过程中产生。

(2) 杂质的限量检查：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表示。

(3) 一般杂质及特殊杂质

一般杂质：多数药物在生产和储存过程中易引入的杂质如：氯化物、硫酸盐、铁盐、重金属、砷盐、有色金属等。

特殊杂质：是指在该药物的生产和储存过程中可能引入的特殊杂质。如阿司匹林中的游离水杨酸、肾上腺素中的酮体等。

5. 肾上腺素中的特殊杂质是什么？药典采用什么方法对其进行检查？

答：(1) 特殊杂质为酮体。

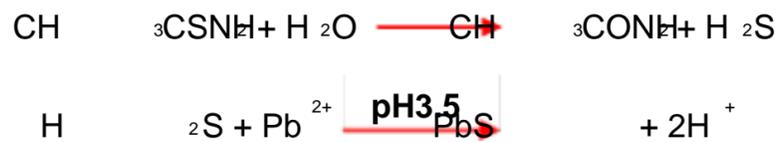
(2) 是采用紫外分光光度法对其进行检查的。

肾上腺酮在 310nm 处有最大吸收。

肾上腺素在 310nm 处无吸收来控制其限量。

6. 简述硫代乙酰胺法检查重金属的原理和方法？

答：(1) 原理 硫代乙酰胺在弱酸性条件下 (pH3.5 醋酸盐缓冲液) 水解，产生硫化氢，与微量重金属生成黄色到棕色的硫化物混悬液。



(2) 方法 取各药品项下规定量的供试品，加醋酸盐缓冲液 (pH3.5) 2ml 与水适量使成 25ml，加硫代乙酰胺试液 2ml，放置，与标准铅溶液一定量同法制成的对照液比较，判断供试品中重金属是否超过限量。

7. 请举例说明信号杂质及此杂质的存在对药物有什么影响？

答：药物中存在的 Cl^- ， SO_4^{2-} (氯化物、硫酸盐) 等为信号杂质。信号杂质本身一般无害，但其含量的多少可以反映出药物的纯度水平。含量多表明药物的纯度差。

第四章 药物定量分析与分析方法验证

一、选择题

- 氧瓶燃烧法测定盐酸胺碘酮含量，其吸收液应选 (B)
(A) H_2O +水的混合液 (B) NaOH +水的混合液 (C) NaOH + H_2O 混合液
(D) NaOH + HCl 混合液 (E) 水
- 用氧瓶燃烧法破坏有机药物，燃烧瓶的塞底部熔封的是 (D)
(A) 铁丝 (B) 铜丝 (C) 银丝 (D) 铂丝 (E) 以上均不对
- 测定血样时，首先应去除蛋白质，其中不正确的是去除蛋白质的方法是 (B)
(A) 加入与水相互溶的有机溶剂 (B) 加入与水不相互溶的有机溶剂
(C) 加入中性盐 (D) 加入强酸 (E) 加入含锌盐及铜盐的沉淀剂
- 氧瓶燃烧法破坏有机含溴 / 碘化物时，吸收液中加入 (A) 可将 Br_2 或 I_2 还原成离子。
(A) 硫酸肼 (B) 过氧化氢 (C) 硫代硫酸钠 (D) 硫酸氢钠
- 准确度表示测量值与真值的差异，常用 (B) 反映。
(A) RSD (B) 回收率 (C) 标准对照液 (D) 空白实验
- 常用的蛋白沉淀剂为 (A)
(A) 三氯醋酸 (B) -萘酚 (C) HCl (D) HClO_4

二、填空题

1. 破坏有机药物进行成分分析，可采用 干法、温法和 氧瓶燃烧法。

三、是非题

- () 1. 准确度通常也可采用回收率来表示。
- () 2. 在测定血样中的药物时，首先应去除蛋白，去除蛋白的方法之一是加入与水相混溶的有机溶剂。
- () 3. 提取生物样品，pH的影响在溶剂提取中较重要，生物样品一般在碱性条件下提取。
- (×) 4. 用氧瓶燃烧法测定盐酸胺碘酮含量吸收液应选水

四、简答题

1. 在测定血样时，首先应去除蛋白质，去除蛋白有哪几种方法？

- 答：(1) 加入与水相混溶的有机溶剂；
(2) 加入中性盐；
(3) 加入强酸；
(4) 加入含锌盐及铜盐的沉淀剂；
(5) 酶解法。

2. 在测定血样时，首先应去除蛋白质，加入水相混溶的有机溶剂可以将蛋白去除，此法的机理是什么？

答：加入与水相混溶的有机溶剂，可使蛋白质的分子内及分子间的氢键发生变化而使蛋白质凝聚，使与蛋白质结合的药物释放出来。

3. 常用的分析方法效能评价指标有哪几项？

答：精密度、准确度、检测限、定量限、选择性、线性与范围、重现性、耐用性等。

4. 简述氧瓶燃烧法测定药物的实验过程？

- 答：(1) 仪器装置：燃烧瓶为 500ml、1000ml、2000ml 的磨口、硬质玻璃锥形瓶、瓶塞底部溶封铂丝一根。
(2) 称样：称取样品、置无灰滤纸中心，按要求折叠后，固定于铂丝下端的螺旋处，使尾部漏出。
(3) 燃烧分解：在燃烧瓶内加入规定吸收液、小心通入氧气约 1 分钟，点燃滤纸尾部、迅速吸收液中、放置。
(4) 吸收液的选择：使燃烧分解的待测吸收使转变成便于测定的价态。

5. 简述色谱系统适用性试验？

答：系统适用性试验

$$\text{色谱柱的理论塔板数 } n = 5.54 \times (t_R / W_{1/2})^2$$

$$\text{分离度 } R = \frac{2(t_{R1} - t_{R2})}{W_1 + W_2} \quad R > 1.5$$

重复性 对照液，连续进样 5 次，RSD 2.0 %

$$\text{拖尾因子 } T = \frac{W_{0.05h}}{2d_1}$$

d_1 为极大峰至峰前沿之间的距离。 T 应在 0.95 ~ 1.05 之间。

五、配伍题

1. 请将下列氧瓶燃烧法时采用的吸收液与相应的药物配对。

- | | | |
|--------|---|---------|
| 1、胺碘酮 | (A)H ₂ O(30 %)-NaOH(0.05mol/L)[1 | 40]20ml |
| 2、氟烷 | (B)20 % H ₂ O 液 | 20ml |
| 3、氯氮卓 | (C) 水 | 20ml |
| 4、磺溴酞钠 | (D)NaOH(1mol/L)+ 水 10ml+硫酸肼饱和液 | 0.3ml |
| 5、硫喷妥 | (E)NaOH(1mol/L)20ml | |

答：1、(D) 2、(C) 3、(E) 4、(B) 5、(A)

第五章 巴比妥类药物的鉴别

一、选择题

- 在碱性条件下加热水解产生氨气使红色石蕊试纸变蓝的药物是 (E)
(A) 乙酰水杨酸 (B) 异烟肼 (C) 对乙酰氨基酚
(D) 盐酸氯丙嗪 (E) 巴比妥类
- 巴比妥类药物在非水介质中酸性增强，若用非水法测定含量，常用的指示剂为 (E)
(A) 酚酞 (B) 甲基橙 (C) 结晶紫 (D) 甲基红 - 溴甲酚绿 (E) 以上都不对
- 药典规定用银量法测定巴比妥类药物的含量，所采用的指示终点的方法为 (D)
(A) 永停滴定法 (B) 内指示剂法 (C) 外指示剂法
(D) 电位滴定法 (E) 观察形成不溶性的二银盐
- 在碱性条件下与 AgNO_3 反应生成不溶性二银盐的药物是 (D)
(A) 咖啡因 (B) 尼可杀米 (C) 安定 (D) 巴比妥类 (E) 维生素 E
- 非水液中滴定巴比妥类药物，其目的是 (A)
(A) 巴比妥类的 K_a 值增大，酸性增强 (B) 增加巴比妥类的溶解度
(C) 使巴比妥类的 K_a 值减少 (D) 除去干扰物的影响
(E) 防止沉淀生成
- 药典规定用银量法测定巴比妥类药物的含量，所采用的指示终点的方法为 (E)
(A) 永停滴定法 (B) 加淀粉 - KI 指示剂法 (C) 外指示剂法
(D) 加结晶紫指示终点法 (E) 以上都不对
- 巴比妥类药物的酸碱滴定法的介质为 (C)
(A) 水-乙醚 (B) 水-乙腈 (C) 水-乙醇
(D) 水-丙酮 (E) 水-甲醇
- 司可巴比妥与碘试液发生反应，使碘试液颜色消失的原因是 (B)
(A) 由于结构中含有酰亚胺基 (B) 由于结构中含有不饱和取代基
(C) 由于结构中含有饱和取代基 (D) 由于结构中含有酚羟基
(E) 由于结构中含有芳伯氨基
- 在胶束水溶液中滴定巴比妥类药物，其目的是 (E)
(A) 增加巴比妥类的溶解度 (B) 使巴比妥类的 K_a 值减小
(C) 除去干扰物的影响 (D) 防止沉淀生成 (E) 以上都不对
- 巴比妥类药物与银盐反应是由于结构中含有 (C)
(A) 4 -3- 酮基 (B) 芳香伯氨基 (C) 酰亚氨基 (D) 酰肼基 (E) 酚羟基
- 与碘试液反应发生加成反应，使碘试液颜色消失的巴比妥类药物是 (B)
(A) 苯巴比妥 (B) 司可巴比妥 (C) 巴比妥
(D) 戊巴比妥 (E) 硫喷妥钠
- 巴比妥类药物与 AgNO_3 作用下生成二银盐沉淀的反应，是由于基本结构中含有 (D)
(A) R 取代基 (B) 酰肼基 (C) 芳香伯氨基

- (D) 酰亚氨基 (E) 以上都不对
13. 巴比妥类药物用非水溶液滴定法时常用的有机溶剂为二甲基酰胺，滴定剂为甲醇钠的甲醇液，常用的指示剂为 (C)
- (A) 甲基橙 (B) 酚酞 (C) 麝香草酚兰 (D) 酚红 (E) 以上都不对
14. 巴比妥类药物在非水介质中酸性增强，若用非水法测定含量，常用的指示剂为 (C)
- (A) 酚酞 (B) 甲基橙 (C) 麝香草酚兰 (D) 结晶紫 (E) 甲基红 - 溴甲酚绿
15. 根据巴比妥类药物的结构特点可采用以下方法对其进行定量分析，其中 不对的方法 (E)
- (A) 银量法 (B) 溴量法 (C) 紫外分光光度法 (D) 酸碱滴定法 (E) 三氯化铁比色法

二、不定项选择题

1. 硫喷妥钠与铜盐的鉴别反应生产物为 (C)。
- (A) 紫色 (B) 蓝色 (C) 绿色 (D) 黄色 (E) 紫堇色
2. 巴比妥类药物的鉴别方法有 (CD)。
- (A) 与钡盐反应生产白色化合物 (B) 与镁盐反应生产白色化合物
- (C) 与银盐反应生产白色化合物 (D) 与铜盐反应生产白色化合物
- (E) 与氢氧化钠溶液反应生产白色产物
3. 巴比妥类药物具有的特性为 (BCDE)。
- (A) 弱碱性 (B) 弱酸性 (C) 易与重金属离子络和
- (D) 易水解 (E) 具有紫外吸收特征
4. 下列哪种方法可以用来鉴别司可巴比妥？ (A)
- (A) 与溴试液反应，溴试液退色
- (B) 与亚硝酸钠 - 硫酸反应，生成桔黄色产物
- (C) 与铜盐反应，生成绿色沉淀
- (D) 与三氯化铁反应，生成紫色化合物
5. 下列哪种方法能用于巴比妥类药物的含量测定？ (ABC)
- (A) 非水滴定法 (B) 溴量法 (C) 两者均可 (D) 两者均不可

三、填空题

1. 巴比妥类药物的母核为 环状丙二酰脲 结构。巴比妥类药物常为 白色 结晶或结晶性粉末，环状结构 与碱 共沸时，可发生水解开环，并产生 氨气，可使红色石蕊试纸变 蓝。巴比妥类药物本身 微 溶于水，易 溶于乙醇等有机溶剂，其钠盐 易 溶于水，而 难 溶于有机溶剂。
2. 巴比妥类药物的环状结构中含有 环状丙二酰脲，易发生 互变异构，在水溶液中发生 二 级电离，因此本类药物的水溶液显 弱酸性。
3. 硫喷妥钠在氢氧化钠溶液中与铅离子反应，生成 白色沉淀，加热后，沉淀转变成为 黑色 PbS。
4. 苯巴比妥的酸度检查主要是控制副产物 苯基丙二酰脲。酸度检查主要是控制 酸性杂质 的量。
5. 巴比妥类药物的含量测定方法有 银量法、溴量法、紫外分光光度法、酸碱滴定法、提取重量法、HPLC法及电泳法等。
6. 巴比妥类药物的基本结构可分为两部分：一部分为 环状丙二酰脲 结构。另一部分为 取代基

部分。

四、是非题

- () 1 . 巴比妥类药物与重金属离子的反应是由于结构中含有丙二酰脲基团。
(×) 2 . 巴比妥类药物在酸性条件下发生一级电离而有紫外吸收。
() 3 . 用差示紫外分光光度法测定巴比妥类药物，其目的是消除杂质吸收的干扰。
(×) 4 . 药物的酸碱度检查法采用蒸馏水为溶剂。

五、配伍题

[1 ~ 2题]

- (A) 在弱酸性条件下与 Fe^{3+} 反应生成紫堇色配合物 (B) 与碘化铋钾生成沉淀
(C) 与氨制 AgNO_3 生成银镜反应 (D) 与 AgNO_3 生成二银盐的白色沉淀
(E) 在酸性条件下与亚硝酸钠生成重氮盐
- 1 . 水杨酸的鉴别 (A)
2 . 巴比妥类的鉴别 (D)

[3 ~ 4题]

- (A) 经有机破坏后显硫的特殊反应 (B) 与高锰酸钾在碱性条件下反应使之褪色
(C) 与硝酸钾共热生成黄色硝基化合物 (D) 与铜盐的吡啶溶液作用生成紫色
(E) 与钴盐反应生成紫堇色的配位化合物
- 3 . 司可巴比妥的特殊反应 (B)
4 . 硫喷妥钠的特殊反应 (A)

[5 ~ 6题]

- (A) 在碱性条件下生成白色难溶性二银盐沉淀
(B) 在碱性条件下将高锰酸钾还原
(C) 在 HCl 酸性条件下生成重氮盐
(D) 在适宜的 pH 条件下与 FeCl_3 直接呈色，生成铁的配合物
(E) 在碱性条件下水解后用标准酸滴定
- 5 . 司可巴比妥的反应 (B)
6 . 水杨酸的反应 (D)

[7 ~ 10题]

- (A) 紫色堇络合物 (B) 绿色络合物
(C) 白色沉淀，难溶性于氨液中 (D) 白色沉淀，可溶性于氨液中
- 7 . 巴比妥在碱性条件下与钴盐反应，现象是 (A)
8 . 硫喷妥钠在碱性条件下与铜盐反应，现象是 (B)
9 . 苯巴比妥在碱性条件下与银盐反应，现象是 (C)
10 . 巴比妥在碱性条件下与汞盐反应，现象是 (D)

六、问答题

1 . 请简述银量法用于巴比妥类药物含量测定的原理？

答：巴比妥类药物在碱溶液可与银盐生成沉淀。

2. 如何鉴别含有芳环取代基的巴比妥药物？

答：甲醛 - 硫酸反应生成玫瑰红色产物。

3. 如何用化学方法鉴别巴比妥，苯巴比妥，司可巴比妥，异戊巴比妥和含硫巴比妥？

答：CuSO₄, 甲醛 - 硫酸, Br₂, Pb

4. 简述巴比妥类药物的性质，哪些性质可用于鉴别？

答：性质：巴比妥类药物具有环状丙二酰脲结构，由于 R₁、R₂ 取代基不同，则形成不同的巴比妥类的各种具体的结构。

鉴别反应：(1) 弱酸性与强碱成盐。

(2) 与强碱共沸水解产生氨气使石蕊试纸变蓝。

(3) 与钴盐形成紫色络合物，与铜盐形成绿色络合物。

(4) 利用取代基或硫元素的反应。

(5) 利用共轭不饱和双键的紫外特征吸收光谱等。

5. 巴比妥类药物的酸碱滴定为何在水—乙醇混合溶剂中进行滴定？

答：基于巴比妥类药物的弱酸性，可作为一元酸直接以标准碱溶液滴定。由于在水溶液中溶解度较小，生成的弱酸盐易于水解影响滴定终点，因此多在纯溶液或含水的醇溶液中含水的醇溶液进行。

6. 简述巴比妥类药物的紫外吸收光谱特征？

答：巴比妥类药物的紫外吸收光谱特征和其电离的程度有关。

在酸性溶液中，5,5- 二取代和 1,5,5- 三取代巴比妥类药物因不电离，几乎无明显的紫外吸收。

在碱性溶液中，因电离为具有共轭体系的结构，故产生明显的紫外吸收。其吸收光谱随电离的级数不同而变化。如：

在 pH=2 的溶液中因不电离无吸收；

在 pH=10 的溶液中发生一级电离有明显的紫外吸收；

在 pH=13 的强碱性溶液中发生二级电离有明显的紫外吸收。

7. 怎样用显微结晶法区别巴比妥与苯巴比妥？

答：取一滴温热的 1% 巴比妥类药物的酸性水溶液，放置在载玻片上，即刻析出固定形状的结晶，

可在显微镜下观察。

区别：巴比妥为长方形结晶；

苯巴比妥为花瓣状结晶。

8. 为何在胶束溶液中对巴比妥类药物进行滴定？

答：由于胶束介质能改变巴比妥类药物的离解平衡，使 pK_a 值增大，也就使巴比妥类药物酸性增强，终点变化明显。

9. 简述巴比妥类药物的基本结构可分为几部分？

答：一部分：巴比妥酸的环状结构，可决定巴比妥类的特性。

另一部分：取代基部分，即 R₁ 和 R₂，R₁ 和 R₂ 不同，则形成不同的巴比妥类药物。

10. 试述用银量法测定巴比妥类药物含量的方法？

答：原理：巴比妥类 + AgNO₃ + Na₂CO₃ → 巴比妥类—银盐 + NaHCO₃ + NaNO₃
巴比妥类—银盐 + AgNO₃ → 巴比妥类二银盐 + NaNO₃

方法：取本品适量精密称定，加甲醇使溶解，再加新鲜配制的无水碳酸钠溶液，照电位滴定法，用 $\text{AgNO}_3(0.1\text{mol/l})$ 滴定液滴定，即得。

七、计算题

1. 取苯巴比妥对照品用适量溶剂配成 $10\ \mu\text{g/ml}$ 的对照液。另取 50mg 苯巴比妥钠供试品溶于水，加酸，用氯仿提取蒸干后，残渣用适当溶剂配成 250ml 提取液，取此提取液 5.00ml ，用 $\text{pH}=9.6$ 的硼酸盐缓冲液稀释至 100ml ，作为供试液。在 240nm 波长处测定吸收度，对照液为 0.431 ，供试液为 0.392 ，计算苯巴比妥钠的百分含量？（注：苯巴比妥钠的相对分子质量为 254.22 ，苯巴比妥的相对分子质量为 232.24 。两者之比为 1.095 ）

解：计算公式如下：（可参考教材 P.124 ~ 125 的例子）

$$\frac{[(10 \times \frac{254.22}{232.24} \times \frac{0.392}{0.431}) \times (100/5) \times 250]/1000}{50} \times 100\% = 99.6\%$$

2. 取苯巴比妥 0.4045g ，加入新制的碳酸钠试液 16ml 使溶解，加丙酮 12ml 与水 90ml ，用硝酸银滴定液 (0.1025mol/L) 滴定至终点，消耗硝酸银滴定液 16.88ml ，求苯巴比妥的百分含量（每 1ml 0.1mol/L 硝酸银相当于 23.22mg 的 $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$ ）

解：计算公式如下

$$\frac{23.22 \times (0.1025/0.1) \times 16.88/1000}{0.4045} \times 100\% = 99.32\%$$

第六章 芳酸及其酯类药物的分析

一、选择题

- 亚硝酸钠滴定法中，加入 KBr 的作用是：（ B ）
 (A) 添加 Br^- (B) 生成 $\text{NO}^+ \cdot \text{Br}^-$
 (C) 生成 HBr (D) 生产 Br^2 (E) 抑制反应进行
- 双相滴定法可适用的药物为：（ E ）
 (A) 阿司匹林 (B) 对乙酰氨基酚
 (C) 水杨酸 (D) 苯甲酸 (E) 苯甲酸钠
- 两步滴定法测定阿司匹林片的含量时，每 1ml 氢氧化钠溶液 (0.1mol/L) 相当于阿司匹林（分子量 = 180.16 ）的量是：（ A ）
 (A) 18.02mg (B) 180.2mg (C) 90.08mg (D) 45.04mg (E) 450.0mg
- 下列哪种芳酸或芳胺类药物，不能用三氯化铁反应鉴别。（ C ）
 (A) 水杨酸 (B) 苯甲酸钠 (C) 布洛芬
 (D) 丙磺舒 (E) 贝诺酯
- 乙酰水杨酸用中和法测定时，用中性乙醇溶解供试品的目的是为了（ A ）。
 (A) 防止供试品在水溶液中滴定时水解 (B) 防腐消毒

- (C) 使供试品易于溶解 (D) 控制 pH 值 (E) 减小溶解度
6. 用柱分配色谱 - 紫外分光光度法测定阿司匹林胶囊的含量是 (B)。
- (A) 中国药典采用的方法 (B) USP(29) 采用的方法
(C) BP 采用的方法 (D) JP(13) 采用的方法 (E) 以上都不对
7. 对氨基水杨酸钠中的特殊杂质间氨基酚的检查是采用 (D)。
- (A) 紫外分光光度法 (B) TLC 法 (C) GC 法
(D) 双相滴定法 (E) 非水滴定法
8. 阿司匹林制剂的含量测定方法除了两步滴定法和 HPLC法之外, USP(23)测定阿司匹林胶囊的含量是采用 (A)。
- (A) 柱分配色谱 - 紫外分光光度法 (B) GC 法
(C) IR 法 (D) TLC 法 (E) 以上均不对
9. 阿司匹林中特殊杂质检查包括溶液的澄清度和水杨酸的检查。其中溶液的澄清度检查是利用 (A)。
- (A) 药物与杂质溶解行为的差异 (B) 药物与杂质旋光性的差异
(C) 药物与杂质颜色的差异 (D) 药物与杂质嗅味及挥发性的差异
(E) 药物与杂质对光吸收性质的差异
10. 药物结构中 与 FeCl_3 发生反应的活性基团是 (B)
- (A) 甲酮基 (B) 酚羟基 (C) 芳伯氨基 (D) 乙酰基 (E) 稀醇基
11. 在碱性条件下 与 AgNO_3 反应生成不溶性二银盐的药物是 (E)
- (A) 尼可刹米 (B) 安定 (C) 利眠宁 (D) 乙酰水杨酸 (E) 以上都不对
12. 阿司匹林用中性醇溶解后用 NaOH 滴定, 用中性醇的目的是在于 (A)。
- (A) 防止滴定时阿司匹林水解 (B) 使溶液的 PH 值等于 7 (C) 使反应速度加快
(D) 防止在滴定时吸收 CO_2 (E) 防止被氧化
13. 药物结构中 与 FeCl_3 发生显色反应的活性基团是 (E)。
- (A) 甲酮基 (B) 芳伯氨基 (C) 乙酰基 (D) 稀醇基 (E) 以上都不对
14. 检查阿司匹林中的水杨酸杂质可用 (E)。
- (A) 与变色酸共热呈色 (B) 与 HNO_3 显色 (C) 与硅钨酸形成白色沉淀
(D) 重氮化偶合反应 (E) 以上都不对
15. 苯甲酸与三氯化铁反应生成的产物是 (B)。
- (A) 紫堇色配位化合物 (B) 赭色沉淀 (C) 红色配位化合物
(D) 白色沉淀 (E) 红色沉淀
16. 下列哪种反应用于检查阿司匹林中的水杨酸杂质 (C)。
- (A) 重氮化偶合反应 (B) 与变色酸共热呈色 (C) 与三价铁显色
(D) 与 HNO_3 显色 (E) 与硅钨酸形成白色沉淀
17. 经 HPLC法考察酚磺乙胺纯度, 其特殊杂质为 (A)
- (A) 氢醌 (B) 苯醌 (C) 二乙胺 (D) 硫酸根离子 (E) 二氧化碳
18. 经 HPLC法考察酚磺乙胺纯度, 其特殊杂质为 (E)
- (A) 苯醌 (B) 二乙胺 (C) 二氧化碳 (D) 硫酸根离子 (E) 以上都不对
19. 酚磺乙胺放出二乙胺气的条件是 (A)
- (A) 在 NaOH 条件下加热 (B) 只加入 NaOH 不加热

- (C) 加 H_2SO_4 试液 (D) 加 Na_2CO_3 试液 (E) 以上均不对
20. 下列哪个药物不能用重氮化反应 (D)
(A) 盐酸普鲁卡因 (B) 对乙酰氨基酚
(C) 对氨基苯甲酸 (D) 乙酰水杨酸 (E) 对氨基水杨酸钠
21. 不能用非水滴定法测定的药物有 (E)
(A) 硫酸奎宁 (B) 盐酸氯丙嗪
(C) 维生素 B₁ (D) 利眠宁 (E) 乙酰水杨酸
22. 下列哪些药物具有重氮化反应 (B)
(A) 乙酰水杨酸 (B) 对氨基水杨酸钠
(C) 苯甲酸 (D) 利尿酸
23. 下列方法不能用于测定乙酰水杨酸法的是 (D)
(A) 双相滴定法 (B) 碱水解后剩余滴定法
(C) 两步滴定法 (D) 标准碱液直接滴定法

二、填空题

1. 芳酸类药物的酸性强度与 苯环上取代基的性质及取代位置 有关。芳酸分子中苯环上如具有 羧基、羟基、硝基、卤素原子 等电负性大的取代基, 由于 这些取代基的吸电子效应 能使苯环电子云密度降低, 进而引起羧基中羟基氧原子上的电子云密度降低和使氧-氢键极性增加, 使质子较易解离, 故酸性 增强。
2. 具有 水杨酸结构 的芳酸类药物在中性或弱酸性条件下, 与 三氯化铁 反应, 生成 紫 色配位化合物。反应适宜的 pH 为 4 ~ 6, 在强酸性溶液中配位化合物分解。 (见教材 P.133)
3. 阿司匹林的杂质检查主要包括 溶液的澄清晰度、水杨酸 以及 易炭化物 检查。
(见教材 P.138 ~ 139)
4. 对氨基水杨酸钠在潮湿的空气中, 露置日光或遇热受潮时, 易发生 脱羧反应, 可生成 间氨基酚, 并可被进一步氧化成 二苯醌型化合物, 色渐变深, 其氨基容易被羟基取代而生成 3,5,3',5'-四羟基联苯醌, 呈明显的 红棕 色。中国药典采用 双相滴定 法进行检查。
(见教材 P.138 ~ 139)
5. 阿司匹林的含量测定方法主要有 酸碱滴定法、紫外分光光度法、高效液相色谱法。
6. 阿司匹林 (ASA) 易水解产生 水杨酸 (SA)。
7. 两步滴定法用于阿司匹林片剂的含量测定, 第一步为 中和, 第二步 水解与滴定。

三、是非题

- (×) 1. 水杨酸, 乙酰水杨酸均易溶于水。所以以水作为滴定介质。
- () 2. 水杨酸类药物均可以与三氯化铁在适当的条件下产生有色的铁配位化合物。
- (×) 3. 乙酰水杨酸中仅含有一种特殊杂质水杨酸。
- () 4. 酚磺乙胺与氢氧化钠试液加热后, 放出二乙胺臭气, 可使湿润的红色石蕊试纸变蓝色。
- () 5. 乙酰水杨酸中水杨酸的检查采用 FeCl_3 比色法。
- () 6. 水杨酸酸性比苯甲酸强, 是因为水杨酸分子中羟基与羧基形成分子内氢键。

四、配伍题

[1 ~ 2题]

- (A) 对乙酰氨基酚 (B) 乙酰水杨酸 (C) 生物碱类 (D) 巴比妥类 (E) 异烟肼
1. 水解后在酸性条件下与亚硝酸钠生成重氮盐 (A)
2. 在酸性条件下用溴酸钾滴定 (E)

[3 ~ 4题]

- (A) 异烟肼 (B) 乙酰水杨酸 (C) 生物碱类 (D) 巴比妥类 (E) 水杨酸
3. 加热水解后, 与三氯化铁试液反应 (B)
4. 本品水溶液, 与三氯化铁试液直接反应 (E)

五、简答题

1. 请说明阿司匹林片剂采用两步滴定法的原因及解释何为两步滴定法?

答: (1) 因为片剂中除加入少量酒石酸或枸橼酸稳定剂外, 制剂工艺过程中又可能有水解产物(水杨酸、醋酸)产生, 因此不能采用直接滴定法, 而采用先中和共存酸, 再在碱性条件下水解后测定。

(2) 中和: 取片粉、加入中性醇溶液后, 以酚酞为指示剂, 滴加氢氧化钠滴定液, 至溶液显紫色, 此时中和了存在的游离酸, 阿司匹林成了钠盐。

水解与测定: 在中和后的供试品溶液中, 加入定量过量的氢氧化钠滴定液, 置水浴上加热使酯结构水解、放冷, 再用硫酸盐滴定液滴定剩余的碱。

2. 阿司匹林中的主要特殊杂质是什么? 检查此杂质的原理是什么?

答: (1) 阿司匹林中的特殊杂质为水杨酸。

(2) 检查的原理是利用阿司匹林结构中无酚羟基, 不能与 Fe^{3+} 作用, 而水杨酸则可与 Fe^{3+} 作用成紫堇色, 与一定量水杨酸对照液生成的色泽比较, 控制游离水杨酸的含量。

3. 对氨基水杨酸钠中的特殊杂质是什么? 简述检查此杂质的原理?

答: (1) 特殊杂质为间氨基酚。

(2) 原理: 双向滴定法 中国药典 (2005) 利用对氨基水杨酸钠不溶于乙醚, 而间氨基酚易溶于乙醚的特性, 使二者分离, 在乙醚中加入适量水, 用盐酸滴定法滴定, 以消耗一定量盐酸液来控制限量。

4. 酚磺乙胺的特殊杂质是什么? 中国药典 (2005 版) 用什么方法检查其杂质?

答: (1) 酚磺乙胺中的特殊杂质是氢醌。

(2) 中国药典用 HPLC法来检查此杂质。

5. 简述为何水杨酸的酸性大于苯甲酸的酸性? (根据其结构特点简述)

答: 水杨酸结构中的羟基位于苯甲酸的邻位, 不仅对羧基有邻位效应, 还由于羟基中的氢能与羧基中的碳氧双键的氧形成分子内氢键, 更增加了羧基中氢氧键的极性, 使酸性增强。因此水杨酸的酸性 ($\text{p}K_{\text{a}}2.95$) 比苯甲酸 ($\text{p}K_{\text{a}}4.26$) 强的多。

6. 简述用双相测定法测定苯甲酸钠含量的基本原理和方法?

答: (1) 原理: 因苯甲酸钠易溶于水, 而苯甲酸不溶于水而溶于有机溶剂, 利用此性质, 在水相中加入与水不相混溶的有机溶剂置分液漏斗中进行滴定。

(2) 方法: 取本品精密称定, 置分液漏斗中, 加水、乙醚及甲基橙指示液, 用盐酸滴定液滴

定，随滴随振摇，至水层显橙红色。分取水层、乙醚层用水洗涤，洗液并入锥形瓶中继续用 HCl 滴定液滴定至水层显持续的橙红色，即达终点。

7. 芳酸及其酯类药物包括哪几类药物？并举例说明几个典型的药物

答：(1) 有三类药物。

(2) 第一类有水杨酸类药物、典型的药物有：水杨酸、阿司匹林、对氨基水杨酸等。

第二类有苯甲酸类药物，典型的药物有苯甲酸等。

第三类其他芳酸类、典型的药物有酚磺乙胺。

六、计算题

1. 称取对氨基水杨酸钠 0.4132g，按药典规定加水和盐酸后，按永停滴定法用亚硝酸钠滴定液 (0.1023mol/L) 滴定到终点，消耗亚硝酸钠滴定液 22.91ml，求对氨基水杨酸钠 ($C_7H_9NNaO_2$) 的百分含量？(对氨基水杨酸钠的相对分子质量为 175.0)

解：

$$\text{含量}\% = \frac{C \times V \times M}{W \times 1000} \times 100\% = \frac{0.1023 \times 22.91 \times 175}{0.4132 \times 1000} \times 100\% = 99.3\%$$

2. 取标示量为 0.5g 阿司匹林 10 片，称出总重为 5.7680g，研细后，精密称取 0.3576g，按药典规定用两次加碱剩余碱量法测定。消耗硫酸滴定液 (0.05020mol/L, $T=18.08\text{mg/ml}$) 22.92ml，空白试验消耗该硫酸滴定液 39.84ml，求阿司匹林的含量为标示量的多少？阿司匹林的相对分子质量为 180.16。

解：

$$\text{标示量}\% = \frac{(V_0 - V) \times T \times \bar{W}}{W \times \text{标示量}} \times 100\% = \frac{(39.84 - 22.92) \times 18.08 \times 0.5768}{0.3576 \times 0.5 \times 1000} = 98.7\%$$

第七章 芳香胺类药物的分析

一、选择题

- 盐酸普鲁卡因常用鉴别反应有 (A)
(A) 重氮化 - 偶合反应 (B) 氧化反应 (C) 磺化反应 (D) 碘化反应
- 不可采用亚硝酸钠滴定法测定的药物是 (D)
(A) Ar-NH_2 (B) Ar-NO_2 (C) Ar-NHCOR (D) Ar-NHR
- 亚硝酸钠滴定法测定时，一般均加入溴化钾，其目的是 (C)
(A) 使终点变色明显 (B) 使氨基游离 (C) 增加 NO^+ 的浓度 (D) 增强药物碱性 (E) 增加离子强度
- 亚硝酸钠滴定指示终点的方法有若干，我国药典采用的方法为 (D)
(A) 电位法 (B) 外指示剂法 (C) 内指示剂法 (D) 永停滴定法 (E) 碱量法
- 关于亚硝酸钠滴定法的叙述，错误的有 (A)
(A) 对有酚羟基的药物，均可用此方法测定含量
(B) 水解后呈芳伯氨基的药物，可用此方法测定含量
(C) 芳伯氨基在碱性液中与亚硝酸钠定量反应，生成重氮盐
(D) 在强酸性介质中，可加速反应的进行

- (E) 反应终点多用永停法指示
6. 对乙酰氨基酚的化学鉴别反应, 下列哪一项是正确的 (E)
(A) 直接重氮化偶合反应 (B) 直接重氮化反应
(C) 重铬酸钾氧化反应 (D) 银镜反应 (E) 以上均不对
7. 用外指示剂法指示亚硝酸钠滴定法的终点, 所用的外指示剂为 (E)
(A) 甲基红 - 溴甲酚绿指示剂 (B) 淀粉指示剂
(C) 酚酞 (D) 甲基橙 (E) 以上都不对
8. 亚硝酸钠滴定法中将滴定尖端插入液面下约 2/3 处, 滴定被测样品。其原因是 (A)
(A) 避免亚硝酸挥发和分解 (B) 防止被测样品分解
(C) 防止重氮盐分解 (D) 防止样品吸收 CO (E) 避免样品被氧化
9. 肾上腺素中酮体的检查, 所采用的方法为 (D)
(A) HPLC 法 (B) TLC 法 (C) GC 法 (D) UV 法 (E) IR 法
10. 用外指示剂法指示亚硝酸钠滴定法的终点, 所用的外指示剂为 (E)
(A) 甲基红 - 溴甲酚绿指示剂 (B) 淀粉指示剂
(C) 酚酞 (D) 甲基橙 (E) 碘化钾—淀粉指示剂
11. 用永停滴定法指示亚硝酸钠滴定法的终点, 所用的电极系统为 (B)
(A) 甘汞 - 铂电极系统 (B) 铂 - 铂电极系统
(C) 玻璃电极 - 甘汞电极 (D) 玻璃电极 - 铂电极 (E) 银 - 氯化银电极
12. 盐酸普鲁卡因注射液易水解产生特殊杂质 (E)
(A) ASAN (B) EATC (C) ASA (D) SA (E) 以上都不对
13. 盐酸普鲁卡因注射液易水解产生特殊杂质 (A)
(A) PABA (B) ASAN (C) EATC (D) ETC (E) ASA
14. 对乙酰氨基酚由于贮存不当发生水解或酰化不定全均易引入对氨基酚。因此需控制限量, 其方法为 (C)
(A) 在酸性条件下与三氯化铁反应 (B) 在酸性条件下与亚硝酸钠反应
(C) 在碱性条件下与亚硝基铁氰化钠生成蓝色配位化合物
(D) 与铜盐反应 (E) 与氨制硝酸银反应
15. 盐酸普鲁卡因属于 (D)
(A) 酰胺类药物 (B) 杂环类药物 (C) 生物碱类药物
(D) 对氨基苯甲酸酯类药物 (E) 芳酸类药物
16. 对乙酰氨基酚的化学鉴别反应, 下列哪一项是正确的 (D)
(A) 直接重氮化 - 偶合反应 (B) 直接重氮化反应
(C) 重铬酸钾氧化反应 (D) 水解后重氮化 - 偶合反应 (E) 以上都不对
17. 亚硝酸钠滴定法用于测定具有芳伯氨基药物的含量加酸可使反应速度加快, 所用的酸为 (C)
(A) HAC (B) HClO₄ (C) HCl (D) HNO₃ (E) H₂SO₄
18. 重氮化 - 偶合反应所用的偶合试剂为 (A)
(A) 碱性 - 萘酚 (B) 酚酞 (C) 碱性酒石酸铜 (D) 三硝基酚 (E) 溴酚蓝
19. 盐酸普鲁卡因属于 (E)
(A) 酰胺类药物 (B) 杂环类药物 (C) 生物碱类药物 (D) 芳酸类药物 (E) 以上都不对

20. 肾上腺素是属于以下哪类药物 (A)
(A) 苯乙胺类 (B) 甾体激素类 (C) 氨基醚衍生物类 (D) 苯甲酸类 (E) 杂环类
21. 肾上腺素中酮体的检查, 所用的方法为 (E)
(A) TLC 法 (B) GC 法 (C) HPLC 法 (D) IR 法 (E) 以上都不对
22. 根据对乙酰氨基酚的结构特点, 不可采用的定量分析法是 (A)
(A) 非水溶液滴定法 (B) 亚硝酸钠滴定法 (C) 分光光度法 (D) 比色法 (E) 以上均不对
23. 不能采用非水滴定法的药物是 (C)
(A) 盐酸丁卡因 (B) 盐酸利多卡因 (C) 对乙酰氨基酚 (D) 生物碱 (E) 以上均不对
24. 不属于对氨基苯甲酸酯类药物的是 (E)
(A) 盐酸普鲁卡因 (B) 对氨基苯甲酸酯 (C) 盐酸普鲁卡因胺 (D) 苯佐卡因 (E) 盐酸利多卡因
25. 重氮化反应的速度受多种因素的影响, 测定中的主要条件有以下几种, 其中不正确的条件是 (E)
(A) 加入适当的溴化钾加快反应速度 (B) 加过量的盐酸加速反应
(C) 室温 (10 ~ 30) 条件下滴定 (D) 滴定管尖端插入液面下滴定
(E) 滴定管尖端不插入液面下滴定
26. 某原料药的化学结构式为 $\text{H}_2\text{N} - \text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5) \cdot \text{HCl}$ 可采用的分析方法有以下几种, 其中不正确的方法是 (E)
(A) 亚硝酸钠法 (B) 非水碱量法 (C) 紫外分光光度法 (D) HPLC 法 (E) 氧化 - 还原法
27. 可用于指示亚硝酸钠滴定的指示剂为 (D)
(A) 酚酞 (B) 甲基橙 (C) 溴甲酚绿 (D) 淀粉 - KI
28. 下列哪个药物不具有重氮化偶合反应 (A)
(A) 盐酸丁卡因 (B) 对乙酰氨基酚 (C) 盐酸普鲁卡因 (D) 对氨基水杨酸钠
29. 中国药典采用 (B) 法指示重氮反应的终点。
(A) 电位法 (B) 永停法 (C) 内指示剂法 (D) 外指示剂法
30. 下列哪些基团不能发生重氮化反应 (B)
(A) 芳伯氨基 (B) 芳烃胺基 (C) 芳酰胺基 (D) 取代硝基苯
31. 提取容量法测定有机胺类药物采用碱化试剂 (A)
(A) 氨水 (B) NaOH (C) Na₂CO₃ (D) NaHCO₃

二、填空题

1. 芳胺类药物根据基本结构不同, 可分为 对氨基苯甲酸酯类 和 酰胺类。
2. 对氨基苯甲酸酯类药物因分子结构中有 芳伯氨基 结构, 能发生重氮化 - 偶合反应; 有 酯键 (或酰胺键) 结构, 易发生水解。
3. 利多卡因在酰胺基邻位存在两个甲基, 由于 空间位阻 影响, 较 难 水解, 故其盐的水溶液比较 稳定。
4. 对乙酰氨基酚含有 酚羟基 基, 与三氯化铁发生呈色反应, 可与利多卡因和醋氨苯砒区别。
5. 分子结构中含 芳伯氨基 或 潜在芳伯氨基 基的药物, 均可发生重氮化 - 偶合反应。盐酸丁卡因分子结构中不具有 芳伯氨基 基, 无此反应, 但其分子结构中的 芳香仲胺 在酸性溶液中与亚硝酸钠反应, 生成 N-亚硝基化合物 的乳白色沉淀, 可与具有 芳伯氨基 基的同类药物区别。

6. 盐酸普鲁卡因具有 酯 的结构，遇氢氧化钠试液即析出白色沉淀，加热变为油状物 普鲁卡因，继续加热则水解，产生挥发性 二乙氨基乙醇，能使湿润的红色石蕊试纸变为蓝色，同时生成可溶于水的 对氨基苯甲酸钠，放冷，加盐酸酸化，即生成 对氨基苯甲酸 的白色沉淀。
7. 亚硝酸钠滴定法中，加入溴化钾的作用是 加快反应速率；加入过量盐酸的作用是：加快反应速率、亚硝基的酸性溶液中稳定、防止生成偶氮氨基化合物，但酸度不能过大，一般加入盐酸的量按芳胺类药物与酸的摩尔比约为 2.5 ~ 6。
8. 重氮化反应为 分子反应，反应速度较慢，所以滴定不宜过快。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，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。
9. 亚硝酸钠滴定法应用外指示剂时，其灵敏度与反应的体积 有 (有，无) 关系。
10. 苯乙胺类药物结构中多含有 邻苯二酚 的结构，显 酚羟基 基性质，可与重金属离子络合呈色，露置空气中或遇光易 氧化，色渐变深，在 碱性 性溶液中更易变色。
11. 肾上腺素中肾上腺酮的检查是采用 紫外分光光度 法。
12. 肾上腺素中的特殊杂质是 肾上腺酮。
13. 盐酸普鲁卡因注射液易水解产生 对氨基苯甲酸。

三、鉴别题

用化学方法 区别下列药物

1. 盐酸普鲁卡因
2. 盐酸丁卡因
3. 对乙酰氨基酚
4. 肾上腺素

解: 1. 盐酸普鲁卡因 具芳伯氨基，可发生重氮化 - 偶合反应，产生橙黄至猩红色沉淀。
2. 盐酸丁卡因 具有仲胺结构，可与亚硝酸反应，生成乳白色沉淀。
3. 对乙酰氨基酚 具有酚羟基，可与三氯化铁发生显色反应，呈蓝紫色。
4. 肾上腺素 与三氯化铁发生显色反应，呈翠绿色，再加氨水即变紫色最后变成紫红色。

四、是非题

- (×) 1. 重氮化反应速度的快慢与芳伯氨基的碱性强弱有关。碱性强反应速度就快。
() 2. 重氮化反应速度的快慢与芳伯氨基的碱性强弱有关。碱性弱反应速度就快。
(×) 3. 对于结构中含有芳伯氨基的药物对其进行鉴别时可采用不加偶合试剂直接进行重氮化反应。
(×) 4. 重氮化反应中加入 KBr 的目的是增加样品的溶解度。
() 5. 重氮化法中加入 KBr 的目的是加快反应速度。

五、配伍题

- (A) 在碱性条件下生成白色难溶性二银盐的反应 (B) 在碱性条件下水解后标准酸滴定
(C) 在酸性条件下用 $KBrO_3$ 滴定 (D) 在适宜的条件下与 $FeCl_3$ 直接反应呈紫色铁的配合物
(E) 在 HCl 酸性条件下生成重氮盐

1. 测定盐酸普鲁卡因的反应 (E)
2. 测定巴比妥类的反应 (A)

六、简答题

1. 在亚硝酸钠滴定法中，一般向供试品溶液中加入适量溴化钾。加入 KBr 的目的是什么？并说明其原理？

答：使重氮化反应速度加快。

因为溴化钾与 HCl 作用产生溴化氢。溴化氢与亚硝酸作用生成 NOBr。



若供试液中仅有 HCl，则生成 NOCl 由于生成 NOBr 的平衡常数比生成 NOCl 的平衡常数大 300 位。所以加速了重氮化反应的进行。

2. 胺类药物包括哪几类？并举出几个典型药物？

答：胺类药物包括芳胺类药物、苯乙胺类、氨基醚类衍生物类药物。典型药物有：

芳胺类药物：盐酸普鲁卡因、对乙酰氨基酚

苯乙胺类：肾上腺素

氨基醚类衍生物类药物：盐酸苯海拉明

3. 区别盐酸利多卡因和盐酸普鲁卡因的鉴别反应是什么反应？

答：是与重金属离子的反应。

具有芳酰胺基的盐酸利多卡因在碳酸钠试液中，与硫酸铜反应生成蓝紫色的配合物。而盐酸普鲁卡因在相同条件下不发生此反应。

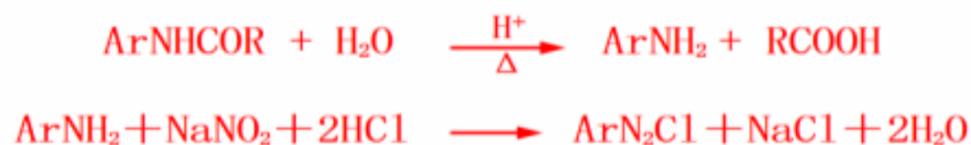
4. 对乙酰氨基酚的特殊杂质是什么？用什么方法对其进行鉴别？

答：(1) 特殊杂质是对氨基酚。

(2) 利用对氨基酚在碱性条件下可与亚硝酸铁氢化钠生成兰色配位化合物，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。

5. 试述亚硝酸钠滴定法的原理，测定的主要条件及指示终点的方法？

答：(1) 原理：芳伯氨基药物在酸性溶液中与亚硝酸钠反应，生成重氮盐，用永停或外指示剂法指示终点。



- (2) 测定的主要条件

加入适量的 KBr 加速反应速度

加入过量的 HCl 加速反应

室温 (10 ~ 30) 条件下滴定

滴定管尖端插入液面下滴定

- (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。

药典中多采用永停滴定法或外指示剂法指示终点。

七、计算题

1. 精密量取呋喃苯胺酸注射液 (标示量 20mg/2ml) 2 ml 置 100 ml 容量瓶中, 用 0.1mol/L NaOH 稀释至刻度, 摇匀取出 5.0 ml 置另一容量瓶中, 用 0.1mol/L NaOH 稀释至刻度, 摇匀, 在 271nm 测 $A=0.586$ 。已知 $E_{1cm}^{1\%}=594$ $L=1cm$, 计算标示量的百分含量?

解: (1) 计算公式

$$\text{标示量}\% = \frac{A / E_{1cm}^{1\%} \times 1 / 100}{\text{取样量} \times \text{稀释倍数} \times \text{标示量}} \times 100\%$$

(2) 计算过程

$$\begin{aligned} \text{标示量}\% &= \frac{0.586 / 594 \times 1 / 100}{2 / 100 \times 5 / 100 \times 0.01} \times 100\% \\ &= \frac{0.000986 \times 1 / 100}{0.00001} \times 100\% \\ &= 98.6\% \end{aligned}$$

八、问答题

1. 为什么利多卡因盐的水溶液比较稳定, 不易水解?

答: 酰氨基邻位存在两个甲基, 由于空间位阻影响, 较难水解。

2. 对乙酰氨基酚中对氨基酚检查的原理是什么?

答: 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, 而对乙酰氨基无此反应。

3. 盐酸普鲁卡因注射液为什么会变黄?

答: 酯键易水解产生对氨基苯甲酸虽时间延长或高温加热, 可进一步脱羧转化为苯胺, 苯胺可被氧化为有色物, 使溶液变黄。

4. 亚硝酸钠滴定法常采用的指示终点的方法有哪些? 中国药典采用的是哪种?

答: 亚硝酸钠滴定法常采用的指示终点的方法有:

电位法、永停滴定法、外指示剂法和内指示剂法。

中国药典采用的是永停滴定法。

5. 苯乙胺类药物中酮体检查的原理是什么?

答: UV吸收不同。酮体在 310nm 有最大吸收而苯乙胺无此吸收。

第八章 杂环类药物的分析

一、选择题

1. 用于吡啶类药物鉴别的开环反应有: (BE)
 (A) 茚三酮反应 (B) 戊烯二醛反应 (C) 坂口反应 (D) 硫色素反应 (E) 二硝基氯苯反应

2. 下列药物中, 哪一个药物加氨制硝酸银能产生银镜反应 (C)
(A) 地西洋 (B) 阿司匹林 (C) 异烟肼 (D) 苯佐卡因 (E) 苯巴比妥
3. 硫酸 - 荧光反应为地西洋的特征鉴别反应之一。地西洋加硫酸溶解后, 在紫外光下显 (C)
(A) 红色荧光 (B) 橙色荧光 (C) 黄绿色荧光 (D) 淡蓝色荧光 (E) 紫色荧光
4. 下列药物中, 哪一个药物加氨制硝酸银能产生银镜反应 (E)
(A) 地西洋 (B) 阿司匹林 (C) 苯巴比妥 (D) 苯佐卡因 (E) 以上均不对
5. 有氧化剂存在时, 吩噻嗪类药物的鉴别或含量测定方法为 (A)
(A) 非水溶液滴定法 (B) 紫外分光光度法 (C) 荧光分光光度法
(D) 钼离子比色法 (E) pH 指示剂吸收度比值法
6. 异烟肼不具有的性质和反应是 (D)
(A) 还原性 (B) 与芳醛缩合呈色反应 (C) 弱碱性 (D) 重氮化偶合反应
7. 苯并噻嗪类药物易被氧化, 这是因为 (A)
(A) 低价态的硫元素 (B) 环上 N 原子 (C) 侧链脂肪胺 (D) 侧链上的卤素原子
8. 地西洋中有关物质的检查, 检查方法为: 取本品, 加丙酮制成每 1ml 含 100μg 溶液作为供试液; 精密量取供试溶液适量。加丙酮制成 1ml 中含 0.3mg 的溶液, 作为对照液。吸取上述两溶液各 5ml, 分别点于同一硅胶板上, 进行检查, 其杂质限量为 (D)
(A) 0.03 % (B) 0.02 % (C) 3 % (D) 0.3 % (E) 0.1 %
9. 可与 AgNO₃生成银镜反应的药物有 (E)
(A) 氯丙嗪 (B) 安定 (C) 尼可刹米 (D) 阿司匹林 (E) 以上都不对
10. 用差示分光光度法检查异烟肼中的游离肼, 在参比溶液中需加入 (E)
(A) 醋酸 (B) 氯仿 (C) 甲醇 (D) 乙醇 (E) 3 % 丙酮
11. 异烟肼中的特殊杂质是 (A)
(A) 游离肼 (B) 硫酸肼 (C) 水杨醛 (D) 对-二甲氨基苯甲醛 (E) SA
12. 苯并二氮杂卓类药物中有关物质和降解产物的检查, 中国药典主要采用 (A)
(A) TLC 法 (B) GC 法 (C) IR 法 (D) UV 法 (E) 差示分光光度法
13. 可与 AgNO₃作用生成银镜反应的药物有 (C)
(A) 氯丙嗪 (B) 安定 (C) 异烟肼 (D) 尼可刹米 (E) 阿司匹林
14. 中国药典采用戊烯二醛反应鉴别尼可刹米, 形成戊烯二醛反应的试剂为 (A)
(A) 溴化氰 (B) 溴化钾 (C) 碘化钾 (D) 溴酸钾 (E) 氯化钾
15. 采用戊烯二醛反应可以鉴别的药物是 (D)
(A) 巴比妥 (B) 对乙酰氨基酚 (C) 乙酰水杨酸 (D) 异烟肼 (E) 利眠宁
16. 尼可刹米是属于哪类药物 (B)
(A) 芳酸类 (B) 杂环类 (C) 维生素类 (D) 抗生素类 (E) 芳胺类
17. 钼离子比色法是以下药物中哪个药物的定量分析法 (A)
(A) 盐酸氯丙嗪 (B) 异烟肼 (C) 尼可刹米 (D) 乙酰水杨酸 (E) 利眠宁
18. 用溴酸钾法测定异烟肼的依据是 (B)
(A) 吡啶环的弱碱性 (B) 酰肼基的还原性 (C) 吡啶环的特性
(D) 遇碱水解后, 释放出的二乙胺的特性 (E) 以上均不对
19. 中国药典对异烟肼原料和注射用异烟肼中, 游离肼的检查均采用 (C)

- (A) 差示分光光度法 (B) 比浊法 (C) 薄层色谱法 (D)HPLC 法 (E)GC
20. 某些吩噻嗪类药物在非水介质中滴定时易产生红色的氯化产物而干扰结晶紫指示终点的变化, 除去干扰可加入 (D)
- (A)NaHSO₃ (B)Na₂S₂O₃ (C)VB₁ (D)VC(抗坏血酸) (E) 硫代硫酸钠
21. 用铈量法测定吩噻嗪类药物, 指示终点的方法为 (E)
- (A) 加酚酞指示终点 (B) 加甲基橙 (C) 加溴酚蓝 (D) 加甲基红 (E) 自身指示剂
22. 对于吩噻嗪类药物, 可排除氧化产物干扰的鉴别和含量测定方法是 (E)
- (A) 与 Fe³⁺ 呈色 (B) 铈量法 (C) 非水滴定法 (D) 薄层色谱法 (E) 以上都不对
23. 在强酸性介质中的溴酚钾反应是测定 (E)
- (A) 对乙酰氨基酚的含量 (B) 巴比妥类的含量 (C) 维生素 C 的含量
(D) 止血敏的含量 (E) 以上都不对
24. 异烟肼中的特殊杂质是指 (E)
- (A) 硫酸肼 (B) 水杨醛 (C)SA (D) 对-二甲氨基苯甲醛 (E) 以上都不对
25. 某些吩噻嗪类药物在非水介质中滴定时易产生红色的氯化产物而干扰结晶紫指示终点的变化, 除去干扰可加入 (E)
- (A)NaHSO₃ (B)Na₂S₂O₃ (C)VB₁ (D)Na₂S₂O₈ (E) 以上都不对
26. 对于吩噻嗪类药物可排除氧化产物干扰的鉴别和含量测定方法是 (A)
- (A) 与金属离子络合呈色 (钼离子比色法) (B) 与 Fe³⁺ 呈色
(C) 非水滴定法 (D) 铈量法 (E) 薄层色谱法
27. 用差示分光光度法检查异烟肼中游离肼, 在参比溶液中加入 (E)
- (A) 甲醇 (B) 乙醇 (C) 醋酸 (D) 氯仿 (E) 丙酮 (3 %)
28. 异烟肼的含量测定, 2005 版药典采用溴酸钾法, 所用的指示剂为 (D)
- (A) 乙氧基黄啥精 (B) 甲基红 (C) 酚酞 (D) 甲基橙 (E) 结晶紫
29. 酰肼基团的反应是以下哪个药物的鉴别反应 (C)
- (A) 巴比妥类 (B) 维生素 B₁ (C) 异烟肼 (D) 尼可刹米 (E) 青霉素
30. 在强酸介质中的 KBrO₃ 反应是测定 (A)
- (A) 异烟肼含量 (B) 对乙酰氨基酚含量 (C) 巴比妥类含量 (D) 止血敏含量 (E) 维生素 C 含量
31. 异烟肼与芳醛发生缩合反应其产物是 (D)
- (A) 形成配位化合物 (B) 放出二乙胺气体 (C) 形成沉淀 (D) 形成腙 (E) 形成银镜反应
32. 酰肼基团是下列哪个药物的用于鉴别, 定量分析的基团 (E)
- (A) 青霉素类 (B) 尼可刹米类 (C) 巴比妥类 (D) 盐酸氯丙嗪 (E) 以上都不对
33. 根据吩噻嗪类药物的结构特点, 对其进行定量分析时不宜采用方法是 (B)
- (A) 非水溶液滴定法 (B) 在胶束水溶液中滴定
(C) 紫外分光光度法 (D) 铈量法 (E) 钼离子比色法
34. 根据异烟肼的结构特点, 对其进行定量分析时不宜采用方法是 (D)
- (A) 溴酸钾法 (B) 溴量法 (C) 剩余碘量法 (D) 钼离子比色法 (E) 非水溶液滴定法
35. 根据利眠宁的结构特点, 对其进行定量分析时不宜采用方法是 (E)
- (A) 非水溶液滴定法 (B) 紫外分光光度法 (C) 比色法 (D) 高效液相色谱法 (E) 铈量法
36. 下列方法中可用于异烟肼含量测定的是 (D)

(A) 非水酸量法 (B) 碘量法 (C) 铈量法 (D) 溴酸钾法 (E) 亚硝酸钠法

二、填空题

1. 铈量法测定氯丙嗪含量时，当氯丙嗪失去 1 个电子显红色，失去 2 个电子红色消退。
2. TLC法对异烟肼中游离肼的检查是以 硫酸肼 为对照品。
3. 用差示分光光度检查异烟肼中的游离肼，在参比溶液中需加入 3% (V/V) 的丙酮。
4. 杂环类药物主要包括 吡啶 类，吩噻嗪 类，苯并二氮杂 类。
5. 钼离子比色 法可选择性地用于未被氧化的吩噻嗪类药物的测定。

三、是非题

- () 1. 异烟肼加水溶解后，加氨制硝酸银试液，即有黑色浑浊出现。此反应称为银镜反应。
- (×) 2. 异烟肼，加水溶解后，加氨制硝酸银试液，即有黑色浑浊出现。此反应称为麦芽酚反应。
- () 3. 安定没有重氮化偶合反应的原因是其酸水解产物中没有 2-氨基-5-氯二苯甲酮。
- () 4. 戊烯二醛反应为尼可刹米和异烟肼的鉴别反应。
- () 5. 利眠宁的酸水解产物为 2-氨基-5-氯-二苯甲酮。
- () 6. 中国药典对异烟肼原料和注射用异烟肼中，游离肼的检查，均采用薄层色谱法。
- () 7. 利眠宁酸水解后显芳伯氨基反应。

四、简答题

1. 什么叫戊烯二醛反应和 2,4-二硝基氯苯反应？这两个反应适用于什么样的化合物？
答：戊烯二醛反应是指溴化氰作用于吡啶环，使环上氮原子由 3 价转变于 5 价，吡啶环发生水解反应生成戊烯二醛，再与芳伯胺缩合，生成有色的戊烯二醛衍生物的反应。
2,4-二硝基氯苯反应是在无水条件下，将吡啶及某些衍生物与 2,4-二硝基氯苯混合共热或使其热至熔融，冷却后加醇制氢氧化钾溶液将残渣溶解，溶液呈紫红色的反应。
这两个反应适用于吡啶环的 2 位或 6 位被羧基衍生物所取代的 尼可刹米 和 异烟肼。
2. 如何鉴别尼可刹米和异烟肼？
答：方法一：异烟肼与氨制硝酸银试液生成银镜。
方法二：异烟肼与芳醛缩合形成腙，具有固定的熔点可用于鉴定。
3. 如何鉴别酰肼基？
答：还原反应及缩合反应都可用于酰肼基的鉴别。
4. 异烟肼中游离肼是怎样产生的？常用的检查方法有哪些？Ch.P 中用什么方法测定异烟肼的含量？
答：异烟肼中游离肼可在合成工艺中由原料引入，也可在贮藏过程中降解产生。
异烟肼中游离肼常用的检查方法有：TLC、比浊法等。
Ch.P 中用溴酸钾滴定法测定异烟肼的含量。
5. 苯并噻嗪类药物的非水碱量法为什么要加入抗坏血酸和醋酸汞？
答：消除干扰
7. 苯并噻嗪类药物的紫外吸收性质是由什么结构引起的？具有什么特点？其氧化产物和未取代苯并噻嗪的紫外吸收有何差别？
答：基本母核三环系统，有三个峰值，205、254、300 附近，氧化产物有四个峰值。

8. 简述铈量法测定苯并噻嗪类药物的原理？

答：在酸性介质下可被硫酸铈定量氧化测定，先失去一个电子形成红色的自由基，终点时失去两个电子红色退去。

9. 简述钼离子比色法的原理？

答：在适当 pH 下与钼离子形成有色络合物。

10. 如何鉴别氯氮卓和地西泮？氯氮卓中的有关物质包括哪两种？使用薄层色谱法检查时，使用的显色系统是什么？

答：沉淀反应，稀硫酸。

五、配伍题

[1 ~ 2 题]

- (A) 与碘化铋钾生成沉淀
- (B) 与 AgNO₃生成二银盐的沉淀
- (C) 与氨制 AgNO₃生成银镜反应
- (D) 在酸性条件下与亚硝酸钠生成重氮盐
- (E) 在弱酸性条件下与 Fe³⁺反应生成紫色配位化合物

1. 生物碱的鉴别反应 (A)

2. 异烟肼的鉴别反应 (C)

[3 ~ 4 题]

- (A) 酸性染料比色法
- (B) 钼离子比色法
- (C) 经酸水解后生成 2-氨基-5-氯二苯甲酮进行重氮化偶合比色
- (D) 戊烯二醛反应
- (E) 银镜反应

3. 利眠宁的测定法 (C)

4. 尼可刹米的测定法 (D)

六、问答题

1. 根据异烟肼的结构特点，简述有哪几种定量分析方法？

答：测定方法的依据是：结构中具有酰肼基，所以具有还原性；吡啶环的碱性。

常用的测定方法有：溴酸钾法；溴量法；剩余碘量法；非水溶液滴定法。

2. 根据吩噻嗪类药物的结构特点，试述有哪几种定量分析方法？

答：(1) 10 位取代基羟胺基的弱酸性用非水溶液滴定法测含量。

(2) 由于结构中具有不饱和共轭双键，用 UV法定量。

(3) 由于结构中 S、N 原子上的孤对电子被硫酸铈氧化进行容量分析测定。

(4) 在适当的 pH 介质中，吩噻嗪类药物与金属钼离子形成有色络合物，进行比色测定。

3. 杂环类药物包括哪几类？每一类药物中举出一至两个典型药物？

答：杂环类药物中药物中较为广泛应用的有三类杂环类药物：

第一类：吡啶类药物 如：尼可刹米、异烟肼。

第二类：吩噻嗪类药物 如：

第三类：苯并二氮杂 类药物 如：地西洋、利眠宁等。

第九章 维生素类药物的分析

一、选择题

1. 下列药物的碱性溶液，加入铁氰化钾后，再加正丁醇，显蓝色荧光的是 (B)
(A) 维生素 A (B) 维生素 B₁ (C) 维生素 C (D) 维生素 D (E) 维生素 E
2. 检查维生素 C 中的重金属时，若取样量为 1.0g，要求含重金属不得过百万分之十，问应吸取标准铅溶液（每 1ml 标准铅溶液相当于 0.01mg 的 Pb）多少毫升？ (E)
(A)0.2ml (B)0.4ml (C)2ml (D)1ml (E)20ml
3. 维生素 C 注射液中抗氧剂硫酸氢钠对碘量法有干扰，能排除其干扰的掩蔽剂是 (C)。
(A) 硼酸 (B) 草酸 (C) 丙酮 (D) 酒石酸 (E) 丙醇
4. 硅钨酸重量法测定维生素 B₁ 的原理及操作要点是 (C)
(A) 在中性溶液中加入硅钨酸的反应，形成沉淀，称重求算含量
(B) 在碱性溶液中加入硅钨酸的反应，形成沉淀，称重求算含量
(C) 在酸性溶液中加入硅钨酸的反应，形成沉淀，称重不算含量
(D) 在中性溶液中加入硅钨酸的反应，形成沉淀，溶解，以标准液测定求算含量
(E) 在碱性溶液中加入硅钨酸的反应，形成沉淀，溶解，以标准液测定求算含量
5. 使用碘量法测定维生素 C 的含量，已知维生素 C 的分子量为 176.13，每 1ml 碘滴定液 (0.1mol/L)，相当于维生素 C 的量为 (B)
(A)17.61mg (B)8.806mg (C)176.1mg (D)88.06mg (E)1.761mg
6. 能发生硫色素特征反应的药物是 (B)
(A) 维生素 A (B) 维生素 B₁ (C) 维生素 C (D) 维生素 E (E) 烟酸
7. 下列药物的碱性溶液，加入铁氰化钾后，再加正丁醇，显蓝色荧光的是 (B)
(A) 维生素 A (B) 维生素 B₁ (C) 维生素 C (D) 维生素 D (E) 维生素 E
8. 维生素 A 含量用生物效价表示，其效价单位是 (D)
(A)IU (B)g (C)ml (D)IU/g (E)IU/ml
9. 测定维生素 C 注射液的含量时，在操作过程中要加入丙酮，这是为了 (E)
(A) 保持维生素 C 的稳定 (B) 增加维生素 C 的溶解度 (C) 使反应完全
(D) 加快反应速度 (E) 消除注射液中抗氧剂的干扰
10. 维生素 C 的鉴别反应，常采用的试剂有 (A)
(A) 碱性酒石酸铜 (B) 硝酸银 (C) 碘化铋钾 (D) 乙酰丙酮 (E) 三氯醋酸和吡咯
11. 对维生素 E 鉴别实验叙述正确的是 (D)
(A) 硝酸反应中维生素 E 水解生成 α -生育酚显橙红色
(B) 硝酸反应中维生素 E 水解后，又被氧化为生育酚而显橙红色
(C) 维生素 E 0.01% 无水乙醇溶液无紫外吸收
(D) FeCl_3 -联吡啶反应中， Fe^{3+} 与联吡啶生成红色配离子
(E) FeCl_3 -联吡啶反应中， Fe^{2+} 与联吡啶生成红色配离子

12. 2,6- 二氯靛酚法测定维生素 C 含量 (AD)
- (A) 滴定在酸性介质中进行
 - (B) 2,6- 二氯靛酚由红色 无色指示终点
 - (C) 2,6- 二氯靛酚的还原型为红色
 - (D) 2,6- 二氯靛酚的还原型为蓝色
13. 维生素 C 注射液碘量法定量时, 常先加入丙酮, 这是因为 (B)
- (A) 丙酮可以加快反应速度
 - (B) 丙酮与抗氧剂结合, 消除抗氧剂的干扰
 - (C) 丙酮可以使淀粉变色敏锐
 - (D) 丙酮可以增大去氢维生素 C 的溶解度
14. 维生素 E 的含量测定方法中, 以下叙述正确的是 (C)
- (A) 铈量法适用于复方制剂中维生素 E 的定量
 - (B) 铈量法适用于纯度不高的维生素 E 的定量
 - (C) 铈量法适用于纯度高的维生素 E 的定量
 - (D) 铈量法适用于各种存在形式的维生素 E 的定量
15. 有关维生素 E 的鉴别反应, 正确的是 (A)
- (A) 维生素 E 与无水乙醇加 HNO_3 , 加热, 呈鲜红 橙红色
 - (B) 维生素 E 在碱性条件下与联吡啶和三氯化铁作用, 生成红色配位离子
 - (C) 维生素 E 在酸性条件下与联吡啶和三氯化铁作用, 生成红色配位离子
 - (D) 维生素 E 无紫外吸收
 - (E) 维生素 E 本身易被氧化
16. 维生素 C 与分析方法的关系有 (ABDE)
- (A) 二烯醇结构具有还原性, 可用碘量法定量
 - (B) 与糖结构类似, 有糖的某些性质
 - (C) 无紫外吸收
 - (D) 有紫外吸收
 - (E) 二烯醇结构有弱酸性

二、问答题

1. 维生素 A 具有什么样的结构特点?

答: 共轭多烯侧链的环正烯 1 有紫外吸收 2 易氧化变质。

2. 简述三氯化锑反应?

答: 维生素 A 在饱和的无水三氯化锑的 CHCl_3 溶液中显蓝色变为紫红色。

3. 三点校正法测定维生素 A 的原理是什么?

答: 本法是在三个波长处测得吸收度, 根据校正公式计算吸收度 A 校正后, 再计算含量, 故称三点校正法, 其原理基于以下两点:

- (1) 杂质的吸收在 310 ~ 340nm 波长范围内呈一条直线, 且随波长的增大吸收度变小。
- (2) 物质对光的吸收具有加和性。即在某一样品的吸收曲线中, 各波长的吸收度是维生素 A 与杂质吸收度的代数和, 因而吸收曲线也是它们吸收曲线的叠加。

4. 三点校正法的波长选择原则是什么?

答: 1 选择 VA 的最大吸收波长 2 在最大吸收波长的两侧各选一点。

5. 简述铈量法测定维生素 E 的原理? 应采用何种滴定介质? 为什么?

答: V_E 用硫酸加热回流生成酚用硫酸铈滴定定量为对一生系醌, 过量的硫酸铈在二苯胺指示剂指示滴定终点。

6. 简述维生素 B₁ 的硫色素反应?

答: 维生素 B₁ 在碱性溶液中, 可被铁氰化钾氧化成硫色素。硫色素溶于正丁醇中, 显蓝色荧光。

7. 维生素 C 结构中具有什么样的活性结构? 因而使之具有哪三大性质?

答: 二烯醇 内脂环 手性碳原子 强还原性 糖的性质 旋光性

8. 简述碘量法测定维生素 C 的原理? 为什么要采用酸性介质和新煮沸的蒸馏水? 如何消除维生素 C 注射液中稳定剂的影响?

答: 维生素 C 结构中有二烯醇结构, 具有强还原性, 可被不同氧化剂定量氧化, 碘可定量氧化维生素 C, 采用淀粉指示剂, 用碘滴定液滴定。在酸性介质中, 维生素 C 受空气中氧的氧化作用减慢。加新沸过的冷水也是为了减少水中溶解氧对测定的影响。消除维生素 C 注射液中含有的抗氧剂亚硫酸氢钠对测定的影响, 可加 2ml 丙酮。

第十章 甾体激素类药物分析

一、选择题

1. 四氮唑比色法测定甾体激素时, 对下列哪个基团有特异反应 (A)
(A) ⁴-3- 酮 (B) C₁₇- 醇酮基 (C) 17,21- 二羟 -20- 酮基 (D) C₁₇- 甲酮基
2. 四氮唑比色法的影响因素有 (E)
(A) 碱的种类及浓度 (B) 温度与时间 (C) 光线与 O₂ (D) 溶剂与水分 (E) 以上均对
3. Kubor 反应适用于 (B) 的含量测定。
(A) 雄性激素 (B) 雌性激素 (C) 皮质激素 (D) 孕激素 (E) 以上都不是
4. 异烟肼比色法测定甾体激素类药物的含量时, 对 (A) 更有专属性。
(A) ⁴-3- 酮基 (B) ⁵-7- 酮基 (C) C₁₁- 酮基 (D) C₁₇- 酮基 (E) C₂₀- 酮基
5. 下列哪个药物不是皮质激素 (D)
(A) 可的松 (B) 肤轻松 (C) 地塞米松 (D) 苯丙酸诺龙
6. IR 光谱是鉴别甾体激素类药物的重要方法, 若红外光谱中有 1615, 1590, 1505cm⁻¹ 的特征峰时, 表示该药物属于 (C)
(A) 皮质激素 (B) 雄性激素 (C) 雌性激素 (D) 孕激素 (E) 以上均不是
7. 醋酸可的松属于 (A) 类甾体激素。
(A) 皮质激素 (B) 雄性激素 (C) 雌性激素 (D) 孕激素 (E) 蛋白同化激素
8. 异烟肼法测定具有 (C) 结构的甾体药物反应速度最快。
(A) C₂₀- 酮基 (B) C₁₁- 酮基 (C) ⁴-3- 酮基 (D) C₁₇- 酮基
9. 异烟肼法测定甾体激素时常用 (A) 为溶剂。
(A) 无水乙醇 (B) 95 %乙醇 (C) 50 %甲醇 (D) 50 %乙醇
10. 四氮唑比色法中多采用 (B) 为溶剂。
(A) 50 %乙醇 (B) 无醛乙醇 (C) 甲醛 (D) 甲苯
11. 四氮唑比色法中常采用的碱为 (A)
(A) 氢氧化四甲基铵 (B) 氢氧化钠 (C) 碳酸氢钠 (D) 氢氧化钾

12. 四氮唑比色法对氧气和光线敏感，不宜采取 (D)
(A) 用避光容器，置于暗处 (B) 达到最大显色时间，立即其吸收度
(C) 使容器中充氮 (D) 尽可能延长反应时间，使反应充分
13. 下列药物中与四氮比唑反应速度最快的是 (A)
(A) 可的松 (B) 氢化可的松
(C) 醋酸可的松 (D) 氢化泼尼松磷酸钠
14. 采用 TLC法检查甾体激素类药物中“其他甾体”使用的显色剂为 (D)
(A) 异烟肼 (B) 铁酚试液 (C) 硫酸 (D) 四氮唑盐
15. 下列药物中 A 环为苯环的是 (D)
(A) 炔诺酮 (B) 黄体酮 (C) 可的松 (D) 炔雌醇
16. 中国药典收载的地塞米松磷酸钠中甲醇的检查方法为 (B)
(A)HPLC (B)GC (C)AAS (D)HPEC (E) 容量法
17. 中国药典收载的甾体激素类药物的含量测定方法绝大多数是 (D)
(A) 异烟肼比色法 (B) 四氮唑比色法 (C) 紫外法 (D)HPLC 法 (E) 铁酚试剂比色法
18. 中国药典中甾体激素之“其他甾体”检查采用 (C)
(A)GC 法 (B)HPLC 法 (C)TLC 法 (D)PC 法 (E)UV 法
19. 四氮唑比色法适用于 (A) 药物的测定。
(A) 皮质激素 (B) 雌激素 (C) 雄激素 (D) 孕激素 (E) 蛋白同化激素
20. (A) 类甾体激素分子中具有 β -醇酮基而具有还原性。
(A) 皮质激素 (B) 雄激素和蛋白同化激素 (C) 雌激素 (D) 孕激素 (E) 以上都不对
21. 醋酸氟地松中氟的测定采用 (C)
(A) 先碱性回流，再与茜素氟蓝及硝酸亚铈反应
(B) 先氧化回流，再与茜素氟蓝及硝酸亚铈反应
(C) 先氧瓶燃烧破坏，再与茜素氟蓝及硝酸亚铈反应
(D) 先碱熔融，再与茜素氟蓝及硝酸亚铈反应
(E) 直接测定

二、填空题

1. 甾体激素类药物的母核为 环戊烷并多氢菲。
2. 硅胶 G是指 以煅石膏为黏合剂的硅胶。
3. 亚硝基铁氰化钠 反应是黄体酮灵敏而专属的鉴别反应。
4. 甾体激素类药物分子结构中存在 C = C - C = O 和 C = C - C = C 共轭体系，在紫外光区有特征吸收。

三、是非题

- (×)1. 紫外光谱属于电子光谱，而红外光谱属于分子光谱，故紫外光谱的专属性强。
- (×)2. 亚硝基铁氰化钠反应中，黄体酮是红色。
- ()3. 四氮比唑法中溶剂的含水量不得超过 5%。
- ()4. 中国药典采用铁酚试剂比色法测定了炔雌醇片的含量。
- ()5. 异烟肼法对 Δ^4 -3- 酮甾体具有一定的专属性。

- (×)6 . 四氮唑比色法中所用的强碱是 NaOH
- (×)7 . 药物的紫外光谱与标准谱一致时, 表示二者为同一化合物。
- ()8 . 药物的红外光谱与标准谱一致时, 表示二者为同一化合物。
- (×)9 . 四氮比色法中溶剂的含水量控制在 10%之内。
- ()10 . 空气中的氧和光线对四氮比色法都有影响。
- ()11 . 四氮比色法对具有 C₁₇-醇酮基结构的甾体激素类具有专属性。
- (×)12 . 肾上腺皮质激素的结构特点是含 21 个碳原子, A 环为具有 C₁₇-醇酮基。
- (×)13 . 雄性激素和雌激素均具有 ⁴-3- 酮结构。
- ()14 . 由于甾体激素类药物结构复杂, 红外吸收光谱是鉴别该类药物的可靠手段。
- ()15 . 甾体激素中残留溶剂甲醇的检测采用 GC法。
- ()16 . 甾体激素中“其他甾体”的检查采用高低浓度浓度对比法。
- ()17 . 黄体酮属于孕激素。

四、配伍题

[1 ~ 2题]

- (A)19 个 C原子, A环具有 ⁴-3- 酮基, C₁₇ 具有 -醇酮基
- (B)21 个 C原子, A环具有 ⁴-3- 酮基, C₁₇ 具有 -醇酮基
- (C)19 个 C原子, A环具有 ⁴-3- 酮基
- (D)21 个 C原子, A环具有 ⁴-3- 酮基, C₁₇ 具有甲基酮基
- (E)18 个 C原子, A环为苯环
- 1 . 皮质激素的结构特征是 (B)
- 2 . 雌激素的结构特征是 (E)

[3 ~ 4题]

- (A) 泼尼松 (B) 炔雌醇 (C) 苯丙酸诺龙 (D) 睾酮 (E) 黄体酮
- 3 . 四氮比唑法适用于 (A) 的含量测定
- 4 . 铁酚试剂比色法适用于 (B) 的含量测定

五、简答题

1 . 影响四氮比唑法的因素主要有哪些?

答: 基团影响、溶剂和水分、碱的种类: 氢氧化四甲基铵、空气中氧的光线、温度与时间。

2 . 铁酚试剂的组成及其优点?

答: 组成: 硫酸亚铁铵、硫酸、过氧化氢、苯酚。

优点: (A) 由于加入少量铁盐, 能加速黄色形成的速率和强度; 加速黄色转变为红色, 也能增强红色的稳定性。

(B) 酚的加入, 可以消除反应中产生的荧光并加速红色的形成。

3 . 四氮比唑法的反应原理, 适用范围各是什么?

答: 适用范围: 皮质激素。

原理: C₁₇-醇酮基具有还原性, 在强碱性溶液中能使四氮唑盐定量还原为有色甲瓖。

第十一章 抗生素药物的分析

一、选择题

- 链霉素在碱性条件下，经扩环水解生成麦芽酚，该化合物与 Fe^{3+} ，作用生成 (C)。
(A) 蓝色络合物 (B) 绿色络合物 (C) 红色络合物 (D) 棕色络合物 (E) 紫色络合物
- 为克服青霉素紫外法结果不稳定之现象，常采用 (D)。
(A) 降解过程中加入少量铜盐 (B) 降解时采用咪唑， HgCl_2
(C) 降解时加入缓冲液 (D) A+B
- 四环素类抗生素的含量测定各国药典大多采用 (D)。
(A) GC 法 (B) HPLC 法 (C) TLC 法 (D) 微生物检定法 (E) 容量分析法
- 中国药典采用 (C) 法控制四环素中的有关物质。
(A) GC 法 (B) HPLC 法 (C) TLC 法 (D) 容量法 (E) 比色法
- 四环素类抗生素不易发生下列哪种变化 ? (E)
(A) 差向异构化 (B) 酸性降解 (C) 碱性降解
(D) 与金属离子生成配合物 (E) 水解反应
- 四环素类抗生素在 (B) 条件下发生差向异构化。
(A) pH1 ~ 2 (B) pH2 ~ 6 (C) pH6 ~ 8
(D) pH8 ~ 10 (E) pH > 10
- 四环素类抗生素是 (D) 化合物。
(A) 酸性 (B) 碱性 (C) 中性 (D) 两性 (E) 以上均不是
- 目前各国药典采用 (E) 测定庆大霉素的含量。
(A) GC 法 (B) HPLC 法 (C) TLC 法
(D) 容量法 (E) 微生物检定法
- 庆大霉素具有 (E) 碱性中心。
(A) 1 个 (B) 2 个 (C) 3 个 (D) 4 个 (E) 5 个
- 中国药典采用 (B) 测定庆大霉素 C 组成分。
(A) GC 法 (B) HPLC 法 (C) TLC 法
(D) 容量法 (E) 微生物检定法
- 抗生素类药物的活性采用 (C)。
(A) 百分含量 (B) 标示量百分含量 (C) 效价
(D) 浓度 (E) 重量
- 目前各国药典采用 (E) 测定链霉素含量。
(A) HPLC 法 (B) GC 法 (C) TLC 法 (D) 化学法 (E) 微生物检定法
- BP(1993) 规定检查链霉素中 (B)。
(A) 链霉素 A (B) 链霉素 B (C) 链霉素 C (D) 链霉素 D (E) 链霉素 A
- 汞量法测定青霉素时较碘量法的优点是 (A)。
(A) 不需标准品作对照 (B) 不需要做空白 (C) 汞可直接与青霉素作用，无需水解
(D) 反应加迅速 (E) 计算简便
- 青霉素族抗生素在弱酸性条件下的降解产物为 (B)。

- (A) 青霉噻唑酸 (B) 青霉稀酸 (C) 青霉醛 (D) 青霉胺 (E) $\text{CO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
16. 下列方法不可用于青霉素测定的是 (C)。
- (A) 碘量法 (B) 汞量法 (C) 酸碱滴定法 (D) 紫外分光光度法 (E) 气相色谱法
17. 不属于氨基糖苷类抗生素的是 (A)。
- (A) 红霉素 (B) 链霉素 (C) 庆大霉素 (D) 卡那霉素 (E) 巴龙霉素
18. 青霉素和头孢菌素都属于 (A) 类抗生素。
- (A) β -内酰胺 (B) 氨基糖苷 (C) 四环素类 (D) 红霉素 (E) 喹诺酮类
19. 青霉素分子在 pH4 条件下, 降解为 (C)。
- (A) 青霉噻唑酸 (B) 青霉酸 (C) 青霉稀酸 (D) 青霉醛 (E) 青霉胺
20. 抗生素类药物的常规检查不包括 (D)。
- (A) 鉴别试验 (B) 热原试验 (C) 效价测定 (D) 水解试验
21. 青霉素分子中含 (C) 手性碳原子。
- (A) 1 个 (B) 2 个 (C) 3 个 (D) 4 个
22. 下面哪个药物最易发生 4-差向异构化? (A)
- (A) 金霉素 (B) 土霉素 (C) 庆大霉素 (D) 强力霉素
23. 不属于庆大霉素组分的是 (D)。
- (A) C_1 (B) C_{1a} (C) C_2 (D) C_{2a}
24. 硫醇汞盐法中使用的催化剂为 (A)。
- (A) 咪唑 (B) 吡啶 (C) Pt (D) 吡喃

二、填空题

- 四环素类抗生素的母核为 氯化并四环素。
- 链霉素由 链霉素胍、链霉素糖 和 N-甲基-L-葡萄糖胺 三部分组成。
- 链霉素水解产物链霉素胍的特有反应是 坂口反应。
- 麦芽酚反应是 链霉素 的特有反应。
- 青霉素和头孢菌素分子中的 羟基 具有强酸性, 故可与碱金属成盐。
- 抗生素的常规检验, 一般包括 性状、鉴别、检查、含量测定(效价测定) 等四个方面。
- 抗生素的效价测定主要分为 生物学 和 化学及物理化学 两大类。
- 青霉素和头孢菌素都具有旋光性, 因为青霉素分子中含有 3 个手性碳原子, 头孢菌素分子含有 2 个手性碳原子。
- 青霉素分子不消耗碘, 但其降解产物 青霉噻唑酸 可与碘作用, 借此可以根据消耗的碘量计算青霉素的含量。
- 链霉素的结构是由一分子 链霉素胍 和一分子 链霉素双糖胺 结合而成的碱性苷。
- 链霉素具有 氨基糖苷 类结构, 具有 羟基胺类 和 α -氨基酸 的性质, 可与茚三酮缩合成兰紫色化合物。
- 四环素类抗生素在 弱酸性 溶液中会发生差向异构化, 当 pH 2 或 pH 6 时差向异构化速度减小。

三、是非题

- () 1 . 青霉素碘量法的空白试验需要称取供试品，只是不需水解
- (×) 2 . 青霉素含量测定法中碘量法和汞量法都需要做空白实验，空白试验不需要称取供试品
- () 3 . 汞量法测定青霉素含量时，要先经碱水解
- (×) 4 . 青霉素和头孢菌素分子要经酸水解后方可用碘量法测定。
- () 5 . 普鲁卡因青霉素可发生重氮化偶合反应。
- () 6 . β-内酰胺环不稳定的。
- () 7 . 生物学方法测定抗生素类的效价比化学物理法优势在于它能与临床应用的要求一致。
- (×) 8 . β-内酰胺类抗生素的母核均为 6-氨基青霉烷酸
- (×) 9 . 中国药典采用 NMKI检查四环素中的降解物
- () 10 . 汞量法的主要优点是不需要青霉素对照品。
- (×) 11 . CHP关于四环素中杂质的检查采用 HPLC法。
- (×) 12 . 四环素较土霉素不易发生差向异构化，原因是其 C₅上的羟基与二甲氨基形成氢键而更稳定。
- (×) 13 . 坂口反应是链霉素的特有反应。
- () 14 . 庆大霉素为一复合物的硫酸盐。
- (×) 15 . 青霉素可用碘量法测定含量，是由于青霉素分子消耗碘。
- () 16 . 青霉素和头孢菌素都具有手性碳原子和旋光性。
- (×) 17 . β-内酰胺环是十分稳定的。
- () 18 . 青霉素经碱水解后生成的青霉噻唑酸可与碘作用。
- () 19 . 中国药典采用 TLC法和控制杂质光吸收度法检查四环素中的差向四环素，脱水四环素和降解物。
- () 20 . 四环素差向异构化是由于 A环上手性碳原子 C₄构型的改变。
- (×) 21 . 四环素类抗生素是两性化合物，其酸性来源于羟基，而碱性来源于二甲氨基。
- () 22 . 链霉素和庆大霉素都具有 Elson-Morgan 反应。
- () 23 . 坂口反应是链霉素的特有反应。
- () 24 . 硫醇汞盐法测定氨苄西林钠时，应先将其氨基乙酰化后再测定。
- (×) 25 . 在酸性溶液中，链霉素会扩环，水解生成麦芽酚而与 Fe³⁺显紫红色配合物。
- (×) 26 . 中国药典对四环素类药物中异构化杂质的检查采用微生物法。
- (×) 27 . 四环素类药物发生异构化及降解反应后，效价不变。
- () 28 . 生物学法测定抗生素类效价时，既适用于纯的精制品，也适用于纯度较差的样品。

四、配伍题

(A)6- 氨基青霉烷酸 (B)7- 氨基头孢菌烷酸 (C)7- 氨基青霉烷酸

(D)6- 氨基头孢菌烷酸 (E) 以上都不是

1 . 青霉素的母核是 (A)

2 . 头孢菌素的母核是 (B)

五、简答题

1 . 为什么四环素较土霉素更容易发生差向异构化？

答：土霉素 C₅上的羟基与 C₄上的二甲氨基形成氢键，因而较稳定，C₄上不易发生差向异

构化。

2. 简述控制庆大霉素 C组分的意义？

答：由于发酵菌种不同或工艺略有差别，各厂产品 C 组分含量比例不完全一致，庆大霉素 C1、C2、C1 α 对微生物的活性无明显差异，但其毒副作用和耐药性有差异，导致各组分的多少影响产品的效价和临床疗效。因此各国药典均规定控制各组分的相对百分含量。

3. 高效液相色谱法检查庆大霉素 C组分的机制是什么？

答：高效液相色谱法测定 C 组分含量时利用 C 组分结构中氨基同邻苯二醛、巯基醋酸在 pH10.4 的硼酸盐缓冲液中反应，生成 1-烷基硫代-2-烷基异吲哚啉酮，在 330nm 波长处有强吸收。

4. 青霉素族抗生素可采用硫醇汞盐法测定含量，其基本原理是什么？该方法有什么优点？

答：原理：青霉素类抗生素在咪唑的催化下与氯化高汞能定量反应转化成相应的青霉烯酸硫醇汞盐，在 324 ~ 345nm 波长范围内有最大吸收。

优点：专属性强，操作简便，易于掌握。

产物可稳定 3h 以上。

重现性良好。RSD < 1%

适用于原料和制剂的分析。

5. 抗生素效价测定的方法有哪两类？它们各有什么特点？

答：生物学法、化学及物理化学方法：

生物学法：测定方法原理与临床应用的要求一致，更能够确定抗生素的医疗价值，灵敏度高，需用供试品量少，既适用于精制品，也适用于纯度差的制品，对同一类型抗生素无需分离，可一次测量总效价。

化学及物理化学法：对于提高产品以及化学结构已确定的抗生素可测定效价，有较高的专属性。但也有不足：不适用于含有杂质的供试品，所测结果往往只代表药物总的含量，并不一定代表抗生素的生物效价。

第十二章 药物制剂分析

一、选择题

1. 下列说法不正确的是 (B)

(A) 凡规定检查溶解度的制剂，不再进行崩解时限检查

(B) 凡规定检查释放度的制剂，不再进行崩解时限检查

(C) 凡规定检查融变时限的制剂，不再进行崩解时限检查

(D) 凡规定检查重量差异的制剂，不再进行崩解时限检查

(E) 凡规定检查含量均匀度的制剂，不再进行重量差异时限检查

2. 对于平均片重在 0.30g 以下片剂，我国药典规定其重量差异限度为 (C)

(A) $\pm 3\%$ (B) $\pm 5\%$ (C) $\pm 7.5\%$ (D) $\pm 10\%$ (E) 以上均不对

3. 片剂重量差异限度检查法中应取药片 (D) 片。

(A) 6 片 (B) 10 片 (C) 15 片 (D) 20 片 (E) 2 片

4. 含量均匀度检查主要针对 (A)

- (A) 小剂量的片剂 (B) 大剂量的片剂 (C) 所有片剂
(D) 难溶性药物片剂 (E) 以上均不对
5. 下列关于溶解度的叙述错误的是 (E)
(A) 溶解度检查主要适用于难溶性药物 (B) 溶解度检查法分为转蓝法和浆法
(C) 溶解度检查法规定的温度为 37 (D) 凡检查溶解度的片剂, 不再进行崩解时限检查
(E) 溶解度与体内的生物利用度直接相关
6. 注射剂中加入抗氧剂有许多, 下列答案不属于抗氧剂的为 (D)
(A) 亚硫酸钠 (B) 焦亚硫酸钠 (C) 硫代硫酸钠 (D) 连四硫酸钠 (E) 亚硫酸氢钠
7. 药典规定, 采用碘量法测定维生素 C 注射液的含量时, 加入 (B) 为掩蔽剂, 消除抗氧剂的干扰
(A) 氯仿 (B) 丙酮 (C) 乙醇 (D) 甲酸 (E) 以上均不对
8. 中国药典规定, 硫酸亚铁片的含量测定采用 (B) 法以消除糖类赋形剂的干扰。
(A) 高锰酸钾法 (B) 铈量法 (C) 碘量法 (D) 溴量法 (E) 络合滴定法
9. 复方阿司匹林片中咖啡因的含量测定方法为 (B)
(A) 滴定法 (B) 剩余碘量法 (C) 配合滴定法 (D) 银量法 (E) 以上都不是
10. 为了防止阿司匹林的水解, 在制备复方阿司匹林片时, 常加入 (B) 为稳定剂。
(A) 水杨酸 (B) 枸橼酸 (C) 醋酸 (D) 甘露醇 (E) 淀粉
11. 复方 APC 片中扑热息痛的含量测定方法为 (C)
(A) 碘量法 (B) 酸碱滴定法 (C) 亚硝酸钠法 (D) 非水滴定法 (E) 以上均不对
12. 制剂分析含量测定结果按 (B) 表示。
(A) 百分含量 (B) 相当于标示量的百分含量 (C) 效价 (D) 浓度 (E) 质量
13. 中国药典规定, 凡检查含量均匀度的制剂, 可不再检查 (C)
(A) 水分 (B) 崩解时限 (C) 重量差异 (D) 溶解度
14. 旋光法测定葡萄糖注射液时加入 (B) 加速变旋。
(A) H_2SO_4 试液 (B) 氨试液 (C) 吡啶 (D) 稀硝酸
15. 非水滴定中, 硬脂酸镁干扰的排除采用 (A)
(A) 草酸 (B) HCl (C) HAC (D) H_2SO_4

二、填空题

1. 注射剂中抗氧剂的排除采用加 丙酮 或 甲醛 为掩蔽剂。
2. 复方阿司匹林制剂中加入枸橼酸钠的目的 防止阿司匹林水解。

三、是非题

- () 1. 复方 APC 片中, 咖啡因的含量测定方法是间接碘量法。
(×) 2. 复方 APC 片中, 阿司匹林的含量测定方法一般选用直接酸碱滴定法。
() 3. 复方制剂的分析不仅要考虑赋形剂, 附加剂测定有效成分的分析, 而且需要考虑各有效成分之间的互相影响
(×) 4. 复方 APC 片中, 咖啡因的含量测定方采用非水滴定法。
(×) 5. 在制剂分析中对所用原料药物做过的检查项目, 没有必要重复做。
(×) 6. 药物制剂的分析方法与原料药的测定方法一样。

- ()7 . 以植物油为溶剂的注射液需要检查植物油的酸值，碘值，皂化值及羟基。
- ()8 . 注射剂中不溶性微粒检查要求每 1ml 中含 25um的微粒不得超过 2 粒。
- ()9 . 片剂含量均匀度检查均匀要求得 10()片子的均值，标准差以及标示量 (为 100)与均值差的绝对值 A。
- ()10 . 肠溶衣片，薄膜衣片，糖衣片规定的崩解时限相同。
- ()11 . 凡规定检查溶解度，释放度或崩解时限的制剂，不再进行崩解时限检查。
- ()12 . 凡规定检查含量均匀的片剂，不再进行重量差异检查。
- (×)13 . 糖衣片与肠溶衣片的重量差异检查应在包衣后进行。

四、配伍题

[1 ~ 2题]

(A)15min (B)1h (C)30min (D)1.5h (E)5min

1. 糖衣片，薄膜衣片应在盐酸溶液中在 (B) 内崩解。
2. 泡腾片在水中应在 (E) 内崩解。

[3 ~ 4题]

(A) 丙酮 (B) 正丁醇 (C) 氯仿 (D) 甲醇 (E) 乙酸乙酯

3. 碘量法测定维生素 C 注射液的含量时，选用 (A) 为掩蔽剂。
4. 碘量法测定安定注射液的含量时，选用 (D) 为掩蔽剂。

五、计算题

1. 取醋酸诺尼松片 10 片，精密称定总重量为 0.721g 研细，称取细粉 0.304g，加无水乙醇稀释至 100ml 量瓶中，并定溶至刻度过滤。弃出初滤液，取续滤液 5ml 置另一 100ml 量瓶中，加无水乙醇至刻度，于 $223 \pm 1\text{nm}$ 处测 $A=0.401$ ，按 $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2$ 的 $E_{1\text{cm}}^{1\%}=385$ 。求片剂标示量%？（标示量 = 0.005g/片）（ 98.6 %）
2. 精密咪喃苯胺注射液（标示量为 20mg/2ml）2ml 置 100ml 量瓶中，用 0.1mol/L NaOH 稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml 置 100ml 量瓶中用 0.1mol/L NaOH 稀释至刻度，摇匀。在 271nm 波长处测 $A=0.565$ ，按 $E_{1\text{cm}}^{1\%}=595$ 计算标示量%？（ 94.9 %）
3. 取 VB₁₂ 10 片（标示量为 10mg/片）精密称定为 0.1208g 研细，取细粉 0.0110g，置 1000ml 量瓶中，加冰 HAc 5ml 与水 100ml 置水浴上加热，使 VB₁₂ 溶解，加水稀释至刻度，摇匀，过滤，弃出初滤液。取续滤液置 1cm 置比色池中，在 444nm 处测 $A=0.312$ ，按 $\text{C}_{7}\text{H}_{20}\text{O}_6\text{N}_4$ 的 $E_{1\text{cm}}^{1\%}=323$ 计算标示量%？（ 106.7 %）
4. 烟酸片（标示量 0.3 g/片）的含量测定：取本品 10 片，精密称定总重量为 3.5840g 研细，取细粉 0.3729g，加新沸的水 50ml，置水浴上加热，使其溶解，放冷至室温，加酚酞指示剂 3 滴，用 NaOH(0.1005mol/L) 滴定，消耗 25.20ml，求标示量%？（已知 1ml 0.1mol/L NaOH 相当于 12.31mg 烟酸）（ 99.9 %）
5. VB₁₂ 注射液（标示量为 0.1mg/ml）含量测定：精密量取本品 7.5ml，置 25ml 量瓶中，加蒸馏水稀释至刻度摇匀，置 1cm 石英池中蒸馏水为空白在 $361 \pm 1\text{nm}$ 处测定吸收度 $A=0.593$ ，按 VB₁₂ 的 $E_{1\text{cm}}^{1\%}=207$ 计算，求其标示量%？（ 95.5 %）

六、问答题

1. 什么叫制剂分析？制剂分析与原料药分析相比较有哪些不同？

答：利用物理、化学或生物测定方法对不同剂型的药物进行检验分析，以确定其是否符合质量标准。

不同点：1) 检验项目和要求不同；
2) 杂质检查的项目不同；
3) 杂质限量的要求不同；
4) 含量表示方法及合格率范围不同。

2. 片剂的溶出度可以用于评价片剂的什么质量？

答：难溶性药物溶出的速度和程度。

3. 什么叫含量均匀度？

答：是小剂量的片剂、胶囊剂、膜剂或流动注射用无菌粉末等每片含量偏离标示量的程度。

4. 片剂中的糖类对哪些分析测定方法有干扰？如何进行消除？

答：氧化还原滴定法，改用氧化电位稍低的氧化剂。

5. 硬酯酸镁对哪些方面有什么干扰？如何进行消除？

答：1) 干扰配位滴定法，掩蔽法；
2) 非水滴定法，掩蔽法（草酸、酒石酸、硼酸）

6. 如何排除注射液中抗氧剂的干扰？

答：1) 加掩蔽剂丙酮或甲醛； 2) 加酸分解法； 3) 加弱氧化剂； 4) 提取分离。

7. 什么叫做单方制剂和复方制剂？

答：含有 2 种或 2 种以上药物的制剂叫复方制剂；含有一种药物的制剂叫单方制剂。

8. 复方制剂分析中不经分离而直接测定的有哪些方法？

答：1) 在不同条件下利用同一种测定法； 2) 不同分析法测定后，通过简单计算求得各自的含量；
3) 利用专属性较强的方法测定各个组分的含量； 4) 计算分光光度法。

9. 主要有哪些方法可以用于复方制剂分离的分析测定？

答：柱色谱法； TLC HPLC GC

第十三章 生化药物和基因工程药物分析概念

一、选择题

1. 中国药典关于生化药物的热原检查采用 (A)

(A) 家兔法 (B) 鲎试剂法 (C) 两者都是 (D) 两者都不是

2. 中国药典关于生化药物安全性检查 不包括 (E)

(A) 热原检查法 (B) 异常毒性检查 (C) 降低物质检查
(D) 无菌检查 (E) 残留溶剂检查

3. 影响酶促反应的条件 不包括 (E)

(A) 降低浓度 (B)pH 和温度 (C) 金属离子
(D) 空白和对照 (E) 反应时间

4. 电泳法适用于 (A) 类药物的分析

- (A) 带电离子 (B) 中性离子 (C) 酸性离子
(D) 碱性离子 (E) 中性物质

二、是非题

- (×)1 . 聚丙烯酰胺凝胶电泳属于自由界面电泳。
(×)2 . 电泳分离是基于溶度在电场中的迁移度不同而进行的。
(×)3 . 电泳分离是基于溶度在电场中所需电量不同而进行的。
()4 . 酶活力的测定实质上是测定一个被酶所催化的化学反应的速度。
(×)5 . 异常毒性实验采用的动物为大白鼠。
()6 . 中国药典规定的异常毒性试验，实际上是一个限度试验。
()7 . 生化药物安全性检查中热原的检查采用家兔法。
(×)8 . 生化药物的鉴别试验不需要用对照品或标准品。
()9 . 生化药物的鉴别利用物理法，化学法及生物学法来确定生化药物的真伪。
(×)10 . 大分子生化药物的结构可以用元素分析，红外，紫外，核磁质谱等方法加以证实。
()11 . 生化药物常做的安全性检查包括：热原检查，过敏试验，异常毒性试验，降压物质检查等。
()12 . 对于生化药物而言，除了用通常采用的理化法检验外，尚需要用生物鉴定法进行鉴定，以证实其生化活性。
(×)13 . 对大分子的生化药物而言，其组分相同，分子量相同而产生不同的生理活性。

三、配伍题

(A)PAGE (B)HPCE (C)HPIEC (D)HPGFC (E)HPGC

1. 高效毛细管电泳的英文缩写为 (B)
2. 聚丙烯酰胺凝胶电泳的英文缩写为 (A)

四、简答题

1. 什么是酶活力单位？

答：指在 25 时以最适的底物浓度、最适的缓冲液离子浓度以及最适 pH值下，每分钟能转化一个微摩尔底物的酶量定为一个活力单位。

2. 生化药物具有哪些特点？

答：分子量不具定值；需检查生物活性；需进行安全性检查；需做效价测定；结构难测定。

3. 生化药物有哪几种？

答：氨基酸及其衍生物；药用活性多肽；药用蛋白；药用酶及其辅酶；核酸及其降解物和衍生物；药用多糖和酯类；基因工程 DNA重组药物。

4. 生化药物的定义是什么？

答：指从动物、植物及微生物提取的也可用生物 - 化学半合成或用现代生物技术制得的生命基本物质。

5. 取样法测定酶活力的优点是什么？

答：不需要特殊仪器；几乎所有的酶反应都可根据产物或底物的化学性质找出具体测定方法；可在底物分子上接上相应的有色基团，发色团或荧光基团，扩大相应范围。

第十四章 中药及其制剂分析概论

一、选择题

1. 对中药制剂分析的项目叙述错误的是 (B)
 - (A) 合剂、口服液一般检查项目有相对密度和 pH 值测定等。
 - (B) 丸剂的一般检查项目主要有溶散时限和含糖量等。
 - (C) 冲剂的一般检查项目有粒度、水分、硬度等。
 - (D) 散剂的一般检查项目有均匀度、水分等。
2. 中药制剂分析的一般程序为 (A)
 - (A) 取样 鉴别 检查 含量测定 写出检验报告
 - (B) 检查 取样 鉴别 含量测定 写出检验报告
 - (C) 鉴别 检查 取样 含量测定 写出检验报告
 - (D) 检查 取样 含量测定 鉴别 写出检验报告
3. 中国药典 (一部) 收载的水份测定法有 (C) 法。
 - (A)1 (B)2 (C)3 (D)4 (E)5
4. 中国药典采用 (A) 法测定含醇量。
 - (A)GC (B)HPLC (C)TLC (D)UV (E)FLn

二、填空题

1. 中药制剂按物态可分为 液体制剂、半固体、固体制剂。
2. 中药制剂分析常用的提取方法有 萃取法、冷浸、回流、连续回流、水蒸气蒸馏、超临界流体萃取。
3. 中药制剂中杂质的一般检查项目有 水分、总灰分、重金属、砷盐、残留农药 等。
4. 中药制剂杂质检查中，水分测定的方法有 烘干法、甲苯法、减压干燥法。
5. 中药制剂常用的定量分析方法有 化学分析法、分光光度法、薄层扫描法、HPLC 等。
6. 酒剂和酊剂的主要区别在于 浸出溶剂不同 和 是否加矫味剂。

三、是非题

- () 1. 超临界流体的密度与液体相似，其扩散系数却与气体相似，因而具有传质快，提取时间短的优点。
- () 2. 冷浸法提取中药组分时，适用于过热不稳定组分的提取。
- () 3. 丸剂不检查水分，重量差异和溶散时限。
- () 4. 酊剂和酒剂的主要区别在于二者浸出溶剂不同，酒剂用蒸馏酒，而酊剂用乙醇。
- () 5. 中药材由于生长环境，采收时间，储藏条件不同，有效成分含量可能有很大差异。
- () 6. 中药制剂的鉴别应着重于君药和臣药、贵重药和毒副药。

四、配伍题

[1 ~ 4 题]

(A) 正丁醇 (B) 乙酸乙酯 (C) 氯仿 (D) 石油醚

1. 皂甙类成分宜选用 (A) 提取

2. 生物碱类宜选用 (C) 提取
3. 挥发油类宜选用 (D) 提取
4. 黄酮类宜选用 (B) 提取

[5 ~ 8 题]

- (A) 总灰分 (B) 酸不溶性灰分 (C) 两者都是 (D) 两者都不是
5. 控制药材生理灰分和外来杂质用 (A) 表示
 6. 控制药材外来杂质 (B) 表示
 7. 控制药材生理灰分用 (D) 表示
 8. 需要炽灼至恒重 (C)

[9 ~ 10 题]

- (A)1g (B)2 ~ 5g (C)5 ~ 7g (D)7 ~ 9g (E)10g
9. 1ml 流浸膏相当于原药材 (A)
 10. 1 克浸膏相当于原药材 (B)

五、简答题

1. 中药制剂分析的程序如何？

答：中药制剂分析的程序是：取样 鉴别 检查 含量测定。

2. 中药制剂中杂质检查项目是什么？

答：中药制剂中杂质检查项目水分，灰分，酸不溶性灰分，砷盐，重金属，有毒成分。

3. 中药制剂常用的鉴别方法与一般制剂有何异同点？

答：显微鉴别，化学鉴别，色谱鉴别

4. 超临界流体萃取技术的优点？

答：超临界流体既不同于气体，也不同于液体，其特点是：

具有与液体相似的密度，具有与液体相似的较强的溶解性能；

溶质在超临界流体中扩散系数与气体相似，具有传导快，提取时间短的优点；

萃取选择性强，在通常状态下为气体，因此萃取后易于浓缩。

第十五章 药品质量标准的制订

一、选择题

1. 为了保证药品的质量，必须对药品进行严格的检验，检验工作应遵循 (B)
(A) 药物分析 (B) 国家药典 (C) 物理化学手册 (D) 地方标准
2. 我国解放后第一版药典出版于 (D)
(A)1951 年 (B)1950 年 (C)1952 年 (D)1953 年
3. 至今为止，我国共出版了几版药典 (A)
(A)8 版 (B)5 版 (C)7 版 (D)6 版
4. 药物的鉴别试验是证明 (B)
(A) 未知药物真伪 (B) 已知药物真伪
(C) 已知药物疗效 (D) 未知药物纯度

精品文档

5. 西药原料药的含量测定首选的分析方法是 (A)
(A) 容量法 (B) 色谱法 (C) 分光光度法 (D) 重量分析法
6. 影响药物有效性检查项目不包括 (D)
(A) 结晶细度及晶型 (B) 含量均匀度 (C) 稀释度 (D) 酸度
7. 红外压片时, 盐酸盐药物宜用 (C) 压片
(A) KBr (B) KI (C) KCl (D) NaBr
8. 药物不纯, 则熔距 (A)
(A) 增长 (B) 缩短 (C) 不变 (D) 消失
9. 建国以来, 我国共出版过 (D) 个药典
(A) 5 (B) 6 (C) 7 (D) 8 (E) 9
10. 除一般规定外, 药品稳定性实验的影响因素 不包括 (D)
(A) 强光 (B) 高温 (C) 高湿度 (D) pH
11. 中国药典凡列中规定: 检查项下包括 (E)
(A) 片剂含量均匀性 (B) 药品的临床有效性 (C) 药品纯度要求
(D) 安全性 (E) 以上都对
12. 我国药品质量标准的内容不包括 (E)
(A) 名称 (B) 性状 (C) 鉴别 (D) 含量测定 (E) 制法
13. 中国药典规定折光率 n_D^t 中 t 为 (B)
(A) 10 (B) 20 (C) 25 (D) 0 (E) 37
14. 我国共出版过 (C) 个药典
(A) 六个 1953 年, 1977 年, 1985 年, 1990 年, 1995 年, 2000 年
(B) 五个 1953 年, 1977 年, 1985 年, 1990 年, 1995 年
(C) 八个 1953 年, 1963 年, 1977 年, 1985 年, 1990 年, 1995 年, 2000 年, 2005 年
(D) 八个 1953 年, 1958 年, 1963 年, 1977 年, 1985 年, 1990 年, 1995 年, 2000 年
(E) 九个 1953 年, 1958 年, 1963 年, 1968 年, 1977 年, 1985 年, 1990 年, 1995 年, 2000 年
15. 葡萄糖可采用哪些方法测定含量 (E)
(A) 旋光法 (B) 折光法 (C) 碘量法
(D) 高碘酸盐法 (E) 以上均对

二、填空题

1. 药品质量标准是国家对药品质量、规格及检验方法所作的技术规定, 是药品 生产、供应、使用、检验 和 药政管理部门 共同遵循的法定依据。
2. 国务院药品监督管理部门颁布的 中华人民共和国药典 和 药品标准 为国家药品标准。
3. INN 是 International Nonproprietary Names for Pharmaceutical 的缩写。
4. 药品含量测定常用的方法有 容量分析、重量分析、分光光度、色谱 等。
5. 药品质量标准制订的原则为 安全有效、先进性、针对性、规范性。
6. $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ 的物理意义是 指在一定波长下, 溶液浓度为 1% (w/v), 厚度为 1cm 时的吸收度。
7. 中国药典规定: 检查项下包括 有效性、均一性、纯度要求 与 安全性 四个方面。
8. 制订药品质量标准必须坚持 安全有效、技术先进、经济合理、不断完善 的原则。

精品文档

9. 中国药典收载的测定熔点的标准方法为 毛细管法。

10. “三致试验”是指 致畸、致癌、致突变。

三、是非题

- () 1. 旋光法测定葡萄糖注射液的含量时，加入氨试液的目的是加速 D-葡萄糖的 α、β 两种互变异构体的变旋。
- (×) 2. 企业标准同国家标准一样均具有法定的约束力。
- (×) 3. 药品质量标准中，对于主药含量高的片剂其含量限度规定较严，而主药含量低的片剂，含量限度规定较宽。
- (×) 4. 中国药典从 1953 年版即开始分为两部，其中第一部收载中药材和中药制剂。
- (×) 5. 物质越纯，沸程越长。
- () 6. 药品晶型不同，其生物利用度也不同。
- (×) 7. 具有光学异构体的药物，其理化性质与生物活性均不同。
- () 8. 熔距可以反映药品的纯杂。

四、名词解释

1. 准确度

答：测定值与真实值接近的程度，一般以回收率表示。

2. 精密度

答：多次测定所得值的接近程度。

3. 专属性

答：能准确测定出被测物的特性。

4. LOD

答：检测限被测物能被检测的最低浓度或量。

5. LOQ

答：定量限，样品中被测物能被定量测定的最低量。

6. 耐用性

答：在测定条件有小的变化时结果不受影响的承受程度。

7. 药品质量标准

答：药品质量标准是国家对药品质量、规格及检验方法所作的技术规定，是药品生产、供应、使用、检验和药政管理部门共同遵循的法定依据。

五、配伍题

[1 ~ 3 题]

(A) 容量分析法 (B) 色谱法 (C) 酶分析法 (D) 微生物法 (E) 生物检定法

1. 原料药的含量测定应首选 (A)

2. 制剂的含量测定应首选 (B)

3. 抗生素药物的含量测定应首选 (D)

[4 ~ 5 题]

(A)RSD < 2% (B)RSD < 0.2 % (C)0.2 ~ 0.7 % (D)98 ~ 102% (E)99.7 ~ 100.3 %

4. HPLC法所要求的精密度为 (A)

5. UV法吸光度的范围 (C)

[6 ~ 7 题]

A. 93 ~ 107% B . 95 ~ 105% C . 90 ~ 110% D . 80 ~ 120%

6. 主药含量中 (含 1 ~ 3mg)的片剂, 其含量限度一般订为标示量的 (A)

7. 主药含量较大的片剂, 其含量限度一般订为标示量的 (B)

六、简答题

1. 简述制订药品质量标准的原则?

答: 制订药品质量标准的原则: 安全有效 先进性 针对性 规范性

2. 药品质量标准主要包括哪些内容?

答: 名称 性状 鉴别 检查 含测 贮藏

3. 药品质量标准中物理常数是怎样测定的?

答: 目的是证明新用的方法与检测要求。

4. 药品质量标准分析方法验证的目的与内容是什么?

答: 内容: 准确度、精密度、专属性 检测限, 定量限, 线性范围, 耐用性

5. 测定吸收系数 $E_{1cm}^{1\%}$ 的程序是什么?

答: 仪器校正: 5 台不同型号的分光光度计

1) 溶剂检查: 溶剂在测定供试品所用的波长附近无干扰; 2) 最大吸收波长校对; 对吸收池要求配对 3) 样品溶液应先配成吸收度在 0.6 ~ 0.8 之间进行测定, 然后用一批溶剂稀释一倍, 进行测定。

6. 选择药物鉴别方法的基本原则?

答: 1) 方法要有一定的专属性、灵敏性、且便于推广;

2) 化学法与仪器法相结合, 每种药品一般选用 2 ~ 4 种方法进行鉴别试验, 相互取长补短;

3) 尽可能采用药典中收载的方法。

第十六章 药品质量控制中的现代分析方法与技术

一、选择题

1. HRGC中不分流进样利用溶剂效应, 使该法特别适用于 (B)

(A) 高浓度样品的分析 (B) 痕量分析

(C) 对热不稳定样品的分析 (D) 组分浓度相近混合物的分析

二、配伍题

[1 ~ 4 题]

(A)Ms/Ms (B)NMR (C)RIA (D)BP

1. 英国药典 (D)

2. 质谱 / 质谱联用技术 (A)

3. 核磁共振技术 (B)

4. 放射免疫技术 (C)

[5 ~ 8 题]

- (A)packed column (B)open tubular column
(C)capillary column (D)fused silica open tubular column
5. 空心柱 (C)
6. 填充柱 (A)
7. 熔融石英开管柱 (D)
8. 开管柱 (B)

[9 ~ 12 题]

- (A)CSC (B)HPCE (C)HPGC (D)NIRS
9. 高效毛细管电泳 (B)
10. 高分辨气相色谱 (C)
11. 手性分离色谱 (A)
12. 近红外光谱 (D)

三、名词解释

1. NIRS

答：NIRS(near-infrared spectrophotometry) 是一种鉴定有机物质十分有用的技术。近红外光谱是中红外光谱中 C - H、N - H、O - H 和 S - H 的共振吸收，具有高信息量。波长范围为

780nm~ 2500nm($12821\text{cm}^{-1} \sim 4000\text{m}^{-1}$)

2. NMRS

答：NMRS(nuclear magnetic resonance spectrometry) 是利用原子核的物理性质，采用当代

最先进的电子学和计算机技术，用于各种分子物理和化学结构的研究。

四、问答题

1. 简述 NMR定量分析的特点。

答：与其他光谱方法相同，NMR定量分析是通过比较不同的吸收峰强度实现的；因此，只要样品中每个组分有一个或一组特征的、且互不重叠的吸收峰存在时，一般都有可能应用 NMRS 进行定量分析。利用 NMR进行定量分析具有以下四个特点：1) 对于确定的核（质子），其信号强度与产生该信号的核（质子）的数目成正比，而与核的化学性质无关。2) 利用内标法或相对比较法分析混合物中某一化合物时，无需该化合物的纯品作为对照标准。3) 信号峰的

宽度很窄，远小于各信号之间的化学位移的差值，因而混合物中不同组分的信号之间很少发生明显的重叠。 4) 方法简单快速、准确、专属性高和不破坏被测样品，可选择性地测定混合药物或药物制剂中的组分乃至药物的立体异构体。

2. 简述 NIRS 分析法的特点和应用。

答：NIRS 分析法具有分析速度快，操作简单，所需样品少，可以无损原位直接测量液体、固体、粘稠流体等特点。可用于药物的鉴别、杂质检查和含量测定。特别适用于制药工业中原料、中间体和测成品的分析，可以及时而有效地进行药物生产过程的质量控制。在体内药物分析中也得到了较多的应用。