

中国药典分析检测技术指南

GUIDANCE ON ANALYSIS AND TESTING TECHNOLOGY OF
THE CHINESE PHARMACOPOEIA

国家药典委员会 编著

中国医药科技出版社

中国药典分析检测技术指南

GUIDANCE ON ANALYSIS AND TESTING
TECHNOLOGY OF THE CHINESE
PHARMACOPOEIA

国家药典委员会 编著

中国医药科技出版社

图书在版编目(CIP)数据

中国药典分析检测技术指南 / 国家药典委员会编著. -- 北京:
中国医药科技出版社, 2017.6
ISBN 978-7-5067-9329-2

I. ①中… II. ①国… III. ①药物分析 - 中国 - 指南 IV. ①R917-62

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第111949号



责任编辑 赵燕宜 马进 高雨濛

美术编辑 陈君杞

版式设计 张璐

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编 100082

电话 发行:010-62227427 邮购:010-62236938

网址 www.cmstp.com

规格 880×1230mm 1/16

印张 55 1/2

字数 1336千字

版次 2017年7月第1版

印次 2017年7月第1次印刷

印刷 北京盛通印刷股份有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-9329-2

定价 498.00元

版权所有 盗版必究

举报电话:010-62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

编写委员会

名誉主编 桑国卫

主 编 张 伟 李 波 罗国安

副主编 (按姓氏笔画排序)

王 玉	王志斌	兰 奋	冯 丽	张启明
陈士林	陈桂良	季 申	胡昌勤	姜雄平
洪小栩	洪利娅	贺浪冲	钱忠直	钱维清
黄璐琦				

编 委 (按姓氏笔画排序)

王之光	冯 芳	毕开顺	吕 扬	刘玉珍
江英桥	许华玉	杨美成	宋宗华	张清波
张尊建	陈 钢	范慧红	尚 悦	果德安
罗卓雅	金 方	赵 明	徐昕怡	高 华
唐黎明	嵇 扬	靳桂民		

编写人员 (按姓氏笔画排序)

于 泓	马仕洪	马建芳	王 玉	王 平
王少敏	王志斌	王秀芹	王林波	王思寰
王俊秋	王凌波	王碧松	太成梅	车保泉
毛 丹	毛秀红	尹利辉	左泽平	石蓓佳
宁保明	冯 芳	冯 丽	冯 睿	冯艳春
毕开顺	曲范娜	吕 扬	吕 晶	吕晓君
任丽萍	刘 倩	刘 浩	刘 萍	刘永利
刘海涛	江英桥	许华玉	许华容	孙 健
孙苓苓	芮 菁	严全鸿	芦 丽	李 京
李 清	李 静	李 震	李文东	李会林
李丽敏	李娅萍	李晓东	李家春	李慧勇
杨美成	杨美琴	杨德智	吴 越	吴彦霖
吴晓鸾	吴婉莹	何开勇	余振喜	谷广志
谷舒怡	宋经元	沈文斌	张 锐	张 媛
张含智	张启明	张洁萍	张清波	张尊建
张锦琳	陆益红	陆继伟	陈 虹	陈 钢
陈 铭	陈 蕾	陈士林	陈民辉	陈桂良
邵 泓	武向锋	苗 水	范宵宇	范慧红
林 彤	尚 悦	果德安	罗卓雅	罗国安

季 申
郑璐侠
胡 玥
闻宏亮
贺浪冲
笔雪艳
高 华
黄 坚
曹 玲
梁琼麟
靳桂民
魏宁漪

金 方
洗静雯
胡 琴
姜雄平
秦 峰
徐万魁
高 阳
黄海伟
常 艳
嵇 扬
裘 亚
魏 锋

周 恒
赵 明
胡宇驰
洪小栩
袁 浩
徐昕怡
郭玉东
曹 帅
崇小萌
程益清
蔡 彤

郑国刚
赵敬丹
胡昌勤
洪利娅
夏 晶
徐明明
唐元泰
曹 欢
庾莉菊
傅欣彤
裴宇盛

郑金琪
胡 青
段吉平
贺 庆
钱维清
航 艾
唐黎明
曹 红
康笑博
谢媛媛
魏立平

序 言

随着我国医疗服务体系的不断完善,保证药品的安全、有效、质量可控是其中的重中之重。药品检验是药品质量控制的关键环节,涉及原料药、辅料、包装材料等的质量检验,贯穿于药品的研发、生产、流通、使用等整个生命周期过程。国家药品检验技术的水平一定程度上反映了一个国家医药产业发展现状、药品质量控制水平以及对药品的监管能力。

《中国药典》是国家药品标准体系的核心。药典收录的检验方法乃是药品质量控制的法定方法,在我国上市的药品均应按其规定的方法进行检验。自1953年《中国药典》第一版颁布以来,走过了六十多年的发展历程,至今已经颁布了第十版。历版药典制定始终坚持科学、规范、经济和适用的原则,将扩大药品检验技术的应用、提高检验方法的灵敏度、专属性、稳定性作为完善药典检验方法的重点。在兼顾我国药品质量控制特点、药品监管需要以及医药产业发展现状的同时,不断扩大先进检测技术在药品质量控制中的应用,广泛借鉴国际经验,将现代成熟的检测技术应用到药品质量控制中,逐步形成了以药典为核心的药品检验技术体系,药品质量的可控性不断提高,药品的安全性和有效性得到进一步保障。

党中央国务院对药品安全和质量历来高度重视,提出了“四个最严”的要求。其中,加强药品检验方法的完善,是建立最严谨标准的基础,也是完善最严格的食品药品监管制度,提升监管能力的保障。国家药品安全“十一五”“十二五”期间,通过大力实施“国家药品标准提高行动计划”,积极开展药品检验方法学研究,药典检验方法在适用检验方法的灵敏度、专属性、可靠性和稳定性方面得到不断提升。

当前,《中国药典》的检验技术水平已经接近或达到国际先进水平,《中国药典》与《美国药典》《欧洲药典》《英国药典》《日本药局方》一道作为世界卫生组织(WHO)制定《国际药典》的主要参考药典之一。我国中药质量控制技术已形成引领国际植物药标准发展的趋势。应当指出,《中国药典》检验方法在不断完善的同时,也注重与国际标准的协调,不断凸显检验方法的导向性和前瞻性。

为了学习好、实施好药典,掌握好、运用好药典检测技术,促进药品质控能力和药品质量水平提高,国家药典委员会在2015年版药典实施后,积极组织开展《中国药典分析检测技术指南》(以下简称“指南”)的编写工作。指南首次对《中国药典》收录检验技术的基本原理、技术应用、发展过程、检验方法的操作技术要点、方法的适用性研究、国内外药品检验的差异分析以及未来检测技术的发展前景进行了全面深入的介绍和解读,诠释了药典检验方法的技术内涵、进一步扩展了药典标准的相关内容。指南也是《中国药典》标准内容的重要补充,它凝聚了我国100多位药品检验机构、科研院所权威专家和技术人员多年来在药品检验技术实践和应用的经验。作为从事药物分析和药品质量控制专业技术人员必备的工具书,指南对国内外药品研发、生产、检验、监管部门和机构全面了解药典检验方法的研究背景、应用案例和

技术操作要领等将有极大帮助。指南的出版,对于推进我国药品标准化工作以及检验仪器设备产业的发展也将发挥重要的作用。

值此庆贺指南问世之际,欣然应邀作序,谨对参与指南编写的全体专家和人员表示崇高的敬意和诚挚的感谢。

中国工程院院士

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Song Jianqiang' (Song Jianqiang), written in a cursive style.

2017年6月6日

前 言

《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)是国家为保证药品质量、确保公众用药安全而制定的国家药品法典,《中国药典》收载的检验方法是药品质量控制和药品检验的法定方法,对药典收载品种以及其他药品标准具有同等效力。《中国药典》检验方法是药品标准的重要组成部分、提高药品质量的基础、药品质量控制水平的重要体现、加强我国药品监管的重要技术手段。

随着我国医药产业的飞速发展,《中国药典》分析检验技术的整体水平有了极大提升,为建立严谨的药品标准、提高药品质量、强化药品监管奠定基础。《中国药典》2015年版于2015年12月1日正式实施。新版药典将各部药典共性检验方法附录进行统一整合,形成了《中国药典》四部。新版药典四部共收载检测方法通则287个,整合通则63个,修订通则67个;在保留常规检测方法的基础上,新增检测方法通则共27个,进一步扩大了对新技术、新方法的应用,提高检测的灵敏度、专属性和稳定性,重点加强药品安全性和有效性控制。本着方法通则先行的原则,新版药典进一步加强检测技术储备,新增4个检验方法指导原则,充分体现《中国药典》前瞻性和导向性作用。

2015年版药典检验方法整体变动较大,增修订内容较多,加强对药典四部检测分析方法的解读,对《中国药典》的贯彻实施意义重大。为指导药品研究、生产、检验、监管等相关机构专业技术人员准确理解《中国药典》收载的分析检测方法其原理、技术内涵和实验操作要点,帮助药品生产企业开展《中国药典》检验方法的选择、建立、应用和适用性研究等工作,以保障《中国药典》正确实施执行,国家药典委员会组织第十届药典委员会相关专业委员会资深委员以及全国药品检验机构、科研院校等20多家机构的一百多位药品检验检测技术领域的权威专家、药品检验技术人员,历经两年多的时间,编纂完成了《中国药典分析检测技术指南》。

本书是《中国药典》2015年版配套系列丛书的重要组成,是我国首部就《中国药典》收载的分析检测技术进行全面阐释、对检测操作技术进行深入解读的专业技术著作。本书在以往《中国药品检验标准操作规范》的基础上,对《中国药典》2015年版收载的111项检验方法以及相关分析技术的原理、在药品质控中的应用和发展、检验方法操作的关键技术、操作要点、检验参数设置、操作流程规范、检验方法适用性研究等方面进行了全面深入的论述;进一步细化了《中国药典》中分析检测方法的技术细节、技术标准、技术操作和操作流程,通过大量实例分析;进一步深入介绍和指导药典检验分析方法的操作和应用。本书还对比了国外主要药典,包括《美国药典》《欧洲药典》《英国药典》和《日本药局方》等,全面分析了国内外相关检测方法和技术应用的差异。同时,本书还在参考美国食品药品监督管理局(FDA)、国际人用药品注册技术协调会(ICH)及欧盟医药管理局(EMA)等国外药品管理机构的相关技术指南的基础上,提出了相关检测技术在药品质量控制应用方面的发展趋势和未来前景。

本书涵盖内容丰富、解读全面深入、对了解《中国药典》相关检验方法制修订的过程及背景、展示我

国药品检验技术的水平和发展历程、不断提高我国的药品检验检测技术水平,加强我国药品质量控制发挥重大作用。本书既是对《中国药典》应用检验方法解读,也是对我国药品检验技术应用、演变和发展过程的全面回顾,是国内外药品研发、生产、检验、管理和流通等单位,以及参与药品标准制修订机构的技术人员必备的参考工具书。

谨此,对所有参与本书编撰的编写人员,以及在编写过程中给予大力支持的全国工商联医药商会表示衷心感谢。

本书的编写,秉承《中国药典》编撰严谨严肃、专业权威的宗旨,历时两年的编写和审稿,方始付梓。但由于本书为首次编写出版,内容涉及面广,参与编写人员较多,疏漏之处在所难免,恳请广大读者批评指正。

主编: 张 伟 魏 强 罗 国 安

2017年6月6日

编写说明

《中国药典分析检测技术指南》(以下简称“指南”)作为《中国药典》2015年版技术配套丛书,详尽地对《中国药典》收载的相关检验方法以及分析技术的基本原理、方法操作、应用和发展等进行全面系统的阐述。

指南内容涉及《中国药典》2015年版四部 111 个通用性检测方法,6 个指导原则;检验方法中包括通则 0301 系列项下一般鉴别试验中相关通则 1 个、通则 0400 系列项下光谱法相关通则 11 个、通则 0500 系列项下色谱法相关通则 7 个、通则 0600 系列项下物理常数测定法相关通则 11 个、通则 0700 系列项下其他测定法相关通则 6 个、通则 0800 系列项下限量检查法相关通则 18 个、通则 0900 系列项下特性检查法相关通则 14 个、通则 1100 系列项下生物检查法相关通则 12 个、通则 1200 系列项下生物活性测定法相关通则 17 个、通则 2000 系列项下中药其他方法相关通则 14 个;同时,增加称量与天平使用方法的技术解读。考虑到药典四部通则 3000 系列是针对生物制品使用的检验方法,在国家药典委员会编制的《中国药典注释》(三部)中,已经进行了比较全面的注释和解读,故指南不再对通则 3000 系列相关分析及检测方法进行介绍。指南内容设置包括:

检测技术整体概述 概要性地介绍检验分析技术的产生、应用领域、质量控制、应用情况以及检验技术的国内外应用状况和未来发展趋势等情况。

检测原理与方法 此部分对检验技术的基本原理,检验操作的基本流程、基本要求、包括检验操作方法、流程、检验仪器、材料的选择,检测参数的设置,供试品预处理方法、干扰因素、结果判定以及方法灵敏度和通用性等内容进行了全面的介绍。

操作要点及注意事项 此部分是指南的重点内容,包括操作要点及注意事项的阐述。其中,凝聚了全国主要药品研究和检验机构以及药品生产企业多年的实践经验,就检验操作中可能对检测结果产生影响的因素、如何排除检测中可能出现的干扰、方法学适用性研究的考虑要点等进行了总结归纳和全面的阐述。

案例分析 为便于读者理解,部分章节针对具体品种或不同类制品分别列出实例分析,更加系统地阐述方法建立的工作流程、检验检测系统适用性研究以及相关参数确立的过程,以指导检验方法的应用。

国内外技术方法对比 为便于读者全面了解国内外相关检测方法的应用情况,指南对《美国药典》(USP)、《欧洲药典》(EP)、《英国药典》(BP)以及《日本药局方》(JP)所收载的相关检测方法、方法的应用和存在的差别进行了全面的比较和分析评估。

发展前景 指南编写组在广泛参阅了国内外各类文献基础上,结合自身工作经验,对当前国内外正在开展的先进检验技术应用、新的检验方法研究、应用以及未来发展趋势等进行了前瞻性的介绍。

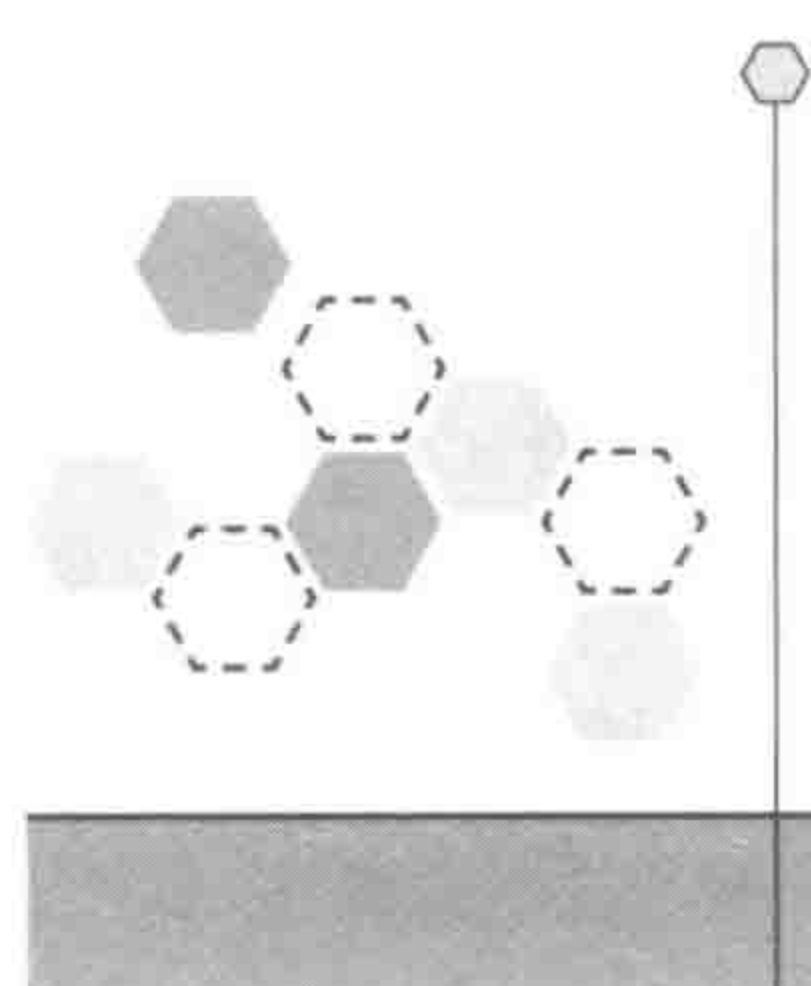
目 录

第一章 一般鉴别试验 (通则 0301)	1
第二章 光谱法 (通则 0400)	20
第一节 紫外-可见分光光度法(通则 0401)	21
第二节 红外分光光度法(通则 0402)	34
第三节 荧光分光光度法(通则 0405)	57
第四节 原子吸收分光光度法(通则 0406)	63
第五节 火焰光度法(通则 0407)	70
第六节 电感耦合等离子体原子发射光谱法(通则 0411)	74
第七节 电感耦合等离子体质谱法(通则 0412)	81
第八节 拉曼光谱法(通则 0421)	91
第九节 质谱法(通则 0431)	108
第十节 核磁共振法(通则 0441)	127
第十一节 X射线衍射法(通则 0451)	142
第三章 色谱法 (通则 0500)	159
第一节 薄层色谱法(通则 0502)	160
第二节 高效液相色谱法(通则 0512)	174
第三节 离子色谱法(通则 0513)	202
第四节 分子排阻色谱法(通则 0514)	212
第五节 气相色谱法(通则 0521)	216
第六节 超临界流体色谱法(通则 0531)	230
第七节 临界点色谱法(通则 0532)	242
第四章 物理常数测定法 (通则 0600)	248
第一节 相对密度测定法(通则 0601)	249
第二节 熔点测定法(通则 0612)	252
第三节 凝点测定法(通则 0613)	260
第四节 旋光度测定法(通则 0621)	265
第五节 折光率测定法(通则 0622)	269
第六节 pH值测定法(通则 0631)	274
第七节 渗透压摩尔浓度测定法(通则 0632)	278

第八节	黏度测定法(通则 0633)	282
第九节	热分析法(通则 0661)	291
第十节	制药用水电导率测定法(通则 0681)	300
第十一节	制药用水中总有机碳测定法(通则 0682)	304
第五章	其他测定法(通则 0700)	307
第一节	氧瓶燃烧法(通则 0703)	308
第二节	氮测定法(通则 0704)	313
第三节	乙醇量测定法(通则 0711)	321
第四节	甲氧基、乙氧基与羟丙氧基测定法(通则 0712)	325
第五节	脂肪与脂肪油测定法(通则 0713)	333
第六节	蛋白质含量测定法(通则 0731)	350
第六章	限量检查法(通则 0800)	361
第一节	氯化物检查法(通则 0801)	362
第二节	硫酸盐检查法(通则 0802)	365
第三节	硫化物检查法(通则 0803)	368
第四节	硒检查法(通则 0804)	371
第五节	氟检查法(通则 0805)	374
第六节	氰化物检查法(通则 0806)	377
第七节	铁盐检查法(通则 0807)	381
第八节	铵盐检查法(通则 0808)	384
第九节	重金属检查法(通则 0821)	386
第十节	砷盐检查法(通则 0822)	390
第十一节	干燥失重测定法(通则 0831)	394
第十二节	水分测定法(通则 0832)	399
第十三节	炽灼残渣检查法(通则 0841)	405
第十四节	易炭化物检查法(通则 0842)	408
第十五节	残留溶剂测定法(通则 0861)	410
第十六节	甲醇量检查法(通则 0871)	432
第十七节	合成多肽中的醋酸测定法(通则 0872)	435
第十八节	2-乙基己酸测定法(通则 0873)	439
第七章	特性检查法(通则 0900)	441
第一节	溶液颜色检查法(通则 0901)	442
第二节	澄清度检查法(通则 0902)	449
第三节	不溶性微粒检查法(通则 0903)	453
第四节	可见异物检查法(通则 0904)	459

第五节	崩解时限检查法(通则 0921)	464
第六节	融变时限检查法(通则 0922)	471
第七节	溶出度与释放度测定法(通则 0931)	474
第八节	含量均匀度检查法(通则 0941)	485
第九节	最低装量检查法(通则 0942)	494
第十节	吸入制剂微细粒子空气动力学特性测定法(通则 0951)	499
第十一节	黏附力测定法(通则 0952)	510
第十二节	结晶性检查法(通则 0981)	517
第十三节	粒度与粒度分布测定法(通则 0982)	520
第十四节	锥入度测定法(通则 0983)	530
第八章	生物检查法(通则 1100)	536
第一节	无菌检查法(通则 1101)	537
第二节	非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法(通则 1105)	564
第三节	非无菌产品微生物限度检查:控制菌检查法(通则 1106)	574
第四节	非无菌药品微生物限度标准(通则 1107)	587
第五节	异常毒性检查(通则 1141)	597
第六节	热原检查法(通则 1142)	604
第七节	细菌内毒素检查法(通则 1143)	614
第八节	升压物质检查法(通则 1144)	621
第九节	降压物质检查法(通则 1145)	625
第十节	组胺类物质检查法(通则 1146)	631
第十一节	过敏反应检查法(通则 1147)	636
第十二节	溶血与凝聚检查法(通则 1148)	639
第九章	生物活性测定法(通则 1200)	645
第一节	抗生素微生物检定法(通则 1201)	646
第二节	青霉素酶及其活力测定法(通则 1202)	660
第三节	升压素生物测定法(通则 1205)	664
第四节	细胞色素 C 活力测定法(通则 1206)	671
第五节	玻璃酸酶测定法(通则 1207)	675
第六节	肝素生物测定法(通则 1208)	679
第七节	绒促性素生物测定法(通则 1209)	691
第八节	缩宫素生物测定法(通则 1210)	694
第九节	胰岛素生物测定法(通则 1211)	697
第十节	精蛋白锌胰岛素延缓作用测定法(通则 1212)	705
第十一节	硫酸鱼精蛋白生物测定法(通则 1213)	710
第十二节	洋地黄生物测定法(通则 1214)	714

第十三节	葡萄糖酸锑钠毒力检查法(通则 1215)	717
第十四节	卵泡刺激素生物测定法(通则 1216)	719
第十五节	黄体生成素生物测定法(通则 1217)	723
第十六节	降钙素生物测定法(通则 1218)	727
第十七节	生长激素生物测定法(通则 1219)	731
第十章	中药其他方法(通则 2000)	736
第一节	膨胀度测定法(通则 2101)	737
第二节	膏药软化点测定(通则 2102)	740
第三节	浸出物测定法(通则 2201)	743
第四节	鞣质含量测定法(通则 2202)	746
第五节	桉油精含量测定法(通则 2203)	751
第六节	挥发油测定法(通则 2204)	754
第七节	杂质检查法(通则 2301)	760
第八节	灰分测定法(通则 2302)	763
第九节	酸败度测定法(通则 2303)	766
第十节	铅、镉、砷、汞、铜测定法(通则 2321)	769
第十一节	汞和砷元素形态及其价态测定法(通则 2322)	773
第十二节	二氧化硫残留量测定法(通则 2331)	779
第十三节	农药残留量测定法(通则 2341)	784
第十四节	黄曲霉毒素测定法(通则 2351)	801
第十一章	称量与天平	807
第十二章	指导原则(通则 9000)	819
第一节	药品质量标准分析方法验证指导原则(通则 9101)	820
第二节	近红外分光光度法指导原则(通则 9104)	826
第三节	中药材 DNA 条形码分子鉴定法指导原则(通则 9107)	842
第四节	色素测定法指导原则(通则 9303)	847
第五节	中药中铝、铬、铁、钡元素测定指导原则(通则 9304)	859
第六节	中药中真菌毒素检测指导原则(通则 9305)	864



第一章

一般鉴别试验(通则 0301)

1 概述

“一般鉴别试验”(General identification test)是利用一定条件下药品中所含无机离子或有机官能团的特征化学反应用以鉴别药品的方法。一般鉴别试验是对品种项下含有同一离子或具有某一官能团的药物共有的化学反应的合并叙述,作为该品种鉴别项下的组成部分,是证明药品中含有某一离子或官能团,而不是对未知物进行定性分析。必要时,要结合其他鉴别试验如红外光谱法、拉曼光谱法、液相色谱法和(或)性状项下的描述,才可以证实药品的真实性。各国药典均将常见离子或有机官能团的鉴别试验收载于通则或附录中,当品种项下涉及含这些离子或官能团的药物的鉴别时,可直接引用。

化学鉴别反应可分为干法和湿法两种。干法是将固体样品与固体试剂混合加热到高温或加以研磨进行反应,观察反应中的特征现象以进行分析的方法,例如焰色反应、熔珠反应等,多用于检验无机物和试样的初步试验,一般作为辅助试验,常须借助于湿法分析结果才能给出正确的判断。绝大多数化学鉴别反应是在水溶液,或有机溶剂中进行的,即所谓湿法分析,其特点在于反应是容易被人类感官觉察到的明显的化学变化,如溶液颜色的改变、溶液产生荧光、沉淀的生成或溶解、特殊气体的发生等。

一般鉴别试验在第一版(1953年版)《中国药典》(Chinese Pharmacopoeia, ChP)就作为附录收载,原名为“药品的特殊反应”;1963年版药典分为一、二部,仅在二部附录中收载,名称不变;1977年版药典更名为“一般鉴别试验”,在一、二部附录中分别收载;1995年版药典附录开始编号,一般鉴别试验在一、二部中的附录编号分别为附录IV和附录III。2015年版药典附录整合,一、二部附录中的一般鉴别试验合并为通则0301,共收载各类鉴别试验35种(类),为特定元素或官能团的理化反应。

国外药典收载的种类各不相同,《美国药典》(United States Pharmacopoeia, USP)通则<191> Identification tests—General 共收载一般鉴别试验47种(类)^[1],《英国药典》(British Pharmacopoeia, BP)附录 Appendix VI Qualitative Reactions and Tests 共收载定性反应38种(类)和气味试验1个^[2]。《日本药局方》(Japanese Pharmacopoeia, JP)为52种^[3]。其中有26种在四国药典中均有收载。《美国药典》有29种与《中国药典》相同,《英国药典》有28种与《中国药典》相同,《日本药局方》有33种与《中国药典》相同。

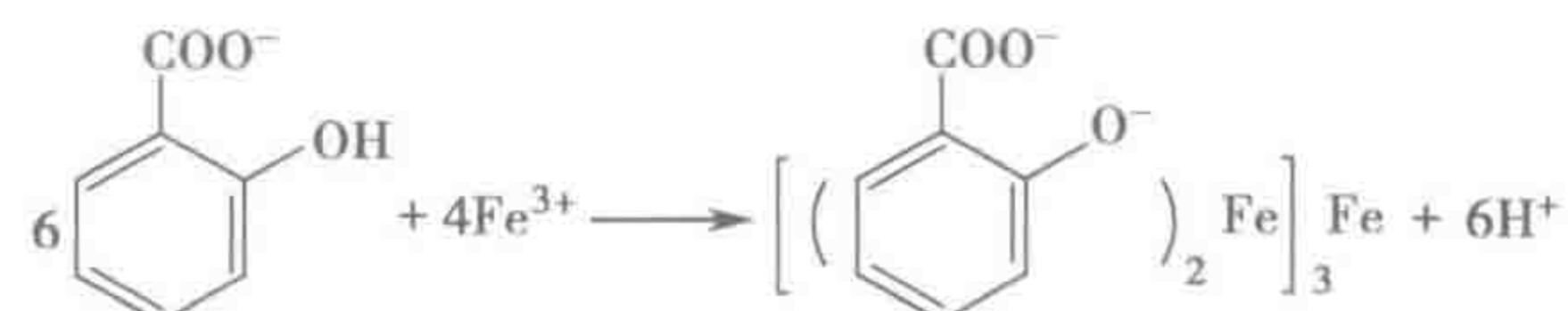
《中国药典》和《英国药典》收载体例相似,在同种元素、离子、官能团或化合物的鉴别试验多于1项时,《中国药典》和《英国药典》分别以(1)(2)(3)等和A、B、C等分项一一列出,而《美国药典》对同种类鉴别几个不同试验则不分项列出,而是合在一起描述。

2 反应原理和方法^[4]

2.1 水杨酸盐

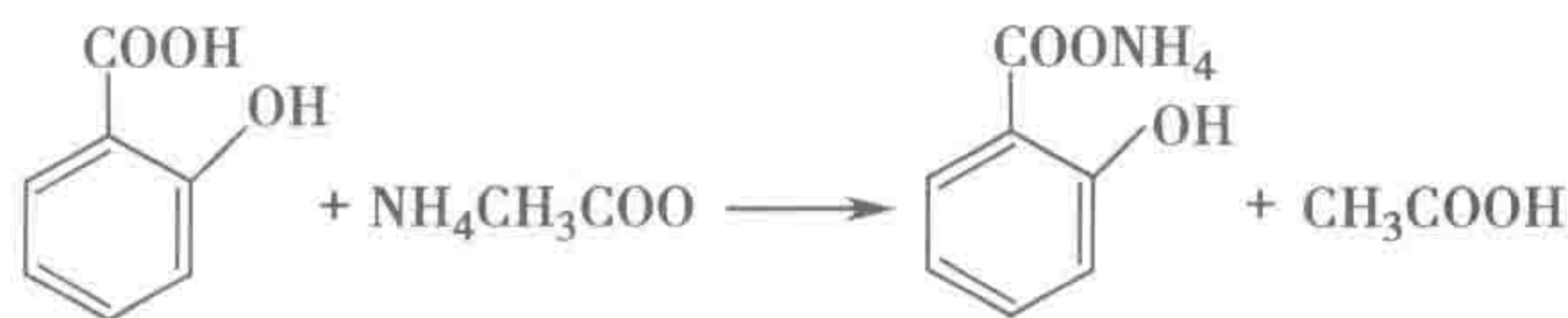
(1) 取供试品的中性或弱酸性稀溶液,加三氯化铁试液1滴,即显紫色。

在中性和弱酸性中,水杨酸盐与三氯化铁试液生成紫堇色络合物,在强酸性中,络合物分解而褪色。试验时应予注意控制酸度,以免紫色消失误认为阴性。本反应极为灵敏,如取用量大,颜色很深时,可加水稀释后观察。反应机制一般写为下式:



(2) 取供试品溶液,加稀盐酸,即析出白色水杨酸沉淀;分离,沉淀在醋酸铵试液中溶解。

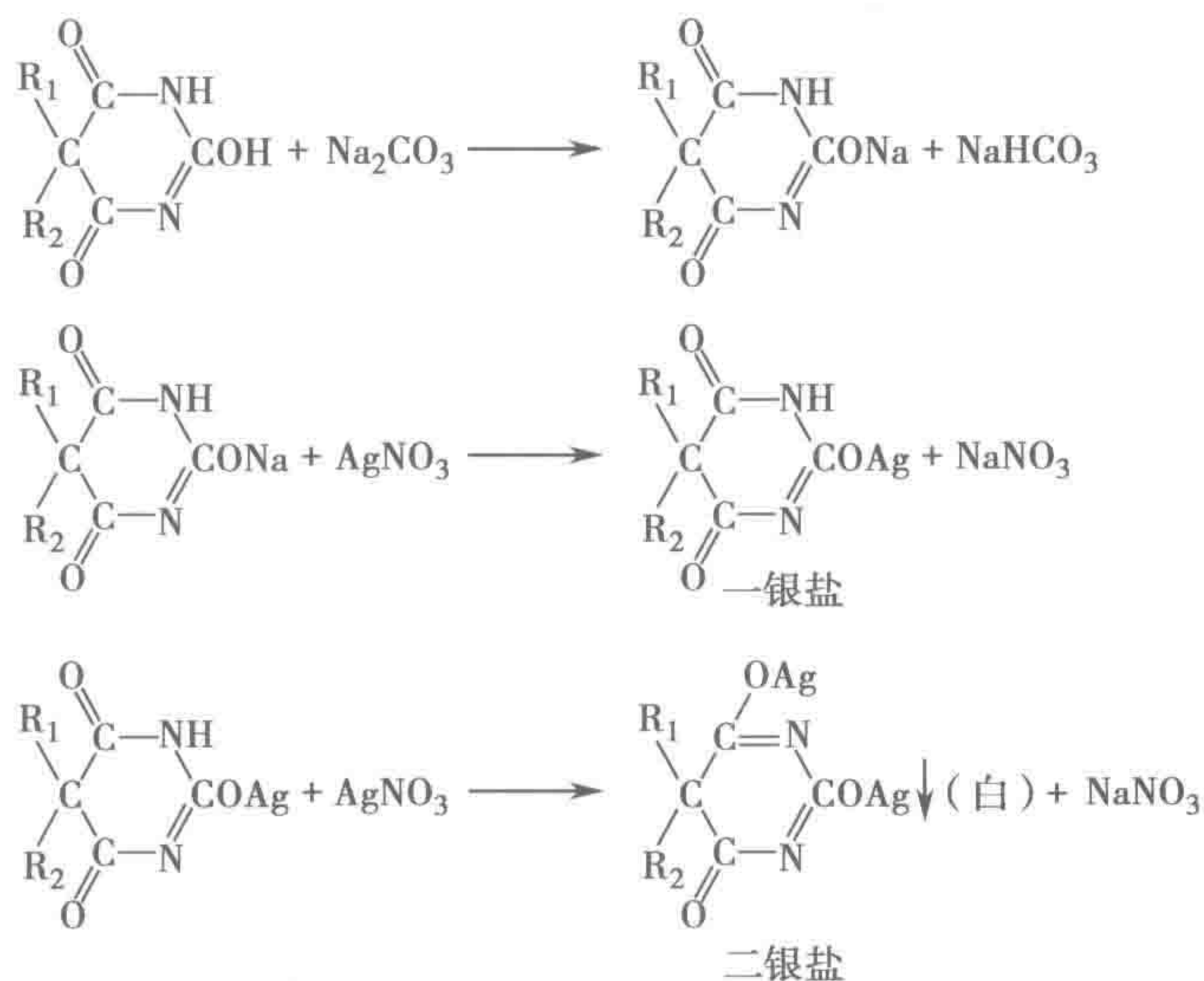
水杨酸在水中溶解度为 1:460,故水杨酸盐溶于水后,加盐酸即析出游离水杨酸,由于水杨酸的酸性大于醋酸,故能分解醋酸铵生成水杨酸铵而溶于水。



2.2 丙二酰脲类

(1) 取供试品约 0.1 g,加碳酸钠试液约 1 ml 与水 1 ml,振摇 2 分钟,滤过,滤液中逐滴加入硝酸银试液,即生成白色沉淀,振摇,沉淀即溶解;继续滴加过量的硝酸银试液,沉淀不再溶解。

这类化合物在适当的碱性溶液中与硝酸银试液作用,先生成可溶性的一银盐,继而生成不溶性的二银盐白色沉淀,溶液中应无过多的碳酸钠,否则生成碳酸银沉淀干扰反应。



(2) 取供试品约 50 mg,加吡啶溶液(1→10)5 ml,溶解后,加铜吡啶试液 1 ml,即显紫色或生成紫色沉淀。

