

# 藥物分析

南京藥學院藥劑系編

## 药物分析

南京药学院药物分析教研室编著

---

出版：江苏科学技术出版社

发行：江苏省新华书店

印刷：淮阴新华印刷厂

---

开本 787×1092 毫米 1/16 印张 57.5 字数 1,336,000

1981年12月第1版 1981年12月第1次印刷

印数 1—7,100册

---

书号：14196·078 定价：4.75元

责任编辑 孙世光

## 前 言

这本《药物分析》参考书,是在我院1965年、1974年药物分析讲义以及1976年药物分析教学参考书的基础上,增补编写而成的。其中,着重增补了中国药典1977年版收载的新品种,搜集归纳了到1978年为止的国内外药品质量控制的主要经验以及有关的文献资料,比较系统地介绍了层析法与分光光度法,以供读者参考。

全书分为两篇:方法篇与药物篇。方法篇着重介绍了近代分离分析技术,包括薄层层析、凝胶过滤、气相色谱、高效液相色谱以及紫外、红外分光光度法的基本理论与基本知识;药物篇则基本上按化学结构分类,综合归纳并列成15个章次,分别叙述了各类药物的化学结构、理化特性、存在状态与分析方法之间的关系及其内在规律,除了对常用的法定方法在理论和操作技能上予以具体阐述之外,同时也提出了一些其他方法,以供读者根据工作需要及实际条件进行适当的选择;书末附有药物的一般鉴别反应及其注释,以及药房的快速化学检验法,以供基层药学工作者参阅。为了使大家有可能更详尽地了解某些内容的来龙去脉,全书还以脚注(即页末注)形式,在当页下面附注所引用的文献资料,共计1400余篇,以备读者深入一步查阅参考。

所以编写这本参考书的想法是:鉴于目前国内发行的药物分析书籍甚少,而药学科学事业的各个方面又都需要药物分析的知识技能作为“工具”或“眼睛”,为此,在历年教学工作实践与教材不断编修的基础上,增补归纳成书,以应需要。

全书的编写可分作两个阶段:第一阶段是从1975~1976学年开始的,由当时的药物分析教研组人员分工编成初稿,参加编写的同志有:安登魁、吴如金、周培的、李学勤、杨玉君、陈贞惠、姜心如、盛龙生、刘文英等,最后由安登魁通读整理后印成1976年药物分析教学参考书。成书后,曾先后在我院1973、1974、1975、1976四届药学专业药物分析教学时进行试用,同时也在1976年及1978~1979学年我院接受卫生部委托举办的第一期与第二期药物分析师资进修班上进行了讨论试用。第二阶段是在1978~1979期间,由安登魁、吴如金、杨玉君、姜心如、张正行、盛龙生根据试用情况与存在问题分工对原稿进行了修订,并增补了近期文献资料,再由安、吴、杨、姜四同志共同逐章讨论定稿。

在1976年药物分析教学参考书印就之后,承蒙广州市药检所副所长梁一舟、武汉市药检所副所长周元瑶、卫生部检定所高增荣等同志提出宝贵意见,我们深表感谢。还要向本书所引用的文献资料的作者与单位,以及对本书初稿提出过意见的同志和同学们表示深切谢意。

在编辑出版的过程中,江苏科学技术出版社委托我院药学系副主任郎久丰老师对本书进行了最后的编辑加工,在此一并致以感谢。

南京药学院药物分析教研室

1980年10月

# 要 目

概述 .....	1
----------	---

## 方 法 篇

第一章 层析法 .....	12
第二章 分光光度法 .....	152

## 药 物 篇

第一章 醇、醚、醛及酮类药物 .....	231
第二章 脂肪酸及其盐类药物 .....	253
第三章 酚类芳酸(酚酸)及其脂类药物 .....	265
第四章 巴比妥类药物 .....	290
第五章 季铵盐类药物 .....	307
第六章 芳胺及芳烃胺类药物 .....	325
第七章 磺胺类药物 .....	354
第八章 有机卤素类药物 .....	400
第九章 含金属的有机药物 .....	412
第十章 杂环类药物 .....	431
第十一章 糖类及甙类药物 .....	507
第十二章 生物碱类药物 .....	540
第十三章 维生素类 .....	634
第十四章 甾体激素 .....	709
第十五章 抗菌素类 .....	781

附录一 药物的“一般鉴别反应”及其注释 .....	829
---------------------------	-----

附录二 药房快速化学检验法 .....	843
---------------------	-----

中文索引 .....	852
------------	-----

英文索引 .....	890
------------	-----

# 目 录

<p><b>概述</b> ..... 1</p> <p><b>药品检验工作</b> ..... 1</p> <p>  取样 ..... 1</p> <p>  药物的鉴别 ..... 2</p> <p>  药物的检查(纯度试验) ..... 2</p> <p>  药物的含量测定 ..... 9</p> <p><b>药典与药品质量标准</b> ..... 9</p> <p><b>临床药物分析</b> ..... 11</p> <p><b>方法篇</b></p> <p><b>第一章 层析法</b> ..... 12</p> <p>  <b>薄层层析法</b> ..... 13</p> <p>    引言 ..... 13</p> <p>      一、薄层层析的特点 ..... 13</p> <p>      二、薄层层析的分类与原理 ..... 14</p> <p>    <b>吸附剂</b> ..... 15</p> <p>      一、硅胶 ..... 15</p> <p>      二、氧化铝 ..... 16</p> <p>      三、硅藻土 ..... 19</p> <p>      四、纤维素 ..... 19</p> <p>      五、聚酰胺 ..... 19</p> <p>      六、离子交换纤维素 ..... 20</p> <p>      七、葡聚糖凝胶 ..... 20</p> <p>    <b>薄层的制备</b> ..... 20</p> <p>      一、薄层板的规格 ..... 20</p> <p>      二、不粘合薄层的制备 ..... 21</p> <p>      三、粘合薄层的制备 ..... 21</p> <p>      四、离子交换纤维素薄层的制备 ..... 24</p> <p>      五、葡聚糖凝胶薄层的制备 ..... 24</p> <p>    <b>点样</b> ..... 25</p> <p>      一、样品液的配制 ..... 25</p> <p>      二、点样工具与点加方法 ..... 25</p> <p>    <b>展开剂的选择</b> ..... 26</p> <p>      一、选择展开剂时应考虑的主要因素 ..... 26</p> <p>      二、选择展开剂的方法 ..... 27</p> <p>      三、关于展开溶剂的纯度要求 ..... 27</p>	<p>  <b>展开</b> ..... 27</p> <p>    一、展开容器 ..... 27</p> <p>    二、展开方式 ..... 28</p> <p>    三、容器饱和与边缘效应 ..... 30</p> <p>    四、“夹心式”展开装置 ..... 30</p> <p>  <b>斑点的检出</b> ..... 30</p> <p>    一、检出方式 ..... 30</p> <p>    二、显色方法 ..... 31</p> <p>  <b>影响 <math>R_f</math> 值的因素</b> ..... 31</p> <p>  <b>定量分析</b> ..... 33</p> <p>    一、斑点捕集洗脱后测定法 ..... 33</p> <p>    二、斑点面积测量法 ..... 34</p> <p>  <b>应用范围</b> ..... 34</p> <p>  <b>发展动向简述</b> ..... 34</p> <p>    一、TLC 仪器的发展 ..... 34</p> <p>    二、预制薄层板的出售 ..... 35</p> <p>    三、高效薄层层析 ..... 35</p> <p>    四、程序控制多次展开 ..... 35</p> <p>    五、信息量在评价层析系统上的应用 ..... 36</p> <p>  <b>各类药物薄层层析常用吸附剂、展开剂与检出方法简表</b> ..... 37</p> <p>  <b>主要参考资料</b> ..... 39</p> <p>  <b>凝胶过滤层析法</b> ..... 39</p> <p>    引言 ..... 39</p> <p>    基本原理 ..... 40</p> <p>    <b>凝胶类型</b> ..... 42</p> <p>      一、葡聚糖凝胶(G)类 ..... 42</p> <p>      二、亲脂性葡聚糖凝胶 ..... 45</p> <p>      三、葡聚糖凝胶离子交换剂 ..... 46</p> <p>      四、聚丙烯酰胺凝胶 ..... 47</p> <p>      五、琼脂糖凝胶 ..... 47</p> <p>      六、疏水性凝胶 ..... 47</p> <p>    <b>实验条件的选择与实验方法</b> ..... 49</p> <p>      一、凝胶型号的选择 ..... 49</p> <p>      二、凝胶粒度的影响 ..... 49</p>
--	--

三、凝胶的浸泡溶胀 .....	50
四、层析管的选择与处理 .....	50
五、装柱与柱的检查 .....	50
六、样品液的准备 .....	52
七、加样(或称“上柱”) .....	53
八、洗脱、收集与流速 .....	53
九、 $V_0$ 与 $V_i$ 的测定 .....	55
十、 $K_d$ (或 $K_{av}$ )的计算与其他一些洗脱特性常数 .....	55
十一、柱的重新装填 .....	56
应用与示例 .....	56
一、测定分子量 .....	56
二、测定聚合物分子量的分布情况 .....	57
三、浓缩大分子物质的溶液 .....	58
四、分离多组分混合物(几类化合物的凝胶过滤层析) .....	58
主要参考资料 .....	61
气相色谱法 .....	62
引言 .....	62
色谱柱 .....	64
一、固定液 .....	65
二、担体 .....	72
三、色谱柱的制备 .....	75
四、多孔聚合物微球 .....	76
操作条件选择 .....	76
一、塔板理论 .....	77
二、速率理论 .....	78
检测器 .....	80
一、检测器特性 .....	81
二、常用检测器 .....	82
定性分析 .....	87
一、用保留值定性 .....	87
二、用保留值经验规律定性 .....	89
三、保留值与分子结构的关系 .....	91
四、用功能团分类试剂鉴别 .....	91
五、和辅助仪器联用 .....	92
定量分析 .....	93
一、峰面积测量 .....	93
二、校正因子 .....	94
三、定量分析方法 .....	95
四、定量分析中的误差 .....	97

程序升温色谱简介 .....	97
一、PTGC设备条件 .....	98
二、低温对柱效的影响 .....	99
三、操作概要 .....	99
制备色谱简介 .....	100
一、色谱柱设计 .....	100
二、进样 .....	101
三、组份的收集 .....	101
衍生物制备 .....	102
一、三甲基硅烷化试剂 .....	102
二、甲酯化试剂 .....	103
三、卤素试剂 .....	103
应用示例 .....	104
一、紧急药物分析 .....	104
二、除虫精残留量的GLC分析 .....	106
三、脂肪族N-亚硝胺水溶液的直接GLC分析 .....	107
四、小白鼠脑中乙酰胆碱含量的GLC测定 .....	107
五、石菖蒲挥发油中主要成分的GLC分离与分析 .....	108
主要参考资料 .....	109
高效液相色谱法 .....	110
引言 .....	111
基本理论 .....	112
一、基本概念—差速移行 .....	112
二、柱效的评价 .....	114
仪器 .....	117
一、高效液谱仪的基本组成与工作流程 .....	117
二、加压泵 .....	117
三、预柱(预饱和器) .....	118
四、进样装置 .....	118
五、柱 .....	118
六、检测器 .....	119
柱填料 .....	121
一、表孔填料 .....	121
二、多孔填料 .....	122
三、化学结合相填料 .....	122
四、离子交换树脂填料 .....	122
五、凝胶渗透色谱用填料 .....	122
流动相 .....	126

实验方法	130
一、实验条件的“标化”	130
二、样品的制备	130
三、装柱技术	131
四、温度	133
五、洗脱方式	133
六、流速与压力	135
七、检定	135
八、计算与结果	137
九、色谱柱的维护	137
定性分析	138
一、色谱法鉴定	138
二、非色谱法鉴定	141
定量分析	141
一、归一法	141
二、内标法	142
三、外标法(校正法; 定量进样法)	142
高效液谱在药理学上的应用示例	143
一、复方解热镇痛片的分离与分析	143
二、巴比妥类药物	143
三、二苯乙内酰胺	144
四、甾体化合物	144
五、维生素	145
六、抗菌素	146
七、喹啉氢化产物的分析(化学合成反应历程的考察)	146
八、吐根碱与吐根酚碱的分析	147
九、农药	147
十、黄曲霉毒素的分析	148
十一、多环芳烃的分离与分析	148
十二、尿的分析	150
主要参考资料	151
<b>第二章 分光光度法</b>	152
分子吸收光谱的基本原理	152
一、光的性质与波长范围	153
二、分子内部的能级	154
三、光的吸收	155
四、Lambert-Beer 定律	155
可见与紫外吸收光谱	156
一、分子轨道	156
二、电子跃迁	159

三、紫外光谱在结构测定上的应用	171
四、可见、紫外分光光度法在药物含量测定上的应用	177
五、紫外分光光度法的其他应用	182
六、测量误差与测量方法的改进	185
红外吸收光谱	189
一、分子振动与红外吸收	189
二、化学键与基团的特征频率	194
三、影响吸收带位移的因素	204
四、红外吸收光谱的测定方法	205
五、红外吸收光谱的应用	206
分光光度计	210
一、光源	211
二、单色器	211
三、吸收池(样品池)	211
四、检测器	211
主要参考资料	211
附一 吸收度与百分透光率换算表	212
附二 波长与波数换算表	222

## 药物篇

<b>第一章 醇、醚、醛及酮类药物</b>	231
醇及其酯和硫醇类	231
一、鉴别反应	231
二、含量测定	233
(一) 碘量法	233
(二) 银量法	233
(三) 比色法	234
(四) 重铬酸钾法	235
(五) 高碘酸钾法	235
(六) 分光光度法	235
(七) 气相色谱法	236
(八) 核磁共振法	237
醚类	238
一、鉴别反应	238
二、含量测定	239
醛类	239
一、鉴别反应	239
二、含量测定	241

(一) 碘量法	241
(二) 中和法	241
(三) 剩余碱水解法	242
(四) 剩余酸水解法	242
(五) 醛类的其他测定方法	242
酮类	243
一、鉴别反应	243
二、含量测定	243
醇、醚、醛、酮类药物附表	245
<b>第二章 脂肪酸及其盐类药物</b>	253
脂肪酸类药物的鉴别	253
脂肪酸类药物的含量测定	255
一、直接滴定法	255
二、有机酸碱金属盐测定法	257
三、离子交换法	257
四、非水溶液滴定法	258
五、络合量法	258
六、汞量法	258
七、pH 指示剂吸收度比值法	259
脂肪酸及其盐类药物附表	261
<b>第三章 酚类芳酸(酚酸)及其酯类药物</b>	265
酚类	265
一、酚类药物的鉴别	265
二、酚类药物的含量测定	267
(一) 溴量法	267
(二) 碘量法	269
(三) 比色法	269
(四) 高效液谱法	269
芳香族羧酸及其盐与酯类	270
一、鉴别反应	270
二、含量测定	274
(一) 直接滴定法	274
(二) 双相滴定法	274
(三) 溴量法	274
(四) 非水溶液滴定法	275
(五) 剩余碱水解法	275
(六) 比色法	277
(七) 荧光法	277
(八) 紫外分光光度法	278
(九) 气相色谱法	278

(十) 高效液谱法	280
酚类、芳酸及其盐与酯类药物附表	281
<b>第四章 巴比妥类药物</b>	290
巴比妥类药物的化学性质及鉴别	290
巴比妥类药物的含量测定方法	293
一、银量法	293
二、酸量法	294
(一) 在水-醇混合溶剂中的滴定	294
(二) 非水溶液滴定法	295
(三) 催化热滴定法	295
三、提取重量法	296
四、溴量法	297
五、比色法	297
六、紫外分光光度法	298
七、纸层、薄层、气相色谱与高效液谱法	299
(一) 巴比妥类药物的纸层析与薄层分析	299
(二) 气相色谱法	302
(三) 高效液谱法	304
巴比妥类药物附表	305
<b>第五章 季铵盐类药物</b>	307
一、季铵盐类药物的鉴别	307
二、季铵盐类药物的含量测定	309
(一) 沉淀法	309
(二) 非水溶液滴定法	309
(三) 碘酸钾法	310
(四) 四苯硼钠法	310
(五) 雷氏盐法	313
(六) 酸性染料比色法	316
(七) 红外分光光度法	316
(八) 其他方法	317
季铵盐类药物附表	318
<b>第六章 芳胺及芳烃胺类药物</b>	325
芳胺类	325
一、鉴别反应	325
二、含量测定	328
(一) 重氮化法	328



(二) 提取重量法	329
(三) 提取容量法	329
(四) 非水溶液滴定法	330
(五) 溴量法	331
(六) 碘量法	331
(七) 酸量法	332
(八) 重量法	332
(九) 紫外分光光度法	332
(十) 比色法	333
(十一) 荧光测定法	334
(十二) 气相色谱法	335
(十三) 高效液谱法	338
芳烃胺类	339
一、鉴别反应	340
二、含量测定	341
(一) 非水溶液滴定法	341
(二) 提取容量法	343
(三) 酸量法	344
(四) 比色法	344
(五) 紫外分光光度法	346
(六) 气相色谱法	347
芳胺及芳烃胺类药物附表	348
<b>第七章 磺胺类药物</b>	<b>354</b>
磺胺类药物的化学性质及鉴别、区 别反应	354
磺胺类药物的含量测定方法	361
一、重氮化法	361
二、酸量法	365
三、非水溶液滴定法	366
四、催化热滴定法	367
五、银量法	368
(一) 直接银量法	368
(二) 剩余银量法	368
六、溴量法	368
(一) 直接溴量法	369
(二) 剩余溴量法	369
(三) 1,3-二溴-5,5-二甲基乙 内酰胺法	370
七、络合量法	370
八、离子选择性电极测定法	370
九、比色法	371
(一) 重氮化偶合法	371

(二) 9-氯吡啶法	374
(三) 其他比色法	375
十、紫外分光光度法	375
十一、荧光测定法	378
十二、纸层、薄层、柱层、气相与高 效液相色谱法	380
(一) 磺胺类药物的纸层与薄层分 析	380
(二) 磺胺类药物的柱上层析	386
(三) 三磺(SD, SM <sub>1</sub> , SM <sub>2</sub> )片的气 相色谱测定	389
(四) 磺胺类药物的高效液相色谱 分析	391
十三、磺胺类药物的红外光谱分析	392
十四、磺胺类药物的核磁共振(NMR) 测定	392
磺胺类药物附表	394
<b>第八章 有机卤素类药物</b>	<b>400</b>
有机卤素药物的鉴别反应	400
有机卤素药物的含量测定	402
一、卤素在分子中结合不太牢固者	402
二、有机碘药物	402
三、卤素在分子中结合牢固者	403
四、其他方法	404
有机卤素药物附表	406
<b>第九章 含金属的有机药物</b>	<b>412</b>
含铋的有机药物	412
一、含铋有机药物的鉴别	413
二、含铋有机药物的含量测定	413
(一) 碘量法	413
1. 直接法	413
2. 间接法	414
3. 有机破坏——碘量法	414
(二) 溴酸盐滴定法	414
(三) 其他方法	415
有机汞药物	415
一、有机汞药物的鉴别	415
二、有机汞药物的含量测定	416
(一) 直接汞量法	416
(二) 加酸水解法	416

(三) 汞齐化法 .....	416
(四) 其他方法 .....	417
有机砷药物 .....	418
一、有机砷药物的鉴别 .....	418
二、有机砷药物的含量测定 .....	419
(一) 硫酸加氧化剂破坏法 .....	420
(二) 硫酸—硫酸盐破坏法 .....	420
含铋的有机药物 .....	422
一、含铋有机药物的鉴别 .....	422
二、含铋有机药物的含量测定 .....	422
(一) 重量法 .....	422
1. 氧化铋重量法 .....	422
2. 磷酸铋重量法 .....	422
(二) 络量法 .....	423
含银的有机药物 .....	424
一、蛋白银的鉴别与区别 .....	424
二、含银有机药物的含量测定 .....	425
(一) 湿法破坏后银量法 .....	425
(二) 灰化后银量法 .....	425
含铁的有机药物 .....	425
一、含铁有机药物的鉴别 .....	425
二、含铁有机药物的含量测定 .....	426
(一) 碘量法 .....	426
1. 加酸水解—间接碘量法 .....	426
2. 有机破坏—碘量法 .....	426
(二) 硫酸铈法 .....	426
含金属的有机药物附表 .....	427
<b>第十章 杂环类药物</b> .....	431
含氧杂环类 .....	431
一、鉴别 .....	431
(一) 双香豆素及双香豆素乙酯的鉴别 .....	431
(二) 呋喃类药物的鉴别 .....	432
二、含量测定 .....	433
(一) 双香豆素的含量测定 .....	433
(二) 呋喃唑啉的含量测定 .....	433
1. 紫外分光光度法 .....	433

2. 比色法 .....	433
3. 极谱法 .....	435
含氧杂环类药物附表 .....	434
吡唑酮类 .....	434
一、鉴别及区别反应 .....	434
二、含量测定 .....	438
(一) 碘量法 .....	438
(二) 直接酸碱测定法 .....	439
(三) 其他方法 .....	440
1. 氨基比林络合量法 .....	440
2. 羟基保泰松的比色测定 .....	440
3. 氨基比林的pH指示剂吸收比值测定法 .....	441
4. 安替比林及苯佐卡因滴耳剂的高效液谱测定 .....	441
(四) 体液中吡唑酮类药物的含量测定 .....	441
1. 紫外分光光度法 .....	441
2. 气相色谱法 .....	442
3. 高效液谱法 .....	443
吡唑酮类药物附表 .....	444
咪唑及四氮唑类 .....	450
咪唑及四氮唑类药物附表 .....	446
吡啶及哌啶类 .....	450
一、鉴别反应 .....	450
二、含量测定 .....	453
(一) 氧化还原法 .....	453
1. 剩余碘量法 .....	453
2. 溴酸钾或碘酸钾直接滴定法 .....	454
3. 剩余溴量法 .....	454
4. 氯胺—T法 .....	454
(二) 非水碱量法 .....	455
(三) 气量法 .....	456
(四) 凯氏定氮法 .....	456
(五) 银量法 .....	456
(六) 比色法 .....	457
1. 2,4-二硝基氯苯比色法 .....	457
2. 1,2-二萘醌-4-磺酸比色法 .....	457
3. 4-硝基苯甲醛或吡啶醛比色法 .....	457
4. 在酸性溶液中与对二甲氨基苯	

甲醛缩合呈色 .....	457
5. 7-氯-4-硝基苯骈-2-氧	
-1,3-二氮唑比色法 .....	457
6. 9-氯吡啶比色法 .....	458
7. 生成普鲁士蓝比色法 .....	458
(七) 紫外分光光度法 .....	458
(八) 高效液谱法 .....	459
(九) 气相色谱法 .....	459
(十) 体液中异烟肼及其代谢物的	
含量测定 .....	459
吡啶及哌啶类药物附表 .....	461
嘧啶类 .....	463
一、鉴别 .....	463
二、含量测定 .....	464
(一) 非水滴定法 .....	464
(二) 剩余酸量法 .....	464
(三) 汞量法 .....	465
(四) 紫外分光光度法 .....	465
嘧啶类药物附表 .....	466
嘌呤及喋呤类 .....	468
一、鉴别反应 .....	468
二、含量测定 .....	469
(一) 紫外分光光度法 .....	469
(二) 非水碱量法 .....	470
(三) 非水酸量法 .....	470
(四) 银量法 .....	470
(五) 体液中 6-巯基嘌呤的含量	
测定 .....	470
嘌呤及喋呤类药物附表 .....	471
哌嗪类 .....	472
一、鉴别反应 .....	472
二、含量测定 .....	473
(一) 非水碱量法 .....	473
(二) 提取容量法 .....	474
(三) 重量法 .....	474
1. 苦味酸重量法 .....	474
2. 铬酸重量法 .....	474
3. 醋酸盐或乙酰化衍生物重量法	
.....	475
(四) 比色法 .....	476
1. 硫氰化铬铵比色法 .....	476

2. 苯醌比色法 .....	476
3. 2,6-二氯苯醌氯亚胺比色法 .....	476
4. 1,2-萘醌-4-磺酸钠比色法 .....	479
(五) 其他方法 .....	479
1. 凯氏定氮法 .....	479
2. 络合量法 .....	479
哌嗪类药物附表 .....	477
苯骈噻嗪类 .....	480
一、苯骈噻嗪类药物的鉴别 .....	481
二、苯骈噻嗪类药物的含量测	
定 .....	484
(一) 利用苯骈噻嗪环上10位取代	
基的碱性 .....	484
1. 非水碱量法 .....	485
2. 碱化提取后的碱量法或非水碱	
量法 .....	487
(二) 紫外分光光度法 .....	488
(三) 铈量法 .....	490
(四) 钡离子比色法 .....	490
(五) 三氯化铁比色法 .....	492
(六) 其他 .....	492
(七) 体液中苯骈噻嗪类药物的测定	
.....	492
三、亚甲蓝的鉴别与含量测定	
.....	493
(一) 鉴别 .....	493
(二) 含量测定 .....	494
1. 重铬酸钾法 .....	494
2. 剩余碘量法 .....	495
3. 苦味酸滴定法 .....	495
4. 高氯酸重量法 .....	495
5. 钛还原法 .....	495
6. 比色法 .....	495
苯骈噻嗪类药物附表 .....	496
其它杂环类 .....	499
利眠宁 .....	499
鉴别 .....	499
含量 .....	499
安定 .....	499
鉴别 .....	499
含量测定 .....	500
消炎痛 .....	500

鉴别	500
含量测定	500
<b>炎痛静</b>	501
鉴别	501
含量测定	501
<b>安特诺新</b>	501
鉴别	501
含量测定	502
<b>阿方那特</b>	502
鉴别	502
含量测定	502
<b>阔可乐</b>	502
鉴别	502
含量测定	502
<b>多乙烯吡咯酮</b>	503
鉴别	503
含量测定	503
其它杂环类药物附表	504
<b>第十一章 糖类及甙类药物</b>	507
<b>糖类</b>	507
一、糖类的鉴别	507
二、药用糖类的含量测定	511
(一) 旋光测定法	511
(二) 折光法	512
(三) 剩余碘量法	513
(四) 斐林氏反应法	513
<b>甙类</b>	514
一、含甙甙	515
(一) 含甙甙的水解	515
(二) 苦杏仁与杏仁水的鉴别	516
(三) 杏仁水的含量测定(银量法; 汞量法)	517
二、甙体强心甙	517
(一) 常用洋地黄强心甙类药物的 鉴别	518
(二) 常用洋地黄强心甙类药物的 含量测定	520
1. 基于 $\alpha$ - $\beta$ 不饱和内酯结构部分与 芳香硝基化合物的作用	521
(1) 洋地黄毒甙及其制剂的碱性 苦味酸盐比色测定法	521
(2) 异羟基洋地黄毒甙的碱性间	

二硝基苯比色测定法	522
2. 基于与 $\alpha$ -去氧糖(洋地黄毒 糖)结构部分的作用	523
强心素片的酸性三氯化铁比色测定法	523
3. 基于与取代情况不同的甙体结 构的作用	523
(1) 异羟基洋地黄毒甙中羟基洋 地黄毒甙的检查	524
(2) 洋地黄毒甙中羟基洋地黄毒 甙的检查	524
4. 异羟基洋地黄毒甙的GLC分析	525
5. 洋地黄强心甙类的高效液谱分 析	525
6. 洋地黄强心甙的放射免疫测定	527
7. 狄戈辛的酶免疫测定	533
糖甙类药物附表	535

<b>第十二章 生物碱类药物</b>	540
生物碱类药物的一般鉴别方法	541
一、生物碱四苯硼盐的制备	541
二、生物碱芳磺酸衍生物的制备	541
三、生物碱的旋光性与紫外、红外吸收 光谱	542
四、生物碱的薄层层析与气相色谱	543
五、生物碱的沉淀反应	553
六、生物碱的显色反应	554
生物碱类药物的一般含量测定方法	556
一、重量法	556
(一) 提取重量法	556
(二) 形成不溶性盐的重量法	559
二、容量法	562
(一) 水介质中的中和滴定法	562
(二) 非水碱量法	566
(三) 络量法	572
(四) 双相滴定法	574
(五) 容量沉淀法	575
三、光谱法	578
(一) 比色法及可见分光光度法	578
1. 酸性染料比色法	578

3. 硫氰化铬铵比色法	593
参考资料	595
4. 苦味酸盐比色法及紫外分光光度法	595
5. 钨蓝或钼蓝比色法	596
6. 其他比色法	597
(二) 紫外分光光度法	601
(三) 荧光分光光度法	606
(四) 层析法	607
1. 薄层层析法	607
2. 气相色谱法	609
3. 高效液谱法	610
生物碱盐类药物附表	615
<b>第十三章 维生素类</b>	634
维生素A	634
一、鉴别反应	635
(一) 三氯化铋反应	635
(二) 紫外吸收	635
(三) 薄层层析法	635
二、含量测定	635
(一) 紫外分光光度法	635
(二) 三氯化铋比色测定法	641
(三) 高效液谱法	641
(四) 荧光分析法	642
维生素B <sub>1</sub> (盐酸硫胺)	642
一、鉴别	642
(一) 硫色素反应	642
(二) 沉淀反应	643
(三) 加碱分解后与醋酸铅反应	643
(四) 氯化物的特殊反应	643
二、含量测定	643
(一) 硅钨酸重量法	643
(二) 硫色素荧光法	644
(三) 非水碱量法	646
(四) 银量法	647
(五) 紫外分光光度法	647
(六) 酸性染料比色法	647
(七) 偶氮染料比色法	647
(八) 薄层层析法	648
(九) 其他方法	649
维生素B <sub>2</sub> (核黄素)	649
一、鉴别	650

(一) 荧光现象	650
(二) 紫外吸收比值	650
(三) 比旋度	650
(四) 感光黄素	650
二、含量测定	651
(一) 分光光度法	651
(二) 荧光法	651
(三) 薄层层析法	652
(四) 其他方法	653
6-氨基嘌呤(维生素B <sub>4</sub> )	653
一、鉴别	653
二、含量测定	653
(一) 凯氏定氮法	653
(二) 荧光法	653
维生素B <sub>6</sub> (盐酸吡哆醇)	654
一、鉴别	654
(一) 生成蓝醌酚	654
(二) 与三氯化铁反应	654
(三) 沉淀反应	654
(四) 吸收度	655
二、含量测定	655
(一) 非水溶液滴定法	655
(二) 2, 6-二氯醌氯亚胺比色法	655
(三) 分光光度法	656
(四) 其他方法	656
维生素B <sub>12</sub> (氰钴胺)	657
一、鉴别	657
二、含量测定	658
(一) 紫外分光光度法	658
(二) 双氰络合物比色法	658
维生素C(抗坏血酸)	659
一、鉴别	659
二、含量测定	661
(一) 碘量法	661
(二) 2, 6-二氯吡啶酚法	661
(三) 溴琥珀酰亚胺滴定法	662
(四) 铁氰化钾法	663
(五) 比色法	664
(六) 高效液谱法	665
(七) 紫外分光光度法	666

维生素D .....	666
一、鉴别 .....	667
二、含量测定 .....	668
(一) 三氯化铋比色测定法 .....	668
(二) 三氟醋酸比色法 .....	670
(三) 紫外分光光度法 .....	671
(四) 薄层层析法 .....	671
(五) 荧光分析法 .....	672
维生素E(消旋- $\alpha$ -生育酚醋酸酯) .....	673
一、鉴别 .....	673
二、含量测定 .....	674
(一) 硫酸铈滴定法 .....	674
(二) 三氯化铁 $\alpha, \alpha'$ -联吡啶比 色法 .....	674
(三) 羟肟酸铁比色法 .....	675
(四) 紫外分光光度法 .....	676
(五) 薄板上光密度测定法 .....	680
(六) 气相色谱法 .....	680
维生素K .....	681
一、鉴别 .....	682
二、含量测定 .....	683
(一) 紫外分光光度法 .....	683
(二) 铈量法 .....	684
(三) 比色法 .....	684
(四) 气相色谱法 .....	684
维生素U(碘甲基蛋氨酸) .....	685
烟酸和烟酰胺 .....	685
一、鉴别 .....	685
(一) 2,4-二硝基氯苯反应 .....	685
(二) 硫酸铜反应 .....	686
(三) 溴化氰反应 .....	686
(四) 吸收比值 .....	686
二、含量测定 .....	686
(一) 中和法 .....	686
(二) 烟酰胺的比色测定法 .....	687
(三) 紫外分光光度法 .....	689
(四) 气相色谱法 .....	689
(五) 高效液谱法 .....	690
肌醇(环己六醇) .....	691
一、鉴别 .....	691

二、含量测定 .....	691
烟酸肌醇酯 .....	692
一、鉴别 .....	692
二、含量测定 .....	693
右旋泛酸钙和右旋泛酸钠 .....	693
一、鉴别 .....	693
二、含量测定 .....	694
(一) 容量法 .....	694
(二) 比色法 .....	694
谷维素 .....	695
一、鉴别 .....	696
二、含量测定 .....	696
(一) 紫外分光光度法 .....	696
(二) 比色测定法 .....	696
芦丁 .....	696
一、鉴别 .....	697
二、含量测定 .....	697
(一) 比色法 .....	697
(二) 分光光度法 .....	698
叶酸 .....	699
一、鉴别 .....	699
二、含量测定 .....	699
(一) 比色法 .....	699
(二) 紫外分光光度法 .....	701
(三) 荧光测定法 .....	702
(四) 色谱法 .....	702
维生素类药物附表 .....	704
<b>第十四章 甾体激素</b> .....	709
甾体激素类别及其结构特点 .....	709
一、肾上腺皮质激素及甾体抗 炎剂 .....	709
(一) $\Delta^1$ 双键的引入 .....	710
(二) 6 $\alpha$ 、9 $\alpha$ 位卤素(F, Cl)的引入 .....	711
(三) 16 $\alpha$ 位羟基的引入 .....	711
(四) 6 $\alpha$ 、16 $\alpha$ 、16 $\beta$ 位甲基的引入 .....	711
二、雄性激素及蛋白同化激素 .....	713
(一) 雄性激素 .....	713

(二) 蛋白同化激素 .....	713
三、雌性激素及口服避孕药 .....	714
(一) 黄体激素 .....	714
(二) 雌激素 .....	714
(三) 口服避孕药 .....	715
四、各类甾体激素可供作分析 的主要功能团 .....	717
甾体激素类药物的鉴别 .....	717
一、显色反应 .....	717
(一) 硫酸呈色反应 .....	717
(二) 冰醋酸-磷酸法 .....	721
(三) 高氯酸反应 .....	721
(四) 甲酸或甲酸-盐酸法 .....	723
二、甾醇、甾酮类衍生物的制备 .....	727
(一) 酯的形成 .....	727
(二) 酯的水解 .....	728
(三) 酮肟的生成 .....	729
(四) 缩氨脲的生成 .....	730
三、甾体激素的簿层层折(包括 纸层折).....	731
(一) 甾体的鉴别 .....	731
(二) 甾体的层析纯度或“其他甾 体”的检查 .....	734
四、其他鉴别方法——有关物理 常数 .....	740
(一) 熔点 .....	740
(二) 比旋度 .....	741
(三) 紫外吸收系数 .....	742
甾体激素的含量测定 .....	743
一、紫外分光光度法 .....	743
二、异烟肼法 .....	747
三、2,4-二硝基苯肼法.....	752
四、碱性间二硝基苯比色法 .....	754
五、盐酸苯肼比色法 .....	757
六、碱性四氮唑比色法 .....	759
七、羟肟酸铁比色法(甾体酯类反应) .....	764
八、硫酸-乙醇或硫酸-甲醇比色法 .....	765
九、铁-酚试剂比色法 .....	767

〔附〕铁-酚试剂的配制 .....	769
十、硝酸银-氢氧化钠滴定法及银离 子比色法 .....	769
十一、其他方法 .....	769
十二、各国药典甾体激素的含量测定 方法小计 .....	771
甾体激素制剂分析 .....	773
一、甾体激素制剂分析的有关 问题 .....	773
二、甾体激素油溶液的含量测 定 .....	773
三、甾体激素的软膏剂、冷霜、 眼膏的含量测定 .....	775
体液中甾体激素的测定 .....	778
第十五章 抗菌素类 .....	781
一、抗菌素成品(原料药及其制 剂)的检验 .....	781
二、抗菌素生产过程的检验工作 .....	782
三、在实验研究和临床检验方面 .....	782
抗菌素的分类 .....	783
β-内酰胺族抗菌素.....	783
一、化学结构与性质 .....	783
(一) 溶解度性质 .....	787
(二) 旋光性 .....	787
(三) 晶形 .....	787
(四) β-内酰胺环的不稳定性 .....	787
(五) 侧链次甲基的反应 .....	789
(六) 吸收光谱特性 .....	789
二、一般鉴别与区别反应 .....	789
(一) β-内酰胺环的鉴别 .....	789
(二) 各种盐型的鉴别 .....	790
(三) 不同侧链的青霉素鉴别 .....	791
三、含量测定 .....	792
(一) 碘量法 .....	793
(二) 酸碱法 .....	795
(三) 分光光度法 .....	796
氨基甙族抗菌素 .....	799
一、化学结构与性质 .....	799

二、鉴别与区别	802
(一) 一般鉴别反应	802
(二) 特殊反应	804
四环族抗菌素化学结构与性质	804
一、差向异构化性质	806
二、四环素类的降解性质	807
(一) 酸性降解	807
(二) 中性降解	807
(三) 碱性降解	807
三、鉴别与区别	808
(一) 硫酸检验法	808
(二) 三氯化铁反应	808
(三) 与金属离子的络合反应	808
(四) 重氮苯磺酸反应	809
(五) 荧光检验法	809
(六) 薄层层析法	810
四、异构杂质的检查	810
五、含量测定	812
氯霉素类	814
一、鉴别反应	815
(一) 硝基的反应	815
(二) 有机氯的鉴别	816
(三) 旋光法	816
(四) 紫外吸收	816
二、含量测定	817
(一) 重氮化法	817
(二) 比色法	817
(三) 紫外分光光度法	818
(四) 气相色谱法	819
其它抗菌素	819
盐酸正定霉素	820
一、鉴别	820
二、含量测定	820
新生霉素钠	820
一、鉴别	821
二、含量测定	821
红霉素	821
一、鉴别	821
二、含量测定	821
(一) 微生物检定法	821

(二) 比色法	821
(三) 气相色谱法	822
抗菌素药物附表	823
附录一 药物的“一般鉴别反应”及其注释	829
水杨酸盐	829
丙二酰脲类	829
有机氟化物	830
亚硫酸盐或亚硫酸氢盐	830
托烷生物碱类	831
汞盐	831
芳香第一胺类	832
苯甲酸盐	832
乳酸盐	833
枸橼酸盐	833
钙盐	833
钠盐	834
钡盐	834
酒石酸盐	834
铋盐	835
钾盐	835
铁盐	836
铵盐	836
银盐	837
铜盐	837
硫酸盐	837
硝酸盐	838
铕盐	838
铈盐	838
铝盐	839
氯化物	839
溴化物	839
碘化物	840
硼酸盐	840
碳酸盐与碳酸氢盐	841
镁盐	841
醋酸盐	841
磷酸盐	841



<b>附录二 药房快速化学检验法</b> .....	843
<b>快速检验的概念及其任务</b> .....	843
一、快速检验的概念 .....	843
二、快速检验的任务 .....	843
<b>快速检验的基本方法及允许误差</b>	
范围 .....	843
一、概述 .....	843
二、基本方法 .....	844
(一) 快速定性分析 .....	844
(二) 快速定量分析 .....	845
三、快速检验所允许的误差范围	
.....	846
四、应用实例 .....	848
(一) 乌洛托品合剂 .....	848

鉴别 .....	849
含量测定 .....	849
(二) 水杨酸钠合剂 .....	849
鉴别 .....	849
含量测定 .....	849
(三) 三溴合剂 .....	849
鉴别 .....	849
含量测定 .....	850
(四) 磺胺嘧啶混悬液 .....	850
鉴别 .....	850
含量测定 .....	850
<b>主要参考资料</b> .....	851

<b>中文索引</b> .....	852
<b>英文索引</b> .....	890