

卫生部规划教材

全国成人

高等医学学历(专科) 教材

供药学专业用

药物分析

卫生部教材办公室组织编写
晁若冰 主编

Y



人民卫生出版社

药 物 分 析

主 编：晁 若 冰

出版发行：人民卫生出版社(中继线 67616688)

地 址：(100078)北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼

网 址：<http://www.pmph.com>

E - mail: pmph@pmph.com

印 刷：北京市安泰印刷厂

经 销：新华书店

开 本：850×1168 1/16 印张：20.25

字 数：402 千字

版 次：2000 年 7 月第 1 版 2000 年 7 月第 1 版第 1 次印刷

印 数：00 001—5 000

标准书号：ISBN 7-117-03978-7/R·3979

定 价：29.00 元

著作权所有，请勿擅自用本书制作各类出版物，违者必究

(凡属质量问题请与本社发行部联系退换)

出版说明

成人医学教育是我国医学教育的重要组成部分,为加强成人医学教育教学管理,完善教学基础建设,保证教育质量,卫生部、教育部联合颁发了《全国成人高等医学学历教育主要课程目录及课程基本要求(试行)》,这是国家为实现成人医学教育培养目标和要求,根据各门课程在某一专业中地位和作用而确定的,是该专业学生在学习课程时必须达到的基本合格标准,是编审规划教材、组织对教学水平进行监督检查和评价的重要依据,是规范我国成人高等医学学历教育的重要指导性文件。为了配合这一要求的顺利实施,卫生部教材办公室成立了全国成人高等医学教育教材评审委员会,组织编写全国成人高等医学学历(专科)教育规划教材。本套教材的主编、编者从全国推荐的 600 名候选人中选出,均为一线教学人员,具有丰富的成人医学学历教育教学经验;教材内容根据《全国成人高等医学学历教育主要课程目录及课程基本要求(试行)》确定,由全国成人高等医学教育教材评审委员会审定,突出成教学员在一定工作经验基础上学习的特点,篇幅适中,针对性强。

本套教材包括 4 个专业(临床医学、预防医学、护理学、药学),共 38 种,均由人民卫生出版社出版。

临床医学、预防医学、护理学、药学专业共用

人体解剖学	孙荣鑫主编	生物化学	查锡良主编
生理学	倪江主编	卫生法学概论	樊立华主编
药理学	李元建主编		

临床医学、预防医学、护理学专业共用

病理学	李玉林主编
-----	-------

临床医学、预防医学、药学专业共用

医学微生物学与免疫学	刘晶星主编
------------	-------

临床医学、预防医学专业共用

内科学	吕卓人主编	儿科学	徐立新主编
外科学	孙靖中主编	诊断学	汤美安主编
妇产科学	李荷莲主编		

临床医学专业用

预防医学	仲来福主编	全科医学概论	顾漫主编
------	-------	--------	------

预防医学专业用

卫生化学	计时华主编	环境卫生学	王振刚主编
卫生统计学	马 燕主编	营养与食品卫生学	凌文华主编
卫生毒理学	石 年主编	劳动卫生与职业病学	陈自强主编
儿童少年卫生学	孙江平主编	社会医学	肖水源主编
流行病学	王建华主编		

护理学专业用

护理学基础	张景龙主编	儿科护理学	童秀珍主编
内科护理学	李改焕主编	护理管理学	成翼娟主编
外科护理学	鲁连桂主编	护理心理学	张树森主编
妇产科护理学	何 仲主编		

药学专业用

高等数学	马湘玲主编	天然药物化学	吴立军主编
有机化学	田昌荣主编	药物化学	徐文方主编
物理化学	曹宗顺主编	药剂学	梁文权主编
分析化学	李发美主编	药物分析	晁若冰主编

全国成人高等医学教育教材评审委员会

主任委员：唐建武

委员：（以姓氏笔画为序）

王怀良	冯美丽	白继荣	朱立华	汤恢焕	吴仁友	吴 坤
张爱珍	张 鹏	李守国	李继坪	沈 彬	陈金华	梁万年
董崇田	樊小力					

秘书：郭 明

前 言

为了适应医药事业飞速发展对各级各类人才的需求,卫生部教材办公室组织编写了这套全国成人医学教育规划教材。我们根据全国成人医学教育教材评审委员会审定的教学大纲、药学专业的培养目标以及成人医学教育的特点,采取编委分工编写,集体讨论,主编终审的办法,编写出了这本教材,供全国成人高等医学学历(专科)教育药学专业使用。

药物分析是药学专业的一门专业课,它主要介绍药品质量标准及药品分析检验的基本知识。全书共十四章,第一、二章介绍药物的鉴别和杂质检查的方法;第三章至第十一章主要介绍巴比妥等九大类常用药物的分析;第十二章介绍制剂分析的特点和方法;第十三章是药品质量标准制订的原则及主要内容,药物分析方法验证的知识;第十四章简要介绍生物药物分析的方法。教材内容以中国药典(2000年版)所收载的药品和方法为重点,系统介绍了药品检验中的鉴别、检查和含量测定方法,突出了药物结构、性质和分析方法的关系。教材在内容的选择上尽量做到与全国执业药师考试大纲的要求一致。为了适应成人医学教育的特点,对常用的药物分析方法和计算,尽量讲细讲透,并在每章后附有一定量的思考题,以加深学生对所学内容的理解和掌握。

本书的主要参考书有:《中华人民共和国药典》(2000年版)、《药典注释》(1990年版二部)、刘文英教授主编的《药物分析》(第四版)、安登魁教授主编的《药物分析》(济南出版社)。

本书在编写过程中,得到了教材评审委员、上海医科大学成人教育学院院长张鹏教授的指导和支持,教材的定稿会得到了西安医科大学药学院院长杨世民教授、副院长贺浪冲教授及药物分析教研室老师们的大力支持,在此,向他们表示衷心的感谢。

由于编写的时间仓促,编者的水平和经验有限,缺点和不足之处在所难免。我们诚恳地希望使用本书的老师和同学批评指正。

编 者

2000年2月

目 录

绪 论	1
一、药物分析的性质和任务	1
二、药典和药品质量标准	2
三、药品检验工作的基本程序	3
四、全面控制药品质量的科学管理	4
第一章 药物的鉴别	5
第一节 概述	5
一、药物鉴别的意义	5
二、鉴别反应的条件	5
(一) 溶液的酸碱度	5
(二) 溶液的浓度	5
(三) 反应的温度	5
(四) 共存物质的干扰	5
(五) 反应的介质	6
三、鉴别反应的灵敏度和专属性	6
(一) 鉴别反应的灵敏度	6
(二) 鉴别反应的专属性	6
第二节 药物鉴别的方法	7
一、化学方法	7
(一) 制备衍生物测定熔点	7
(二) 呈色反应	7
(三) 沉淀反应	7
(四) 其它化学反应	7
二、分光光度法	7
(一) 紫外分光光度法	7
(二) 红外分光光度法	8
三、色谱法	8
(一) 薄层色谱法和纸色谱法	8
(二) 高效液相色谱法	9
(三) 气相色谱法	9
四、生物学方法	9

第三节 药物的一般鉴别试验	9
一、常见无机离子的鉴别	10
二、常见有机酸根的鉴别	18
思考题	20
第二章 药物的杂质检查	21
第一节 杂质和杂质的限量检查	21
一、药物的纯度	21
二、药物中杂质的来源	21
三、杂质的限量检查	23
第二节 一般杂质及其检查方法	24
一、氯化物检查法	25
二、硫酸盐检查法	26
三、铁盐检查法	27
四、重金属检查法	28
五、砷盐检查法	30
(一) 古蔡法	30
(二) 二乙基二硫代氨基甲酸银法	32
六、酸碱度检查法	34
七、溶液颜色检查法	34
八、易炭化物检查法	35
九、澄清度检查法	35
十、炽灼残渣检查法	36
十一、干燥失重检查法	36
(一) 常压恒温干燥法	36
(二) 干燥剂干燥法	37
(三) 减压干燥法	37
(四) 热分析法	37
十二、有机溶剂残留量测定法	39
第三节 特殊杂质的检查方法	41
一、直接检查法	41
二、显色法和沉淀法	41
三、容量法	42
四、旋光度法	42
五、分光光度法	42
(一) 紫外分光光度法	42
(二) 红外分光光度法	43

六、色谱法	44
(一) 薄层色谱法	44
(二) 纸色谱法	45
(三) 高效液相色谱法	45
(四) 气相色谱法	46
思考题	47
 第三章 巴比妥类药物的分析	48
第一节 结构和性质	48
一、基本结构和典型药物	48
二、主要化学性质	49
(一) 弱酸性	49
(二) 水解反应	49
(三) 与重金属离子的反应	49
(四) 紫外吸收特征	50
第二节 鉴别试验	51
一、丙二酰脲类鉴别试验	51
(一) 与银盐的反应	51
(二) 与铜盐的反应	51
二、测定熔点	52
三、特殊取代基和硫元素的鉴别试验	53
(一) 利用不饱和取代基的鉴别试验	53
(二) 利用芳环取代基的鉴别试验	54
(三) 利用硫元素的鉴别试验	54
第三节 特殊杂质检查	55
一、苯巴比妥的特殊杂质检查	55
(一) 酸度	55
(二) 中性或碱性物质	55
二、司可巴比妥钠的特殊杂质检查	55
(一) 溶液的澄清度	55
(二) 中性或碱性物质	55
第四节 含量测定	55
一、银量法	56
二、溴量法	57
三、紫外分光光度法	58
(一) 原理	58
(二) 直接测定的紫外分光光度法	59

(三) 提取后测定的紫外分光光度法	60
思考题	60
第四章 芳酸及其酯类药物的分析	62
第一节 结构和性质	62
一、典型药物的结构	62
二、主要化学性质	64
(一) 酸性	64
(二) 紫外吸收特性	65
(三) 水解反应	65
第二节 鉴别反应	66
一、三氯化铁反应	66
二、水解反应	67
三、重氮化-偶合反应	68
四、分解产物反应	69
五、异羟肟酸铁反应	70
六、紫外分光光度法	70
七、红外分光光度法	71
第三节 特殊杂质的检查	72
一、阿司匹林的特殊杂质检查	72
二、对氨基水杨酸钠中间氨基酚的检查	73
三、氯贝丁酯的特殊杂质检查	74
第四节 含量测定	75
一、酸碱滴定法	75
(一) 直接滴定法	75
(二) 水解后剩余滴定法	75
(三) 两步滴定法	76
二、双相滴定法	77
三、亚硝酸钠滴定法	78
四、高效液相色谱法	78
思考题	80
第五章 胺类药物的分析	81
第一节 芳胺类药物的分析	81
一、对氨基苯甲酸酯类药物的结构与化学性质	81
(一) 基本结构与典型药物	81
(二) 主要化学性质	81

二、酰胺类药物的结构与化学性质	82
(一) 基本结构与典型药物	82
(二) 主要化学性质	82
三、鉴别试验	83
(一) 重氮化-偶合反应	83
(二) 与三氯化铁反应	84
(三) 与重金属离子反应	84
(四) 紫外特征吸收光谱	85
(五) 红外吸收光谱	85
四、杂质检查	86
(一) 对乙酰氨基酚的杂质检查	86
(二) 盐酸普鲁卡因注射液中对氨基苯甲酸的检查	87
五、含量测定	88
(一) 亚硝酸钠滴定法	88
(二) 紫外分光光度法	90
(三) 非水溶液滴定法	92
第二节 苯乙胺类药物的分析	93
一、结构和性质	93
(一) 典型药物的结构	93
(二) 主要化学性质	93
二、鉴别试验	95
(一) 与三氯化铁反应	95
(二) 与甲醛-硫酸反应	95
(三) 氧化反应	95
(四) 紫外特征吸收与红外特征吸收	96
(五) 与亚硝基铁氰化钠反应	96
三、杂质检查	96
(一) 酮体检查	96
(二) 盐酸苯乙双胍中有关双胍的检查	96
四、含量测定	97
(一) 非水溶液滴定法	97
(二) 溴量法	98
(三) 高效液相色谱法	99
思考题	102
 第六章 含卤素与含金属及部分含氮有机药物的分析	 104
第一节 概述	104

一、本类药物的化学结构特征	104
(一) 含卤素有机药物	104
(二) 含金属有机药物	106
(三) 部分含氮有机药物	107
二、本类药物含量测定方法的特点	107
(一) 利用测得的元素量计算药物含量	108
(二) 直接以测得的元素量代表药物有效成分含量	108
第二节 含卤素有机药物的分析	108
一、加热回流水解后测定法	108
二、碱性还原后测定法	109
三、氧瓶燃烧分解后测定法	111
第三节 含金属有机药物的分析	118
一、溶解后直接测定法	118
二、经水解后测定法	118
三、经有机破坏后测定法	119
(一) 湿法破坏	119
(二) 干法破坏	120
第四节 部分含氮有机药物的分析	121
一、氮测定法的原理和操作	121
(一) 样品的消解	122
(二) 氨的蒸馏和吸收	123
(三) 滴定	123
二、应用实例	123
思考题	124
第七章 杂环类药物的分析	125
第一节 吡啶类药物的分析	125
一、结构与性质	125
(一) 典型药物的结构	125
(二) 主要化学性质	125
二、鉴别试验	126
(一) 吡啶环的开环反应	126
(二) 酰肼基团的反应	127
(三) 形成沉淀的反应	128
(四) 分解反应	128
(五) 紫外吸收特征	128
三、异烟肼中游离肼的检查	129

四、含量测定	129
(一) 异烟肼的含量测定	129
(二) 异烟肼及尼可刹米的含量测定	131
第二节 吩噻嗪类药物的分析	132
一、结构与性质	132
(一) 典型药物的结构	132
(二) 主要化学性质	133
二、鉴别试验	133
(一) 紫外特征吸收和红外吸收光谱	133
(二) 显色反应	133
(三) 分解产物的反应	135
三、有关物质的检查	135
(一) 盐酸异丙嗪的有关物质与来源	135
(二) 检查方法	135
四、含量测定	136
(一) 非水溶液滴定法	136
(二) 紫外分光光度法	137
(三) 铈量法	138
第三节 苯并二氮杂草类药物的分析	138
一、结构和性质	138
二、鉴别试验	139
(一) 化学鉴别	139
(二) 紫外特征吸收和红外吸收光谱	140
(三) 薄层色谱法	140
三、有关物质的检查	141
(一) 有关物质的检查	142
(二) 降解产物的检查	143
四、含量测定	143
(一) 非水溶液滴定法	143
(二) 紫外分光光度	144
思考题	144
 第八章 生物碱类药物的分析	 146
第一节 药物的结构和性质	146
一、苯烃胺类	146
二、托烷类	146
三、喹啉类	147

四、异噻啉类·····	147
五、吡啶类·····	148
六、黄嘌呤类·····	149
第二节 鉴别试验·····	149
一、显色反应·····	149
(一) 双缩脲反应 ·····	149
(二) Vitali 反应·····	150
(三) 绿奎宁反应 ·····	150
(四) 紫脲酸铵反应 ·····	151
(五) 甲醛-硫酸反应 ·····	151
二、沉淀反应·····	151
三、色谱法·····	151
第三节 特殊杂质的检查·····	152
一、显色反应·····	152
二、旋光度法·····	152
三、色谱法·····	152
第四节 含量测定·····	153
一、非水溶液滴定法·····	153
二、提取酸碱滴定法·····	156
三、酸性染料比色法·····	160
四、高效液相色谱法·····	162
(一) 反相高效液相色谱法 ·····	162
(二) 反相离子对高效液相色谱法 ·····	163
(三) 其它高效液相色谱法 ·····	164
五、气相色谱法·····	164
思考题·····	165
第九章 维生素类药物的分析·····	167
第一节 维生素 A ·····	167
一、结构和性质·····	167
(一) 结构·····	167
(二) 性质 ·····	168
二、鉴别试验·····	168
(一) 三氯化铋反应 ·····	168
(二) 薄层色谱法 ·····	169
三、含量测定·····	169
(一) 紫外分光光度法 ·····	169

(二) 三氯化铋比色法	174
第二节 维生素 E	175
一、结构和性质	175
(一) 结构	175
(二) 性质	175
二、鉴别试验	175
(一) 硝酸反应	175
(二) 三氯化铁反应	176
三、游离生育酚的检查	176
四、含量测定	177
(一) 气相色谱法	177
(二) 铈量法	178
(三) 高效液相色谱法	179
第三节 维生素 B ₁	180
一、结构和性质	180
(一) 结构	180
(二) 性质	180
二、鉴别试验	180
(一) 硫色素反应	180
(二) 沉淀反应	181
(三) 其它方法	181
三、含量测定	181
(一) 非水溶液滴定法	181
(二) 硅钨酸重量法	182
(三) 紫外分光光度法	182
(四) 硫色素荧光法	183
第四节 维生素 C	184
一、结构和性质	185
(一) 结构	185
(二) 性质	185
二、鉴别试验	186
(一) 硝酸银反应	186
(二) 2, 6-二氯靛酚钠反应	186
(三) 碱性酒石酸铜反应	186
三、特殊杂质检查	187
(一) 铁、铜	187
(二) 草酸盐	187

四、含量测定	187
(一) 碘量法	188
(二) 2, 6-二氯吲哚酚滴定法	188
(三) 高效液相色谱法同时测定胶囊中维生素 C 和去氢维生素 C	189
思考题	189

第十章 甾体激素类药物的分析	191
第一节 基本结构和分类	191
一、基本结构	191
二、分类与结构特征	191
(一) 肾上腺皮质激素	191
(二) 雄性激素与蛋白同化激素	192
(三) 雌激素	193
(四) 孕激素	193
(五) 其它	193
第二节 鉴别试验	194
一、与强酸的呈色反应	194
二、官能团的反应	195
(一) 酮基的反应	195
(二) $C_{17}-\alpha$ 醇酮基的反应	196
(三) 甲酮基或活泼亚甲基的反应	197
(四) 酚羟基的反应	198
(五) 氟元素的反应	199
(六) 乙炔基的反应	199
三、测定衍生物熔点	200
(一) 酮肟的生成	200
(二) 缩氨基脲的生成	200
四、酯类的反应	201
五、紫外分光光度法	201
六、红外分光光度法	201
七、薄层色谱法	202
八、高效液相色谱法	202
第三节 特殊杂质检查	202
一、游离磷酸	203
二、甲醇和丙酮	203
三、硒	203
四、其他甾体	204

(一) 薄层色谱法	204
(二) 高效液相色谱法	204
第四节 含量测定	205
一、高效液相色谱法	205
二、紫外分光光度法	206
三、四氮唑比色法	206
四、异烟肼比色法	208
五、柯柏比色法	209
六、三硝基酚比色法	209
七、几种分析方法的特点及其应用	210
思考题	211
 第十一章 抗生素类药物的分析	213
第一节 概述	213
第二节 β -内酰胺类抗生素	214
一、化学结构与性质	214
(一) 典型药物的结构	214
(二) 主要化学性质	216
二、鉴别反应	218
(一) 呈色反应	218
(二) 沉淀反应	219
(三) 分光光度法	219
(四) 色谱法	220
三、含量测定	221
(一) 碘量法	221
(二) 汞量法	223
(三) 紫外分光光度法	223
(四) 高效液相色谱法	224
第三节 氨基糖苷类抗生素	225
一、链霉素	225
(一) 结构和性质	225
(二) 鉴别试验	226
(三) 链霉素 B 的检查	227
二、庆大霉素	228
(一) 结构与性质	228
(二) 鉴别试验	228
(三) 庆大霉素 C 组分的检查	229

第四节 四环素类抗生素·····	230
一、结构与性质·····	230
(一) 结构·····	230
(二) 性质·····	231
二、鉴别试验·····	232
(一) 与硫酸的反应·····	232
(二) 三氯化铁反应·····	232
(三) 荧光法·····	232
(四) 紫外分光光度法·····	232
(五) 高效液相色谱法·····	233
三、特殊杂质的检查·····	233
四、含量测定·····	234
思考题·····	234
第十二章 药物制剂的分析·····	236
第一节 概述·····	236
一、药物制剂分析的复杂性·····	236
二、分析项目要求不同·····	236
三、含量测定结果表示法·····	237
第二节 片剂的分析·····	237
一、片剂的常规检查项目·····	237
二、片剂含量均匀度和溶出度的检查·····	238
三、片剂中常见附加剂的干扰及排除·····	241
四、片剂分析示例·····	242
(一) 用容量法测定片剂含量·····	242
(二) 用紫外分光光度法测定片剂含量·····	243
第三节 注射剂的分析·····	244
一、注射剂的检查项目·····	244
(一) 注射剂的常规检查·····	244
(二) 注射剂的特殊检查·····	245
二、注射剂中附加剂的干扰及排除·····	245
(一) 抗氧剂的干扰及排除·····	245
(二) 等渗溶液的干扰及排除·····	247
(三) 溶剂水的干扰及排除·····	247
(四) 溶剂油的干扰及排除·····	247
三、注射剂分析示例·····	248
(一) 注射剂的测定方法·····	248