1. 序　言

本书应与 WHO 以前出版的两本书——《药物的基础测试》[1] 和《药物制剂的基础测试》[2] 结合起来使用。前两本书中介绍的药物和药物制剂多数都包含在 WHO 列出的基本药物一览表中[3]。本书将介绍另外 23 种药物和 58 种制剂以及 4 种药用植物的检验程序（见第 3～5 章）。

这些基本检验是药品供应系统中质量保证方面诸多要素之一，建立这些检验方法的目的如下：

（a）提供一种简单易行检验的方法，当对药物的标签及其物质成分产生怀疑时，可用这些方法对其中某种物质进行检验，这些方法所用的都是在一般条件下易于得到的试剂；

（b）在不具备标准实验室的情况下，提供一种切实可行的确定某种物质的方法；

（c）确定那些易降解的物质在不利环境条件下是否发生了大量的降解。

这些基本检验并不能代替国际药典[4]或其他药典所提供的方法，药典提供的检测方法是对药品质量的保证，而这些基本检验方法主要是用于对药物本身的成分进行确认。

1994 年，关于药物制剂规格的 WHO 专家委员会[5]认为这些检验的范围应扩大，要包含其他的一些资料以及其他简单检验方法学的参考文献。

委员会认为，简化分析技术并提供相关帮助，如薄层色谱试剂盒、参照片剂以及相应的培训材料是很有用的。这些对初步筛选来说都是有价值的工具，对鉴定假冒伪劣产品起重要作用。因此，该手册中将对收

1 《药物的基础测试》，日内瓦，世界卫生组织，1986。

2 《药物制剂的基础测试》，日内瓦，世界卫生组织，1991。

3 《基本药物的应用》，WHO 专家委员会第 7 次报告。日内瓦，世界卫生组织，1997（WHO 技术报告丛书，867 辑）。

4 《国际药典》，第三版。日内瓦，世界卫生组织。1 卷：分析的一般方法，1979。2 卷：质量说明，1981。3 卷：质量说明，1988。4 卷：检验、方法和一般要求。药用物质的质量说明、赋形剂和制剂，1994。

5 《WHO 专家委员会关于药物制备的说明》。第 34 次报告。日内瓦，世界卫生组织，1996（WHO 技术报告丛书，863 辑）。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

集到的一些简化的检验方法进行评价（见第 2 章）。

药物在储存和运输中的降解在热带国家中是非常重要的问题。确实，为温带气候所规定的使用失效期在热带地区即使使用高标准的包装也可能是不合适的。基于以上原因，对制剂的视检也同等重要，因为它时常能提供降解的最初始信息；且在有理由怀疑由于设备简陋、贿赂或假冒而引起的质量问题时，也可通过视检来判断。视检应在检验前进行。在《药物制剂的基础测试》一书中列出了视检程序。

基本检验不必一定要由药剂师或化学家来做，但应由那些懂得分析化学，譬如通过了助理药剂师课程的人来完成。

在基本检验的前两本手册中已对进行检验所需的条件、所要求的设备以及熔化特征的测定方法都进行了描述。本书对前两本手册中的试剂所作的补充列在第 6 章。

对大多数样品都介绍了几种检验方法，但不必对一个样品使用所有方法进行检验。然而，如果有理由怀疑产品被标错了标签或低于标准时，所有列举的检验方法都要应用。自然，也不能完全相信简单的检验方法。但即使在一次试验中出现了相反的结果，也要把它当作一种药物有潜在问题的一个警告。在这种情况下，要在拥有适当设备的质量控制实验室进行全面的分析检验后，才能得出最后结论。

为了便于参考，第 7 章列出了 WHO 基本检验的累积索引。

欢迎对所描述的检验方法进行评价，请按以下地址联系： Quality Assurance, Division of Drug Management and Policies, World Health Organization, 1211 Geneva 27. Switzerland.

2. 其他简单的检验方法

WHO公布的其他简单的检验方法对鉴定药物是有效的，但这些方法不是基本检验方法，在此对其中的一些方法进行讨论。

除了用于鉴定外，许多简单的检验方法可用来估计活性成分的含量；然而，这需要有比WHO基本检验更先进的技术，包括容量或光谱分析和薄层色谱技术。其中的一些方法还需有标准品、辅助设备、试剂和优秀的操作人员。

与基本检验一样，这些简单的检验不能代替药典上的分析方法。使用这些检验法之前，应对其适用性进行评价，使用者应验证这些方法。

薄层色谱

对进口药物和制剂进行初步筛选是为了确定寄销品含有正确的药物和准确的含量。进口这种寄销品的国家级港口可能缺乏标准实验室，但是通过使用简单的设备、较低投入和未经高级专业训练的人员进行快速的初步检验筛选是非常重要的。薄层色谱（TLC）技术对此比较适合，这种方法的初期投入和设备费用都较低，能在相对较短的时间内处理大量的样品且结果可信。

初筛的设备应具有实施TLC和WHO基本检验的功能，能够检查产品的标志，至少需要两名经过培训的人员。从技术角度而不是专业角度来讲，培训一般来说是必要的，具有动手能力和读写能力是最低限度的要求。检验区应得到保护，但并不需要对温度和湿度进行控制。

有兴趣的读者可以在《WHO药物信息》1997年11卷第3期（Layloff TP常规监控中分析过程的重要性）中了解更多关于分析筛选过程的讨论。

WHO建立的薄层色谱检验（未发表）

20世纪80年代初期，在WHO指导下，经过合作研究，建立了150多种TLC操作规程，其中包括128种药物和29种剂型的检验方法。大多

数操作规程是针对《WHO基本药物一览表》中的药物，由于感到需要进一步减少所应用的流动相种类（现在超过 40 种），因此这些检验方法并未发表。该计划还没有完成，需要进一步的研究来重新评估这些检验方法。

美国建立的薄层色谱检验

（语言：英语）

一些来自美国 FDA 药物分析部门的研究者们在 20 世纪 90 年代建立了标准化的 TLC 操作规程[1]。这些检验方法是以使用方便的试剂盒为基础的，它的特征是以塑料袋进行展层和染色（检验），同时含有完成检验所需的其他附件，包括培训资料都是为了简化检验试剂盒的实际应用设计的。所有的这些检验方法在许多国家都在广泛应用。

检验方法的应用有详细的说明，这些方法适合在进货口岸、药房、供应中心或缺乏必要设备进行其他分析方法的地区进行快速筛选。如果检验结果表明产品与说明书不一致，那就应再进行重新检验。有疑点的样品必须送交官方用法定方法（LRM）进行分析。

在介绍的 69 种产品的检验程序中，有 37 种是《WHO基本药物一览表》中的药物。这些方法建议使用涂有硅胶的小塑料板（5 × 10cm），流动相选自 8 种溶剂。样本溶剂由流动相中一种或两种溶剂组成（注意：建议不要使用氯化物和其他卤素化合物）。有两种检验方法是暴露在碘蒸气中和使用水合茚三酮。

分析是半定量的。用产品的一个单位剂量制备检验样品，这样可以避免实验操作的影响，如样品的称量，由单位剂量混合物样品制备样品溶液。为了达到检验目的，检验溶液的点与两个表示上限和下限浓度：85%和 115%（120%作为某些抗生素的上限）的参考点相比，对剂量均一性作简单限制。因此一次分析就足以鉴定活性成分、估计测定值和产品单位剂量的一致性。

所有的检验都需要参照物，可以使用一级（化学参照物，CRS）或二级标准。二级标准可使用以前分析过的样品或权威人士提供的药物。

由于标准参照物的称量需要分析天平或半微量天平，因此，有一项研究就是制备参照片剂，即制备准确重量单位的片剂形式标准。

这些检验的益处在于鉴定、测定值和单位剂量的一致性能在一次操作中完成。而且，检验集中在一种方法上，需要的设备最少。试剂盒包含基本的溶剂和试剂，适合在实验室以外的分析。

德国建立的简单薄层色谱

（语言：英语、德语）

德国制药业（通过德国医药卫生基金，German Pharma Health

Fund）在1988—1994年期间，资助波恩威尔士大学的RF药物研究所（Pharmaceutical Institute of the Rheinische Friedrich Wilhelms University of Bonn），研究建立了一系列的TLC检验方法，用来评价广泛使用的片剂和胶囊药物的质量[2]。WHO参与了在发展目标和推荐范围内的最初阶段。该计划扩展到检验市场上不同品牌的药物剂型，方法是使用各种各样的层析板和流动相，后者可提供10种不同的流动相，避免使用带卤素的流动相，但可用水。检验结果包括这种相对检验的结果和色谱颜色的高质量重现。

有20种物质的检验方法已经公布，其中大多数物质列在《WHO基本药物一览表》中。多数检验都提供检查某些在制造过程中或由降解引起的杂志的方法。这些研究可用于商业性的批量作业。对3种物质来说，可使用两种检验方法，其中一种是使用不同的展开剂，专门用来检查纯度。

检验是采用涂有涂料（大多数是二氧化硅，有时是纤维素）的玻璃（也可是铝箔）薄板进行，多数情况下用溶剂使层析缸饱和。除了使用常规的板（10×20cm）外，还用小型的高效薄层色谱（HPTLC）板（5×5cm）。建立了水平小型板方法（Dosaga-H chamber），并建议将受试溶液按条带加样（3×15mm），而不是一个点，这样有助于色谱的读出。为了加快检验过程（如用10～15分钟代替30～45分钟），建议使用常规板缩短展开距离（7～8cm）。小板上的展开距离是4cm，这需要4～5分钟的展开时间（甚至小于常规板的距离）。

该出版物对检验杂质所用的参照物提供了有价值的建议。例如，对四环素的异构体和无水四环素，用母体物在实验室里与酸一起加热，使之降解，该方法优于使用CRS（化学参照物）。

这些检验的优点在于，它们对鉴定一些固体口服制剂的活性成分是高效的。在多数情况下，这些方法也可用于鉴定在降解和制造过程中的杂质。用这些方法在较短的展开时间内能得到可信的结果；经常使用可大大降低溶剂用量（HPTLC技术）；既经济又给操作者提供较好的安全性，还可减少对环境的污染。

日本建立的薄层检验方法
（语言：英语、日语）

在日本卫生福利部的要求下，反对伪劣非标准药物委员会建立了TLC检验规程[3]。1993和1994年，日本福利服务国际公司对伪劣产品和非标准物进行了2次调查，在5个东南亚国家的地方药品质量控制实验室也进行了这样的调查。日本药典学会在1993和1994年也与该计划

需要全本请访问 www.ertongbook.com

进行了合作。用来自市场的产品， 30 多个名列前茅的日本制药公司在各自的质量控制实验室对建议的各种制剂的检验方法进行了验证。

现有方法可对 29 种药物进行检验，它们几乎都列在了 WHO 基本药物一览表中（17 种是抗生素），这些药物是在与它们相关的伪劣产品的基础上挑选出来的，把它们分为 5 类（3 类抗生素，一类止痛药，还有一类水溶性维生素）。根据制剂不同，提供了样品溶液的制备、点样、展开、鉴定和色谱的评价等程序。就在实验室里制备 TLC 板和完成检验而言，总共 45 项条款提供了有用的解释和说明。对每类药来说，都有 3～5 种流动相（总共 18 种）和 2～5 种检验方法。每一类和每种展开系统都给出了保留因子 R_f （分析品与溶剂流动距离之比）。每一种检验方法都根据“强”、“弱”或“无点”对所期望的点有简短的说明。

这些检验主要是为了鉴定药品中的有效成分。也可通过比较被检验样品和参照物层析点的大小和强度，粗略地估计有效成分的含量。使用不同的检验方法使色谱的颜色重现支持了这些检验的进行。

这些检验需要 TLC标准化设备，在常规玻璃板上（5×20cm 或 20×20cm）完成检验。硅胶板可在实验室自行制备也可购买。可选用塑料的或涂有硅胶的铝箔小型板（2×5cm）。所有的操作规程都需要参照物，如二级标准或高质量的参照物。

通常不必使用所有列出的流动系统和检验方法去检验某一药品，用一种合适的流动相和检验方法来鉴定活性成分的结果是令人满意的，用所有提供的流动相系统来鉴定每种药品可提高可信性。当不能得到参照物时，建议在比较 R_f 值的基础上用列出的所有流动相系统来鉴定被检样品（R_f 值已在文章中给出）。

法国建立的鉴定和分析检验法

（语言：英语、法语）

法国制药公司全国联合会在 1987—1991 年为完成药品的鉴定和检验准备了一份检验一览表[4]。检验方法记录在片状薄板样表上，该表可耐受实验室里的试剂和溶剂。这些检验的范围不是由编写者规定的，只是用来为发展中国家培训技术人员而不是为系统的质量控制操作而制作的。

该一览表总共 216 张，其中用于制剂的 111 张都列在了 WHO基本药物一览表中。一张典型的表包括以下内容：

- 用于鉴定的 3 种（有时是 4 或 5 种）颜色或沉淀反应。
- 一种鉴定方法，通常是建立在容量测定基础上（典型的是非水滴定）；用电位终点法。

对检验结果的认可／拒绝没有明显的界限。

TLC规程包括在45张表中，熔点的测定（通常是衍生物）在9张表中，光谱法中紫外或可见光光谱列在3张表中。在56张表中提供了2种可供选择的鉴定方法，一种是非仪器性的，一种是用紫外／可见光分光光度计测定吸收值。

大约100张表是关于光谱或TLC检验所必需的参照物。可以认为高质量的产品（达到药典要求）可用于这个目的。

需要的物品有：

- 玻璃器皿
- 熔点测定设备
- 分析天平和用于容量测定的物品
- 用于TLC的物品（用于点样、展开、显影等）
- 紫外／可见分光光度计
- 电位仪
- 试剂
- 参照物

这些检验可灵活运用，使之适合用有限的设备来鉴定和评估大约200种广泛使用的产品的活性成分含量。

法国为发展中国家研制的质量控制方法

（语言：法语）

在1988—1993年间，法国Nantes药学院是WHO药物稳定性研究的合作中心，在那里收集了用于发展中国家的检验方法[5]。开始，研究集中在制剂的稳定性检验上，以便能测定活性成分（没有改变的）的含量，后来，又加上了鉴别程序。这些检验方法计划被发展中国家质量控制实验室所应用，因为这些国家还没有按药典进行分析的全套设备。所有的检验方法都用法国制造的产品进行了试用和验证，也用在法国生产的大约200种产品的稳定性研究方面。除此之外，这些检验方法也用于该领域的各个方面。

检验方法适用于121种制剂，其中65种列在了WHO基本药物一览表上。在多数情况下，同一种检验可用于相应的药物。所有的检验表都包括了用于测定UV吸收或容量滴定（通常是非水的）鉴定过程和用于鉴定的TLC方法。光谱和TLC检验都需要参照物。

这次收集到的内容包括关于主要分析方法的一般文献、设备一览表、需要的试剂和完成一次检验或上述所有的检验所需试剂的费用估计。

由此提供的简单鉴定方法，特别适用于监督许多广泛使用的药品的

稳定性（通过测定活性成分的含量）。

在比利时建立的药品鉴定一览表

（语言：法语）

在 1987—1993 年间，比利时药典委员会的一个下属委员会制定了简单的非官方的操作规程，以此来帮助药师鉴定药品[6]。

共有 159 种检验表，全都用于药物检验，其中有 17 种药物包含在 WHO 基本药物一览表中。表中主要包括了对药物的描述、有关它的溶解性、熔点和 2～3 种呈色反应的资料。有 36 张表中，有一种鉴别实验根据比利时药典的推荐意见，由 TLC 法所代替。检验中所需的参照物是按比利时药典给出的。

许多 TLC 规程中都有“系统适用性检验”。如果该检验方法在加入杂质（例如，另一种在化学上与检验物相关的药物）的参考溶液中不能发现第 2 个斑点，则认为该检验方法是无效的。人们认为这个特征使这些检验比其他 TLC 检验有一定的优势。

参考文献

1. Kenyon AS, Layloff TP. *Rapid screening of pharmaceuticals by thin-layer chromatography.* St Louis, MO, US Food and Drug Administration, Division of Drug Analysis, 1994.
2. Pachaly P et al. *Simple thin-layer chromatographic identification of active ingredients in essential drugs.* Bonn, Pharmaceutical Institute of the Rheinische Friedrich Wilhelms University, 1994.
3. *Technology transfer promotion project for pharmaceutical field.* Tokyo, Committee on Countermeasures against Counterfeit and Substandard Drugs, 1993–1995.
4. Fabiani P, Pesez M. *Fiches d'identification et de dosage des médicaments.* [*Drugs identification and assay sheets.*] Paris, Syndicat de l'Industrie Pharmaceutique, 1987–1991.
5. Vincent-Ballereau F et al. *Contrôle de qualité des médicaments essentiels dans les pays en développement, méthodes standardisées.* [*Quality control of essential drugs in developing countries.*] Nantes, Groupe d'Etudes Epidémiologiques et Prophylactiques et Centre Collaborateur de l'OMS pour l'Etude de la Stabilité des Médicaments, Faculté de Pharmacie, 1993.
6. *Fiches de vérifications d'identité des médicaments en officine.* [*Sheets for the verification of the identity of medicines in pharmacies.*] Brussels, Secrétariat de la Commission Belge de la Pharmacopée, 1987–1993.

3. 药物的检验方法

硫酸丁胺卡那霉素（amikacin sulfate）

鉴别试验

性状：该药为白色至黄白色结晶粉末，几乎无味。

颜色和其他反应

1. **取本品** 10mg **溶解在** 1ml **水中，加入** 1ml **氢氧化钠试液（** ～80g/L），**混匀，再加入** 2ml **硝酸钴（** Ⅱ）**试液，产生紫色。**
2. **取本品** 0.05g **溶解在** 3ml **水中，再缓慢加入** 4ml **蒽酮试液，产生蓝紫色。**
3. **取本品** 20mg **溶解在** 1ml **水中，加入** 1ml **氯化钡试液（**50g/L），**产生不溶于盐酸试液（** ～250g/L）**的白色沉淀。**

杆菌肽锌（bacitracin zinc）

成分：杆菌肽锌是一种杆菌肽的锌复合物，是枯草杆菌分泌的多肽。其主要成分是杆菌肽 A、B1 **和** B2。

鉴别试验

性状：白色或淡黄褐色粉末，无味或略有特殊气味，有引湿性。

颜色和其他反应

1. **取本品** 5mg **溶于** 1ml **水中混匀，加入** 1ml **茚三酮／丁醇试液，再加入** 0.5ml**吡啶，加热至** 100 ℃5 **分钟，产生紫色。**
2. **取本品** 0.5g **放入坩埚中灼烧。把残留物溶解在** 5ml **硫酸试液（** ～5g/L）**中，溶解后过滤，把滤液分成** 2**等份。**

(a) **把** 1ml **亚铁氰化钾试液（** 45g/L）**加入到** 1 **份滤液中，滤液产生不**

溶于盐酸试液（～250g/L）的白色沉淀。

(b) 滴一滴硫酸铜（Ⅱ）试液（1g/L）到另1份滤液中，再加入1ml硫氰酸汞铵试液，产生紫色沉淀。

降解试验

被检验物颜色改变并与以下检验结果不一致时，通常表明有大量降解：

取本品0.10g溶于100ml水中，应是澄清、无色或略带黄色的溶液。

卡托普利（captopril）

鉴别试验

性状：白色或类白色的结晶粉末，有轻微的特殊气味。

颜色和其他反应

1. 取本品10mg溶解在2ml盐酸滴定液（0.1mol/L）中，加入1ml碘试液，碘的颜色立刻消失，产生白色浑浊的液体。
2. 取本品10mg溶解在2ml水中，加入0.5ml醋酸铅试液（80g/L），产生白色沉淀。
3. 取本品10mg溶解在5ml乙醇试液（～750g/L）中，加入0.5ml羟基四甲基铵/乙醇试液，振摇，再加入0.5ml氯化三苯基四氮唑/乙醇试液，振摇，产生红色。

琥珀氯霉素钠（chloramphenicol sodium succinate）

鉴别试验

性状：白色或类白色的粉末，有引湿性。

颜色和其他反应

取本品1.4g溶解在5ml水中，该待测液用于以下检验：

1 取1滴待测液，依次加入5ml乙醇试液（～750g/L），0.2g锌粉末，1ml硫酸试液（～100g/L），静置10分钟。过滤，在滤液中加入0.5ml亚硝酸钠试液（10g/L），再静置2分钟。然后加入约1g尿素

和在 2ml 氢氧化钠试液（～80g/L）中含有 10mg 2－萘酚的溶液，产生红色。

2. 重复步骤 1，但不加入锌粉末，不产生红色。

3. 取 1滴待测液，加入 10mg 间苯二酚和 3滴硫酸试液（～1 760g/L），小心地加热，冷却后加入 2ml 水，再放置冷却。把该溶液加入到含有 100ml水和 1ml 氢氧化钠试液（～400g/L）的混合液中，产生黄绿色荧光，加入 1ml盐酸试液（～250g/L），荧光消失。

4. 用氧化镁棒或用缠有镍铬合金或铂丝的玻璃捧，蘸取待测液在火焰上灼烧，火焰呈亮黄色。

降解试验

检验物变色并与以下的检验结果不一致，通常表明有大量降解：
取本品 0.2g溶解在 10ml 水中，溶液是澄清的。

顺铂（cisplatin）

鉴别试验

性状：本品为白色至黄色结晶或黄色粉末。
注意：本品具有很强的毒性，应注意保存。

颜色和其他反应

1. 取本品 5mg 溶在 5ml 盐酸试液（～420g/L）中，加热至沸腾。取一半（另一半用于步骤 2）加入少许碘化钾，产生橙黄色，静置后变为红褐色。

2. 取步骤 1 余下的另一半溶液，加入少许氯化锡（Ⅱ）结晶，产生橙红色，静置后变为红褐色。

3. 取本品 0.05g 放入玻璃皿中，加入 2ml 氢氧化钠试液（～80g/L）。蒸发至干，用 0.5ml 硝酸（～1 000g/L）和 1.5ml 盐酸（～420g/L）试液的混合液溶解残留物。再蒸发至干，产生黄色残留物。该残留物溶解在 0.5ml 水中，加入 0.5ml 氯化铵试液（100g/L），产生黄色结晶沉淀。

煤焦油（coal tar）

成分：煤焦油是一种在煤的分解蒸馏过程中得到的副产物。它是一种由多种化合物组成的复杂的、成分不明确的复合物。可得到组成不同的

需要全本请访问 www.ertongbook.com

本品。

鉴别试验

性状：黑褐色或黑色粘稠的液体。有类似萘酚的特征性强烈的气味。
本品暴露在空气中可固化。
加热特征：该液体在空气中燃烧时，火焰是亮黑色，几乎没有残留物。

颜色和其他反应

1. 在 5ml 乙醇试液（～750g/L）中滴加一滴本品，剧烈振摇，过滤，滤液呈黄色且发出蓝绿色荧光。
2. 在 9ml 水中加入大约 1g 本品，剧烈振摇 10 分钟，过滤，用石蕊试纸检验滤液，显中性或微酸性（不像木焦油）。可识别出萘酚的气味（保留滤液用于步骤 3）。
3. 取步骤 2 的滤液 5ml，滴入几滴溴液，产生黄色浑浊（苯酚）。

降解试验

如果本品没有通过以下检验，通常表明发生了大量的降解：
取本品 0.10g 溶解在 10ml 硝基苯中，溶液是澄清的或几乎澄清的。

盐酸阿霉素（doxorubicin hydrochloride）

鉴别试验

性状：橙黄色结晶性粉末，有引湿性。
注意：本品有剧毒，应注意保存。

颜色和其他反应

1. 取本品少许放在白色检验板上，滴加一滴甲醛／硫酸试液，颜色由橙红色变为紫色。
2. 取本品约 2mg 溶解在 2ml 甲醇中，再依次加入 2ml 水和 1 滴氢氧化钠试液（～80g/L），溶液的颜色由橙红色变为蓝紫色。
3. 取本品 0.05g 溶解在 1ml 水中，滴加 5 滴氨水试液（～100g/L），过滤。用硝酸试液（～130g/L）酸化滤液，加入 1ml 硝酸银试液（40g/L），产生白色凝乳状沉淀，可溶于氨水但几乎不溶于硝酸试液（～1 000g/L）。

癸氟奋乃静（fluphenazine decanoate）

鉴别试验

性状：黄色粘稠的液体或黄色结晶性油状固体，有轻微的酯样气味。

颜色和其他反应

1. 取本品 5mg 溶解在 2ml 硫酸试液（～1 760g/L）中，静置 5 分钟，产生红褐色。
2. 取本品 5mg 溶解在约 2ml 甲醛／硫酸试液中，产生橙色。水浴加热 2 分钟，颜色变为黑褐色。
3. 取本品 5mg 溶解在 2ml 水中，滴加 3 滴重铬酸钾试液（100g/L），产生黄褐色。
4. 取本品 5mg 溶解于 1ml 蔗糖／盐酸试液中，静置 5 分钟，产生红色。

降解试验

检验物变色和物理性状的改变通常表明有大量的降解。

三碘季铵酚（gallamine triethiodide）

鉴别试验

性状：白色或几乎白色的粉末，无味，有引湿性。

颜色和其他反应

1. 取本品 0.05g溶解在 5ml 水中，加入 1ml 碘化汞钾试液，产生黄色沉淀。
2. 取本品 0.05g 溶解在 5ml 水中，加入 1ml 硫酸试液（～100g/L）和 1ml 硝酸钾试液（100g/L），产生棕褐色。
3. 取本品 0.05g 溶解在 5ml 水中，滴加一滴硝酸试液（～1 000g/L）和 1ml 硝酸银试液（40g/L），产生黄色沉淀，不溶于氨水和硝酸试液（～1 000g/L）。

氢化可的松琥珀酸钠（hydrocortisone sodium succinate）

鉴别试验

性状：白色或类白色结晶性粉末或无定型固体，无味，有引湿性。

颜色和其他反应

1. 取本品约 2mg 溶解在 1ml 碱性碘化汞钾试液中，产生黑色沉淀。
2. 取本品少许溶解在约 2ml 硫酸试液（～1 760g/L）中，溶液变为黄色且发出绿色荧光。小心地把溶液倒入 10ml 水中，溶液的颜色变为棕黄色但荧光保留。
3. 取本品少许溶解在 1ml 磷酸试液（～1 440g/L）中，小心地加热，溶液变为黄色且发出淡绿色荧光。
4. 取本品 2mg 溶解在 1ml 水中，用氧化镁棒或用缠有镍铬合金或铂丝的玻璃棒，蘸取待测液在火焰上灼烧，火焰呈亮黄色。
5. 取本品 10mg 滴加一滴水，小心地加热，再加入 10mg 间苯二酚和 3 滴硫酸试液（～1 760g/L），冷却后加入 2ml 水，再放冷，把溶液倒入 100ml 水和 1ml 氢氧化钠试液（～400g/L）中，产生黄绿色荧光。

降解试验

本品如变色并与以下检验不一致，通常表明有大量降解：
取本品 0.20g 加入 1.0ml 水中，溶液应是澄清无色的。

盐酸氯胺酮（ketamine hydrochloride）

鉴别试验

性状：白色结晶性粉末，有特征性气味。
熔点：约 260℃。

颜色和其他反应

1. 取本品 0.2g 溶解在 4ml 水中，冰浴冷却溶液。一滴滴加入碳酸钾试液（100g/L），直到用 pH 试纸检验溶液呈微碱性，静置至析出结晶。过滤，在真空中用五氧化二磷干燥，熔点约为 92℃。
2. 取本品 10mg 溶解在 4ml 水中，加入 0.5ml 硝酸试液（～130g/L）和 0.5ml 硝酸银试液（40g/L），产生白色凝乳状沉淀。分离沉淀，用水冲洗，加入过量的氨试液（～100g/L），沉淀不溶。
3. 取本品 10mg 溶解在 4ml 硫酸试液（～5g/L）中，滴加一滴碘化铋钾／醋酸试液，产生红棕色沉淀。

左旋咪唑（levamisole）

鉴别试验

性状：白色结晶性粉末。
熔 点：约 59℃。

颜色反应

取本品 0.05g 溶解在 20ml 水中，加入 1ml 氢氧化钠试液（～80g/L），煮沸 10 分钟，冷却后加入几滴硝普钠试液（45g/L），产生红色，随时间消退。

盐酸左旋咪唑（levamisole hydrochloride）

鉴别试验

性状：白色至乳白色结晶性粉末，无味或几乎无味。
熔点：约 228℃。

颜色和其他反应

1. 取本品 0.25g 溶解在 20ml 水中，加入 1.5ml 氢氧化钠试液（～80g/L）。用 20ml 二氯甲烷提取，去掉水层，用 10ml 水冲洗二氯甲烷层。去掉水层，加入 1g 无水硫酸钠，振荡二氯甲烷层，过滤。在室温下蒸发滤液，在真空中干燥，不要超过 40℃，残留物熔点约 59℃。
2. 取本品 0.10g 溶解在 40ml 水中。取 20ml 溶液（其余的用于步骤 3）加入 1ml 氢氧化钠试液（～80g/L），煮沸 10 分钟，冷却后加入几滴硝普钠试液（45g/L），产生红色，随时间消退。
3. 取步骤 2 制备的 20ml 溶液，加入 1ml 硝酸试液（～130g/L）和几滴硝酸银试液（～40g/L），产生白色沉淀。分离沉淀，用水冲洗，加入过量的氨试液（～100g/L），沉淀不溶。

硫酸镁（magnesium sulfate）

鉴别试验

性状：无色结晶或白色结晶性粉末，无味，热干空气中有风化性。

颜色和其他反应

1. 取本品 10mg 溶解在 2ml 水中，加入 1ml 氨试液（～100g/L），产生白色沉淀。加入 1ml 氯化铵，沉淀不溶。加入 1ml 磷酸氢二钠试液（100g/L），产生白色沉淀。
2. 取本品 10mg 溶解在 2ml 水中，加入 3 滴克莱顿黄（titan yellow）试液和 2ml 氢氧化钠试液（～80g/L），产生鲜红色。
3. 取本品 0.05g 溶解在 5ml 水中，加入 1ml 盐酸和 1ml 氯化钡试液（50g/L），产生白色沉淀。

醋酸甲羟孕酮（medroxyprogesterone acetate）

鉴别试验

性状：白色或类白色结晶性粉末，无味或几乎无味。
熔点：约 204℃。

颜色和其他反应

1. 取本品 5mg 溶解在 5ml 硫酸试液（～1 760g/L）中，倾斜试管，小心地加入 5ml 乙醇试液（～750g/L），不要混合，在两种液体的界面上产生蓝紫色。
2. 取本品 0.05g，加入 2ml 氢氧化钾／乙醇试液，水浴中加热 5 分钟，冷却后加入 1ml 水和约 1ml 硫酸试液（～1 760g/L）。缓慢地煮沸 1 分钟，通过气味可觉察到产生了乙酸乙酯。
3. 取本品 5mg 放入小试管中，依次加入 0.5ml 甲醇、3mg 硝普钠、0.05g 碳酸钠、0.5g 醋酸钠，振荡。静置 10～30 分钟，产生紫红色（与孕酮相区别）。
4. 取少许晶体溶解在约 1ml 硫酸（～1 760g/L）试液中。倾斜试管，小心地加入 1ml 水，不要混合，在两种液体的界面上产生绿色。静置，颜色变为蓝紫色（可与己酸羟孕酮相区别）。

甲硫氨酸（methionine）

鉴别试验

性状：白色结晶或白色结晶性粉末，有特殊的气味。

需要全本请访问 www.ertongbook.com