

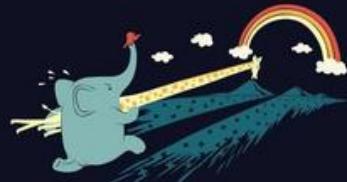
# 完整药物分析总结

作者：有故事的人 来源：范文网 www.wtabcd.cn/fanwen/

本文原地址：<https://www.wtabcd.cn/zhishi/a/168642298024361.html>

范文网，为你加油喝彩！

生活的一大乐趣便是  
完成别人认为你不能做到的事情



完整药物分析总结

学习啦  
xuexila.com

各论总结芳酸类非甾体抗炎药物第六章结构特征：苯环、游离羧基1.

、双水杨酯（酯、阿司匹林（酯键、游离羧基）2.代表药物：水杨酸（游离羧基）（酯、双氯芬酸钠二氟尼柳（游离羧基）、甲芬那酸（游离羧基）键、游离羧基）、吲哚美辛（酯键）键）、布洛芬（游离羧基）、酮洛芬（二苯甲酮、游离羧基）、尼美舒、酰胺键）、美洛昔康（S-美洛昔康（游离羧基）3.鉴别实验：）三氯化铁反应：（1水杨酸反应：水杨酸加三氯化铁试液，生成紫堇色配位化合物、二氟尼柳阿司匹林（水解）、双水杨酯（水解）的水溶液加三氯化铁试液，显蓝紫色。酚

羟基反应：对乙酰氨基酚烯醇式羟基吡罗昔康、美洛昔康：

）缩合反应（酮洛芬）（2缩合（加热：乙醇溶解，酸性条件下（硫酸），与二硝基苯肼酮洛芬（二苯甲酮）至沸）生成橙色的偶氮化合物

（3）重氮化偶合反应（对乙酰氨基酚：潜在的芳伯氨基）再加入碱性 萍酚生成红对乙酰氨基酚：稀盐酸加热条件下，与亚硝酸钠试液，色偶氮化合物

4）水解反应（阿司匹林）（并产生醋酸加入过量稀硫酸酸化，生成白色沉淀，阿司匹林与碳酸钠加热水解，臭气

5（）荧光反应（甲芬那酸）溶于硫酸后，与重铬酸钾反应显深蓝色，随即变为棕绿色

阿司匹林及双水杨酯中游离水杨酸与有关物质的检查4.）阿司匹林中的有关物质：合成起始原料苯酚及合成中间体与副产物，如游（1乙酰水杨酸本酯、水杨酸酐、水杨酰水杨酸、离水杨酸、醋酸苯酯、水杨酸本酯、乙酰水杨酸酐

游离水杨酸：阿司匹林为乙酰水杨酸，在生产过程中因乙酰化不完全，或在精制过程中及贮藏期间的水解而产生水杨酸。游离水杨酸对人体有毒性，因其分子中所含的酚羟基在空气中易被逐渐氧化生成一系列有色（如淡黄、红棕甚至深棕色）醌型化合物而使阿司匹林成品变色，因而需加以控制

阿司匹林中游离水杨酸的检查（HPLC）

检测方法：稀硫酸铁铵溶液显色反应

注：药典采用1%冰醋酸溶液制备供试品溶液，以防阿司匹林水解，同时采用HPLC 检查，C18作填充柱

（紫外）中游离水杨酸的检查双水杨酯 .

检测方法：铁盐比色法（水杨酸可与三价铁生成有色配位化合物）注：为避免双水杨酯的水解，以三氯甲烷为溶剂，采用水相萃取比色法

）对乙酰氨基酚中对氨基酚和对氯苯乙酰胺的检查（2 对氨基酚及有关物质在

反相色谱条件下易出现峰拖具有酸碱两性，对氨基酚同时含有酚羟基和氨基，尾和峰分裂的现象，可使用离子对色谱法消除这一现象法检查检测方法：以四丁基氢氧化铵为离子对试剂，采用离子对反相HPLC

5.含量测定1) 原料药的测定：阿司匹林：酚酞作指示剂（滴定液直接滴定 直接滴定法：药物溶于中性乙醇，以酚酞为指示剂，用NaOH不适于有机酸类稳定剂的干扰，专属性较差，易受阿司匹林的水解及其产物、（阿司匹林制剂；原料药测定时，也需要注意规范操作，避免水解引起的偏差）用盐酸滴定液回滴定剩余滴定液溶解后， 剩余量滴定法：用定量过量的NaOH 滴定液的NaOH，加

热使酯键水解后，再用硫酸NaOH 水解后剩余量滴定法：加入定量过量的】【阿司匹林原料药回滴剩余的NaOH滴定液（可显著提高准确度和精密度）优点：准确、避免了酯键水解的干扰缺点：但无法消除药物里本身酸性物质的干扰第二步为水解第一步中和酸性水解产物及稳定剂，以消除干扰； 两步滴定法：阿司匹林制剂】后剩余量滴定【

3) 制剂（紫外分两步滴定法、柱分配色谱-当附加成分显著影响主成分测定时，可采用：光光度法、高效液相色谱法测定，用外标法计算含量离子抑制-反相高效液相色谱法高效液相色谱法：用供试品溶液制备里冰醋酸的作用：注：进而消除因色谱柱对阿司匹林的吸附而造成的色谱峰拖 抑制阿司匹林的解离，尾与分裂的现象 抑制阿司匹林的水解，增加溶液的稳定性

苯乙胺类拟肾上腺素药物第七章结构特征：苯乙胺、邻二酚羟基1.

) 酚羟基 (1 两个酚羟基：肾上腺素、盐酸异丙肾上腺素、重酒石酸去甲肾上腺素、硫酸特布他林、盐酸多巴胺 一个酚羟基：盐酸去氧肾上腺素、硫酸沙丁胺醇、重酒石酸间羟胺 没有酚羟基：盐酸甲氧明、盐酸氯丙那林、盐酸克伦特罗、盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱、盐酸氨溴索

反应) Rimini ) 脂肪伯胺 (可发生2 ( .

重酒石酸去甲肾上腺素、盐酸多巴胺、重酒石酸间羟胺、盐酸甲氧明、

理化性质：酚羟基特性、弱碱性、旋光性、紫外吸收特性2. 鉴别实验3. : 酚羟基 ) 与三氯化铁的反应 (盐酸去氧肾上腺素、肾上腺素、盐酸多巴胺) (1 与三氯化铁显绿色、碱性条件下为紫红色盐酸异丙肾上腺素显棕色至暗紫色、 ) 与甲醛

硫酸的反应：肾上腺素显红色、（2重酒石酸去甲肾上腺素显淡红色芳盐酸麻黄碱、盐酸伪麻黄碱、盐酸去氧肾上腺素（3）氨基醇的双缩脲反应（环侧链具有氨基醇结构）溶液即：加水溶解后，加硫酸铜与20%NaOH盐酸麻黄碱（无酚羟基，极性小））（（络合物），水层变成蓝色Cu<sup>2+</sup>显蓝紫色；加乙醚，振摇后放置，乙醚层显紫红色29%NaOH：加水溶解后，加硫酸铜与盐酸去氧肾上腺素（有酚羟基，极性大）溶液即显蓝紫色；加乙醚，振摇后放置，乙醚层不显色（络合产物在水层，不在。可与盐酸麻黄碱区别乙醚层）

反应（4）脂肪伯胺的Rimini滴与2，溶解，加亚硝基铁氰化钠试液2滴、丙酮重酒石酸间羟胺：取本品5mg，即显红紫色。60 水浴中加热1min碳酸氢钠0.2g，在

4.特殊杂质与检查（1）酮体：紫外分光光度法）光学纯度的检查：色谱法、电泳法（2、其他（高效液相色）：去氧肾上腺素（TLC（3）有关物质（除盐酸克伦特罗外）谱法）

## 5.含量测定

### （1）非水溶液滴定法

由于本类药物为弱碱性，在水溶液中用酸滴定液直接滴定没有明显的突跃，终点难以观测，常不能获得满意的测定结果。而在非水酸性溶剂中，只要其在水溶液中的pK<sub>b</sub>值小于10，都能被冰醋酸均化到溶剂醋酸根水平，相对碱强度显著增强，因而使弱碱性药物的滴定能够顺利进行

对象：有机碱及其氢卤酸盐、磷酸盐、硫酸盐及金属盐类药物

非水溶剂种类：

酸性溶剂：冰醋酸

碱性溶剂：二甲基甲酰胺

两性溶剂：甲醇

惰性溶剂：甲苯、三氯甲烷

pK<sub>b</sub>为8~10：冰醋酸

pK<sub>b</sub>为10~12：冰醋酸与醋酐

pK<sub>b</sub>>12：醋酐

基本原理：强酸置换出与弱碱结合的弱酸  $\text{BH} + \text{A}^- + \text{HClO}_4 \rightarrow \text{BH} + \text{ClO}_4^- + \text{HA}$

在醋酸介质中的酸性：HA 酸根的影响：

磷酸盐酸>硝酸>高氯酸>氢溴酸>硫酸>影响如测定有机碱性药物氢卤酸盐时，由于被置换出的氢卤酸盐的酸性相当强，醋酸汞冰醋滴定终点，不能直接滴定，需进行处理。一般处理方法是加入定量的以消除氢卤酸对滴定的干扰与不良酸溶液，使其生成在醋酸中难解离

的卤化汞，影响，碱式色 终点指示：常用电位法和指示剂法。指示剂为结晶紫，酸式色为黄色为紫色

：盐酸去氧肾上腺素：淀粉作指示剂、重酒石酸间羟基溴量法（一个酚羟基（2-胺）再以碘在酸性溶液中酚羟基的邻对位活泼氢能与过量的溴定量地发生溴代反应，量法硫代硫酸钠滴定测定剩余的溴）亚硝酸钠法（重酒石酸去甲肾上腺素、盐酸多巴胺、重酒石酸间羟胺、盐3（酸甲氧明）在酸性溶液中可与亚硝酸钠定量

发生重，盐酸克伦特罗分子结构中含有芳伯氨基氮化反应，生成重氮盐，可用永停滴定法指示终点

和盐酸异丙肾上腺素（芳伯氨基）紫外分光光度法及比色法（盐酸克伦特罗栓4.）气雾剂（酚羟基）加盐酸奈乙胺、摇匀、摇匀、加氨基磺酸钠、盐酸克伦

特罗：处理后加亚硝酸钠，摇匀注：奈乙胺遇亚硝酸钠也能显色，干扰比色测定，所以在重氮化后，应加氨基磺酸铵将剩余的亚硝酸分解除去

对氨基苯甲酸酯和酰胺类局麻药物第八章结构：亲脂性芳香环、中间连接功能基（酯键—

—对氨基苯甲酸酯类、酰胺键1.

——酰苯胺类）、亲水性胺基鉴别反应2.：苯佐卡因、盐酸普鲁卡因、盐酸氯普卡因、芳伯氨基）重氮化偶合反应（（1 盐酸普鲁卡因胺）萘酚溶液显猩红色沉淀芳伯氨基在酸性溶液中与亚硝酸钠反应，加入碱性 -芳仲胺在酸性溶液中与亚硝酸钠反应，生成乳白色沉淀2）与金属离子的反应（再 鉴别盐酸利多卡因：在碳酸钠试液中与硫酸铜反应生成蓝紫色配位化合物，转入三氯甲烷中显黄色

鉴别盐酸普鲁卡因胺：被浓过氧化氢氧化成羟肟酸，再与三氯化铁反应显紫红色，随即变为棕黑色。【羟肟酸铁的反应】

更多 在线阅览 请访问 [https://www.wtabcd.cn/zhishi/list/91\\_0.html](https://www.wtabcd.cn/zhishi/list/91_0.html)

文章生成doc功能，由[范文网](http://www.wtabcd.cn/fanwen/)开发