

中山大学

二〇〇三年攻读硕士学位研究生入学考试试题

科目代码:

807

科目名称:

药物分析学

考试时间:

1月19日下午

考生须知

全部答案一律写在答题纸上，答在试题纸上的不得分！
答题要写清题号，不必抄题。

一、填空题（每空0.5分，共15分）请按序号把答案写在答题纸上。

1. 在药物分析方法学效能指标验证中，准确度是指①、用②——试验来衡量；专属性是指③，用④——试验来衡量。
2. 与原料药分析不同，在复方制剂分析中，还应考虑⑤、⑥、⑦、⑧等因素的影响。
3. 在片剂的赋形剂中，葡萄糖等单糖的干扰是⑨、硬脂酸镁的干扰是⑩——，现行中国药典附录的制剂通则中，片剂需检查⑪和⑫项。
4. 中国药典中硫氰酸盐法检查铁盐时，是检查⑬形式的铁盐，常加入过硫酸铵的目的是⑭，若加入硝酸，则需⑮，目的是⑯——。
5. 对乙酰氨基酚主要的化学鉴别反应有⑰、⑱，主要的特殊杂质为⑲，检测方法为⑳。

二、判断题（对者打√错者打×，每题1分，共15分）把答案写在答题纸上。

1. 采用生物碱显色反应鉴别生物碱类药物时，溶剂常为浓酸。
2. 用非水滴定法测定吩噻嗪类药物含量时，是由于吩噻嗪母核上的氮碱性强的原因。
3. 采用碘量法测定维生素C注射剂含量时，在滴定前需加入一定量的丙酮，目的是防止维生素C氧化。

- 4、四氮唑盐法适合甾体激素类药物的鉴别和含量测定。
- 5、庆大霉素和硫酸链霉素均可采用 N-甲基葡萄糖胺反应来鉴别。
- 6、异烟肼可采用溴量法测定其含量。
- 7、Vitaili 反应是鉴别生物碱类药物的专属性很高的反应。
- 8、采用三点校正紫外分光光度法测定维生素 A 的含量是为了防止样品氧化。
- 9、对乙酰水杨酸（阿司匹林）水解后，重氮化-偶合反应阳性。
- 10、巴比妥类药物的母核上有两个氮，所以具有弱碱性。

三、单选题（每题只有一个正确答案。每题 15 分，共 15 分）。

- 1、在采用 HPLC 法测定碱性较强的生物碱时，若使反相色谱的结果满意，常在流动相中加入一些烷基磺酸钠，目的是：
【注：把你认为正确答案的字母写在答题卡上，注明题号，下同】
 - A、调节流动相的酸碱性，
 - B、作为扫尾剂，改善色谱峰的峰形。
 - C、与被分离的样品形成离子对，增加保留时间。
 - D、与被分离的样品形成离子对，减少保留时间。
 - E、改善流动相的极性。
- 2、可直接回流后用银量法测定含量的药物是：
 - A、泛影酸
 - B、碘番酸
 - C、胆影酸
 - D、碘他拉酸
 - E、以上都不是
- 3、对于重现性，以下哪种叙述是：
 - A、测定结果与真实值之间的接近程度
 - B、采用同一方法、同一实验室间，对同一均质样品的一组测量值彼此符合程度
 - C、采用同一方法、不同实验室间及不同试验者，对同一均质样品的一组测量值彼此符合程度
 - D、试验条件微小变化对结果的影响能力（如 HPLC 中其它条件不变，但采用不同厂家同质的色谱柱）
 - E、采用同一种方法，对高、中、低三种浓度（每种浓度至少三个样品）的均质样品，进行同一次测定结果的接近程度

4、下面哪个试验可鉴别巴比妥类药物的母核:

- A、与碘的反应
- B、硝化反应
- C、在氢氧化钠中与铅离子反应,产生白色沉淀
- D、加吡啶溶液溶解后,加铜吡啶试液,即显紫色或生成紫色沉淀
- E、与甲醛-硫酸的反应

5、下面哪种说法可适用于维生素 B₁

- A、可以于酸性条件下,与生物碱沉淀试剂反应生成沉淀
- B、可以用紫外分光光度法测定其含量
- C、可用铈量法测定其含量
- D、可与 2,6-二氯酚反应,使试剂褪色
- E、具有弱碱性

6、某样品的水溶液,加溴试液 3 滴与氨试液 1ml,即显翠绿色,该可鉴别下面哪个药物:

- A、磷酸可待因
- B、硫酸奎宁
- C、硫酸阿托品
- D、盐酸小檗碱
- E、盐酸麻黄碱

7、四环素类抗生素不稳定,在碱性下,分解产物是:

- A、差向异构化四环素
- B、脱水四环素
- C、与溶液中微量金属元素反应,产生有色的络合物
- D、异四环素
- E、氧化四环素

8、下面哪个药物需做异常毒性试验:

- A、对乙酰氨基苯乙醚
- B、对乙酰氨基酚
- C、胰蛋白酶
- D、维生素 B₁
- E、牛黄解毒片

9、可在 310nm 以上产生紫外吸收的物质是肾上腺素类药物中的哪种杂质是:

- A、双胍类
- B、肾上腺素红
- C、异丙肾上腺素红
- D、酮体
- E、有关物质

10. 在薄层扫描法测定中药制剂中有效成分的含量时, λ_s 表示:

- A、激发光波长
- B、发射光波长
- C、测定波长
- D、参比波长
- E、扫描波长

四、 多项选择题 (在下面的备选答案中选择一个或一个以上的正确答案)

每题 3 分, 共 15 分)

1. 可用与碘量反应的药物是:

- A、青霉素钾
- B、维生素 B₁
- C、维生素 E
- D、异烟肼
- E、以上均可

2. 用 Ag(DDC)法 (二乙基二硫代氨基甲酸银法) 检查砷盐时, 与古蔡氏法比较, 其特点是:

- A、灵敏度高
- B、可消除锑盐的干扰
- C、操作条件好, 无异味
- D、价格低廉
- E、以上都对

3. 测定血中药物浓度时, 通常指的是测定:

- A、全血中的药物浓度
- B、血细胞中的药物浓度
- C、血浆中的药物浓度
- D、血清中的药物浓度
- E、以上都对

4. 非水碱量法测定生物碱硫酸盐含量时, 应做如何处理:

- A、加入一定量的氯化汞
- B、加入一定量的醋酸酐
- C、加入一定量的维生素 C
- D、改用电位法指示滴定终点
- E、以上都不对

5、下面哪些性质适用于高效毛细管电泳:

- A、高效, 理论塔板数较 HPLC 高 3~4 个数量级
- B、微量, 进样仅需 10^{-12}
- C、高灵敏度、低消耗
- D、可检测蛋白质等大分子化合物
- E、重现性较差

五、叙述题 (共 30 分)

1、请叙及药品质量标准的分类、主要内容、制订原则、及主要特点。对我国现行的药典与国际现行的药典进行比较, 说说你的看法。(15 分)

2、结合生化药物的定义、特点, 说明制订生化药物质量标准与制订化学药物质量标准的异同点。(15 分)

六、解释及计算题 (共 30 分)

1、中国药典中异维 A 酸检查项下有织灼残渣、重金属检查, 方法如下:

织灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查 (附录 VIII N), 遗留残渣不得过 0.1%

重金属 取织灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查 (附录 VIII H 第二法), 含重金属不得过百万分之二十。(15 分)

请①述及重金属检查的第二法及原理;

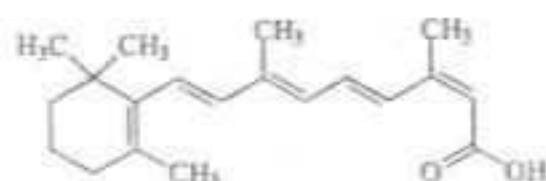
②计算该样品中重金属的限量。

注: 异维 A 酸的化学结构式为:

异 维 A 酸

Yiwei A Suan

Isotretinoin



$C_{23}H_{34}O_2$ 300.44

2、现行中国药典中青霉素钠的含量测定方法如下:

取本品约 50mg, 精密称定 (为 49.2mg), 加水 5ml 溶解后, ①加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml, 摇匀, 放置 15 分钟, ②加 1mol/L 硝酸溶液 5ml, 醋酸盐缓冲溶液 (pH4.6) 20ml 及水 20ml, 摇匀, 照电位滴定法 (附录 VII A), 用铂电极作为指示电极, 汞-硫酸亚汞电极为参比电极, 在 35~40℃, 用硝酸汞滴定液 (0.02mol/L) 缓慢滴定 (控制滴定过程约为 15 分钟), ③第一个等当点时消耗滴定液的量为 6.78ml, 第二个等当点时消耗滴定液的量为 6.81ml, 每 1ml 硝酸汞滴定液 (0.02mol/L) 相当于 7.128mg 的总青霉素 (按 $C_{18}H_{17}N_2NaO_4S$ 计算)。

④另取本品约 0.5g, 精密称定 (为 49.2mg) 加水与上述醋酸盐缓冲液各 25ml, 振摇使完全溶解, 在室温下, 立刻用硝酸汞滴定液 (0.02mol/L) 滴定。滴定终点判断方法同上, 消耗滴定液的量为 6.90ml, 每 1ml 硝酸汞滴定液 (0.02mol/L) 相当于 7.128mg 降解物 (按 $C_{18}H_{17}N_2NaO_4S$ 计算)。每 1ml 的 $C_{18}H_{17}N_2NaO_4S$ 相当于 1670 青霉素单位。(15 分)

请: ①请解释化线部分:

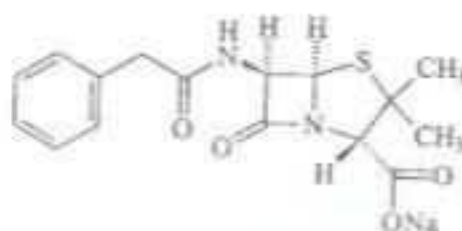
②请写出该反应的原理:

③请计算样品含量:

④请说明与碘量法比较, 该方法的特点。

注: 青霉素钠的化学结构式如下:

青 霉 素 钠
Qingmeisuna
Benzylpenicillin Sodium



$C_{18}H_{17}N_2NaO_4S$ 356.38

七、 综合设计题 (共30分)

1、枸橼酸钠为无色结晶性粉末或白色结晶性粉末；无臭，味咸、凉；在湿空气中微有潮解，在热空气中有分化性。

其化学结构式如下：(15分)

枸 橼 酸 钠

Juyuansuanna

Sodium Citrate



请：①设计该样品中砷盐检查的方法（写出主要步骤）；

②请写出该反应的原理；

③若该样品中砷盐的限量为 0.0001%，请计算在该检查中应取样品多少克。

2、盐酸二氧丙嗪为白色或微黄色的粉末或结晶性粉末；无臭，味苦。本品在水中溶解，在异醇中极微溶解。其结构式如下，请根据其结构与性质，设计合理的鉴别、检查、含量测定方法并说出理由。(15分)

注：盐酸二氧丙嗪的化学结构式为

盐酸二氧丙嗪

Yansuan Eryangbingqin

Dioxopromethazine Hydrochloride

