

# 中山大学

## 二00五年港澳台人士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: 4月17日上午

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! 请用  
蓝、黑色墨水笔或圆珠笔作答。  
答题要写清题号, 不必抄题。

一、 填空 (共20分, 每空0.5分): (把答案写在答题纸上, 标明序号。)

- 1、药品检验的基本程序是: (1)、(2)、(3)、(4)、(5)、(6) 是用来判定药物的真伪, (7)、(8)、(9) 可用来判定药物的 (10)。
- 2、中药制剂含量测定首选的方法是 (11), 多使用 (12), 即 (13) 的固定相, 若分离酸性组分, 可在流动相中加入 (14), 目的是 (15), 对酸性较强的组分, 可使用 (16); 若分离碱性组分, 多采用 (17), 在酸性流动相中加入 (18) 或 (19) 作为反离子, 一般使用 (20) 检测。
- 3、原料药的含量测定方法需验证的方法学指标包括 (21)、(22)、(23)、(24)、(25) 及范围。
- 4、在古蔡氏 (Gutzeit) 法检查砷盐是利用 (26) 与酸作用产生 (27), 与药物中微量砷盐反应生成具有挥发性的 (28), 遇 (29) 试纸, 产生黄色至棕色的砷斑, 反应时在导气管中装入醋酸铅棉花是为了防止 (30) 的干扰。
- 5、巴比妥类药物共有的母核反应是 (31), 分别为 (32) 和 (33); 前者是与硝酸银试液生成 (34); 后者是与 (35) 反应即显紫色或生成紫色沉淀。
- 6、《中国药典》2000年版采用 (36) 检查有机溶剂残留量, 在测定前应进行 (37) 试验, 测定时采用的两种进样法为 (38) 和 (39), 注意配制测试溶液所用的水均应为“(40)”。

二、 选择题: (共20分, 每题2分, 前5题为单选题, 后5题为多选题)  
(选择正确答案的代号写在答题纸上, 注明题号。)

- 1、测定苯甲酸钠含量时, 应采用下面哪一种方法:  
A. 直接滴定法 B. 剩余滴定法  
C. 双步滴定法 D. 非水滴定法 E. 双相滴定法
- 2、维生素C注射液贮存期间易变色, 采用下面哪种方法控制有色杂质的量:  
A. 分光光度法 B. 2, 6-二氯酚酚滴定法  
C. 高效液相色谱法 D. 碘量法 E. 双步滴定法

三、 判断题: 不正确的请改正 (共20分, 每题2分)

- 3、下列哪种芳胺类药物不能用重氮化-偶合反应进行鉴别:  
A. 盐酸普鲁卡因 B. 苯佐卡因  
C. 盐酸丁卡因 D. 醋氨苯酚 E. 对乙酰氨基酚
  - 4、药物稳定性加速试验是  
A. 光照加速试验法 B. 高温 40°C、高湿 75%加速试验法  
C. 空气暴露加速试验法 D. 高温 40°C、高湿 92.5%加速试验法  
E. 高温 60°C、高湿 92.5%加速试验法
  - 5、亚硝酸钠滴定法中, 加 KBr 的作用是  
A. 添加 Br<sup>-</sup> B. 生成 NO<sup>+</sup>·Br<sup>-</sup>  
C. 生成 HBr D. 生成 Br<sub>2</sub> E. 抑制反应进行
  - 6、阿司匹林中需检查下列哪些特殊杂质:  
A. 水杨酸 B. 乙酰水杨酸苯酯 C. 水杨酸苯酯 D. 醋酸苯酯 E. 苯酚
  - 7、常用的生物碱沉淀试剂有:  
A. I<sub>2</sub>-KI B. 硅钨酸 C. KBI<sub>4</sub> D. 浓硫酸 E. 钼硫酸
  - 8、用于生物样品去除蛋白类杂质的方法有:  
A. 加入一定量的与水相混溶的有机溶剂  
B. 加入中性盐或强酸  
C. 酶解法  
D. 加入含锌盐或铜盐的沉淀剂  
E. 水浴加热
  - 9、药品质量标准分析方法中需进行验证的项目有:  
A. 有效成分的含量测定;  
B. 杂质的限度检查;  
C. 胶囊内容物的性状考察;  
D. 薄层色谱鉴别试验;  
E. 药物溶出度的测试方法。
  - 10、维生素 D<sub>2</sub>、D<sub>3</sub> 的区别反应是将维生素 D 溶于乙醇中, 与 85% 硫酸反应后:  
A. 维生素 D<sub>2</sub> 显红色, 在 570nm 波长处有最大吸收;  
B. 维生素 D<sub>2</sub> 显黄色, 在 495nm 波长处有最大吸收;  
C. 维生素 D<sub>3</sub> 显红色, 在 570nm 波长处有最大吸收;  
D. 维生素 D<sub>3</sub> 显黄色, 在 495nm 波长处有最大吸收;  
E. 此反应也用于维生素 D<sub>2</sub>、D<sub>3</sub> 的含量测定。
- 1、《中国药典》中杂质限量的表示方法有百分之几或百万分之几。  
2、采用非水滴定法测定片剂中主药的含量时, 排除硬脂酸镁干扰的方法有有机溶剂提取法、加入掩蔽剂和加入还原剂法。  
3、氧瓶燃烧法可用于含卤素有机药物的含量测定, 检查甾体激素类药物中的氧或硫, 但不用于醚类、芳酸类药物的含量测定

4、磺巴比妥类药物与铜离子吡啶溶液产生类似双缩脲的呈色反应，生成紫色的配位化合物。

5、生化药物中的酶类和蛋白质类含量测定以生物效价或酶活力单位表示，也可用百分含量表示。

6、《中国药典》采用薄层色谱法检查异烟肼中的游离肼以每 ml 含 50mg 异烟肼的溶液为供试品，点样 10  $\mu$ l，每 ml 含 50  $\mu$ g 游离肼的溶液为对照，点样 2  $\mu$ l，展开喷雾显色剂后，规定在供试品主斑点前方与对照斑点相应的位置上不得显黄色斑点，制的杂质限量为 0.01%。

7、氧化还原反应的滴定液有碘滴定液、硫酸铈滴定液、高锰酸钾滴定液和铈滴定液。

8、红外吸收光谱法专属性很强，可应用于固体、液体和气体样品，用于组分单一、结构明确的原料药，特别适合用其他方法不易区分的原料药。

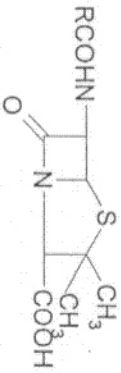
9、“精密量取” 50ml 某溶液可选用 50ml 移液管、50ml 滴定管或 50ml 量瓶。

10、咖啡因和茶碱均系黄嘌呤类生物碱，紫尿酸铵是它们的特征鉴别反应。

#### 四、简答题：(共 40 分，5 题)

1、请简单述及薄层色谱法在中药及其制剂分析中应用。(6 分)

2、根据青霉素的化学结构，分析其性质并说明质量分析的特点。(10 分)



3、简要说明药剂中药物含量测定时常见的干扰及排除方法。(10 分)

4、紫外光谱鉴别的特点和常用的方法。(7 分)

5、简要说明药品有效成分含量测定方法学所需验证的内容。(7 分)

#### 五、计算题：(共 30 分)

1、测得相邻两色谱峰的保留时间  $t_{R1}=13.5$  分钟，半峰宽  $W_{0.5}=0.4$  分钟，峰宽  $W_1=0.8$  分钟， $t_{R2}=15.7$  分钟， $W_2=1.0$  分钟。(10 分)

(1) 请计算两峰的分离度 R。

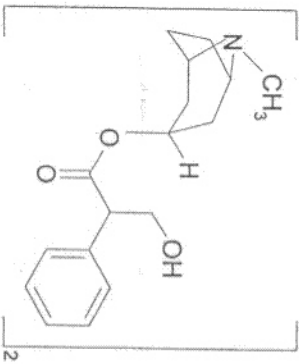
(2) 请计算以前一色谱峰计的色谱柱理论板数。

2、精密称取青霉素钾供试品 0.4321g，按药典规定用剩余碱量法测定含量。先加入氢氧化钠液 (0.1mol/L) 25.00ml，回滴时消耗 0.1052mol/L 的盐酸液 13.82ml，空白消耗 0.1052mol/L 的盐酸液 24.63ml，求供试品的含量。(每 1ml 氢氧化钠液 (0.1mol/L) 相当于 37.25mg 的青霉素钾)。(10 分)

3、对乙酰氨基酚胶囊 10 粒 (每粒含对乙酰氨基酚 100mg)，平均装量为 0.3050g，内容物混合均匀，取样品适量 (约相当于对乙酰氨基酚 40mg)，精密称定为 0.1250g，置 250ml 量瓶中，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 50ml 与水 50ml，振摇，加水至刻度，摇匀，用干燥滤纸滤过，精密量取续滤液 5ml，置 100ml 量瓶中，加 0.4% 氢氧化钠溶液 10ml，加水至刻度，摇匀，照分光光度法，在 257nm 测定吸收度为 0.586，按  $C_8H_9NO_2$  的吸收系数 ( $E_{1\%}^{1cm}$ ) 为 715 计算标示量的百分含量。(10 分)

#### 六、设计题：(共 20 分)

根据硫酸阿托品的结构特点，说明其理化性质，设计原料药硫酸阿托品及硫酸阿托品片的含量测定方法，并说明方法的原理及注意事项。



•  $H_2SO_4 \cdot H_2O$