

药师考试指导：关于维生素A醋酸酯 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/169/2021_2022__E8_8D_AF_E5_B8_88_E8_80_83_E8_c23_169595.htm 维生素A醋酸酯。等

吸收法：在 λ_1 的左右各选一点为 λ_2 和 λ_3 ，使 $A_{\lambda_2} = A_{\lambda_3}$

$A_{\lambda_1} = 6/7 A_{\lambda_2}$ 1.维生素A醇。 杂质吸收：对维生素A的测定有影响的杂质主要有：维生素A₂和维生素A₃；维生素A的氧化产物（环氧化物、维生素A醛和维生素A酸）；维生素A在光照下产生的无生物活性的聚合物鲸醇；维生素A的异构体；合成时产生的中间体。 测定方法：第一法（使用于维生素A醋酸酯）

取维生素A醋酸酯，精密称定，加环己烷制成每1ml中含9~15单位的溶液。然后在300、316、328、340、360nm五个波长处分别测定吸收值，确定最大吸收波长（应为328nm）。计算各波长下的吸收度与328nm波长下的吸收度的比值。计算：a.求吸收系数，吸收系数 = A/c 。b.求效价（U/g）， $U/g = \text{吸收系数} \times 1900$ 1900为维生素A醋酸酯在环己烷溶液中测定的换算因数。 3.求维生素A醋酸酯胶丸为标示量的百分含量。 标示量% = $(A \times D \times 1900 \times W) / (W \times 100 \times I \times \text{标示量})$

1U=0.344 μ g维生素A醋酸酯 1U=0.300 μ g维生素A醇 4.A值的选择法 第二法（适用于维生素A醇）说明：维生素A醋酸酯的吸收度校正公式是用直线方程法（即代数法）推导出来的；维生素A醇的吸收度校正公式是用相似三角形法（几何法或成6/7定位法）推倒出来。 在应用三点校正法时，除其中一点在最大吸收波长处测定外，其余两点均在最大吸收峰的两侧上升或下降陡部的波长处进行测定。 维生素E 维生素E（消旋- α -生育酚醋酸酯）有天然片和合成品

之分，天然品为右旋体（d-）；合成品为消旋体（dl-）。结构：维生素E为苯丙二氢吡喃醇衍生物，苯环上又一个乙酰化的酚羟基，故又称生育酚。他主要有、
、
、
四种异构体，其中以 异构体的生理作用最强。性质：溶解性：微黄色或黄色透明的粘稠液体，易溶于乙醇、丙酮、乙醚、石油醚，不溶于水。具有紫外吸收。在无氧或其它氧化剂存在时，在酸性或碱性溶液中，加热可水解生成游离生育酚；在有氧或其它氧化剂存在时，则进一步氧化生成醌型化合物。在碱性条件下加热，这种氧化作用更易发生。鉴别试验： 硝酸反应：取本品约30mg，加无水乙醇10ml溶解后，加硝酸2ml，摇匀，在75 加热约15min，溶液应显橙红色。

水解后氧化反应：取本品约10mg，加醇制氢氧化钾试液2ml，煮沸5min，放冷，加水4ml与乙醚10ml，振摇、静置使分层，取乙醚液2ml，加2，2'-联吡啶的乙醇溶液（0.5 100）数滴和三氯化铁的乙醇溶液（0.2 100）数滴，应显血红色。

紫外光谱法。 薄层色谱法。特殊杂质：游离维生素E.利用游离维生素E的还原性，用硫酸铈滴定液（0.01mol/L）滴定，以二苯胺为指示剂，限量为2.15%.含量测定： 气相色谱法：载气：氮气；固定相：硅酮（OV-17），涂布于经酸洗并硅烷化处理的硅藻土或高分子小球上；检测器：氢火焰离子化检测器；理论板数：按维生素E峰计算应不低于500；维生素E与内标物质的分离度应大于2.内标：正三十二烷。 高效液相色谱法：C18柱；流动相为甲醇：水（49：1）；紫外检测器；波长292nm.维生素B1结构：维生素B1（盐酸硫胺）是由氨基嘧啶环和噻唑环通过央甲基连接而成的季铵化合物，噻唑环上季铵及嘧啶环上氨基，为两个碱性基团，可与酸

成盐。性质：溶解性：本品在水中易溶，水溶液显酸性反应。在乙醇中微溶，在乙醚中不溶。具有紫外吸收。在碱性中遇氧化剂，如铁氰化钾，可被氧化为具有荧光的硫色素，后者溶液正丁醇中呈蓝色荧光。分子中含有两个杂环，故可与某些生物碱沉淀试剂反应生成组成恒定的沉淀。鉴别试验硫色素反应方法：取本品约5mg，加氢氧化钠试液2.5ml溶解后，加铁氰化钾试液0.5ml与正丁醇5ml，强力振摇2min，放置使分层，上面的醇层显强烈的蓝色荧光。加酸使成酸性，荧光即消失。再加碱使成碱性，荧光又显出。原理：维生素B1在碱性溶液中，可被铁氰化钾氧化生成硫色素。硫色素溶于正丁醇（或异丁醇等）中，显蓝色荧光。沉淀反应维生素B1与碘化汞生成淡黄色沉淀维生素B1与碘生成红色沉淀维生素B1与硅钨酸生成白色沉淀含量测定方法有：硅钨酸重量法、硫色素荧光法、非水溶液滴定法和紫外分光光度法。中国药典收载紫外分光光度法维生素C结构：维生素C分子结构中具有二烯醇结构和内酯环，且有二个手性碳原子（C4、C5），因此不仅使维生素C性质极为活泼，且具旋光性。性质：溶解性：维生素C在水中易溶，水溶液呈酸性，在乙醇中略溶，在氯仿或乙醚中不溶。结构遇糖类相似，也具糖的性质。分子中二烯醇基具极强的还原性，易被氧化为二酮基而成为去氢抗维生素C，加氢又可还原为维生素C.在碱性溶液或强酸性溶液中能进一步水解为二酮古罗糖酸。C3-OH由于受共轭效应的影响，酸性较强；C2-OH的酸性极弱，故维生素C一般表现为一元酸，能与碳酸氢钠作用生成钠盐。分子中有两个手性碳原子，故有四个光学异构体，其中L（-）-维生素C活性最强。维生素C和碳酸钠作用可生成单钠盐，不

致发生水解，因双键使内酯环变得较稳定；但在强碱中，内酯环可水解，生成酮酸盐。维生素C有共轭双键，在稀矿酸溶液中，在245nm波长处有最大吸收；若在中性或碱性条件下，则红移至265nm处。鉴别试验：与硝酸反应方法：取本品0.2g，加水10ml溶解。取该溶液5ml，加硝酸银试液0.5ml，即生成银的黑色沉淀。原理：维生素C分子中有二烯醇基，具强还原性，可被硝酸银氧化为去氢维生素C，同时可产生黑色银沉淀。与2,6-二氯靛酚反应方法：取本品0.2g，加水10ml溶解。取该溶液5ml，加2,6-二氯靛酚试液1~2滴，试液的颜色即消失。原理：2,6-二氯靛酚为一染料，其氧化型在酸性介质中为玫瑰红色，碱性介质中微蓝色。与抗坏血酸作用后生成还原型的物色的酚亚胺。与其它氧化剂反应维生素C还可被亚甲蓝、高锰酸钾、碱性酒石酸铜试液、磷钼酸等氧化剂氧化为去氢维生素C，同时，维生素C可使这些试剂褪色，产生沉淀或显色。利用维生素C具糖类性质的反应维生素C可在三氯醋酸或盐酸存在下水解、脱羧，生成戊糖，再失水，转变为糠醛，加入吡咯，加热至50℃产生蓝色。紫外分光光度法维生素C在0.01mol/L盐酸液中，在243nm波长处有唯一的最大吸收，利用此特征进行鉴别。含量测定：碘量法：溶剂：水和稀醋酸，指示剂：淀粉。操作中加入稀醋酸10ml使滴定在酸性溶液中进行。在酸性介质中维生素C受空气中氧的氧化作用减慢，但样品溶于稀酸后仍需立即进行滴定。加新沸过的冷水液是为了减少水中溶解氧对测定的影响。如片剂，溶解后应滤过，取续滤液测定；注射液测定时要加2ml丙酮，以消除注射液内含有的抗氧化剂亚硫酸氢钠对测定的影响。抗生素类药物 -内酰胺类抗生素本

类抗生素包括青霉素族和头孢菌素族，他们的分子结构中均含有 β -内酰胺环。基本结构：分子中都有一个游离羧基和酰胺侧链。青霉素： β -内酰胺环和氢化噻唑环头孢菌素：

β -内酰胺环和氢化噻嗪环性质：溶解度：青霉素和头孢菌素分子中的游离羧基具有相当强的酸性，能与无机碱或某些有机碱形成盐。其碱金属盐易溶于水，而有机碱盐难溶于水，易溶于甲醇等有机溶剂。旋光性：青霉素族分子中含有三个手性碳原子，头孢菌素族含有两个手性碳原子，都具有旋光性。紫外吸收特性青霉素分子中的母核部分无紫外吸收，但出侧链酰胺基上R如具苯环共轭系统，则有紫外吸收特性。

头孢菌素由于母核部分具有O-C=N-C=C结构，故有紫外吸收。

β -内酰胺环的不稳定性 β -内酰胺环是青霉素族结构最不稳定的地方，如与酸、碱、青霉素酶、羟胺及某些金属离子（铜、铅、汞和银）等作用时，易发生水解和分子重排，导致

β -内酰胺环的破坏而失去活性。鉴别试验：钾、钠盐的火焰反应 呈色反应 羟肟酸铁反应：青霉素及头孢菌素在碱性中与羟胺作用， β -内酰胺环破裂生成羟肟酸，在稀酸中

与高铁离子呈色。头孢哌酮：红棕色；氨苄西林：紫红色

；头孢氨苄：红褐~褐色；头孢噻吩钠：红褐色；普鲁卡因

青霉素：紫红色；头孢唑啉钠：红棕色。 硫酸硝酸呈色反应：

头孢菌素能与硫酸硝酸反应后成色。头孢噻吩钠：红棕色；

头孢氨苄：黄色；头孢噻肟钠：亮黄色。 茚三酮反应：

某些具有 α -氨基的本类药物（如氨苄西林）遇茚三酮即显蓝紫色。 与斐林试剂反应：本类药物具有类似肽键结构，

可产生双缩脲反应。开环分解，使碱性酒石酸铜盐还原显紫色。

阿莫西林、氨苄西林钠可采用本法鉴别。 变色酸硫酸

呈色反应：阿莫西林加变色酸-硫酸实际混合后，于150℃加热2~3min，因分解除甲醛与变色酸缩合而呈深褐色。与重氮苯磺酸呈色反应：头孢菌素族7位侧链含有酚羟基基团时，能与重氮苯磺酸试液产生偶合反应，显橙黄色。与铜盐呈色：头孢氨苄加醋酸、硫酸铜、氢氧化钠试液后，生成铜配位盐，显橄榄绿色。沉淀反应 在稀酸中生成白色沉淀：青霉素钾和青霉素钠加水溶解后，加稀盐酸2滴，即析出难溶于水的游离基白色沉淀。此沉淀能在乙醇、醋酸戊酯、氯仿、乙醚或过量的盐酸中成盐。有机胺盐的特殊反应重氮化-偶合反应：普鲁卡因青霉素水溶液酸化后，显普鲁卡因芳伯氨基的重氮化-偶合反应，生成偶氮染料红色沉淀。与三硝基苯酚的反应：苄星青霉素经氢氧化钠碱化后，用乙醚提取，蒸去乙醚后的残渣含有二苄基乙二胺，加稀乙醇使残渣溶解，加三硝基苯酚的饱和溶液，加热后放冷，即析出二苄基乙二胺苦味酸结晶。光谱法 紫外分光光度法最大吸收波长鉴定法水解产物的最大吸收波长鉴定法 红外吸收光谱 核磁共振光谱 色谱法 薄层色谱法 高效液相色谱法含量测定 碘量法（苄星青霉素）青霉素或头孢菌素分子不消耗碘，其降解产物消耗碘。反应分两步进行：第一步反应是按化学计量进行；第二步青霉噻唑烷酸在酸性条件下被碘氧化的反应受温度、pH、时间等诸多因素影响，故耗碘量没有固定的量关系。因此试验过程中要严格控制温度，同时采用与青霉素标准品平行对照测定，则可抵消上述可变因素的影响。碘与青霉噻唑酸的作用以pH4.5，温度在24~26℃为最好。1摩尔青霉素能吸收8摩尔的碘，故本法的灵敏度较高。注意：在滴定终点时放慢滴定速度，并强力振摇；如果滴定至

终点又返现蓝色，说明真正的终点尚未到达。 汞量法（青霉素钠、青霉素钾）青霉素分子不与汞盐反应，而其碱性水解产物青霉噻唑酸及继续水解生成的青霉胺都能与汞盐定量反应，根据消耗的汞盐量可以计算青霉素的含量。 电位滴定法：指示电极：铂电极；参比电极：汞-硫酸亚汞电极。 滴定液：硝酸汞。 每1ml的硝酸汞滴定液（0.02mol/L）相当于7.128mg的总青霉素。 总青霉素的百分含量与降解产物的百分含量之差值即为青霉素的含量。 注意：青霉素含量计算以第二次滴定终点为依据；水解必须完全；空白试验也要称取供试品，但不经氢氧化钠水解；与碘量法比较，汞量法测定青霉素的主要优点是不需要青霉素标准品作对照，汞盐滴定液用EDTA标定即可。 酸碱滴定法（苯唑西林钠） 紫外-可见分光光度法 高效液相色谱法 氨基糖苷类抗生素 100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com