

药物分析学：药物的鉴别试验概述 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/17/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_17989.htm

依据药典进行的药物分析主要有三大项：鉴别、检查和含量测定。药物的鉴别试验（identification test）是用于鉴别药物的真伪，在药物分析中属首项工作，只有证实被分析的药物是真的，才有必要接着进行检查、含量测定。药典所收载的药物项下的鉴别试验方法，仅适用于贮藏在有标签容器中的药物，用以证实是否为其所标示的药物。它与分析化学中的定性鉴别有所区别。这些试验方法不能赖以鉴别未知物。

原料药：鉴别试验结合性状项下的外观和物理常数进行确证。

一、鉴别的项目

（一）性状 药物的性状反映了药物特有的物理性质，一般包括外观、嗅、味、溶解度以及物理常数等。

（二）一般鉴别试验（general identification test）*以药物的化学结构及其物理化学性质为依据，通过化学反应来鉴别药物真伪的。

***无机药物：**根据其组成的阴离子和阳离子的特殊反应，并以药典附录III项下的一般鉴别试验为依据，

***有机药物：**采用典型的官能团反应。

***一般鉴别试验的项目：**丙二酰脲类、托烷生物碱类、芳香第一胺类、有机氟化物类、无机金属盐类（钠盐、钾盐、锂盐、钙盐、钡盐、铵盐、镁盐、铁盐、铝盐、锌盐、铜盐、银盐、汞盐、铋盐、锑盐、亚锡盐）、有机酸盐（水杨酸盐、枸橼酸盐、乳酸盐、苯甲酸盐、酒石酸盐）、无机酸盐（亚硫酸盐或亚硫酸氢盐、硫酸盐、硝酸盐、硼酸盐、碳酸盐与碳酸氢盐、醋酸盐、磷酸盐、氯化物、溴化物、碘化物）。*一般鉴别试验仅供确认单一的化学药物，如为数种

化学药物的混合物或有干扰物质存在时，除另有规定外，应不适用。*通过一般鉴别试验只能证实是某一类药物，而不能证实是哪一种药物。例如，经一般鉴别反应的钠盐试验，证实某一药物为钠盐，但不能辨认是氯化钠、苯甲酸钠或者是其它某一种钠盐药物。要想最后证实被鉴别的物质到底是哪一种药物，必须在一般鉴别试验的基础上，再进行专属鉴别试验，方可确认。（三）专属鉴别试验（specific identification test）*根据每一种药物化学结构的差异及其所引起的物理化学特性的不同，选用某些特有的灵敏定性反应，来鉴别药物真伪的。是证实某一种药物的依据。综上所述，一般鉴别试验是以某些类别药物的共同化学结构为依据，根据其相同的物理化学性质进行药物真伪的鉴别，以区别不同类别的药物。而专属鉴别试验，则是在一般鉴别试验的基础上，利用各种药物的化学结构差异，来鉴别药物，以区别同类药物或具有相同化学结构部分的各个药物单体，达到最终确证药物真伪的目的。

二、鉴别试验条件

鉴别试验是以所采用的化学反应或物理特性产生的明显的易于觉察的特征变化为依据。因此，能影响鉴别试验判定结果的特征变化的因素都是应当精心选择和严格控制的。也就是说，鉴别试验应该是在规定条件下完成的，否则鉴别试验的结果是不可信的。

（一）溶液的浓度 主要指被鉴别药物的浓度，及所用试剂的浓度。由于鉴别试验多采用观测沉淀、颜色或各种光学参数（ n 、 D 、 A 、 ϵ 等）的变化，来判定结果，而药物和有关试剂的浓度会直接影响上述的各种变化，必须严格规定溶液的浓度。

（二）溶液的温度 温度对化学反应的影响很大，一般温度每升高10℃，可使反应速度增加2-4倍。

（三）溶液的酸碱度 许多鉴别反

应都需要在一定酸碱度的条件下才能进行。溶液酸碱度的作用，在于能使各反应物有足够的浓度处于反应活化状态，使反应生成物处于稳定和易于观测的状态。（四）干扰成分的存在在鉴别试验中，如药物结构中的其它部分或药物制剂中的其它组分也可参加鉴别反应，产生干扰，应选择专属性更高的鉴别反应将其消除或将其分离。（五）试验时间有机化合物的化学反应和无机化合物不同，一般反应速度较慢，达到预期试验结果需要较长的时间。这是因为有机化合物是以共价键相结合，化学反应能否进行，依赖于共价键的断裂和新价键形成的难易，这些价键的更替需要一定的反应时间和条件。同时在化学反应过程中，有时存在着许多中间阶段，甚至需加入催化剂才能启动反应。因此，使鉴别反应完成，需要一定时间。

三、鉴别试验的灵敏度

（一）反应灵敏度和空白试验反应的灵敏度（sensitivity）：在一定条件下，能在尽可能稀的溶液中观测出尽可能少量的供试品，反应对这一要求所能满足的程度。它以两个相互有关的量，即最低检出量（minimum detectable quantity）（又称检出限量）和最低检出浓度（minimum detectable concentration）（又称界限浓度）来表示。最低检出量（以m表示），就是应用某一反应，在一定的条件下，能够观测出的供试品的最小量，其单位通常用微克（g）表示（ $1\text{mg} = 10^{-6}\text{g}$ ）。最低检出浓度就是应用某一反应，在一定条件下，能够观测出供试品的最低浓度，通常以 $1/G$ （或 $1/V$ ）表示，其中G（V）表示含有1g重某供试品的溶液的g（ml）数。最低检出量和最低检出浓度之间的关系可以用下式表示，式中v为鉴别试验时，所取供试溶液的最小体积（ml）。如果选用鉴别反应的灵敏度愈高，

则产生可被观测的结果所需要的药物愈少。空白试验 (blank test) : 所谓空白试验, 就是在与供试品鉴别试验完全相同的条件下, 除不加供试品外, 其它试剂同样加入进行的试验。在选用灵敏度很高的反应时, 必须采用高纯度的试剂和非常洁净的器皿, 才能保证鉴别试验结果的可靠性。为了消除试剂和器皿可能带来的影响, 应同时进行空白试验, 以供对照。

(二) 提高反应灵敏度的方法 在实际工作中, 常采用以下措施来提高反应的灵敏度。

1. 加入与水互不相溶的有机溶剂 在鉴别试验中, 如生成物具有颜色并颜色很浅时, 可利用加入少量与水互不相溶的有机溶剂, 浓集有色生成物, 使有机溶剂中颜色变深, 易于观测。
2. 改进观测方法 例如, 将目视观测溶液的颜色, 改为可见分光光度法; 将观测生成沉淀改为比浊度法等。

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