

2007年执业药师考试考点大汇总-药物分析-物理常数测定法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

[https://www.100test.com/kao\\_ti2020/263/2021\\_2022\\_\\_EF\\_BC\\_92\\_EF\\_BC\\_90\\_EF\\_BC\\_90\\_EF\\_c23\\_263754.htm](https://www.100test.com/kao_ti2020/263/2021_2022__EF_BC_92_EF_BC_90_EF_BC_90_EF_c23_263754.htm) 物理常数测定法

**考点1：熔点测定法**

**1. 熔点的定义** 熔点 (mp) 系指物质照规定的方法测定，由固体熔化成液体的温度、熔融同时分解的温度或在熔化时自初熔至全熔的一段温度。熔点是物质的物理常数，测定熔点可以鉴别药物，也可反映药物的纯杂程度。熔融同时分解是指样品在一定温度下熔融同时分解产生气泡、变色或浑浊等现象。

**2. 测量用具**

(1) 容器：供盛装传温液用。可用大形管、烧杯或其他适宜容器。

(2) 搅拌器：玻璃棒或磁力搅拌器等。

(3) 温度计：供测定传温液的温度及供试品的熔点用。《中国药典》规定使用分浸型，具有0.5 刻度的温度计，温度计应预先用熔点测定用对照品校正。

(4) 熔点测定毛细管：供放置供试品用。应选用中性硬质玻璃毛细管。长9cm以上，内径0.9~1.1mm，壁厚0.10~0.15mm，一端熔封。

(5) 加热器：用于加热传温液，加热速度应可以控制。

(6) 传温液：熔点在80%以下者，用水；熔点在80 以上者，用硅油或液状石蜡。

**3. 测量方法**

(1) 第一法：测定易粉碎固体药品。取供试品适量，研细，照各药品项下干燥失重的条件进行干燥。若该药品不检查干燥失重、熔点范围低限在135 以上、受热不分解，则可在105 干燥；熔点在135 以下或受热分解的供试品，可在五氧化二磷干燥器中干燥过夜或用其他适宜方法干燥，如用恒温减压干燥器干燥。测定时，分取供试品适量，置熔点测定毛细管中，并使粉末紧密集结在毛细管的熔封端。装入供

试品的高度为3mm。另将温度计放入盛装传温液的容器中，使温度计汞球部的底端与容器的底部距离2.5cm以上；加入传温液以使传温液受热后的液面恰好在温度计的分浸线处。将传温液加热，俟温度上升至距规定的熔点低限低约10℃时，将装有供试品的毛细管浸入传温液，贴附在温度计上（可用橡皮圈或毛细管夹固定），应使毛细管的内容物部分恰好在温度计汞球中部。继续加热，调节升温速率为每分钟上升1.0~1.5℃，加热时需不断搅拌，使传温液温度保持均匀，记录供试品在初熔至全熔时的温度，重复测定3次，取其平均值，即得。

（2）第二法：测定不易粉碎的固体药品。取供试品，注意用尽可能低的温度熔融后，吸入两端开口的毛细管中，使高达约10mm。在10℃或10℃以下的冷处静置24小时，或置冰上放冷不少于2小时，凝固后用橡皮圈将毛细管紧缚在温度计上，使毛细管的内容物部分恰好在温度计汞球中部。照第一法将毛细管连同温度计浸入传温液中，供试品的上端应恰好在传温液面下约10mm处；小心加热，俟温度上升至距规定的熔点低限尚低约5℃时，调节升温速率，使每分钟上升不超过0.5℃，至供试品在毛细管中开始上升时，检读温度计上显示的温度，即得。

（3）第三法：测定凡士林或其他类似物质。取供试品适量，缓缓搅拌并加热至温度达90~92℃时，放入一平底耐热容器中，使供试品厚度达到 $12 \pm 1$ mm，放冷至比规定的熔点上限高8~10℃。取刻度为0.2℃、水银球长18~28mm、直径5~6mm的温度计（其上部预先套上软木塞，在塞子边缘开一小槽），使冷至5℃后，擦干并小心地将温度计汞球部垂直插入上述熔融的供试品中，直至碰到容器底部（浸没12mm）。随后取出，直立悬置，俟粘附在温度计

球部的供试品表面浑浊，将温度计浸入16℃以下的水中5分钟，取出。再将温度计插入一外径25mm、长150mm的试管中，塞紧，使温度计悬于其中，并使温度计球部的底端距试管底部约为15mm；将试管浸入约16℃的水浴中，调节试管的高度使温度计上分浸线同水面相平。加热使水浴温度以每分钟2℃的速率升至38℃，再以每分钟1℃的速率升温至供试品的第一滴脱离温度计为止。检读温度计上显示的温度，即可作为供试品的近似熔点。再取供试品，照前法反复测定数次。如前后3次测得的熔点相差不超过1℃，可取3次的平均值作为供试品的熔点；如3次测得的熔点相差超过1℃时，可再测定2次，并取5次的平均值作为供试品的熔点。

4. 注意事项 (1) 供试品应研细并干燥。(2) 毛细管的内径必须符合药典规定。如内径大了，全熔温度会偏高。(3) 必须按药典规定选择传温液。避免应用不同传温液所引起的结果不一致。(4) 温度计必须经过校正，最好绘制校正曲线。(5) 判断熔点应注意，“初熔”系指供试品在毛细管内开始局部液化出现明显液滴时的温度，“全熔”系指供试品全部液化时的温度。

5. 应用 熔点测定是药品质量标准的一个重要项目，多数原料药需作熔点测定。熔点不仅可以用来鉴别药品，也可以反映药品的纯杂程度。如果药物的纯度变差，可使熔点下降，熔距增长。

#### 考点2：旋光度测定法 1. 基本概念

(1) 旋光度。平面偏振光通过某些光学活性物质（如具有不对称碳原子的化合物）的液体或溶液时，偏振光的振动平面向左或向右旋转的现象称为旋光现象。偏振光旋转的角度称为旋光度。旋光度有右、左旋之分，偏振光向右旋转（顺时针方向）称为“右旋”，用“+”表示；偏振光向左旋转

(逆时针方向)称为“左旋”，用“-”表示。(2)比旋度。偏振光透过长1dm且每1ml含旋光物质1g的溶液，在一定的波长和温度下测得的旋光度称为比旋度。比旋度是旋光物质的重要物理常数，可以用来区别药物或检查药物纯杂的程度，也可以用来测定含量。

2. 测定原理 旋光度和测定的温度以及偏振光的波长有关。《中国药典》规定，除另有规定外，测定温度为20℃，使用钠光的D线(589.3nm)作光源，在此条件下测定的比旋度记为 $[\alpha]_D^{20}$ 。测定药物的比旋度时，取供试液，测定旋光度，按下式计算比旋度：对液体供试品 对固体供试品 式中， $[\alpha]$ --比旋度； $\alpha$ --测得的旋光度； $l$ --测定管长度，dm； $d$ --液体的相对密度； $C$ --供试品溶液的浓度，g/100ml。

如果已知比旋度，根据测得的旋光度计算药物的含量，则按下式计算。

3. 测定用仪器 旋光计读数至0.01°，使用前用标准石英旋光管检定。

4. 测定方法 将测定管用供试液体或固体物质的溶液(取固体供试品，按各药品项下的方法制成)冲洗数次，缓缓注入供试液体或溶液适量(注意勿使发生气泡)，置于旋光计内检测读数，即得供试液的旋光度。用同法读取旋光度3次，取3次的平均数，即得测定的旋光度值。

5. 注意事项 (1)测定前应以溶剂作空白校正，测定后，再校正1次，以确定在测定时零点有无变动，否则应重新测定旋光度。(2)配制溶液及测定时，均应调节温度至 $20 \pm 0.5$ ℃(或各药品项下规定的温度)。(3)供试的液体或固体物质的溶液应不显浑浊或含有混悬的小粒。如有上述情形时，应预先滤过，并弃去初滤液。

6. 应用 (1)估测纯度。测定比旋度，可以区别药物，也可以反映药物的纯杂程度。《中国药典》规定测定比旋度的药物很多，如硫酸奎宁、肾上

腺素、葡萄糖、丁溴东莨菪碱、头孢噻吩钠、乳糖、蔗糖等。

(2) 杂质检查。例如硫酸阿托品为莨菪碱的外消旋体，无旋光性，而莨菪碱为左旋体，《中国药典》规定，50mg/ml的硫酸阿托品溶液的旋光度不得超过 $-0.40^{\circ}$ 。

(3) 含量测定。《中国药典》采用旋光度法测定含量的药物有葡萄糖注射液、葡萄糖氯化钠注射液、谷氨酸钾注射液、右旋糖酐氯化钠注射液、右旋糖酐葡萄糖注射液等。

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](http://www.100test.com)