

2007年执业药师考试考点大汇总-药物分析-维生素类药物的分析 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_263757.htm 维生素类药物的分析

考点1：维生素A的分析

1. 结构及性质 维生素A的结构为含有一个共轭多烯侧链的环己烯，具有多种异构体，其中全反式维生素A醇或醋酸酯的生物效价最高。《中国药典》收载的为维生素A醋酸酯。其结构为：维生素A有很长的共轭体系，因而具有很强的紫外吸收，同时也容易被氧化而变质。维生素A能与氯仿、乙醚、环己烷或石油醚任意混合，在乙醇中微溶，在水中不溶。维生素A在自然界中主要来自鱼肝油，目前多用人工合成方法制取。

2. 鉴别 《中国药典》采用三氯化锑反应鉴别维生素A。鉴别方法：取供试品1滴，加氯仿10ml振摇使溶解，取出2滴，加氯仿2ml与25%三氯化锑的氯仿溶液0.5ml，即显蓝色，渐变成紫红色。

3. 含量测定 维生素A分子中含有5个共轭双键，其全反式醋酸酯的环己烷溶液在波长328nm处有最大吸收， E_{1m}^{1cm} 为1530；全反式维生素A醇的异丙醇溶液在波长325nm处有最大吸收， E_{1m}^{1cm} 为1820。目前各国药典均采用紫外分光光度法测定其生物效价。由于维生素A中含有稀释用油和其他杂质，所以测得的吸收度不是维生素A所独有。《中国药典》采用紫外分光光度法测定维生素A及维生素A胶丸的含量，非维生素A物质的无关吸收所引入的误差用校正公式校正，以便得到正确的结果。

(1) VA酯测定（第一法）。 样品配成9~15国际单位/ml的环己烷溶液。 最大吸收波长在326~329nm之间。

在300、316、328、340、360nm 5个波长处分别测定各波长

下的A1、A2、A3、A4、A5。 计算各波长下的吸收度与328nm波长下的吸收度比值。A1/A3、A2/A3、A4/A3、A5/A3。将这些比值与规定值比较，按下表进行数据处理和结果计算。（2）VA醇的测定（第二法）。如果上面测定时最大吸收波长不在326~329nm之间，或经计算后的校正吸收度与未校正吸收度比较， $< -15\%$ 或 $> 3\%$ ，则需进行预处理：样品 加醇制NaOH 加热皂化 Et₂O提取 蒸干提取液 用异丙醇溶解 制成9~15U/ml 先测定 max在323~327nm之间，然后在300、310、325及334nm四个波长处测定吸收度A值。 max323~327nm之间，且 $A_{300}/A_{325} \leq 0.73$ ，计算出A₃₂₅校正。 a. 校正吸收度在未校正吸收度的 $\pm 3\%$ 以内，以未校正吸收度计算含量。 b. 超过 $\pm 3\%$ ，以校正吸收度计算含量。 max323~327nm不在此区间或 $A_{300}/A_{325} > 0.73$ ，则需要进一步采用层析进行纯化后再测定。 考

点2：维生素B1及其制剂的分析 1. 结构及性质 维生素B1（盐酸硫胺）是由氨基嘧啶环和噻唑环通过亚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，药物为它们的盐酸盐。维生素B1在水中易溶，在乙醇中微溶，在乙醚中不溶。维生素B1具有紫外吸收，其盐酸溶液的最大吸收波长为246nm。 2. 鉴别（1）硫色素反应 鉴别方法：取供试品约5mg，加氢氧化钠试液2.5ml溶解后，加铁氰化钾0.5ml与正丁醇5ml，强力振摇2分钟，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。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。（2）氯化物。维生素B1系盐酸盐，其水

溶液中存在Cl⁻，根据《中国药典》附录收载的“一般鉴别试验”中“氯化物”的鉴别，可以鉴定Cl⁻的存在。

3. 含量测定

(1) 维生素B1的含量测定。维生素B1为有机碱的盐酸盐，采用非水溶液滴定法。以冰醋酸为溶剂，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定，喹那啶红-亚甲蓝混合指示剂指示终点。为排除盐酸的干扰，滴定前须加入一定量的醋酸汞试液。

(2) 维生素B1片的含量测定。采用紫外分光光度法。测定方法：取供试品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于维生素B1 25mg)，置100ml量瓶中，加盐酸溶液(9/1000)约70ml，振摇15分钟，使维生素B1溶解，加盐酸溶液(9/1000)稀释至刻度，摇匀，用干燥滤纸滤过，精密量取续滤液5ml，置另一100ml量瓶中，加盐酸溶液(9/1000)稀释至刻度，摇匀，在246nm波长处测定吸收度，按C₁₂H₁₇ClN₄O₅·HCl的吸收系数(E_{1m})为421计算，即得。式中，A--吸收度； \bar{m} --平均片重，g；W--片粉的称样量，g。

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