

2007年执业药师考试考点大汇总-药物分析-糖类和苷类药物的分析 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\\_263758.htm](https://www.100test.com/kao_ti2020/263/2021_2022__EF_BC_92_EF_BC_90_EF_BC_90_EF_c23_263758.htm) 糖类和苷类药物的分析

考点1：葡萄糖的分析 1. 结构及性质 《中国药典》收载的葡萄糖为D-（ $\alpha$ ）-吡喃葡萄糖的一水合物，其结构为：葡萄糖为醛糖，具有还原性；葡萄糖还有多个不对称碳原子，具有旋光性，为右旋体。 2. 鉴别（1）与碱性酒石酸铜试液的反应。葡萄糖的醛基具有还原性，在碱性条件下可将铜离子还原，生成红色的氧化亚铜沉淀。取本品约0.2g，加水5ml溶解后，缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。（2）测定比旋度。葡萄糖具有旋光性，比旋度是其重要的物理常数，测定比旋度可以鉴别药物，也可以反映药物的纯杂程度。《中国药典》在葡萄糖的质量标准中收载有比旋度的测定项目，测定方法：取本品约10g，精密称定，置100ml量瓶中，加水适量与氨试液0.2ml，溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，放置10分钟，在25℃时，依法测定，比旋度为 $52.5^{\circ} \sim 53.0^{\circ}$ 。配制时加氨试液0.2ml，并放置10分钟是为了达到变旋平衡后再测定，详见葡萄糖含量测定项下。若测得的旋光度为 $\alpha$ ，则比旋度的计算公式为：
$$[\alpha]_D^{25} = \frac{\alpha}{W \cdot l}$$
式中，W--供试品的称样量，g；l--光路长度，dm。（3）红外光谱法。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集464图）一致。 3. 特殊杂质检查（1）溶液的澄清度与颜色。用于检查水中不溶性物质和有色杂质。检查方法：取本品5g，加热水溶解后，放冷，用水稀释至10ml，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液比较，不得更浓；如显色

，与对照液（取比色用氯化钴液3ml、比色用重酸钾液3ml与比色用硫酸铜液6ml，加水稀释成50ml）1.0ml加水稀释至10ml比较，不得更深。（2）亚硫酸盐和可溶性淀粉。亚硫酸盐可能是在硫酸水解淀粉制备葡萄糖过程中，部分硫酸被还原所生成的；可溶性淀粉为生产中引入的中间体。为了控制亚硫酸盐和可溶性淀粉的限量，取本品1.0g，加水10ml溶解后，加碘试液1滴，应即显黄色。如有亚硫酸盐存在，则碘会褪色；如有可溶性淀粉，则呈蓝色。（3）蛋白质。制备葡萄糖的原料多为淀粉，它来自于植物的茎、根或种子，所以在提取过程中常混入蛋白质。因此，利用蛋白质类杂质遇酸可产生沉淀的性质，取本品1.0g，加水10ml溶解后，加磺基水杨酸溶液（1 5）3ml，不得发生沉淀。（4）乙醇溶液的澄清度。用于控制葡萄糖中的糊精，葡萄糖可溶于热乙醇，而糊精溶解度小。取样品1.0g，加90%乙醇30ml，置水浴上加热回流约10分钟，溶液应澄清。此外，对一般杂质，如干燥失重、炽灼残渣、铁盐、重金属和砷盐等，均进行检查。4．含量测定 葡萄糖分子结构中含有多个手性碳原子，具有旋光性，其比旋度能反映出药物的纯度。因此《中国药典》中未收载含量测定项目，而对比旋度的范围作了严格的规定，规定一水合物在25℃的比旋光度应为  $52.5^{\circ} \sim 53.0^{\circ}$ 。 考点2

：葡萄糖注射液的分析 1．葡萄糖注射液中5-羟甲基糠醛的检查 葡萄糖水溶液在弱酸性时较稳定，但在高温加热灭菌时，葡萄糖易分解产生5-羟甲基糖醛（1）、乙酰丙酸与甲酸。5-羟甲基糠醛量的增加与灭菌温度的时间成正比。分解反应如下：5-羟甲基糠醛对人体有害，它的量也可以反映葡萄糖分解的情况，需进行检查：5-羟甲基糠醛分子具共轭双烯结构

，在284nm波长处具最大吸收，利用此性质，精密量取葡萄糖注射液适量（约相当于葡萄糖0.1g），置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，置于1cm吸收池中，在284nm的波长处测定，吸收度不得大于0.32。

## 2. 葡萄糖注射液的含量测定

(1) 测定方法。精密量取本品适量（约相当于葡萄糖10g），置100ml量瓶中，加氨试液0.2ml（10%或10%以下规格的本品可直接取样测定），用水稀释至刻度摇匀，静置10分钟，依法测定旋光度，与2.0852相乘，即得供试量中含有 $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ 的质量（g）。

(2) 测定中加入氨试液的作用。葡萄糖有  $\alpha$  及  $\beta$  两种互变异构体，在水溶液中形成下列平衡状态：由上式可见， $\alpha$  及  $\beta$  两种互变异构体的比旋度相差甚远，而在水溶液中逐渐形成平衡，此时的比旋度也趋于恒定，为  $52.5^\circ \sim 53.0^\circ$ ，这种现象称为葡萄糖的变旋现象。因此，当进行葡萄糖旋光度测定时，首先应使上述反应达到平衡，一般放置至少6小时。若加热、加酸或加弱碱，均可加速平衡的到达。《中国药典》采用加氨试液的方法，加速变旋平衡的到达。

(3) 计算因数2.0852的由来。  $52.75^\circ$  为无水葡萄糖的比旋度，按下式计算无水葡萄糖的浓度：如果换算成含水葡萄糖浓度（c）时，则应为：

### 3. 葡萄糖氯化钠注射液含量测定

(1) 葡萄糖。取本品，照葡萄糖注射液项下的方法测定，即得。

(2) 氯化钠。本品中的氯化钠用银量法测定。精密量取本品20ml，加水30ml，加2%糊精溶液5ml、2.5%硼砂溶液2ml与荧光黄指示液5~8滴，用硝酸银滴定液（0.1mol/L）滴定。每1ml的硝酸银滴定液（0.1mol/L）相当于5.844mg的NaCl。加糊精溶液以形成保护胶体，使氯化银沉淀呈胶体状态，则具有较大的表面，有利于对指示剂的

吸附，有利于滴定终点的观察。葡萄糖氯化钠注射液的pH值较低，经试验，溶液pH值如在3.5左右时，则无终点出现；加入2.5%硼砂溶液2ml后，溶液pH值为7，可促使荧光黄电离，以增大荧光黄阴离子的有效浓度，使终点变化敏锐。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)