

西南大学

2011年攻读硕士学位研究生入学考试试题

学科、专业：制药工程 研究方向：

试题名称：药物分析 试题编号：901

(答题一律做在答题纸上，并注明题目番号，否则答题无效)

一、选择题 (共60分)

(一) 最佳选择题 (每题只有一个最佳答案，每个3分，共45分)

1. Ag-DDC法是用来检查 ()

- A. 氯化物 B. 硫酸盐 C. 重金属 D. 砷盐

2. 古蔡氏法检查砷盐中加入适量碘化钾的作用是 ()

- A. 防止盐酸分解 B. 防止砷化氢逸失
C. 将五价砷还原为三价砷 D. 防止氢气逸失

3. 可用于区分巴比妥和硫喷妥钠的方法为 ()

- A. 铜吡啶溶液 B. 氯化钴 C. 硫酸铜—碳酸钠 D. 氯化汞

4. 在紫外分光光度法中，供试品溶液的浓度应使吸收度的范围在 ()

- A. 0.1~0.9 B. 0.3~0.5 C. 0.3~0.7 D. 0.5~0.9

5. 分析方法准确度的表示应用 ()

- A. 相对标准偏差 B. 回收率 C. 回归方程 D. 限度

6. 具有酚羟基的药物，通常采用下列哪种方法进行鉴别 ()

- A. 重氮化-偶合反应 B. 茚三酮反应 C. FeCl₃反应 D. 沉淀反应

7. 下列药物中，哪一个药物加氨制硝酸银能产生银镜反应 ()

- A. 地西洋 B. 阿司匹林 C. 异烟肼 D. 苯佐卡因

- 8.常用于测定蛋白质分子量的方法是下列哪一种 ()
 A.RP-HPLC B.HPGFC C.NP-HPLC D.HPCE
- 9.维生素 C 的鉴别与测定方法大多是基于维生素 C 的 ()
 A.糖类性质 B.还原性 C.氧化性 D.吸光性
- 10.四氮唑比色法可用于下列哪个药物的含量测定 ()
 A.可的松 B. 睾丸素 C. 雌二醇 D.黄体酮
- 11.一般而言,采用高效液相色谱法进行药物分析时,精密度的 RSD 值应不大于()
 A. 0.5% B. 1.5% C. 2% D. 3%
- 12.酸性染料比色法中,水相的 pH 值过小,则 ()
 A.能形成离子对 B.有机溶剂提取能完全
 C.酸性染料以分子状态存在 D.生物碱几乎全部以分子状态存在
- 13.四环素在酸性条件下降解生成的产物是 ()
 A.差向四环素 B.脱水四环素 C.差向脱水四环素 D.异四环素
- 14.中国药典(2005 年版)规定,凡有含量均匀度测定的片剂可不进行()
 A.重量差异检查 B.崩解时限检查 C.溶出度测定 D.含量测定
- 15.中药制剂分析中首选的含量测定方法为 ()
 A.UV 法 B.IR 法 C.TLC 法 D.HPLC 法

(二) 多项选择题 (每题有 2 个或 2 个以上正确答案,每个 3 分,共 15 分)

- 1.下列哪些药物用高氯酸进行非水溶液滴定时需要加入醋酸汞试液 ()
 A. 硫酸阿托品 B. 盐酸利多卡因 C. 尼可刹米
 D. 氯氮卓 E. 盐酸吗啡
- 2.血浆或血清中蛋白质的常用的去除方法有 ()
 A. 加入与水混溶的有机溶剂 B. 加入中性盐 C. 加入强酸
 D. 加入沉淀剂 E. 酶解法
- 3.用信噪比法表示检测限时,信噪比一般应为 ()

A. 1:1 B. 2:1 C. 3:1 D. 4:1 E. 5:1

4. 高效液相色谱法中, 系统适用性试验考察的项目有 ()

A. 拖尾因子 B. 理论板数 C. 检测限 D. 定量限 E. 分离度

5. 药品稳定性试验为 ()

A. 影响因素试验 B. 加速试验 C. 长期试验 D. 临床试验 E. 空白试验

二、名词解释 (每个 4 分, 共 20 分)

1. Oxygen flask combustion method

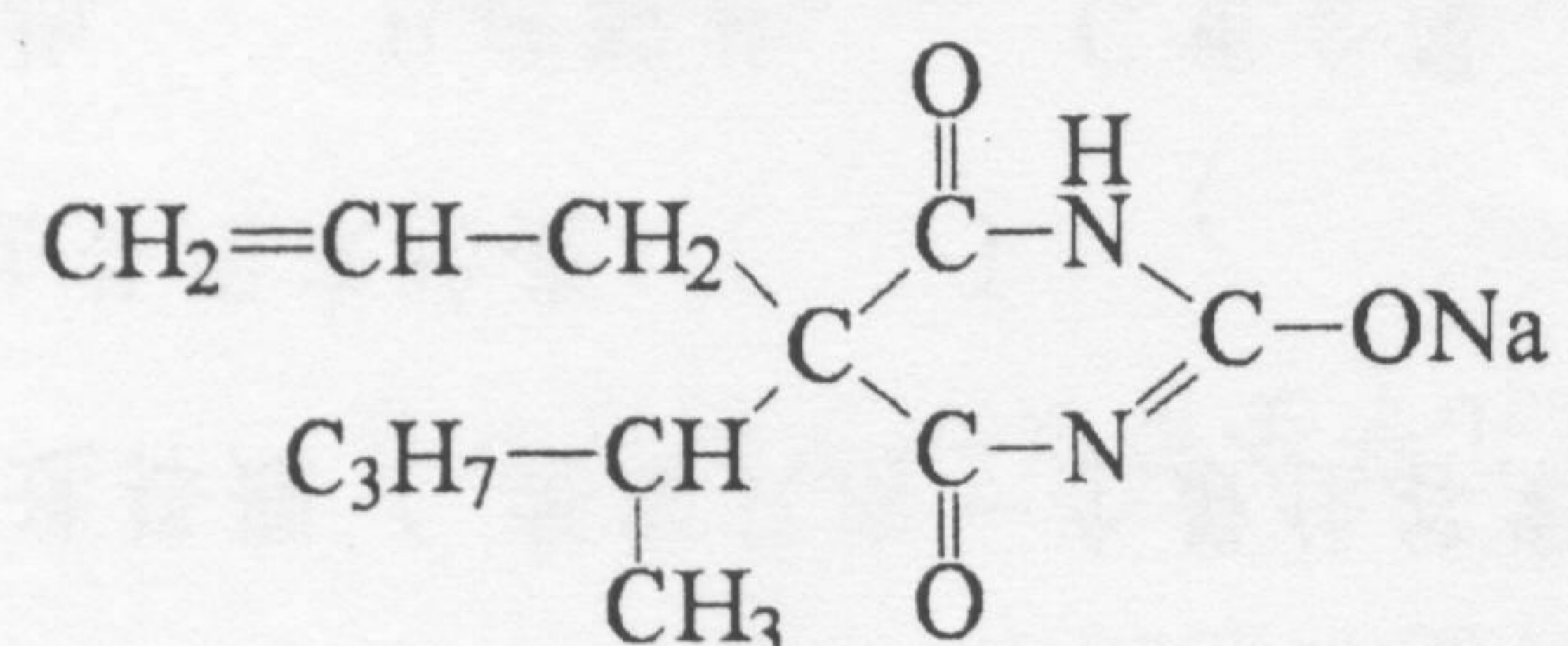
2. Specificity

3. 有关物质

4. 薄层扫描法

5. 药物分析

三、请从结构、性质和方法分析, 为结构如下图的药物设计三种鉴别试验方法和两种含量测定方法 (10 分)



四、简答题 (每题 6 分, 共 30 分)

1. 片剂中糖类和注射剂中抗氧化剂对药物测定有哪些干扰? 怎样排除干扰?
2. RP-HPLC 法测定弱碱性药物时, 采用 ODS 柱作为分析柱, 存在着哪些问题? 原因何在? 如何解决?
3. 与化学药品相比, 简述中药及其制剂在分析前处理、鉴别、检查和含量测定等方面的特点。
4. 铁盐检查中除另有规定外, 为什么要加过硫酸铵? 有的样品采用硝酸处理, 用硝酸处理的样品是否还需加过硫酸铵? 加硝酸后的样品为什么要加热煮沸?
5. 简述分析方法验证的主要内容。

五、问答题并计算（共 30 分）

1. 《中国药典》（2010 年版）中阿司匹林肠溶片的含量测定：（规格为 40mg/片）

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-四氢呋喃-冰醋酸-水（20：5：5：70）为流动相；检测波长为 276nm。理论板数按阿司匹林峰计算不低于 3000，阿司匹林峰与水杨酸峰分离度应符合要求。

测定法 取本品 20 片，精密称定，其重量为 2.0450g，充分研细，精密称取细粉 24.93mg，置 100ml 量瓶中，用 1%的冰醋酸甲醇溶液强烈振摇溶解并稀释至刻度，用有机相滤膜（孔径：0.45 μ ）滤过，精密量取续滤液 10 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，其阿司匹林峰面积为 1063842；另精密称取阿司匹林对照品适量 19.90mg，精密称定，置 200ml 量瓶中，加 1%的冰醋酸甲醇溶液强烈振摇溶解并稀释至刻度，摇匀，同法测定，其阿司匹林峰面积为 1094551。按外标法以峰面积计算，即得。（12 分）

(1) 怎样对色谱条件进行优化？

(2) 流动相使用之前应怎样处理？为什么？

(3) 计算阿司匹林肠溶片中阿司匹林的标示百分含量。

2. 硫酸阿托品的含量测定：

①取本品 20 片，精密称定，研细，精密称出适量（约相当于硫酸阿托品 2.5mg），置 50ml 量瓶中，加水振摇使硫酸阿托品溶解并稀释至刻度，用干燥滤纸滤过，弃去初滤液，收集续滤液，即得。另取对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 ml 中含 50 μ g 的对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 2ml，②分别置于预先精密加入氯仿 10ml 的 60ml 分液漏斗中，③各加溴甲酚绿溶液[取溴甲酚氯 50mg 与邻苯二甲酸氢钾 1.021g，加氢氧化钠液 (0.2mol/L) 5ml 使溶解，再加水稀释至 100ml，摇匀，必要时滤过]2ml，振摇提取 2 分钟后，静置使分层；分取氯仿液，采用 1cm 吸收池，以氯仿为空白，④在 420nm 的波长处分别测定吸收度，计算，并将结果与 1.027 相乘，即得供试量中含有 $(C_{17}H_{23}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$ 的重量。（18 分）

(1) 本法采用的是什含量测定方法，其原理是什么？

(2) 请说明方法中划线部分操作的目的是意义。

(3) 除以上操作外，氯仿测定液中还应注意什么影响？怎样排除？

(4) 已知：20 片重 0.1011g，取样 40.4mg，对照品溶液吸收度为 0.405，供试品溶液吸收度为 0.390，规格 0.3mg/片，求片剂的标示百分含量？