

中山大学

二 00 四年攻读硕士学位研究生入学考试试题

科目代码: 807

科目名称: 药物分析

考试时间: 1 月 11 日 下午

考生须知

全部答案一律写在答题纸上, 答在试题纸上的不得分!
答题要写清题号, 不必抄题。

一、 填空 (按顺序把答案写在答题纸上, 每空 0.4 分, 共 20 分)

- 1、《中国药典》“凡例”中规定的有关内容是否具有法定的约束力①_____, 对精确度是指②_____和③_____, “精密称定”是指④_____, “称定”是指⑤_____; “精密量取”是指⑥_____, “量取”是指⑦_____. 取用量“约”为若干时, 系指⑧_____。
- 2、《中国药典》收载的原料及制剂, 是否均应按规定的方法进行检验①_____, 《中国药典》2000 版是如何规定的②_____. 对标准中纯度和限度数值的(装)量差异, 系包括③_____, ④_____, ⑤_____, 和⑥_____。
- 3、分析任何药品首先时取样, 要从大量的样品中取出少量样品进行分析, 应考虑取样的①_____, ②_____, ③_____. 据此, 取样的原则是④_____, ⑤_____. 常用的取样方法有⑥_____, ⑦_____。
- 4、药物的检查就是为了保证用药的安全, 可否①_____允许微量的杂质存在, 检查是用②_____判断是否合格。
- 5、巴比妥类药物常用的鉴别方法有①_____, ②_____, ③_____, ④_____。
- 6、《中国药典》中收载的重金属检查一法又称为①_____法, 需在②_____条件下进行, 所用的对照溶液为③_____。
- 7、现行的美国药典是①_____版, 简称为②_____; 现行的英国药典是③_____版, 简称为④_____; 现行的日本药局方为⑤_____, 分为⑥_____部。
- 8、在《中国药典》二〇〇〇版中规定应进行“残留溶剂”检查的是①_____。

_____类药物，检查方法应按②_____进行，并应符合规定。

9、检查项下包括有①_____、②_____、③_____、④_____四个方面；对于规定中的各种杂质检查项目，系指⑤_____；改变生成工艺时需⑥_____。

10、《中国药典》中，标准品是指①_____，对照品是指②_____，两者均由③_____制备、标定和供应。对照品除另有规定外，均按④_____进行计算后使用。

11、化学鉴别法必须具有①_____、②_____的特点才有实用价值，对反应是否完全的要求③_____。

二、单项选择题（每题只有一个正确答案 每题 2 分，共 10 分）

【注：把你认为正确答案的字母写在答题纸上，注明题号。下同】

- 下面给出的哪一项不是高效液相色谱中系统适用性的指标：
A、理论塔板数 B、分离度 C、拖尾因子
D、重复性 E、都不是
- 下面哪一个巴比妥类药物加水溶解后，加碘试液 2ml 所显黄色会在 5min 内消失：
A、巴比妥钠 B、苯巴比妥 C、异戊巴比妥
D、司可巴比妥 E、以上都不是
- 采用双步中和法测定乙酰水杨酸片中乙酰水杨酸含量是时，可消除的干扰是：
A、酸性杂质 B、酯键的水解 C、辅料淀粉
D、空气及水中 CO_2 E、以上都不是
- 下面哪个药物可在饱和无水三氯化锑的无醇氯仿溶液中即显蓝色，渐变成紫红色：
A、维生素 A B、维生素 B_1 C、维生素 C
D、维生素 E E、维生素 D_2
- 下面哪种情况不能用采用古蔡氏（Gutzeit）法进行砷盐的检查：
A、锌粒中含有少量的硫化物 B、样品中含锑
C、样品为铁盐 D、样品有色 E、样品为环状物

三、多项选择题（在下面的备选答案中选择一个以上的正确答案，每题 2 分，共 10 分）

- 1、 下面哪种检查可用于甾体激素类的杂质检查：
A、其他甾体的检查 B、有机溶剂残留量 C、氧化产物
D、硒的检查 E、乙炔的检查
- 2、 中药制剂中常需进行的杂质检查项目有：
A、水分检查 B、总灰分和酸不溶性成分
C、重金属 D、砷盐 E、残存农药
- 3、 属生化药物和基因工程药物是：
A、甾体激素 B、人干扰素 C、白介素-Ⅱ
D、多肽和蛋白质 E、以上都是
- 4、 用于生物样品去除蛋白类杂质的方法有：
A、加入一定量的与水相混溶的有机溶剂 B、加入中性盐
C、加入强酸 D、加入含锌或铜的盐 E、酶解法
- 5、 《中国药典》2000 年版未收载的分析方法是：
A、HPLC B、GC C、CE
D、UV E、均已收载

四、判断题（请首先判断下面叙述正确与否，对者打√错者打×，并说明你判断的理由。每题 5 分，共 20 分）

- 1、 人拟对疑为咖啡因的样品进行鉴别，使用方法如下：取样品的饱和水溶液 5ml，加碘试液 5 滴，不生产沉淀。说明该样品不是咖啡因。
- 2、 有一个甾体激素类药物，可能是氢化可的松、睾丸素、炔雌醇、黄体酮。现用下面方法进行鉴别：(1)取样品 2mg，加硫酸 2ml 溶解后，溶液显橙红色，在反射光线下出现黄绿色荧光；将此溶液倾入 4ml 水中，即生成玫瑰红色絮状沉淀。(2)取样品 10mg，加乙醇 1ml 溶解后，加硝酸银试液 5~6 滴，即生成白色沉淀。说明此药物为黄体酮。
- 3、 维生素 C 因其分子极性太大，不能用反相 HPLC 法测定含量。
- 4、 β -内酰胺类抗生素分子较大，因此易发生过敏反应，需做过敏试验。

五、叙述题（请在下面所给出的题目中任选 3 题，每题 10 分，共 30 分）

- 1、叙述生物碱类药物的主要性质及其与分析方法间的关系。
- 2、叙述近年来药物分析中使用的仪器分析方法的进展及在质量评价中的应用。
- 3、下面三个药物均可用碘量法进行含量测定，请叙述各自的反应原理并说明三者间的异同。
A、 β -内酰胺类 B、维生素 C C、异烟肼 （注：结构式见后）
- 4、叙述你所了解的关于“指纹图谱”质量控制技术。

六、计算并回答所给的问题（共 30 分）

1、《中国药典》2000 年版中盐酸异丙嗪“有关物质”检查方法如下：①避光操作，取本品，②加二氯甲烷制成每 1ml 中含 10mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，加二氯甲烷稀释成每 1ml 中含 0.15mg 和 0.05mg 的溶液，作为对照溶液（1）和（2）。照薄层色谱法（附录 V B）试验，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以己烷-丙酮-二乙胺（8.5:1:0.5）为展开剂，展开后，晾干，置紫外灯下检视，③供试品溶液如显杂质斑点，不得多于 3 个；④其杂质斑点与对照溶液（2）的主斑点比较，不得更深；⑤如有一点超过，应不深于对照溶液（1）的主斑点。

请：（1）、计算其“有关物质”的限量；（5 分）

（2）、对划线部分作解释；（5 分）

（3）、写出其原理及检查方法的特点。（5 分）

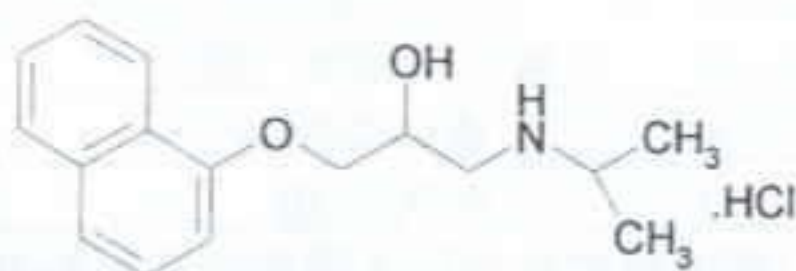
2、盐酸普萘洛尔（ $C_{12}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ 295.81）含量测定方法如下：

取本品，精密称定重量为 0.2052g，①加冰醋酸 20ml，②加醋酸汞试液 5ml与③结晶紫 1 滴，用高氯酸滴定液（0.1mol/L $F=0.98$ ）滴定，至溶液显蓝绿色时，消耗高氯酸滴定液（0.1mol/L $F=0.98$ ）7.12ml。④并将滴定的结果用空白试验，消耗高氯酸滴定液（0.1mol/L $F=0.98$ ）0.02ml。

请：（1）、计算样品含量 （5%）

（2）、对划线部分进行解释（5%）

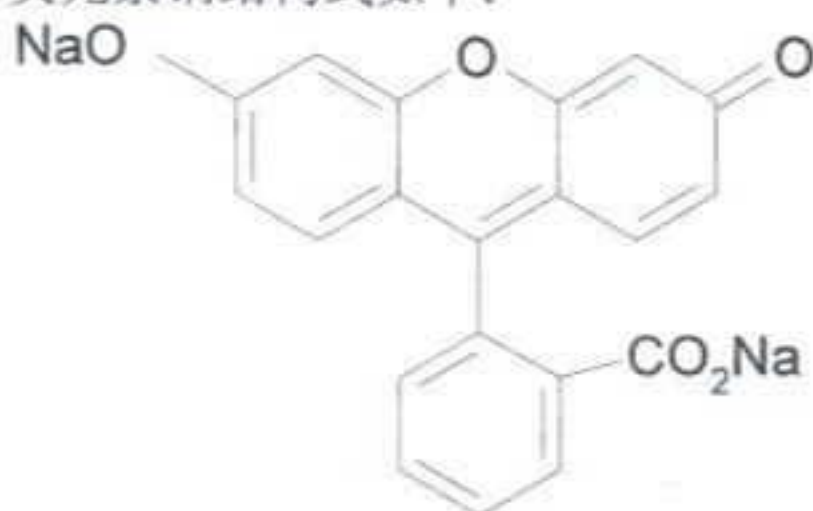
（3）写出反应原理、条件、注意事项（共 15 分高氯酸滴定液（0.1mol/L $F=0.98$ ））（5%）



盐酸普萘洛尔的结构式

七、综合设计题 (共 30 分)

1、荧光素钠结构式如下:



本品为橙红色粉末;无臭,几乎无味;有引湿性。本品在水中易溶,在乙醇中略溶。

请问:(1)、请根据所给药物结构,设计适合该药物合理的鉴别、氯化物检查、含量测定方法并说明理由。

(2)、若样品中氯化物的限量为 0.35%,标准氯化钠溶液(每 1ml 相当于 10 μg 的 Cl) 7ml,请计算应取多少样品进行试验?(共 15 分)

2、复方卡托普利片处方如下:

卡托普利	10g
氢氯噻嗪	6g
辅 料	适量

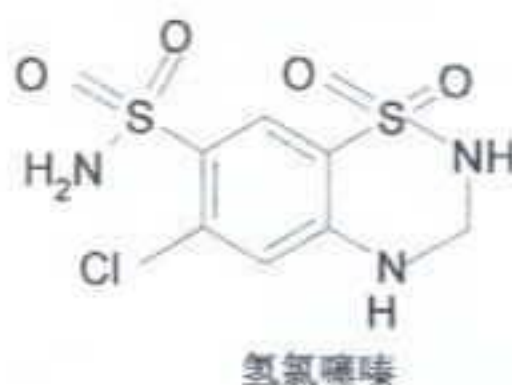
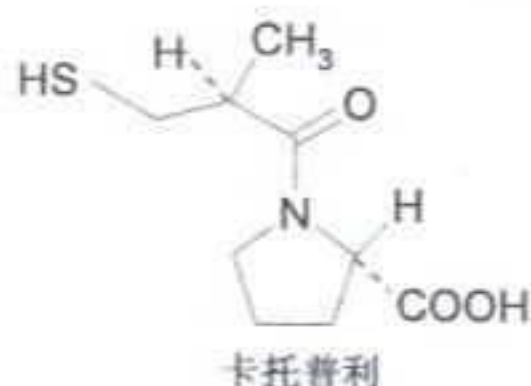
制成 1000 片

请:(1)、设计主药的含量测定方法并写出计算公式。

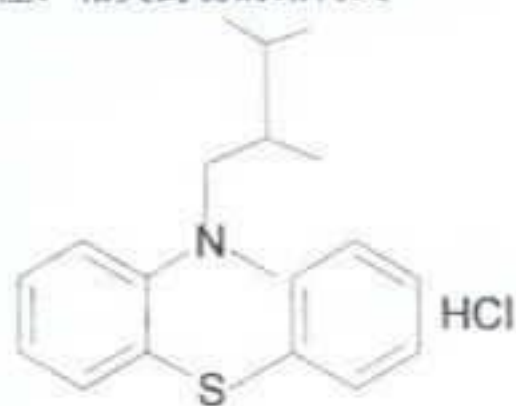
(2)、设计检查项目并说明理由。

(共 15 分)

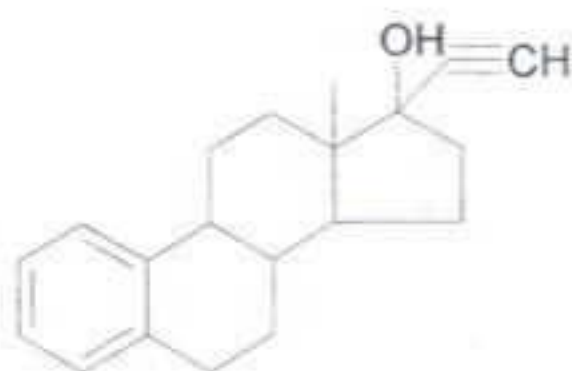
附:卡托普利 和氢氯噻嗪的结构式如下:



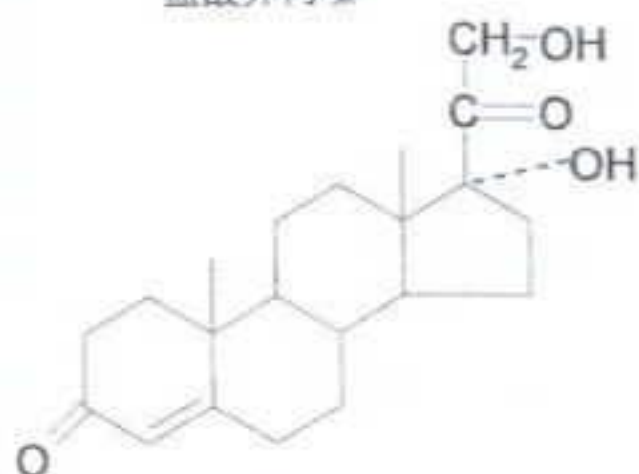
注：相关药物的结构式



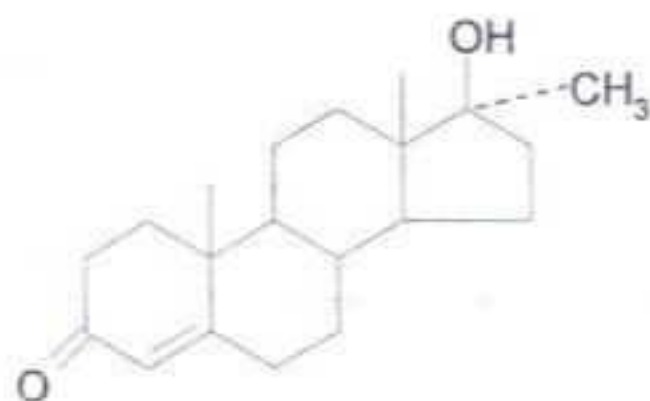
盐酸异丙嗪



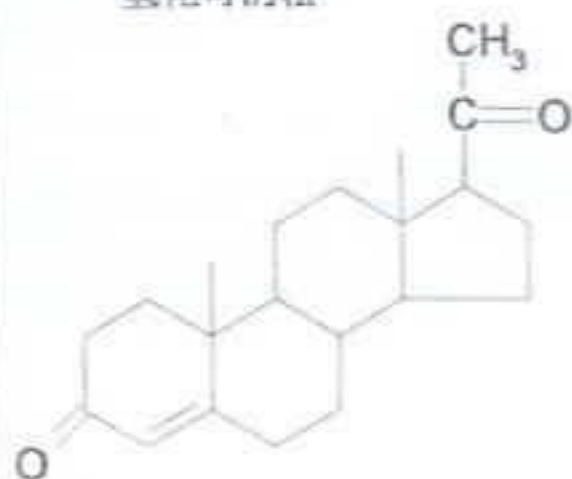
炔雌醇



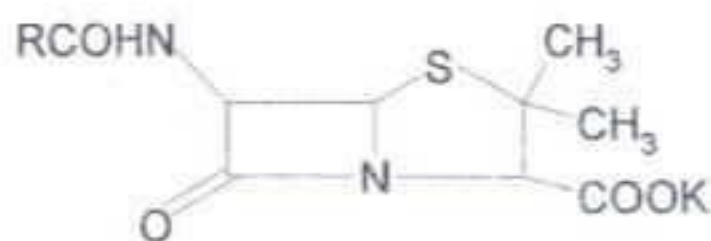
氢化可的松



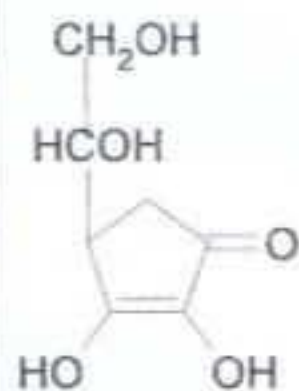
甲基睾凡素



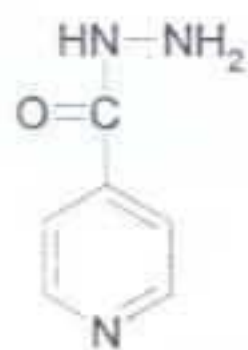
黄体酮



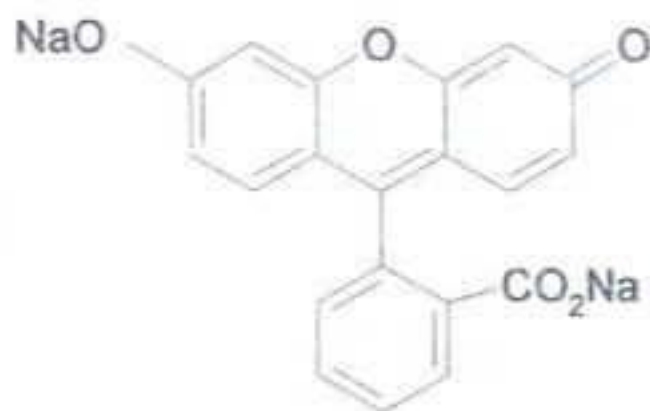
青霉素G-K



V c



异烟肼



荧光素钠