

第五章 目标成分常用定性鉴别方法(一)

上节课内容回顾：

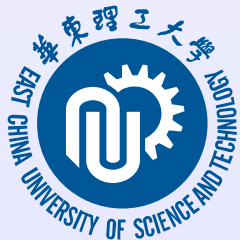
分析检测与质量标准

分析检测和药品**安全性、有效性**密切相关

分析检测和食品**安全性、营养性**密切相关

判断药品合格与否的依据是药品的质量标准

判断食品合格与否的依据是食品的质量标准



药品质量标准的主要内容

1. 名称：包括中文名称、英文或拉丁名、化学名。
2. 性状：外观、臭、味、溶解度及其它物理常数
(熔点、比旋度、吸收系数、等等)
3. **鉴别**：理化方法鉴别真伪，有显色法、沉淀法、TLC、HPLC、UV、IR等方法，要求有**专属性**。2-4条
4. **纯度检查**：杂质检查。一般杂质、有关物质、安全检查等
(**安全性**)
5. **含量测定**：有效成分（主成分）的含量。(**有效性**)
6. 贮藏：影响因素试验、加速试验、长期试验。

阿莫西林胶囊

Amoxilin Jiaonang

Amoxicillin Capsules

本品含阿莫西林($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色至黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于阿莫西林 0.125g),加 4.6%碳酸氢钠溶液使溶解并稀释制成每 1ml 中约含阿莫西林 10mg 的溶液,滤过,作为供试品溶液;照阿莫西林项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 取本品的内容物适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中含阿莫西林 2.0mg 的溶液,滤过,取续滤液,照阿莫西林项下的方法测定。单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(5.0%)。

阿莫西林聚合物 取本品内容物,混匀,精密称取适量

(约相当于阿莫西林 0.2g),置 10ml 量瓶中,加 2%无水碳酸钠溶液 5ml 使溶解并用水稀释至刻度,摇匀,滤过,立即取续滤液作为供试品溶液,照阿莫西林项下的方法试验。含阿莫西林聚合物以阿莫西林计,不得过 0.2%。

水分 取本品的内容物,照水分测定法(附录 VIII M 第一法 A)测定,含水分不得过 16.0%。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录 X C 第一法),以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含阿莫西林 $130\mu\text{g}$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录 IV A),在 272nm 的波长处测定吸光度;另取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于平均装量),按标示量加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含阿莫西林 $130\mu\text{g}$ 的溶液,滤过,取续滤液,同法测定,计算每粒的溶出量。限度为 80%,应符合规定。

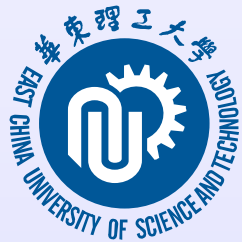
其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录 I E)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于阿莫西林 0.125g),加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含阿莫西林 0.5mg 的溶液,滤过,取续滤液,照阿莫西林项下的方法测定,即得。

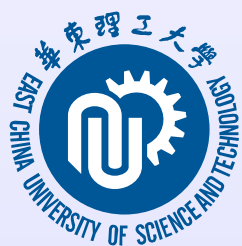
【类别】 同阿莫西林。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

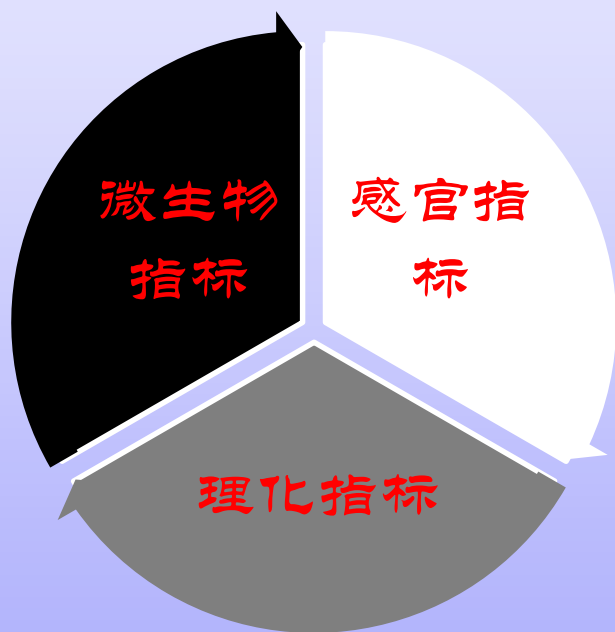
【贮藏】 遮光,密封保存。



判断一个药物的质量是否符合要求，必须
全面考虑**鉴别**、**检查**与**含量测定**三者的检验
结果。



食品质量标准的主要内容

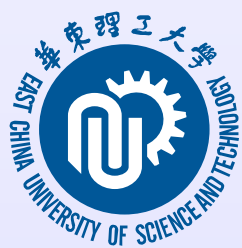


□感观指标：一般规定食品的色泽、气味或滋味的组织状态

（色、香、味、形、性状）

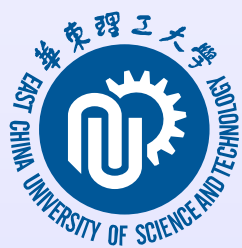
□理化指标：包括食品中的营养（有效成分）含量，或杂质、有害物质的限定，等

□微生物指标：菌群总数，大肠菌群和致病菌3项指标



第五章 目标成分常用定性鉴别方法(一)

1. 掌握常用的化学鉴别法
2. 掌握常用的色谱鉴别法
3. 掌握常用的光谱鉴别法
4. 掌握常用的电泳鉴别法



第一节 常用的化学定性鉴别法

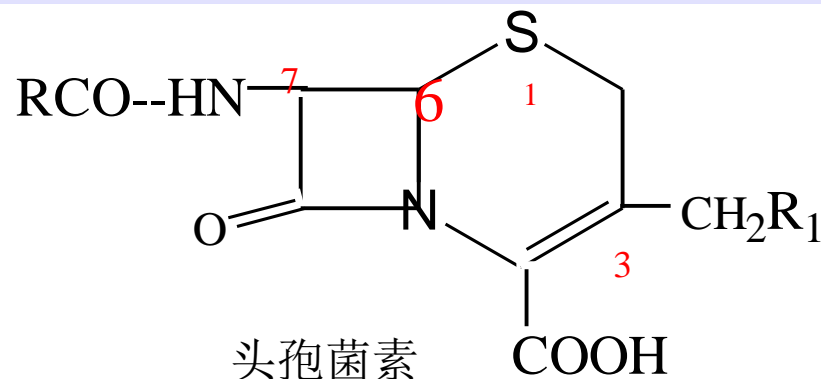
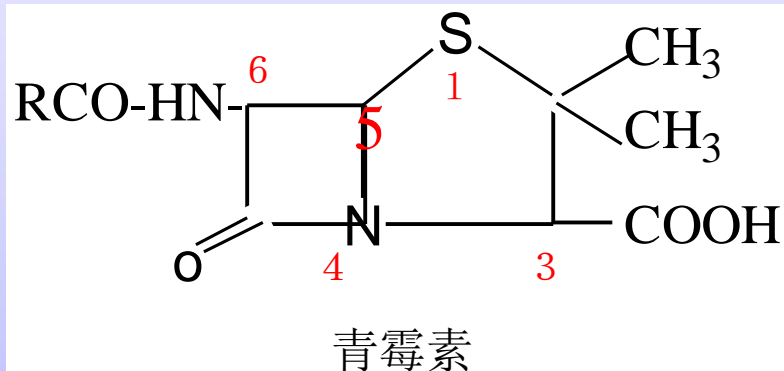
根据药物与化学试剂在一定条件下发生化学反应产生的外观现象进行鉴别。如，颜色的改变、沉淀的产生、特殊气体的生成。

✓ 化学鉴别法一般是**特定官能团或特定结构化合物**的特性反应，与其他鉴别结合使用，可以使鉴别的**专属性**更加突出。

✓ **通过一般鉴别试验只能证实是某一类药物，而不能证实是哪一种药物。**例如，经一般鉴别反应的钠盐试验，证实某一药物为钠盐，但不能辨认是氯化钠、苯甲酸钠或者是其它某一种钠盐药物。

如何鉴别三大类抗生素？

β -内酰胺类抗生素



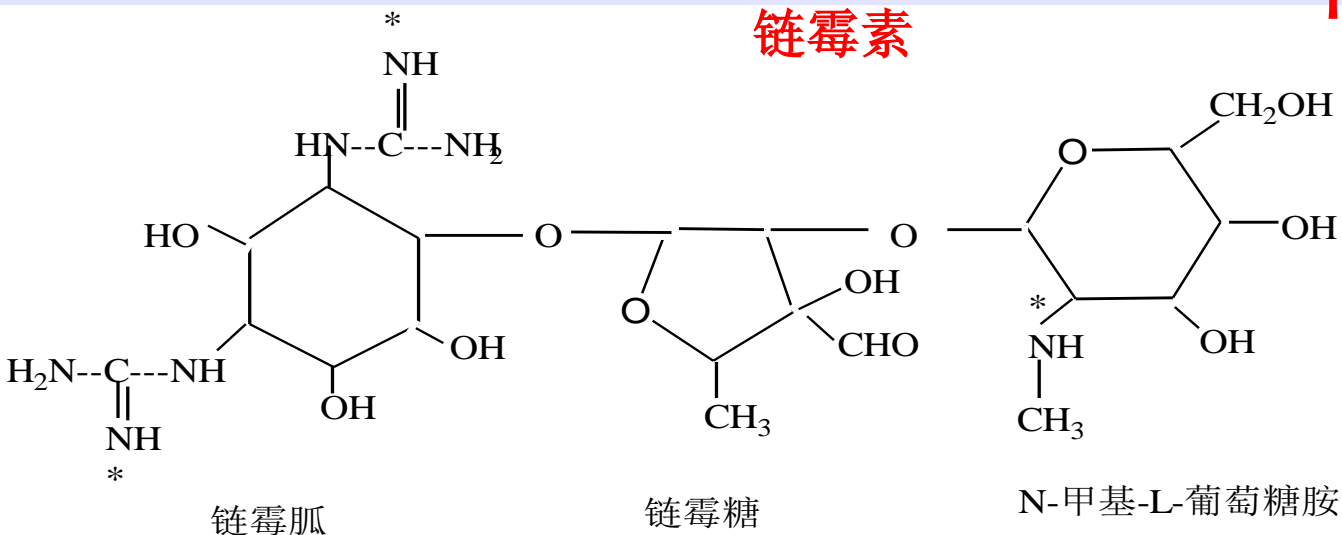
两族化合物结构中均含有 β -内酰胺环。B环青霉素为氢化噻唑环，头孢为氢化噻嗪环。

代表性药物：青霉素钠、氨苄西林、阿莫西林、头孢氨苄、头孢噻吩钠等。

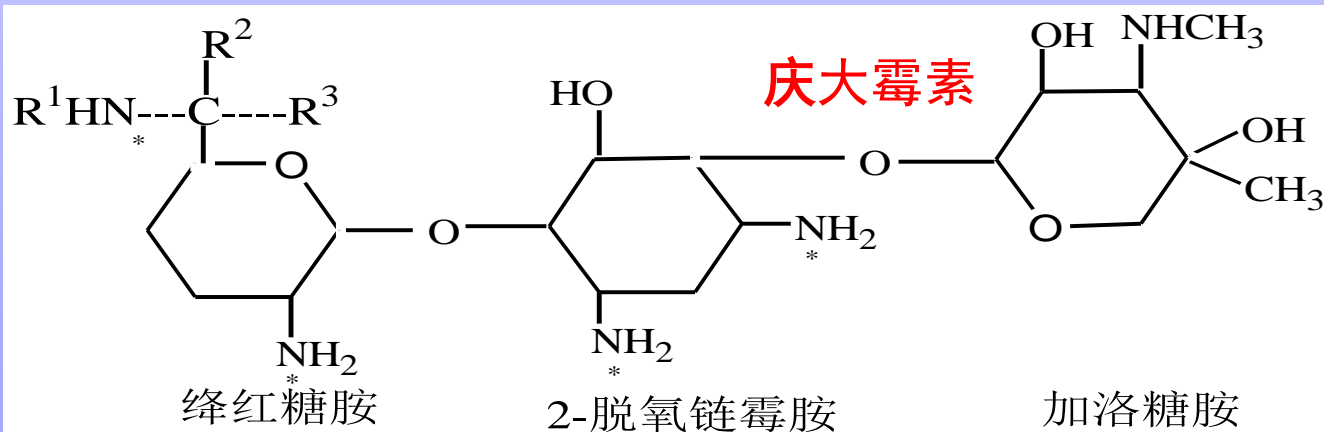
临床与碱成盐，钠盐或钾盐？

氨基糖苷类抗生素

临床与硫酸成盐



碱性环己多元醇
与氨基糖缩合而
成的苷

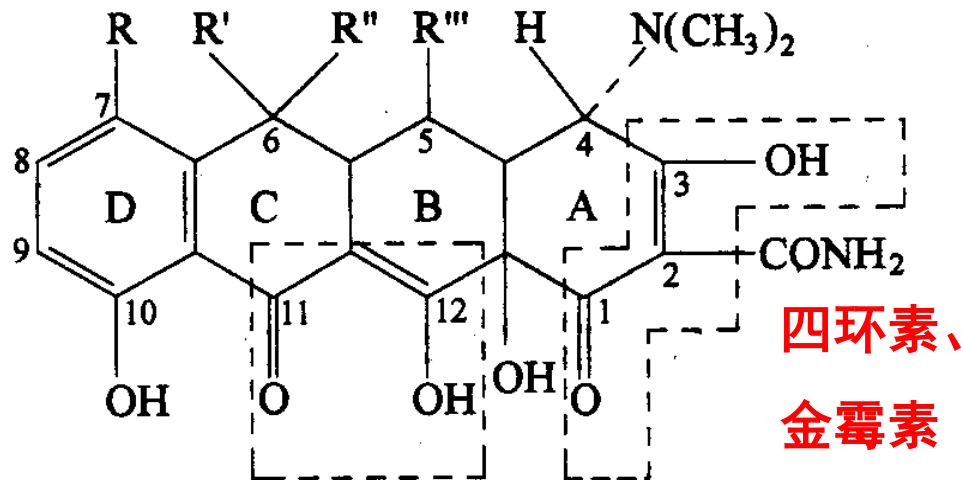


沉淀反应：

SO_4^{-2}

(硫酸庆大霉素)

四环素类抗生素



具有氢化
并四苯环

临床与盐酸成盐

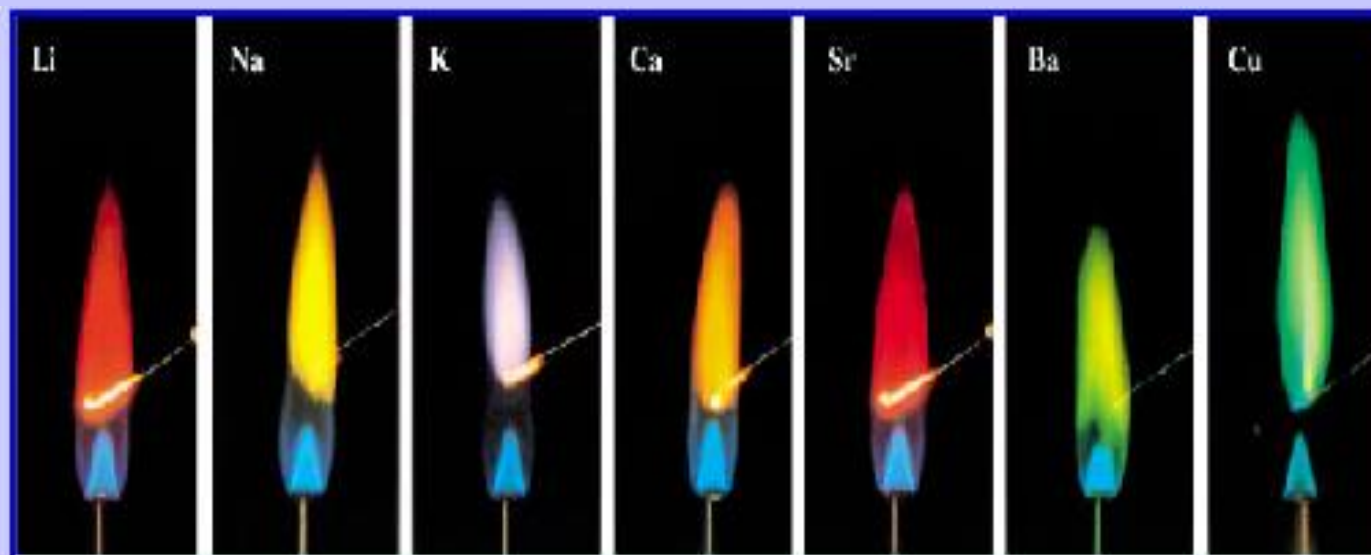
沉淀反应：
Cl⁻（盐酸四环素）

1. 共轭双键：具有紫外吸收，并可产生荧光，可进行鉴别和含量测定。
2. 具有酚羟基：可发生三氯化铁反应、可与金属离子络合，用于鉴别。
3. 手性碳原子：具旋光性，用于鉴别。
4. 两性化合物：酚羟基、烯醇基呈弱酸性；二甲氨基呈弱碱性，与酸碱均成盐，临床多用盐酸盐。

1. 焰色试验 (Blaze Test):

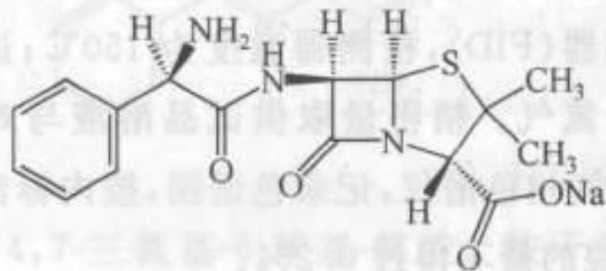
利用某些元素所具有的特异焰色，可鉴别它们为哪一类盐类药物。如，青霉素钠，钾盐。

方法：取铂丝，蘸取供试品，在无色火焰中燃烧，使火焰显出特殊的颜色。

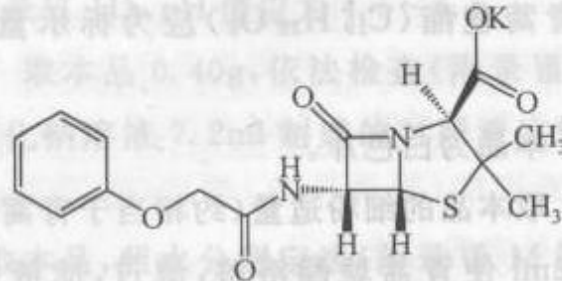


氨苄西林钠 钠盐火焰呈**鲜黄色**

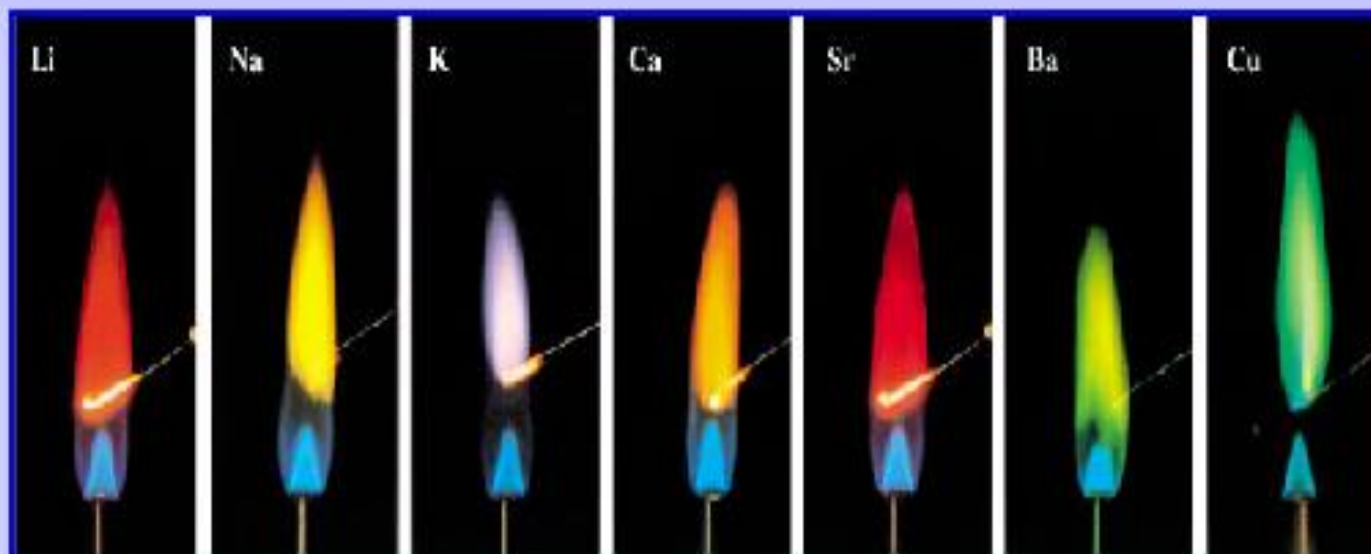
青霉素V钾 钾盐火焰呈**紫色**

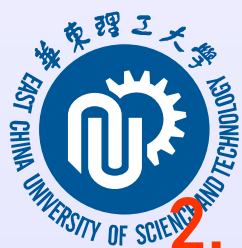


$C_{16}H_{18}N_3NaO_4S$ 371.39



$C_{16}H_{17}KN_2O_5S$ 388.49



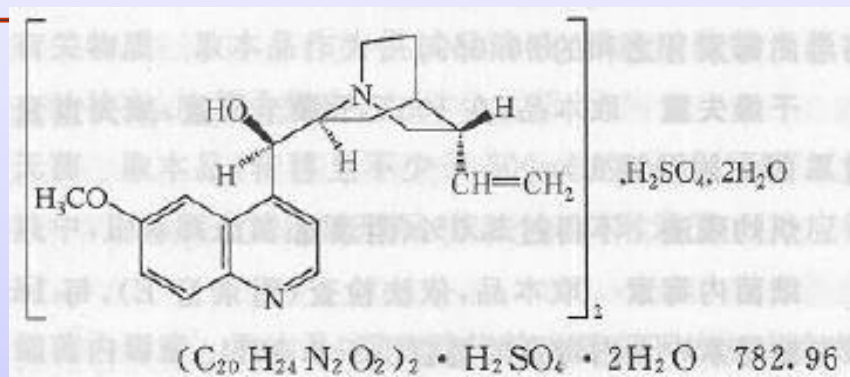


2. 沉淀生成反应鉴别法 (Deposition Test):

这类反应有:

- 1) 与硫氰化铬铵 (雷氏盐) 的沉淀反应 多为生物碱及其盐, 具有芳香环的有机碱及其盐;
- 2) 与重金属离子的沉淀反应 在一定条件下, 药物和重金属离子反应, 生成不同形式的沉淀;
- 3) 其它沉淀反应: Cl^- (盐酸四环素) , SO_4^{2-} (硫酸庆大霉素)

硫酸奎宁



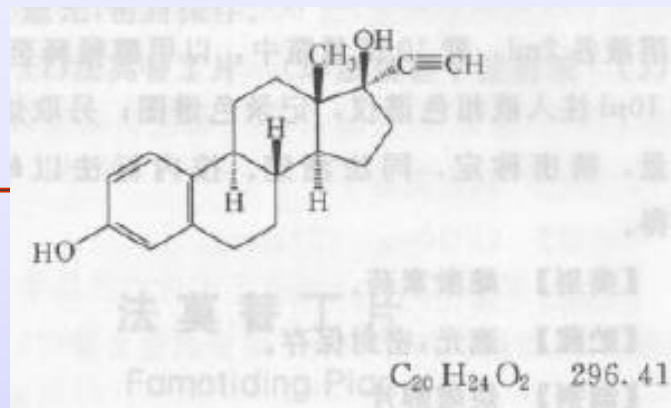
鉴别:

取本品约20mg，加水20ml溶解后，取5ml，加盐酸使成酸性后，加**氯化钡**试液1ml，即发生白色沉淀。

原理:

硫酸根离子与**钡离子**反应生成**硫酸钡**沉淀。

炔雌醇



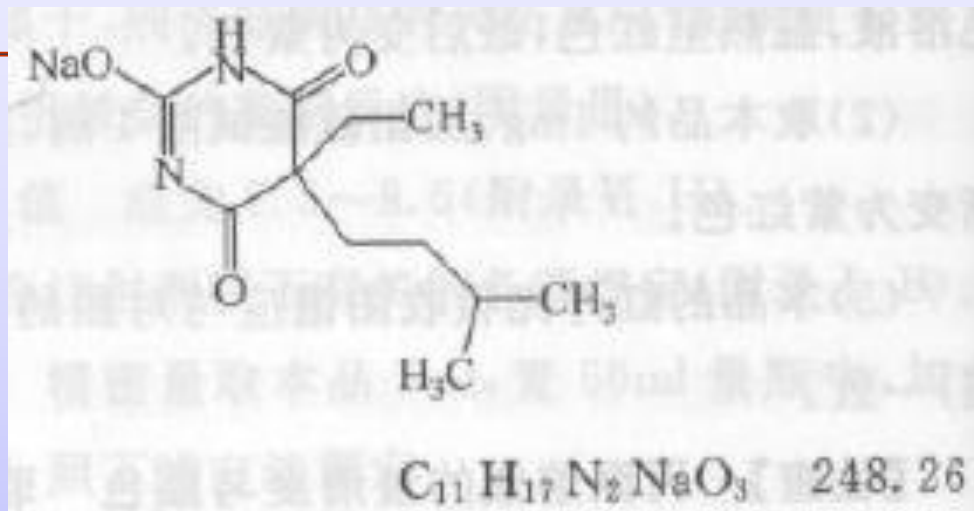
鉴别:

取供试品约0.1g，加碳酸钠试液1ml与水10ml，振摇2分钟，过滤，滤液中逐滴加入**硝酸银**试液，即生成**白色沉淀**，振摇，沉淀即溶解，激素滴加过量的硝酸银试液，沉淀不再溶解。

原理:

具有**炔基**的**甾体激素**药物，遇**硝酸银**试液，生成白色炔银沉淀。

异戊巴比妥



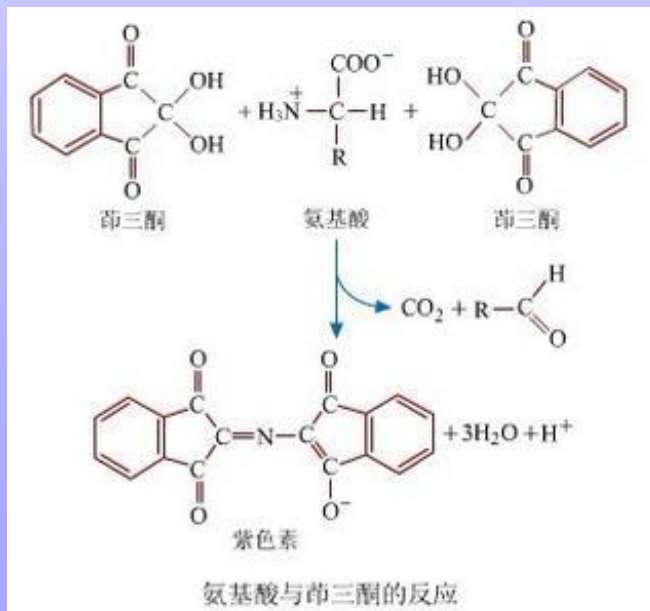
鉴别： 取供试品约0.1g，加碳酸钠试液1ml与水10ml，振摇2分钟，过滤，滤液中逐滴加入**硝酸银**试液，即生成**白色沉淀**，振摇，沉淀即溶解，继续滴加过量的硝酸银试液，沉淀不再溶解。

原理： **巴比妥类药物**分子结构上含**丙二酰脲或酰亚胺基团**，pH适合的溶液中，与某些**重金属**，如 Ag^+ ， Cu^{2+} 等反应成色或产生沉淀。

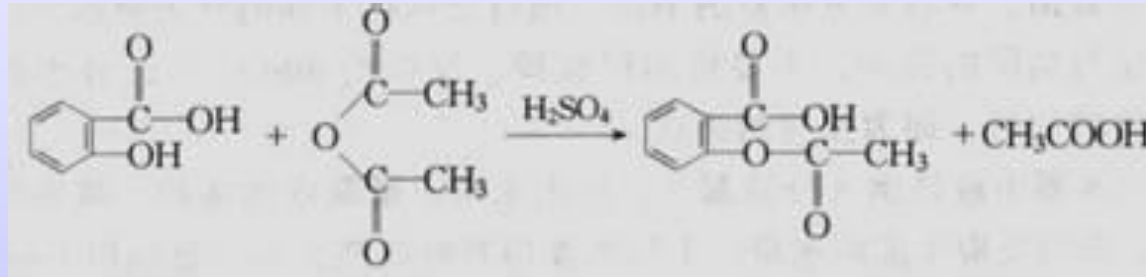
3. 呈色反应鉴别法 (Color Test):

指供试品溶液中加入适当的试剂溶液，在一定条件下进行反应，**生成易于观测的有色产物**。在鉴别试验中最为常用的反应类型有：

● **茚三酮呈色反应**—— α -氨基酸及一切蛋白质都能和茚三酮反应生成蓝紫色物质。



● **三氯化铁呈色反应**——多为含酚羟基或水解后产生**酚羟基**的药物，如水杨酸（**紫堇色**）；阿司匹林分子中无游离酚羟基不与三氯化铁发生显色反应，但水解后产生水杨酸遇三氯化铁呈紫堇色。

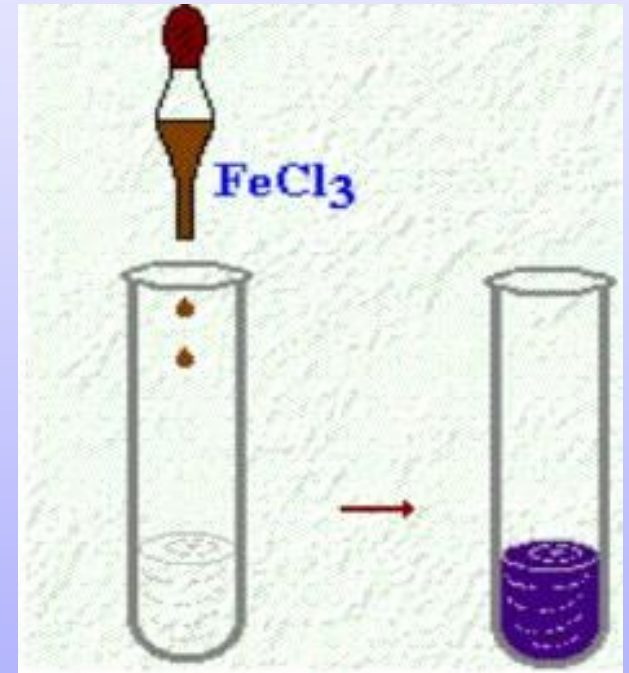


水
杨
酸

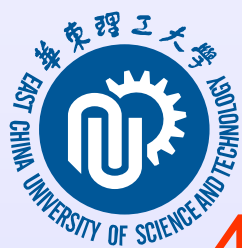
乙
酸
酐

乙
酰
水
杨
酸

（阿司匹林）



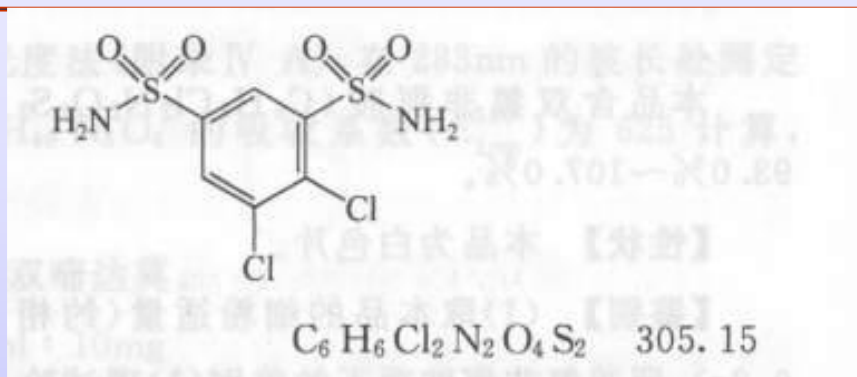
● **硫酸-萘酚呈色反应**——多糖水解成单糖，在浓酸中加热脱水生成糖醛或衍生物，它们在α萘酚作用下生成有色物质。



4、气体生成反应鉴别法 (Gas Test):

- 1) 大多数的胺（铵）类药物、以及某些酰胺类药物，可经强碱处理后，加热，产生**氨（胺）气**；
- 2) 化学结构中含硫的药物，可经强酸处理后，加热，发生**硫化氢气体**；

双氯非那胺



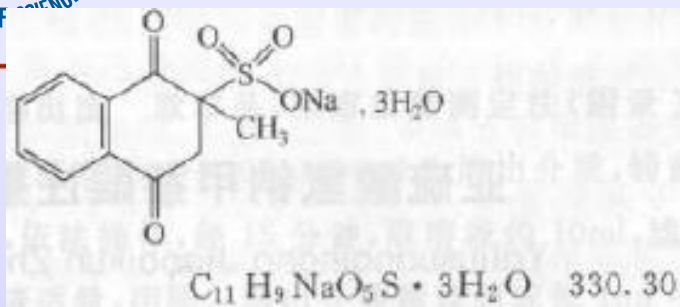
鉴别:

取本品少许，加**碳酸钠**或**氢氧化钠**适量，小火熔融，发生的气体能使**湿润的红色石蕊试纸变成蓝色**。

原理:

大多数的**胺（铵）类药物**、以及某些**酰胺类药物**，经碱处理后，加热，生成**氨气**，使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

亚硫酸氢钠甲萘醌

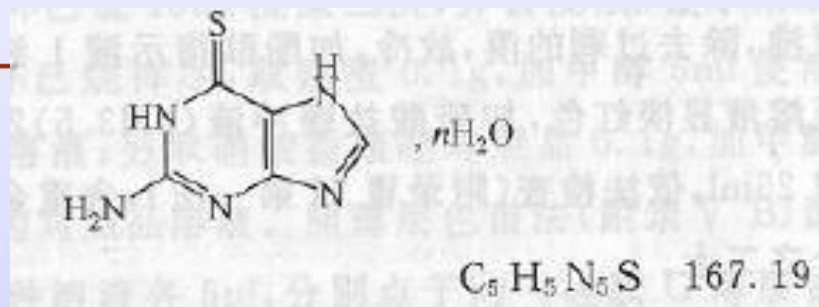


鉴别：

取本品约80mg，加水2ml溶解后，加稀盐酸数滴，温热，即发生二氧化硫的臭气。

原理：化学结构中含硫的药物，可经强酸处理后，加热生成硫化氢或二氧化硫气体，产生气味或与醋酸铅生成硫化铅沉淀。

硫鸟嘌呤



鉴别：

取本品约10mg，加等量甲酸钠混匀，缓缓加热，所产生的气体能使湿润的醋酸铅试纸显黑色或灰色。

第二节 常用的色谱定性鉴别方法

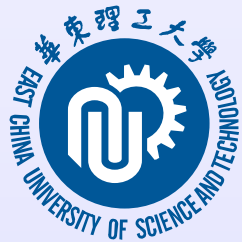
♣ 利用保留值及其规律定性

色谱定性鉴别依据是相同的物质在**相同的色谱的条件下**，具有相同的色谱行为，应该有**相同的**迁移值（ Retardation value ， **Rf值**）保留时间（Retention time, **RT**）。

常用

{ 薄层色谱法（TLC）和纸色谱法（PC）： Rf
高效液相色谱法（HPLC）： RT
气相色谱法（GC）： RT

♣ 色谱和质谱/红外光谱仪联用



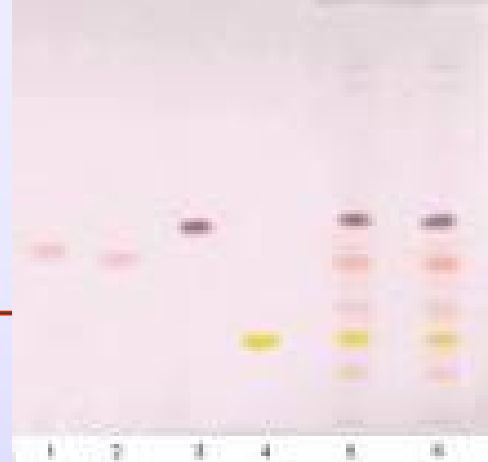
(1) 利用保留值及其规律定性

各物质在一定的色谱条件下均有确定不变的保留值，因此保留值可作为定性指标。

✓ 利用纯物(标准品)对照定性

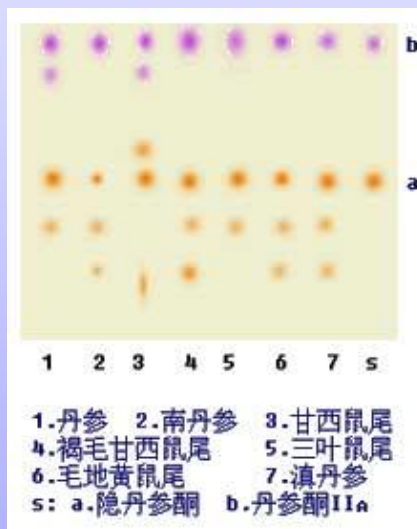
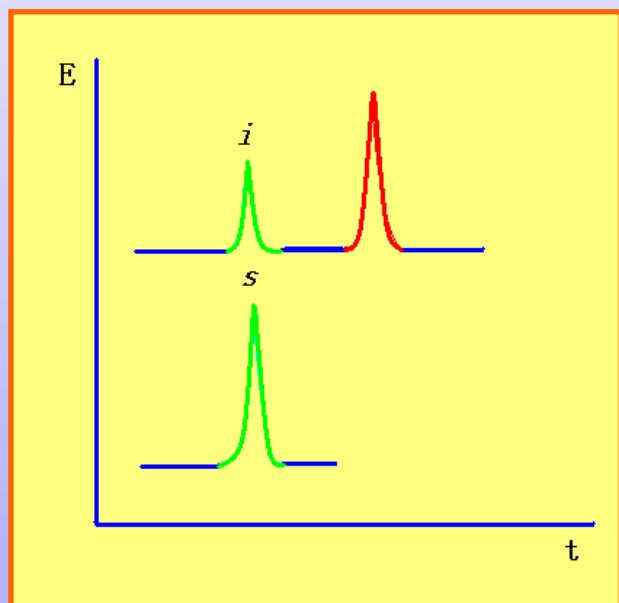
✓ 利用文献值对照定性

纯物质(标准品)对照定性

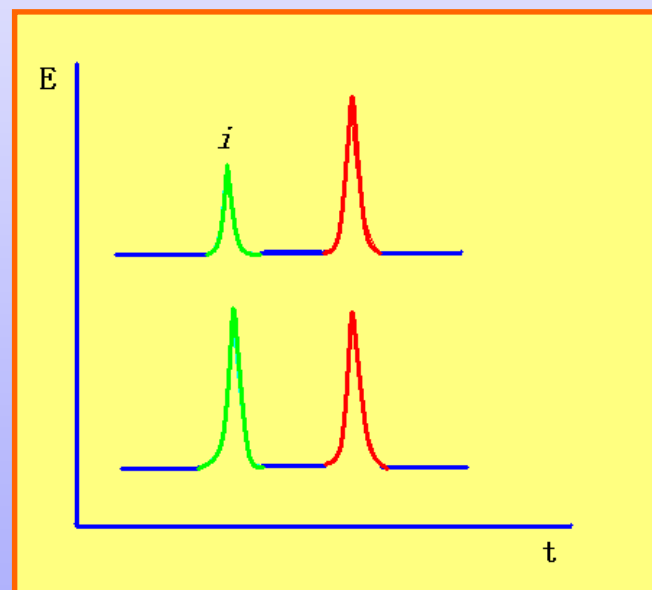


实现方法

利用保留时间或Rf值定性



用已知物增加峰高法定性



应用范围：适用于简单混合物，对该样品已有了解并具有纯物质的情况。

优点：应用简便，不需要其他仪器。

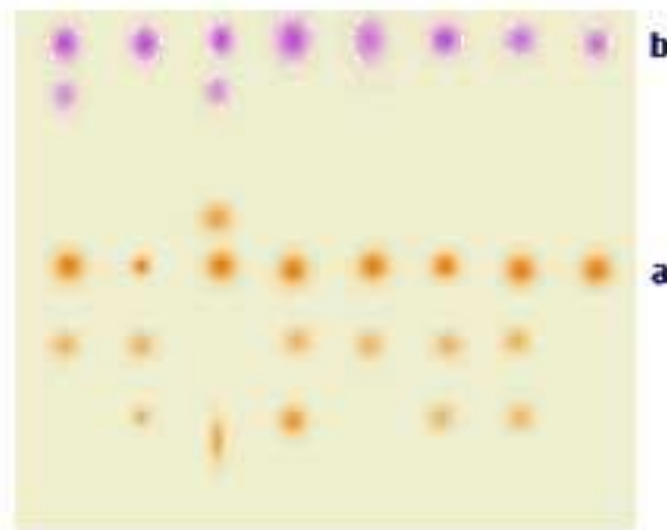
缺点：定性结果的可信度不高。

提高可信度的方法：双柱、双体系定性

丹 参

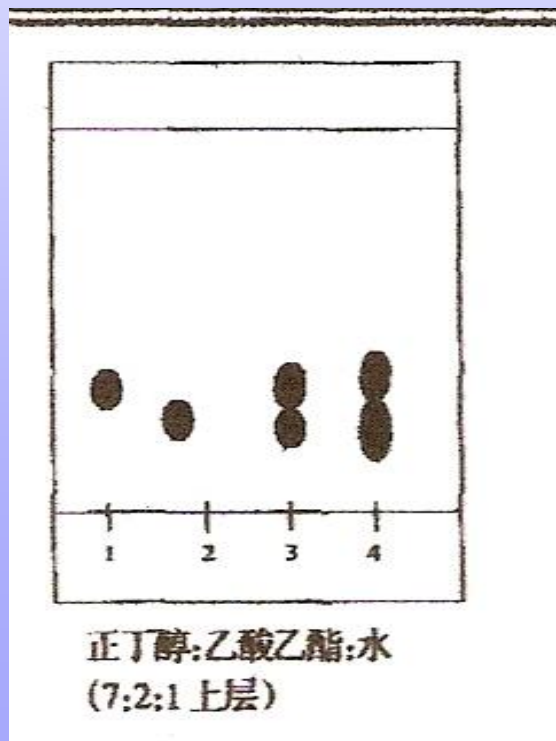
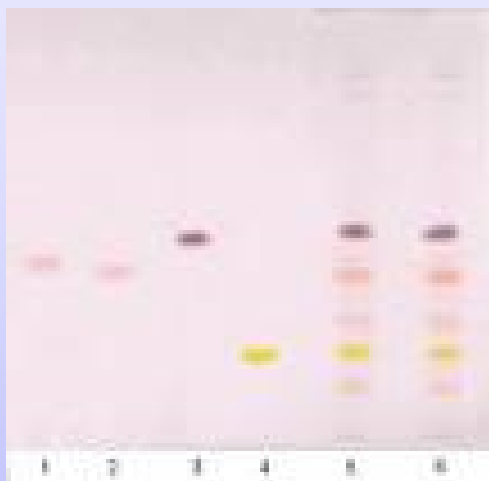


取本品制成75%甲醇溶液，照薄层色谱法试验，吸取溶液 $5\mu\text{l}$ ，分别点于同一硅胶GF254薄层板上，以苯-醋酸乙酯(19:1)为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在于对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。



- | | | |
|------------|-----------|---------|
| 1. 丹参 | 2. 南丹参 | 3. 甘西鼠尾 |
| 4. 褐毛甘西鼠尾 | 5. 三叶鼠尾 | |
| 6. 毛地黄鼠尾 | 7. 滇丹参 | |
| s: a. 隐丹参酮 | b. 丹参酮IIa | |

苦豆子胶多糖中单糖组分的鉴定



1. 甘露糖
2. 半乳糖
3. 混合标准单糖
4. 苦豆子胶多糖水解物

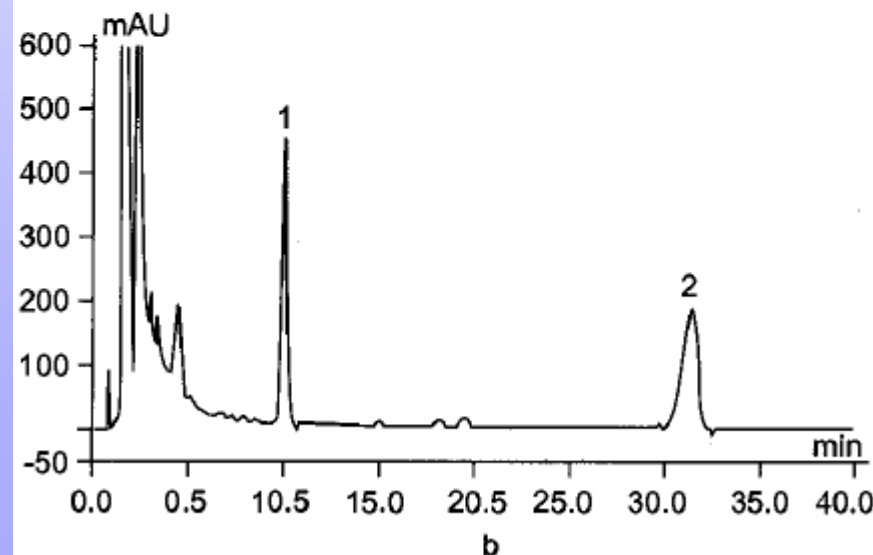
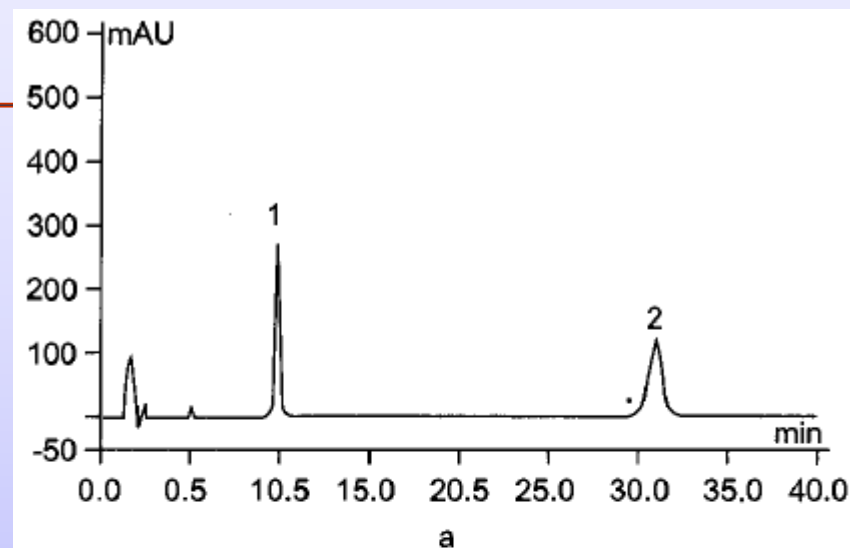
苦豆子胶多糖组分的薄层色谱图

高效液相色谱法，紫外吸收检测器鉴别柴胡

色谱柱BonChrom **C18**，流动相：
乙腈-水（40：60）；流速：1.0
mL/min；检测波长：**204nm**；柱温：
30℃；进样量：10 μ l。



柴胡



a、对照品；b、样品；1、柴胡皂苷 a；2、柴胡皂苷 d

测定地高辛片

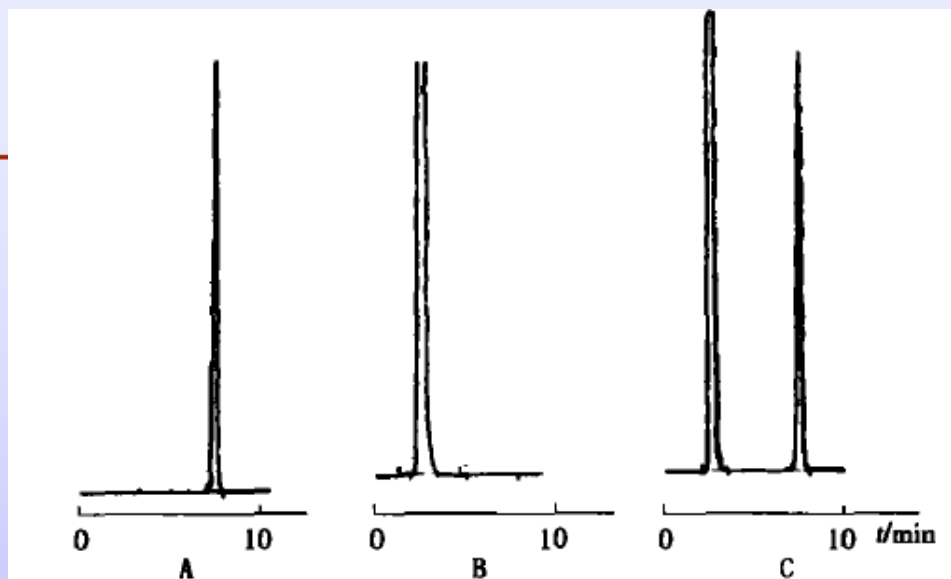
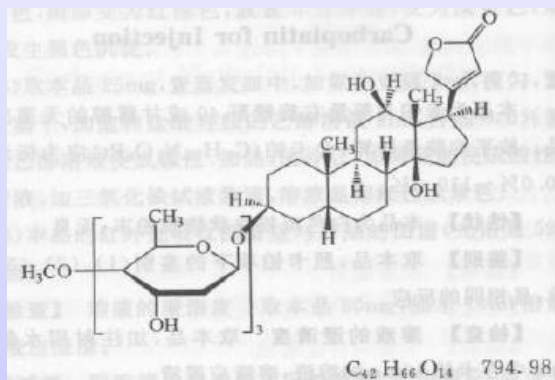
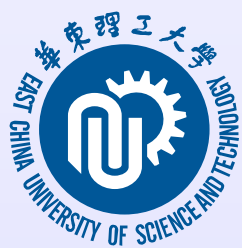


图1 地高辛对照品(A)地高辛片空白(B)地高辛片(C)色谱图

在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品主峰的保留时间一致。

色谱柱：Lichrospherel00 **RP-C18**，以十八烷基硅烷键和硅胶为填充剂，以甲醇-乙腈-水（48：10：42）为流动相，流速：1.0ml/min；**ELSD**参数：漂移管温度119℃，载气流量2.3L/min。



HPLC鉴定食品中7种防腐剂

液相条件:

色谱柱: Diamonsil (钻石) C_{18} (4.6 mm×250 mm, 5 μ m) ;

流动相: A-乙腈、B-水 (磷酸调 pH=3)、C-四氢呋喃;

梯度洗脱程序:

0 min:A-23%,B-75%,C-2%;

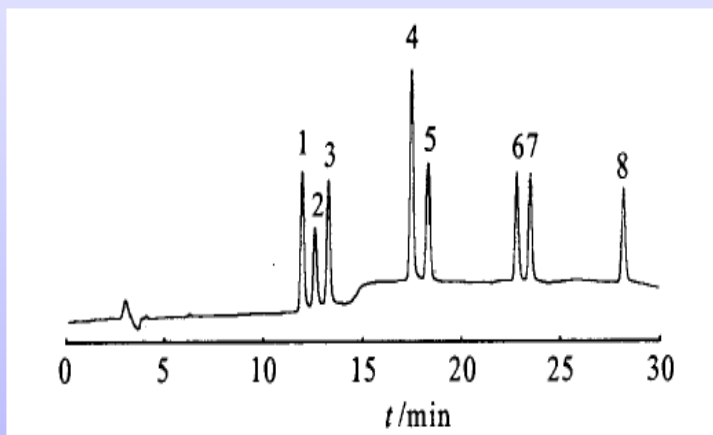
10 min:A-33%,B-65%,C-2%;

25-40 min:A-53%,B-45%,C-2%;

流速: 1.0 mL/min;

进样量: 5 μ L;

检测波长: 254 nm。



1-山梨酸

2-苯甲酸

3-对羟基苯

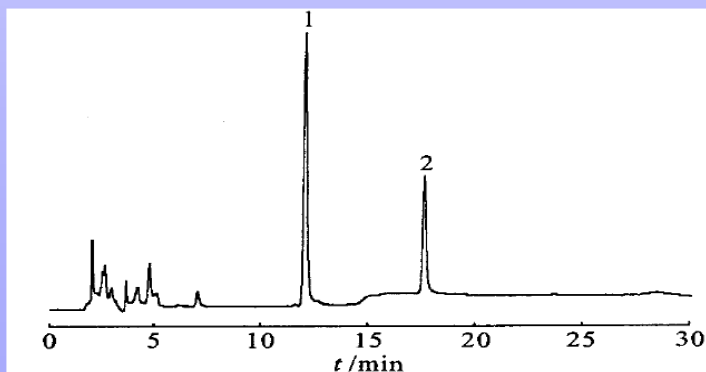
4-4-甲酸甲酯

5-对羟基苯甲酸乙酯

6-对羟基苯甲酸异丙酯

7-对羟基苯甲酸丙酯

8-对羟基苯甲酸丁酯



1—Sorbic acid; 2—Cinnamic acid

Fig.2 Chromatogram of sample

HPLC法测定食品着色剂及防腐剂

液相条件:

色谱柱: 迪马公司Diamonsil (钻石) C_{18} 柱 (250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m);

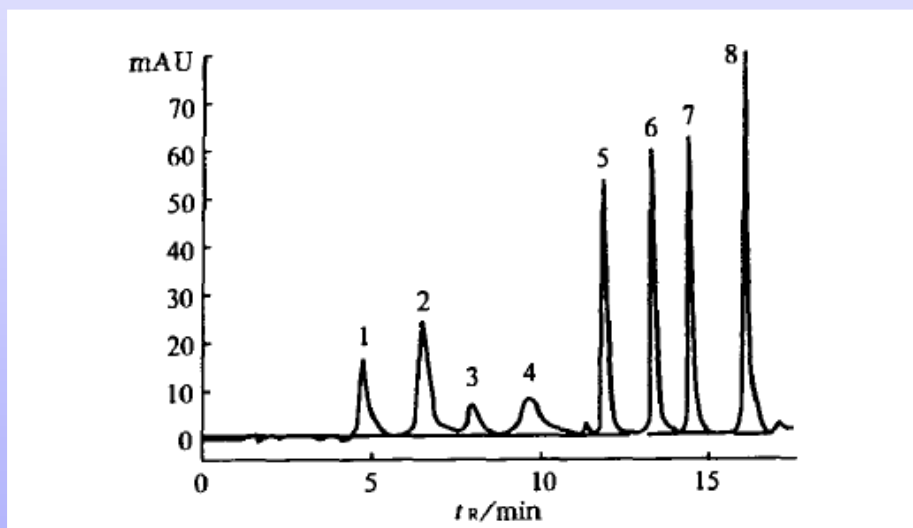
流动相: A甲醇; B缓冲液: 0.03 mol/L乙酸铵溶液;

流速: 1.0 mL/min;

柱温: 25 $^{\circ}$ C ;

进样量: 10 μ L;

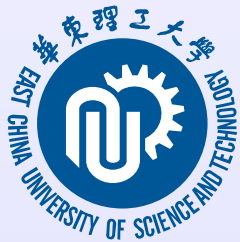
检测器: DAD;



1. 苯甲酸;
2. 山梨酸;
3. 糖精钠;
4. 柠檬黄;
5. 苋菜红;
6. 胭脂红;
7. 日落黄;
8. 亮蓝

梯度洗脱程序为: 0-8 min流动相配比为(甲醇): (水)=7: 93; 8-9 min流动相比比例线性变化到20: 80; 10-10.5 min变化到30: 70; 11.5-14 min变化到60: 40。

检测波长: 柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、亮蓝的检测波长依次为: 425 nm, 521 nm, 508 nm, 480 nm, 635 nm。



高效液相色谱法测定水果及其果汁中的有机酸

色谱条件:

色谱柱: μ -Bondapak C₁₈ (3.9 × 150 mm)

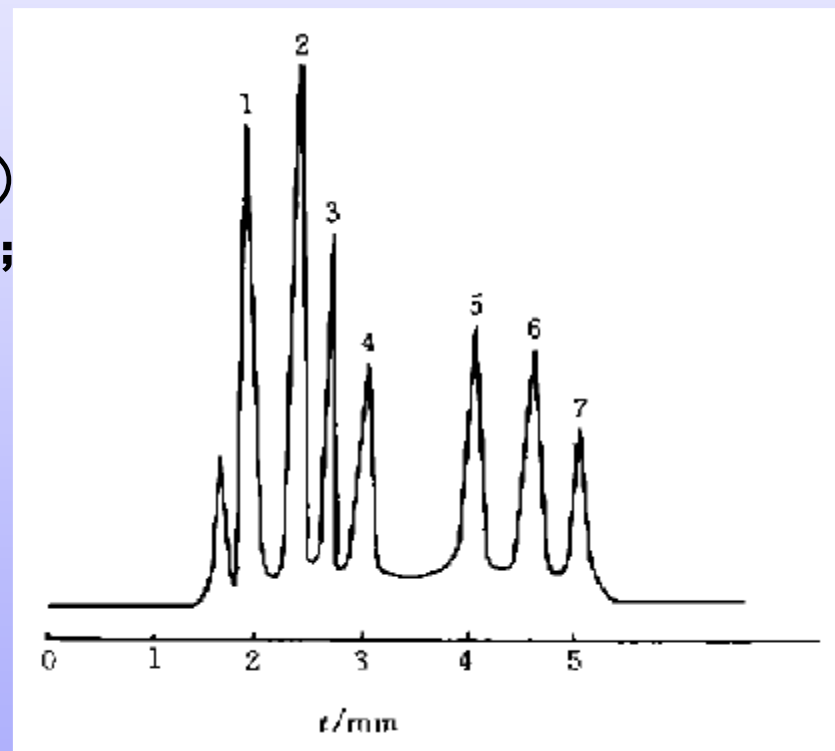
流动相: 用磷酸调成pH 2.65的重蒸馏水;

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 18–20°C;

检测: UV 214 nm;

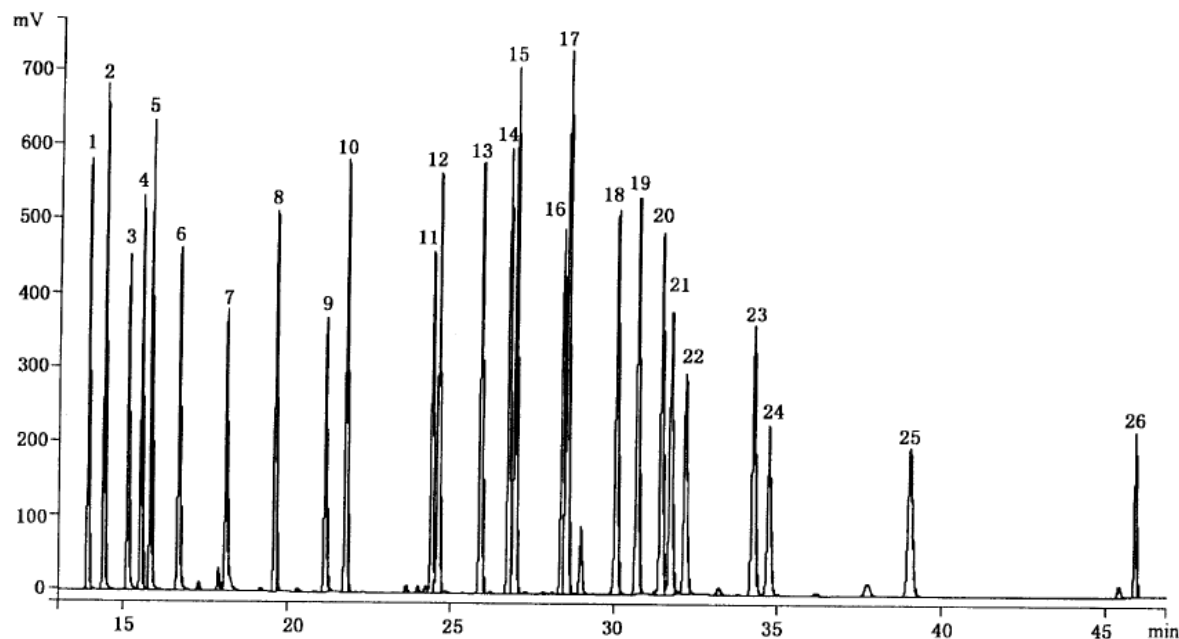
样量: 20 μ L。



1. 酒石酸; 2. 苹果酸; 3. 乳酸; 4. 乙酸; 5. 柠檬酸; 6. 琥珀酸; 7. 延胡索酸。

GC法测定食品中有机氯 GB/T 5009.19-2008

有机氯农药混合标准溶液的色谱图见图 B.1。

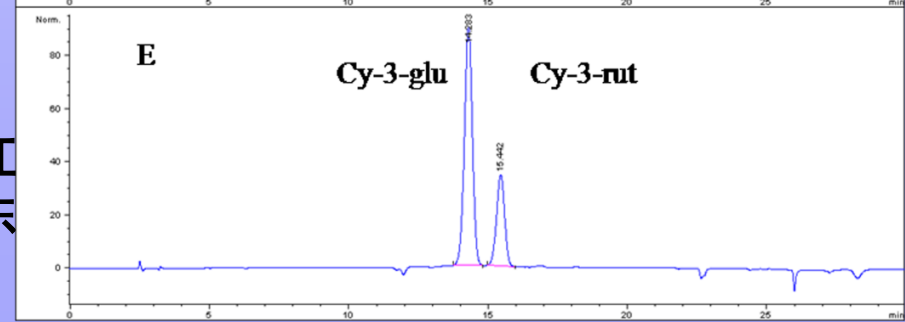
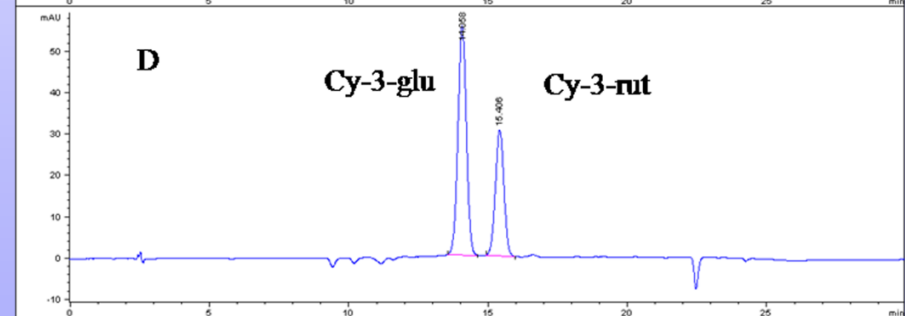
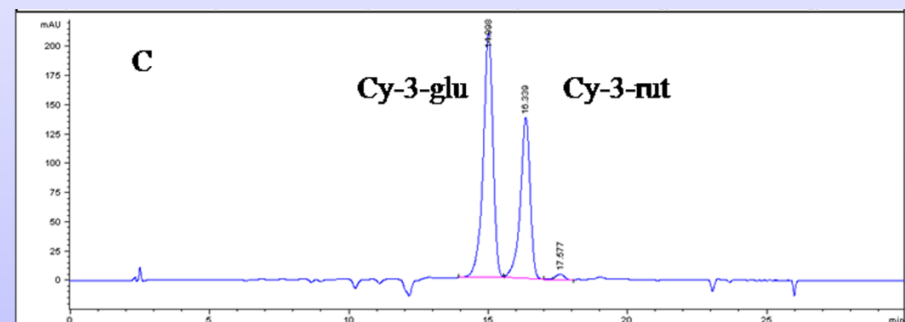
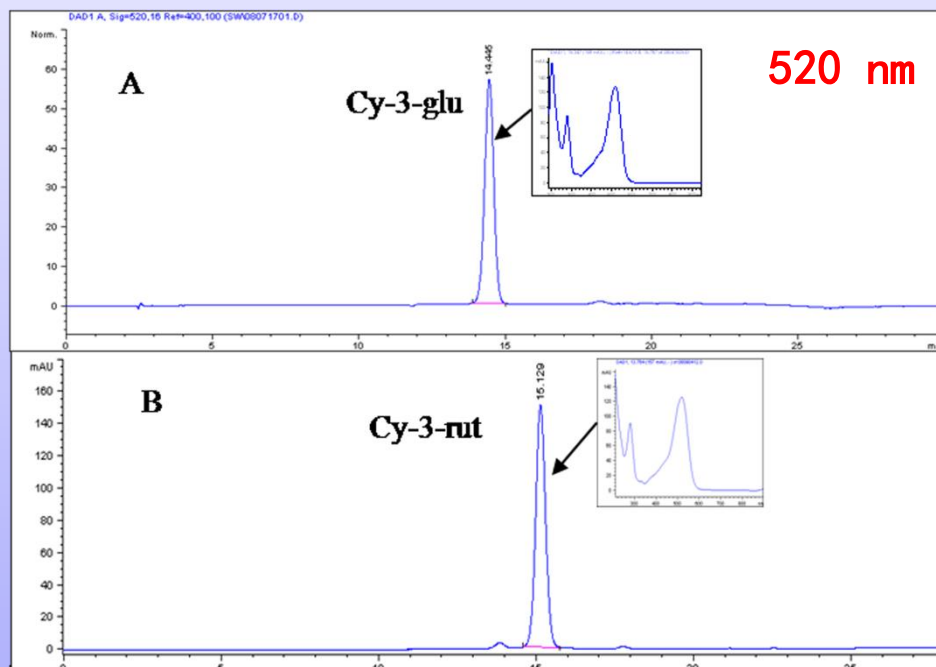


出峰顺序: 1. α -六六六; 2. 六氯苯; 3. β -六六六; 4. γ -六六六; 5. 五氯硝基苯; 6. δ -六六六; 7. 五氯苯胺; 8. 七氯; 9. 五氯苯基硫醚; 10. 艾氏剂; 11. 氧氯丹; 12. 环氧七氯; 13. 反氯丹; 14. α -硫丹; 15. 顺氯丹; 16. p, p' -滴滴伊; 17. 狄氏剂; 18. 异狄氏剂; 19. β -硫丹; 20. p, p' -滴滴涕; 21. o, p' -滴滴涕; 22. 异狄氏剂醛; 23. 硫丹硫酸盐; 24. p, p' -滴滴涕; 25. 异狄氏剂酮; 26. 灭蚊灵。

图 B.1 有机氯农药混合标准溶液的色谱图



桑椹花青素定性分析



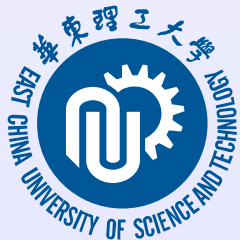
A: Cy-3-glu 标准品

B: Cy-3-rut 标准品

C: 大10果汁 (*M. atropurpurea* Roxb., 浙江)

D: 大10果实 (*M. atropurpurea* Roxb., 广东)

E: 红芽海桑果渣 (*M. multicaulis* Perr.)



文献值对照定性分析

■ 实现方法

测定相对保留值

■ 优点：无需纯物质

■ 缺点：对结构复杂的物质，缺乏数据。

■ 适用范围：适用于简单混合物，无需纯物质。

文献（有关橙皮苷色谱条件）

分析柱：反相Zorbax Eclipse SB-C18柱
(250 × 4.6 mm, 5 μm)

柱温：室温

流速：1.0 mL/min

进样量：20 μL

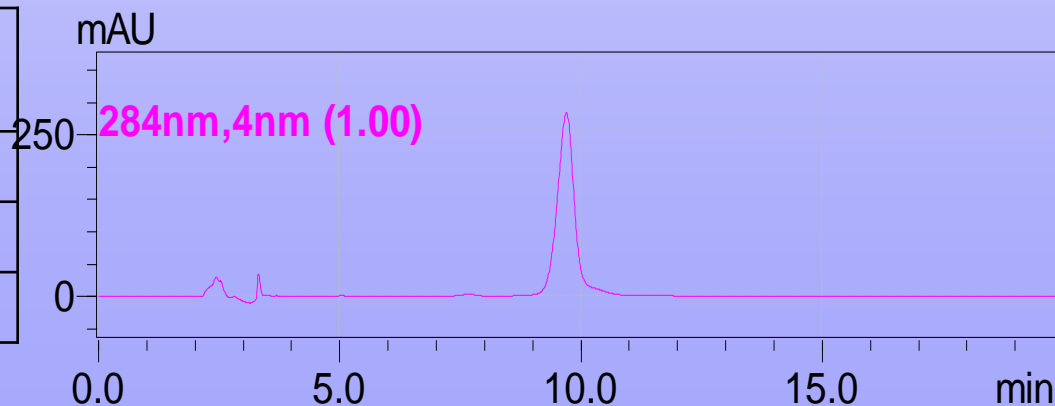
流动相：乙腈:0.5%乙酸（23：77）

检测波长：284nm

保留时间（RT）：9.85 min

Peak#	RT	Area	Area%
1	2.091	873	0.0114
2	3.345	185879	2.4355
3	9.861	7445184	97.5530

橘皮中成分HPLC图谱



(2) 与其它仪器方法联合定性鉴别

混合物经色谱分离后，将各组分直接由接口导入其它仪器中进行定性。常用的联用方法有：GC-MS、GC-FTIR、LC-MS.....

其它仪器相当于色谱仪的检测器。

使用范围：复杂样品的定性。

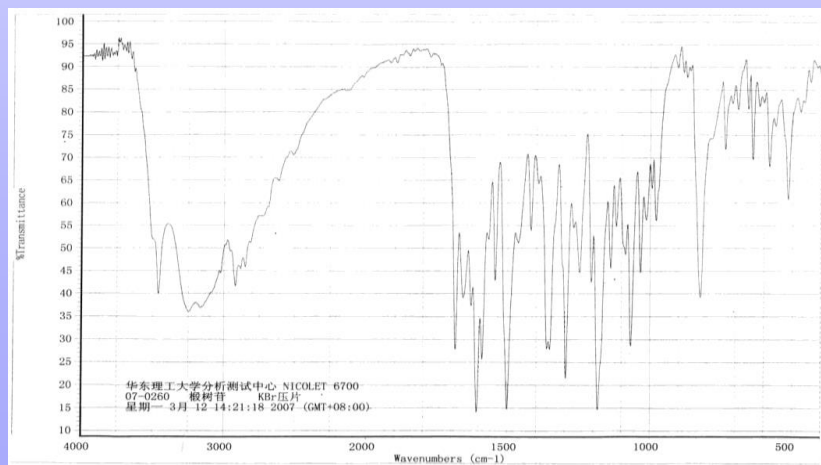
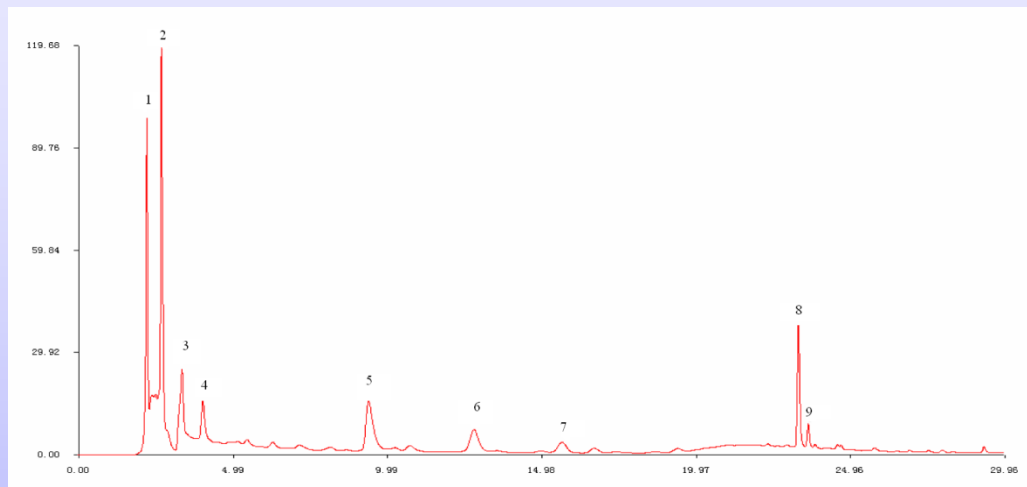
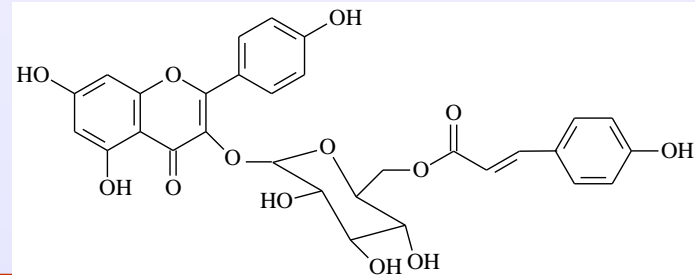
优点：不需要标准物，定性结果可信度高，操作方便。

缺点：需要特殊仪器或设备。

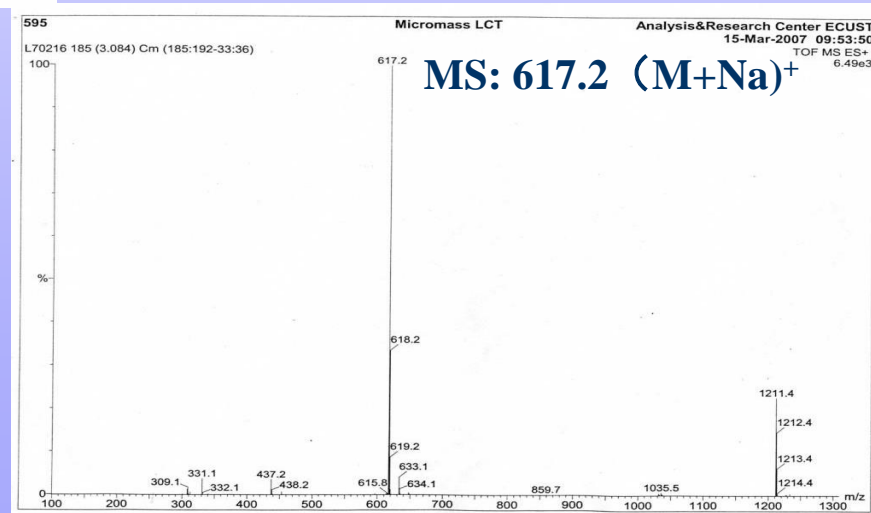


GC-MS

覆盆子中楸树苷的定性鉴别

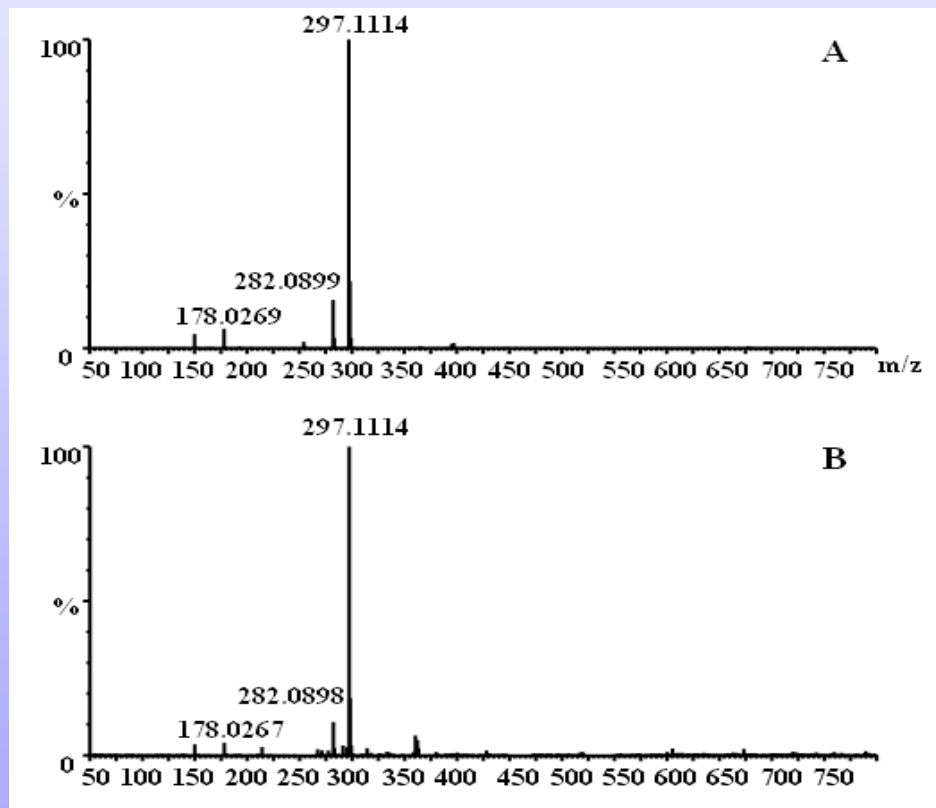
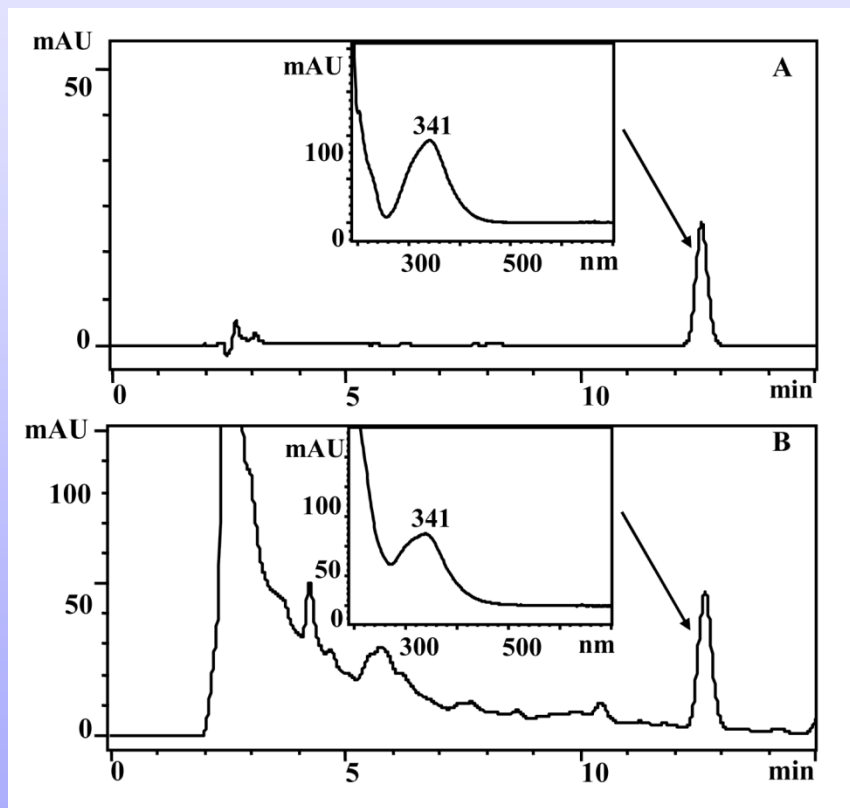


覆盆子8号峰的红外图谱

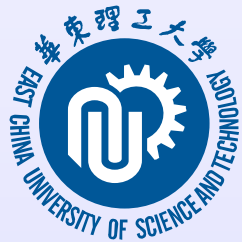


覆盆子8号峰的MS图谱

水翁内生真菌产DMC的鉴定



A: 标准品 B: 菌株DMC1106乙酸乙酯提取物

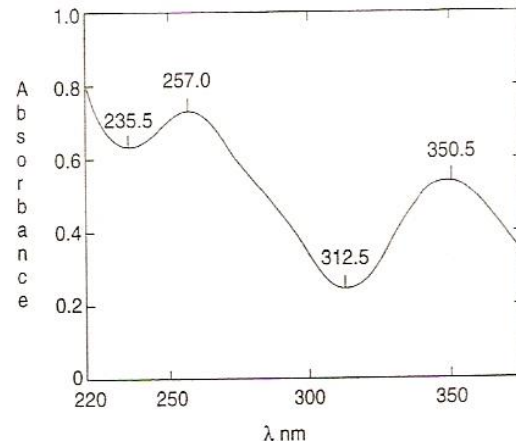


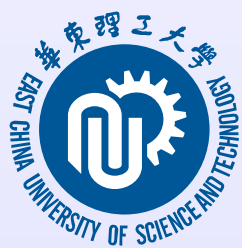
第三节 常用的光谱鉴别方法

1. 紫外光谱法
2. 红外光谱法

1. 紫外-可见光光度法

- 紫外-可见分光光度法(ultraviolet-visible spectrophotometry)是利用物质在紫外、可见光区的分子吸收光谱，对物质进行定性分析、定量分析及结构分析的方法。
- 按所吸收光的波长区域不同，分为**紫外分光光度法(200-400nm)**和**可见分光光度法(400-750nm)**，合称为紫外-可见分光光度法。

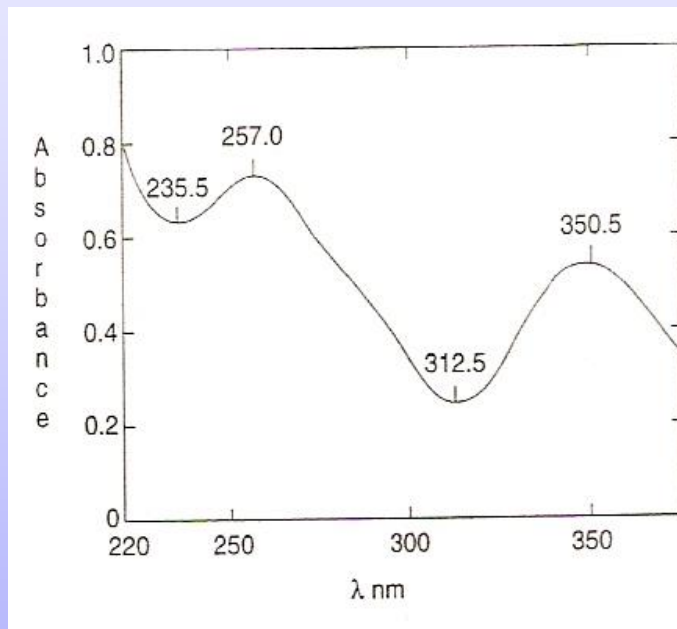




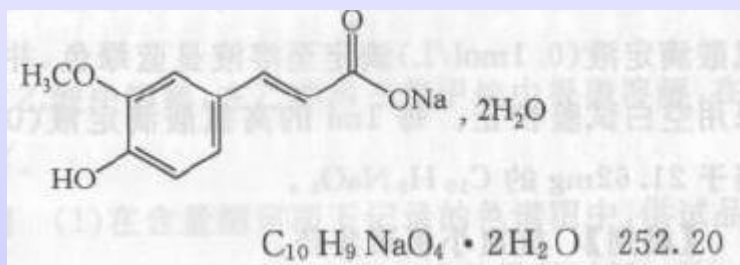
常用的定性鉴别方法有：

- 1) 标准品对照法；
- 2) 规定吸收波长法；
- 3) 规定吸收波长和吸收度比值法。

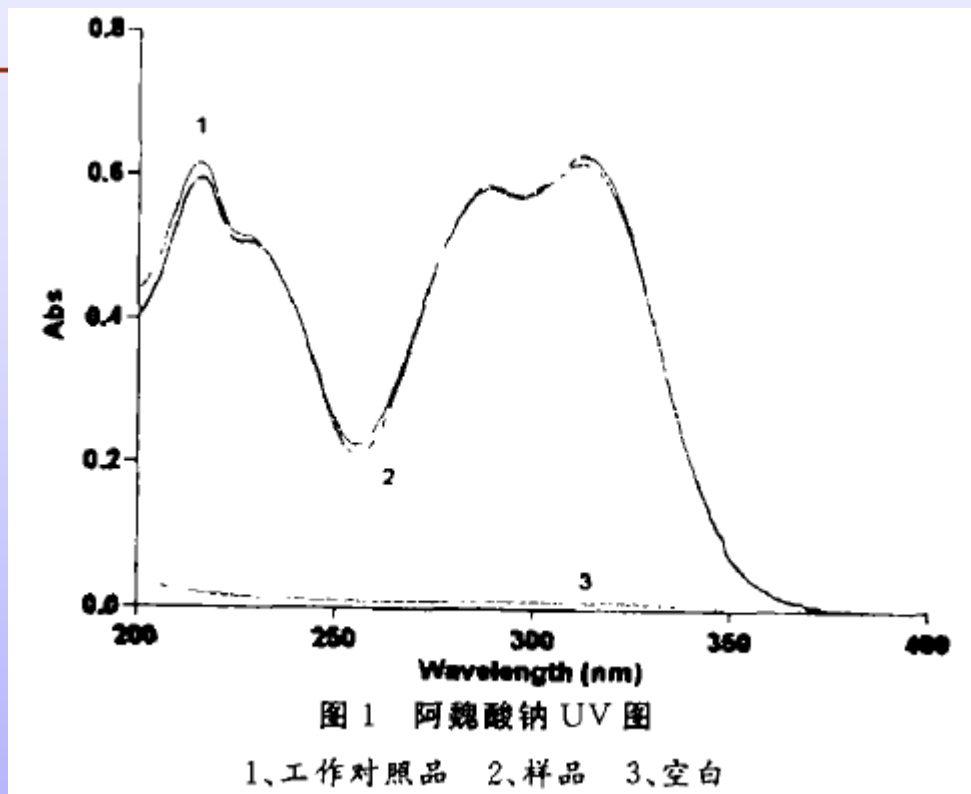
如，青霉素V钾水溶液在268nm，
274nm有最大吸收，且比值应该
1.20-1.25.



阿魏酸钠



1) 标准品对照法举例

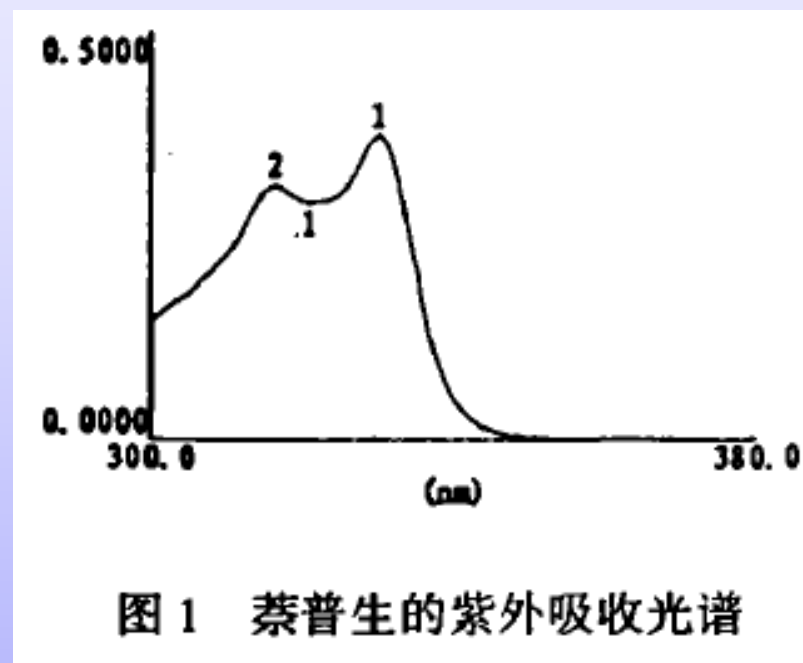
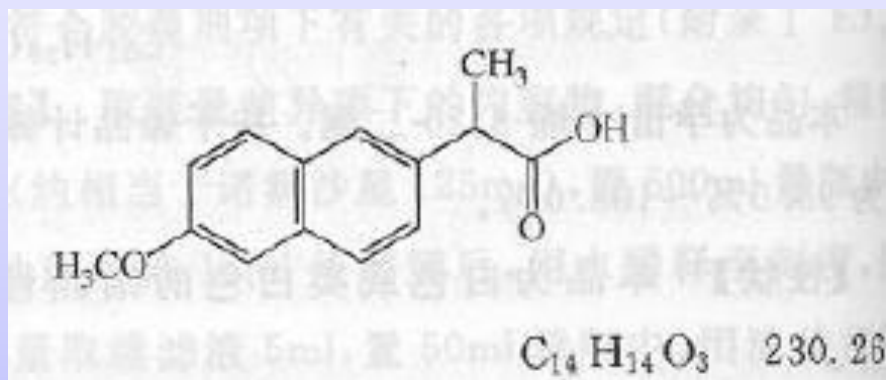


取样品和标准品，精密称定，加水溶解并定量稀释成1ml中含 $10\mu\text{g}$ 的溶液，照紫外-可见分光光度法测定。和工作对照品有相同的紫外吸收光谱。

(在287nm, 310nm的波长处有最大吸收, 在254nm的波长处有最小吸收)

萘普生

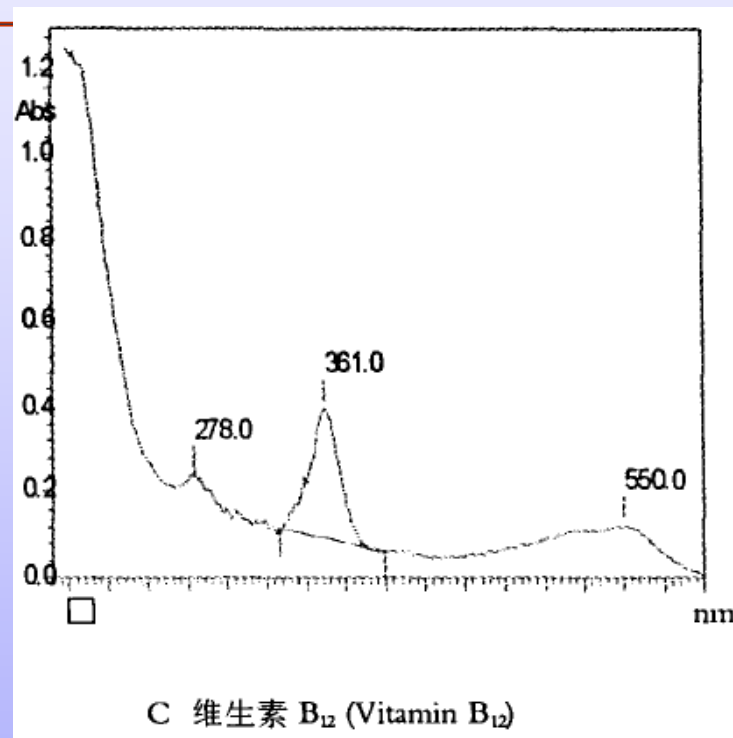
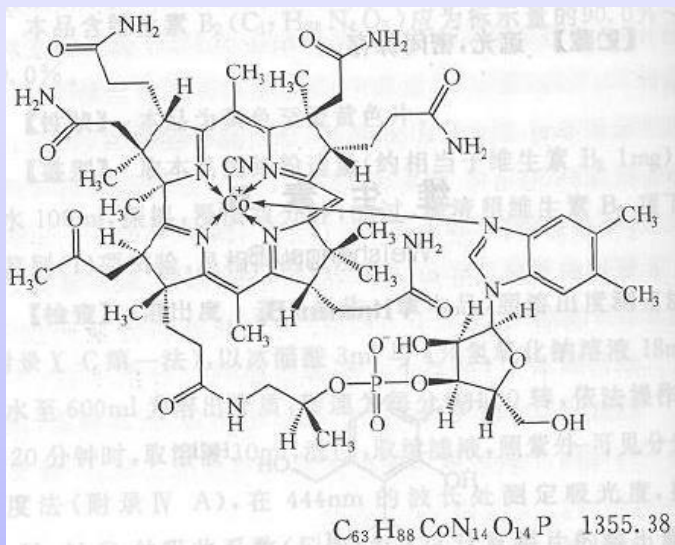
2) 规定吸收波长法举例



取本品，加甲醇制成每1ml中含30 μ g的溶液，照紫外-可见分光光度法测定，在**317nm**，**331nm**波长处有最大吸收。

维生素B12

3) 规定吸收波长和吸收度比值法举例



取含量测定项下的溶液，照紫外-可见分光光度法测定，在 **361nm**与**550nm**的波长处有最大吸收。**361nm**的波长处的吸光度与**550nm**波长处的吸光度的比值应为**3.15-3.45**。

维生素 B₁₂ 注射液

Weishengsu B₁₂ Zhusheye
Vitamin B₁₂ Injection

本品为维生素 B₁₂ 的灭菌水溶液。含维生素 B₁₂ (C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P)应为标示量的 90.0%~110.0 %。

【性状】 本品为粉红色至红色的澄明液体。

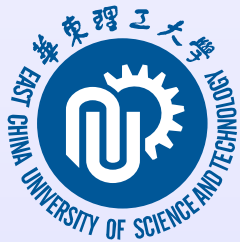
【鉴别】 取含量测定项下的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在 361 nm 与 550nm 的波长处有最大吸收；361nm 波长处的吸光度与 550nm 波长处的吸光度的比值应为 3.15~3.45。

【检查】pH 值 应为 4.0 ~6.0 （附录Ⅵ H）。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】 避光操作。精密量取本品适量，用水定量稀释成每 1ml 中含维生素 B₁₂ 25μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在 361nm 的波长处测定吸光度，按 C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P 的吸收系数 (E_{1cm}^{1%}) 为 207 计算，即得。

2015版药典 维生素B₁₂注射液



2. 红外分光光度法

■ 红外分光光度法

利用物质对红外光区电磁辐射的选择性吸收的特性来进行结构分析、定性和定量的分析方法，又称红外吸收光谱法。 (**Infrared spectrometry, IR**)

800nm-20um

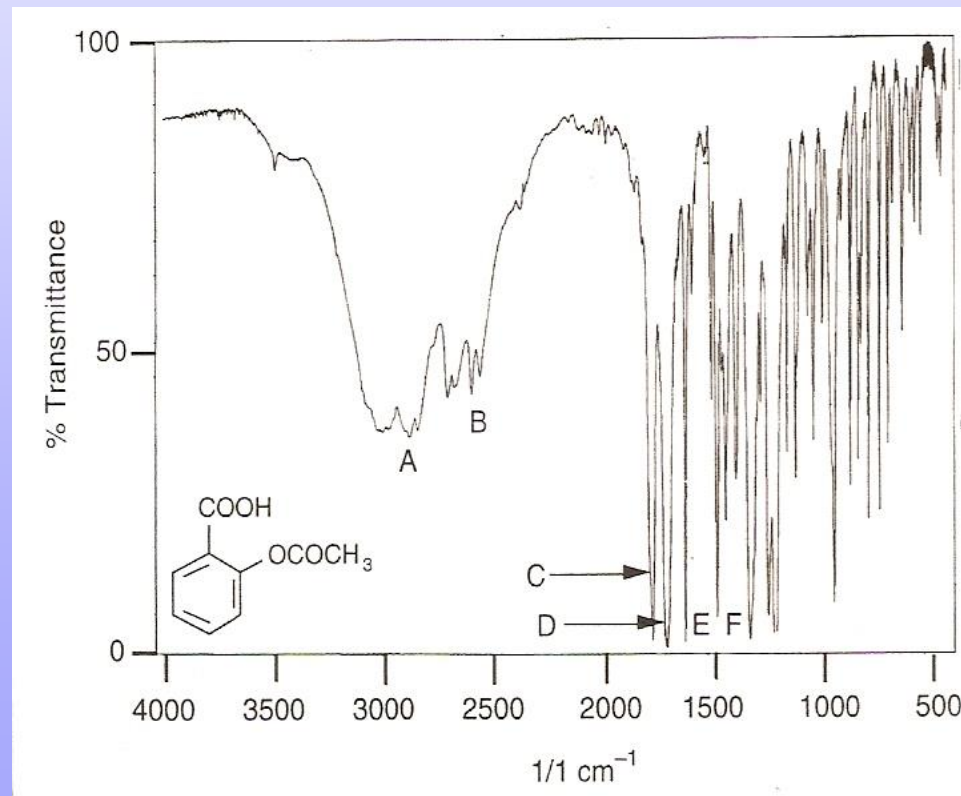
红外光谱鉴别法

是一种专属性很强、应用较广（固体、液体、气体样品）的鉴别方法。在800nm-20um连续光扫描记录下来的图谱。

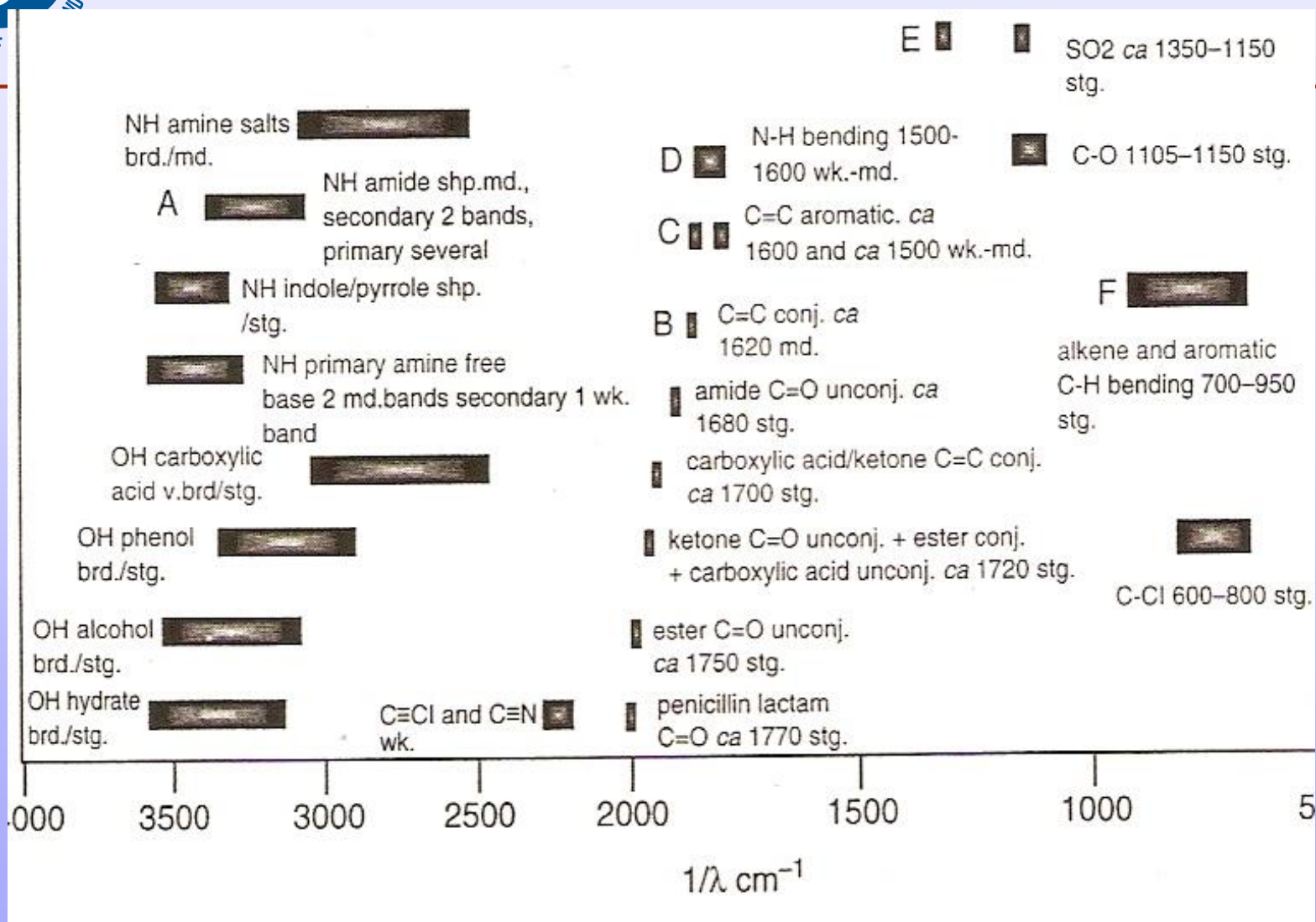
原理：
由分子的振动及转动能级跃迁而引起的。

一束具有连续波长的红外光通过物质时，当物质分子中某个基团的振动频率和红外光的频率一致时，分子便吸收能量并发生跃迁。

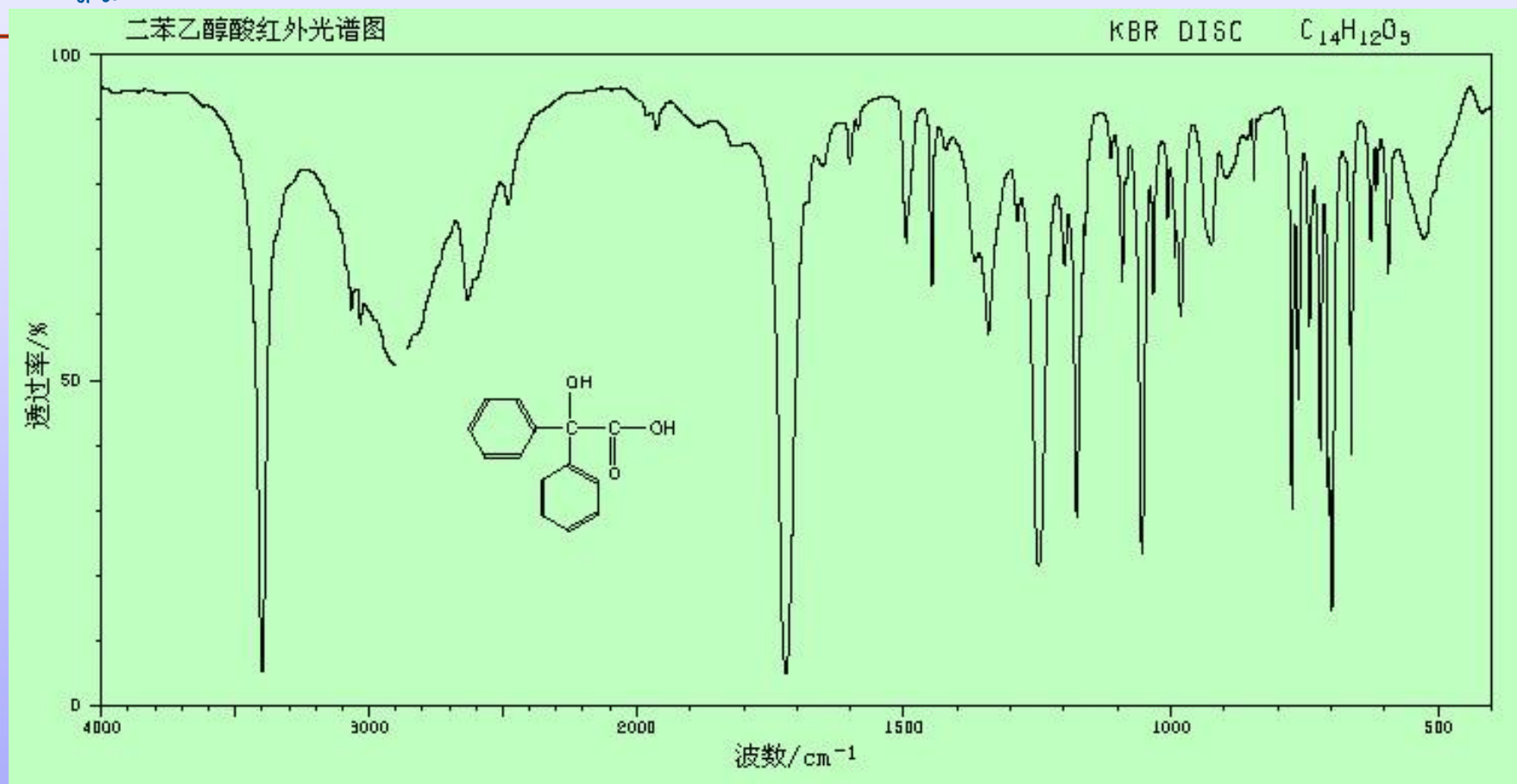
波数 (cm⁻¹) 为横坐标，
透射百分率为纵坐标



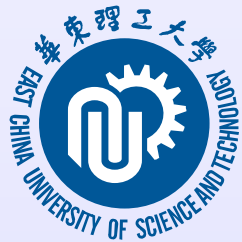
IR major absorptions



官能团区 $3600\text{--}1500\text{cm}^{-1}$ ，指纹区 $1500\text{--}500\text{cm}^{-1}$



IR spectrum of 二苯乙醇酸



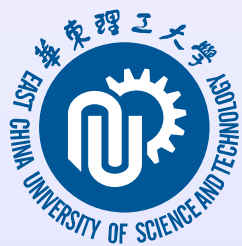
定性鉴别

1. 已知化合物的定性鉴别

- a. 同时测定样品和标准品吸收光谱，比较。
- b. 样品图谱与文献中化合物的标准吸收光谱比较

2. 未知化合物官能团推测

- a. 推定结构细节，如共轭结构、芳环及其取代情况等
- b. 推定分子骨架，功能团位置和分子的主体结构



倍他米松磷酸钠

拼音名: Beitamisong Linsuanna

英文名: Betamethasone Sodium Phosphate

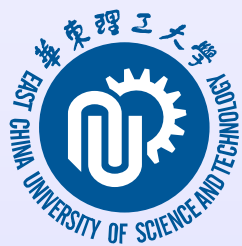
【性状】 本品为白色或类白色粉末；无臭或几乎无臭；有引湿性。 本品在水中易溶，在丙酮或三氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水定量稀释制成1%的溶液，依法测定（附录VI E），比旋度应为 $+95^{\circ}$ 至 $+102^{\circ}$ 。

【鉴别】 （1）取本品与倍他米松磷酸钠对照品适量，分别加甲醇制成每1ml中约含1mg的溶液，服薄层色谱法（附录V B）试验，吸取上述两种溶液各 $10\mu\text{l}$ ，分别点于同一硅胶G薄层板上，以稀盐酸饱和的丁醇溶液为展开剂，展开，晾干，喷以硫酸-甲醇-硝酸（10：10：1），在 105°C 加热10分钟，供试品溶液主斑点的位置应与对照品溶液的主斑点相同。

（2）取本品，在 105°C 干燥3小时，其红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集659图）一致。

（3）取本品约40mg，置瓷坩埚中，加硫酸2ml，低温加热至硫酸蒸气除尽后，放冷，滴加硝酸0.5ml，继续加热至氧化氮蒸气除尽后，在 500°C 炽灼使完全灰化，放冷，加水5ml使溶解（必要时用氨试液中和至通石蕊试纸显中性反应），滤过，滤液显钠盐与磷酸盐（附录III）的鉴别反应。



洛莫司汀

拼音名: Luomositing

英文名: Lomustine

【性状】 本品为淡黄色结晶性粉末；无臭。 本品在三氯甲烷中易溶，在乙醇或四氯化碳中溶解，在环己烷中略溶，在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点（附录VI C）为88-91℃。

【鉴别】 （1）取本品10-20mg，加乙醇1ml使溶解，加1%磺胺的稀盐酸溶液1ml，置水浴上加热10分钟，冷却，加碱性β-萘酚试液2ml，即显橙红色。

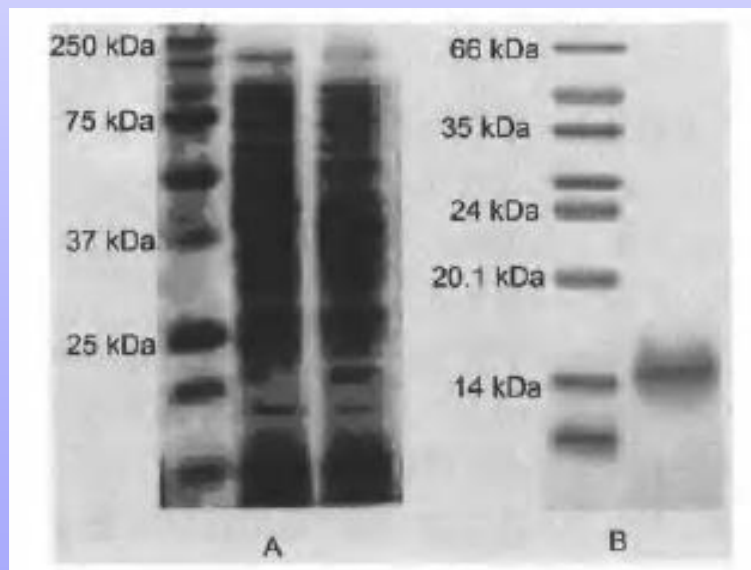
（2）取含量测定项下的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录IV A）测定，在232nm的波长处有最大吸收。

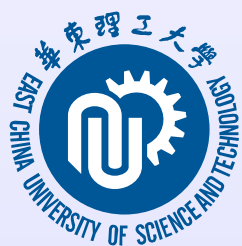
（3）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集300图）一致。

（4）取本品约10mg，加氢氧化钠试液5ml，置水浴上加热5分钟，用硝酸酸化后，显氯化物的鉴别反应（附录III）。

第四节 常用的电泳定性鉴别法

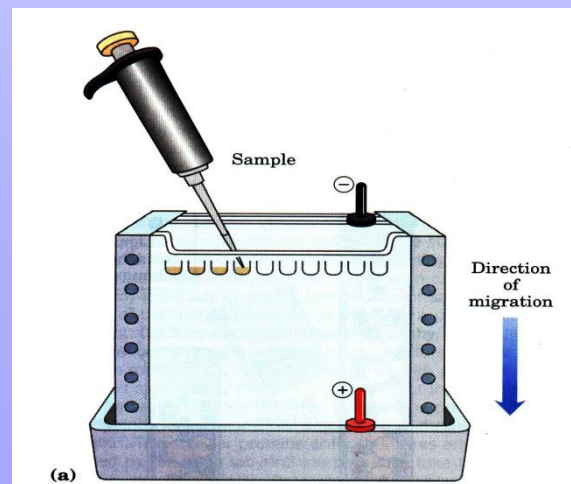
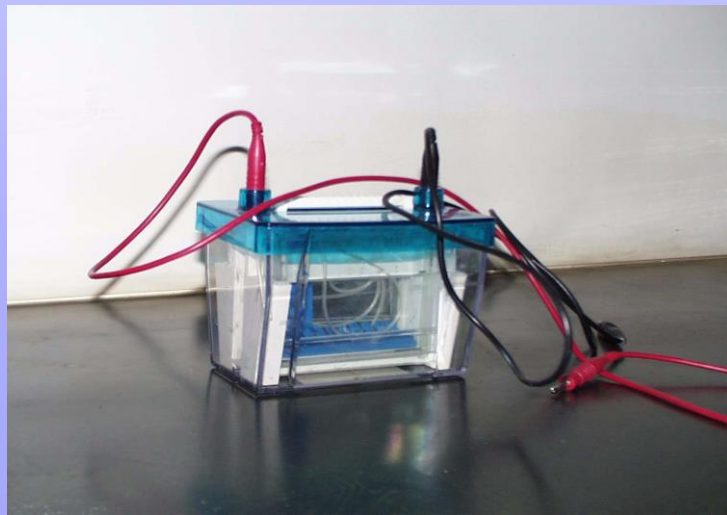
同时电泳样品和标准品，比较迁移率/分子量。





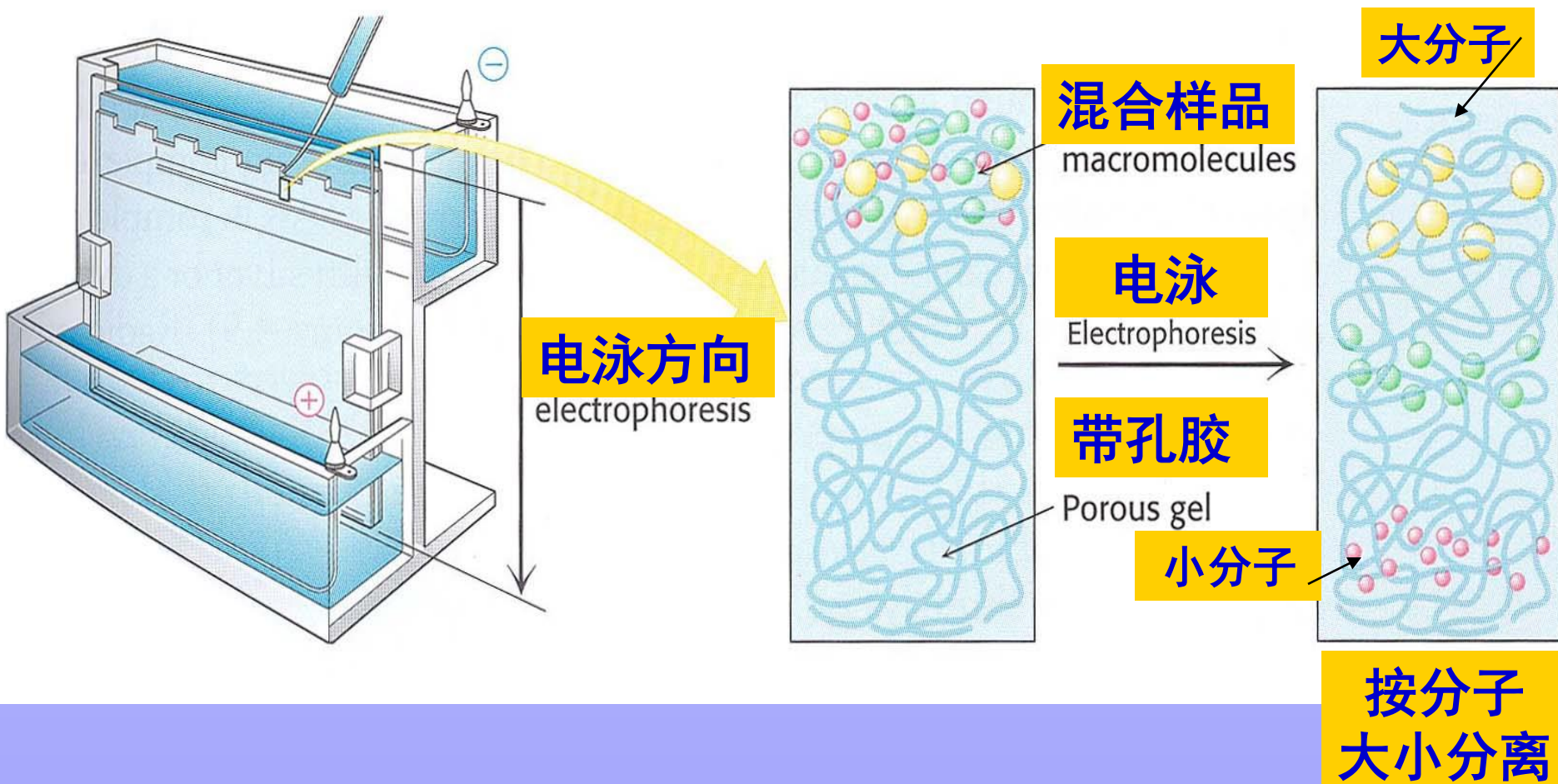
PAGE(聚丙烯酰胺凝胶电泳):由单体丙烯酰胺(Acr)和交联剂N,N-甲叉双丙烯酰胺(Bis)在加速剂N,N,N',N'-四甲基乙二胺(TEMED)和催化剂过硫酸铵(AP)或核黄素的作用下聚合交联成三维网状结构的凝胶，以此凝胶为支持物的电泳。

SDS-PAGE (SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳):在丙烯酰胺凝胶系统中加入阴离子去污剂十二烷基磺酸钠(SDS)，则蛋白质分子的电泳迁移率主要取决于它的分子量，而与所带电荷和形状无关。因此可以利用SDS-PAGE测定蛋白质分子量。蛋白质的分子量在15KD-200KD之间时，电泳迁移率与分子量的对数呈线性关系。



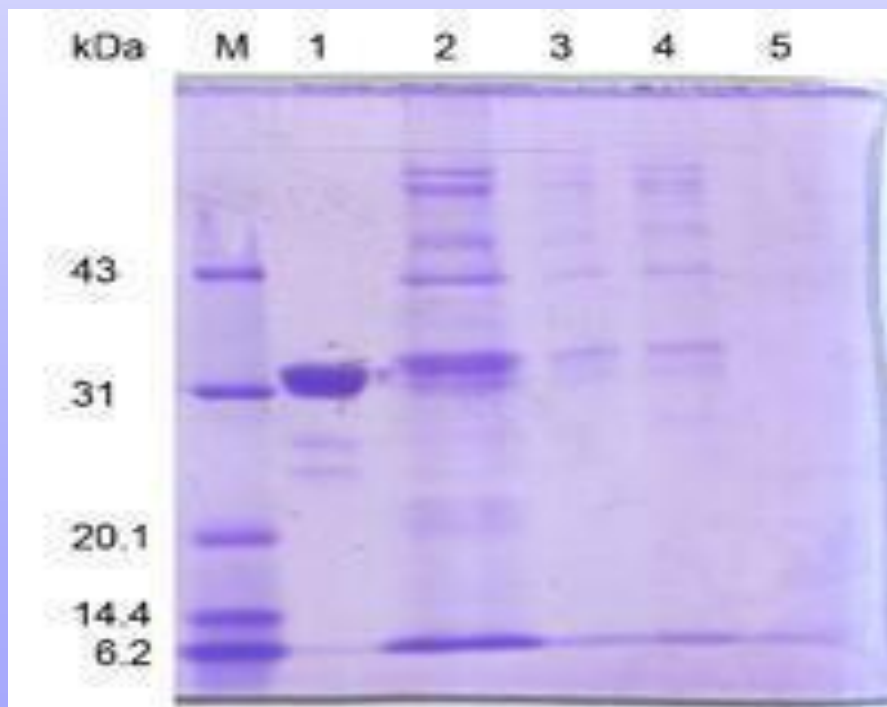
垂直板电泳

电泳过程中分子迁移的规律，小分子走在前头，大分子滞后



定性鉴别方法：

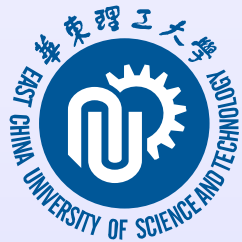
同时电泳样品和标准品，比较迁移率/分子量。



染色液：考马斯亮蓝R250

脱色液：甲醇、水、冰乙酸

特异性？



思考

如何鉴别一个片剂是否是精氨酸药物？

◆ “毒生姜” 事件

有农户被曝使用剧毒农药“神农丹”进行大姜种植。

因为“个头大, 价格便宜”

如何鉴别大姜是否施加了神农丹？

