



药物分析实验

实验二——葡萄糖中

一般杂质的检查



药物分析实验教学中心

沈阳药科大学



葡萄糖中一般杂质的检查

■ 实验目的

1. 掌握药物的一般杂质检查原理和实验方法
2. 掌握杂质限度试验的概念和计算方法
3. 熟悉药物一般杂质检查的项目与意义

沈阳药科大学



一、氯化物检查法

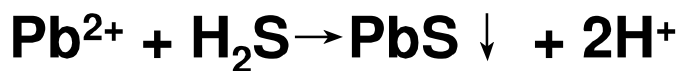
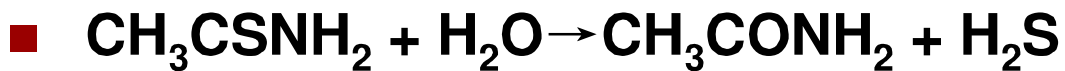
- 原理：药物中微量的氯化物在硝酸酸性条件下与硝酸银反应，生成氯化银白色浑浊液，与一定量标准氯化钠溶液在相同条件下产生的氯化银浑浊程度比较，浊度不得更大
- $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{AgCl} \downarrow$

沈阳药科大学



二、重金属检查法

- 常用硫代乙酰胺法
- 原理：硫代乙酰胺在弱酸性条件下，水解产生硫化氢，与重金属生成黄色至棕褐色的硫化物胶态混悬液，与一定量标准铅溶液经同法处理后所呈颜色比较，判定供试品中重金属是否符合限量规定



pH3.0~3.5时，沉淀较完全

沈阳药科大学



三、砷盐检查法

- 常用古蔡氏法
- 原理：金属锌与酸作用产生新生态的氢，新生态的氢与药物中微量砷盐反应，生成具挥发性的砷化氢气体，遇溴化汞试纸产生黄色至棕色的砷斑，与一定量标准砷溶液在同样条件下生成的砷斑比较，来判定药物中砷盐的含量

沈阳药科大学



三、砷盐检查法

- 常用古蔡氏法

- 原理:

- $\text{AsO}_3^{3-} + 3 \text{Zn} + 9 \text{H}^+ \rightarrow \text{AsH}_3 + 3 \text{Zn}^{2+} + 3 \text{H}_2\text{O}$
- $\text{AsH}_3 + 2 \text{HgBr}_2 \rightarrow 2 \text{HBr} + \text{As}(\text{HgBr})_2$ (黄色)
- $\text{AsH}_3 + 3 \text{HgBr}_2 \rightarrow 3 \text{HBr} + \text{As}(\text{HgBr})_3$ (棕色)

沈阳药科大学



三、砷盐检查法

- 常用古蔡氏法
- 原理：
 - 实验过程中，由于五价砷反应慢，加入碘化钾与氯化亚锡将其还原为三价，碘化钾被氧化后生成的碘经氯化亚锡还原，使反应液中的碘化钾维持其还原性

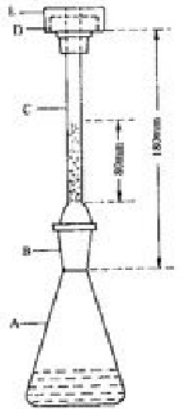
沈阳药科大学



三、砷盐检查法

■ 碘化钾与氯化亚锡的作用:

- $\text{AsO}_4^{3-} + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{AsO}_3^{3-} + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{AsO}_4^{3-} + \text{Sn}^{2+} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{AsO}_3^{3-} + \text{Sn}^{4+} + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{I}_2 + \text{Sn}^{2+} \rightarrow 2\text{I}^- + \text{Sn}^{4+}$
- $4\text{I}^- + \text{Zn}^{2+} \rightarrow [\text{ZnI}_4]^{2-}$
- $\text{Sn}^{2+} + \text{Zn} \rightarrow \text{Sn} + \text{Zn}^{2+}$



沈阳药科大学



四、操作演示

[观看视频](#)



沈阳药科大学