

# 鉴别

## 红外分光光度法

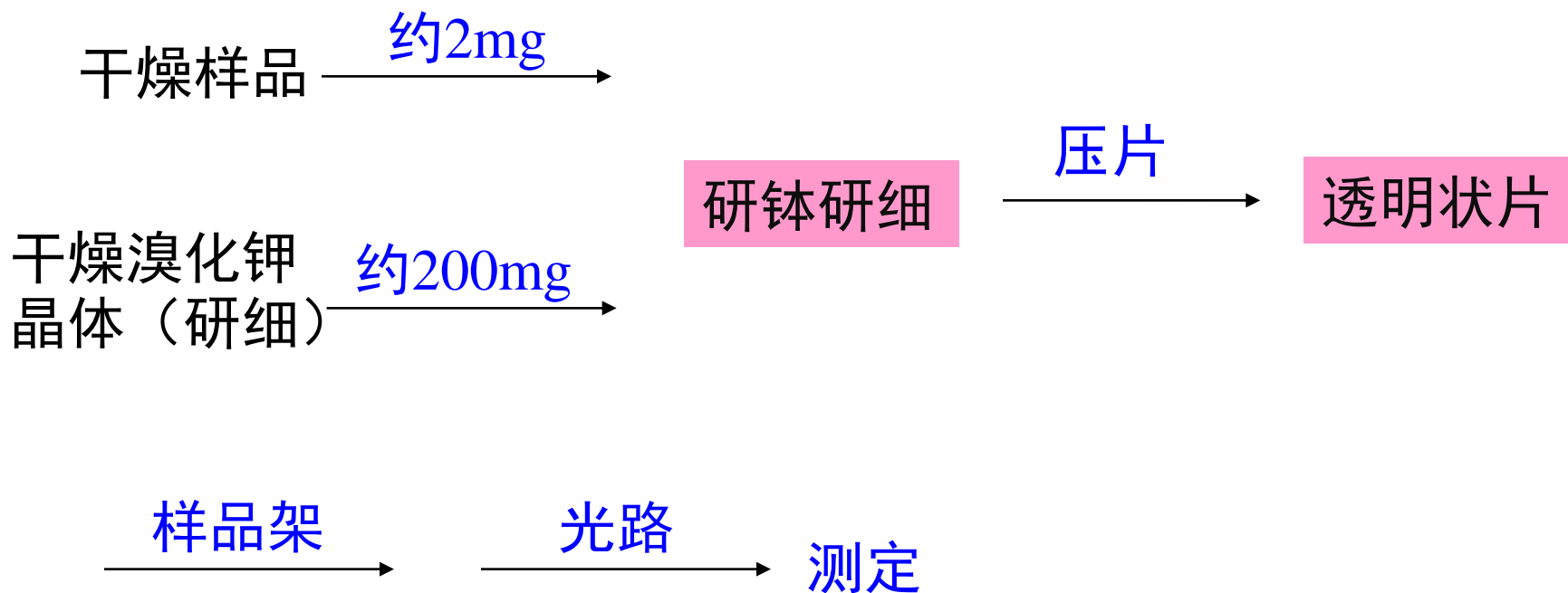
在 $4000\sim 400\text{cm}^{-1}$ 波数范围内测定物质的吸收光谱，用于化合物的鉴别、检查或含量测定的方法。

盐酸去氧肾上腺素的红外吸收光谱与对照的图谱一致（光谱集819图）。

实验操作：

# Procedures and methods

## 红外压片法



实验目的与要求

实验原理

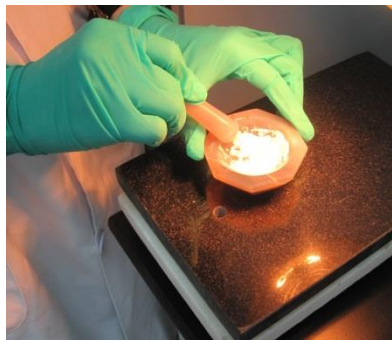
实验操作

仪器与注意事项

思考题

# 压片过程

## 样品准备

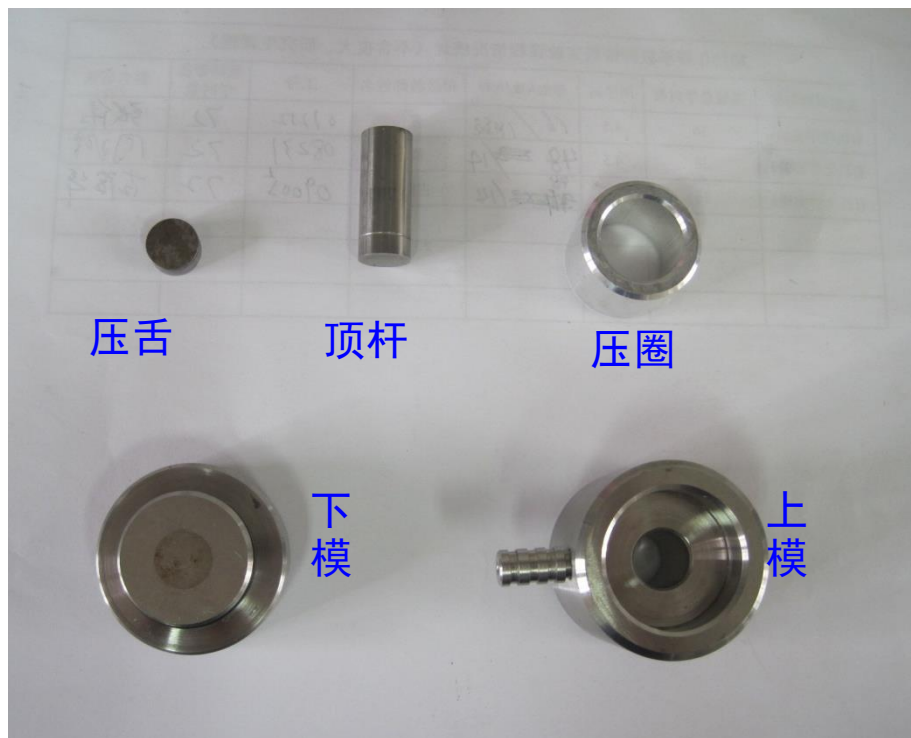


溴化钾晶体研细



混入样品研细

## 冲模组成



实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Procedures and methods

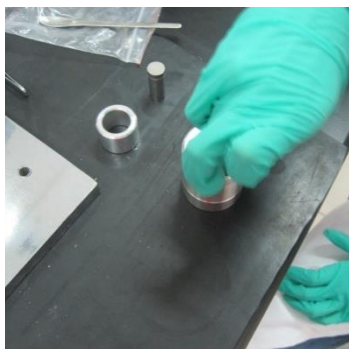
填入  
冲模



上模倒置，放  
在下模上



上模放反了，  
凹槽应向下



在上模孔中，放入压舌，压舌光洁度  
高的一面朝上放

实验目的与要求

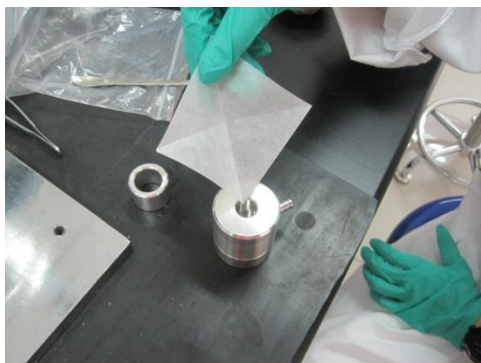
实验原理

实验操作

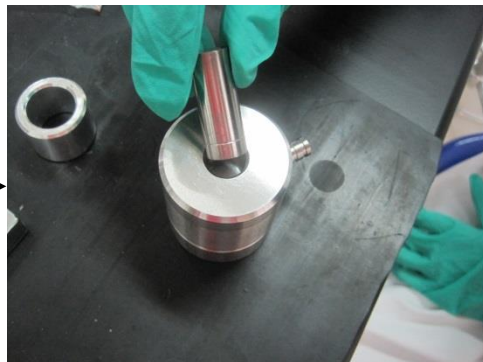
仪器与注意事项

思考题

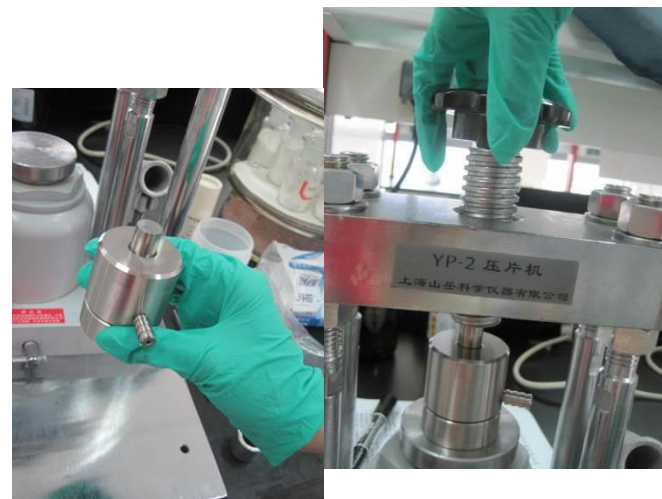
# Procedures and methods



压舌上放入研细的样品和氯化钾混合物，轻微晃动，粉末应保持平整



放入顶杆



放置于压片机工作台中央，旋紧螺丝

实验目的与要求

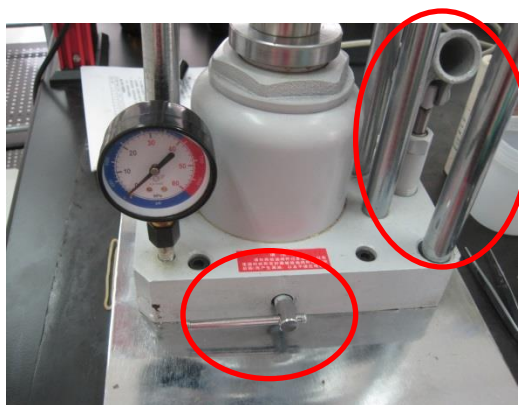
实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Procedures and methods



螺杆置于右侧

手柄和手孔



手柄插入压片机的  
手孔中



压力应不超过  
30MPa



保持3-5分钟



螺杆逆时针旋  
约30度，轻轻  
泄压



取下模具，

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题



# Procedures and methods



去下模，换上压圈，在置于压片台中央，旋紧螺杆，直到压舌脱出，接好样品片



样品片置于样品架凹槽里

整个样品架置于仪器测定位置处

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Attention

- 压片过程中，物料必须磨细并混合均匀；
- 压片完成后，所有模具应该用无水酒精棉洗干净；
- 实验室废液的处理



实验目的与要求

实验原理

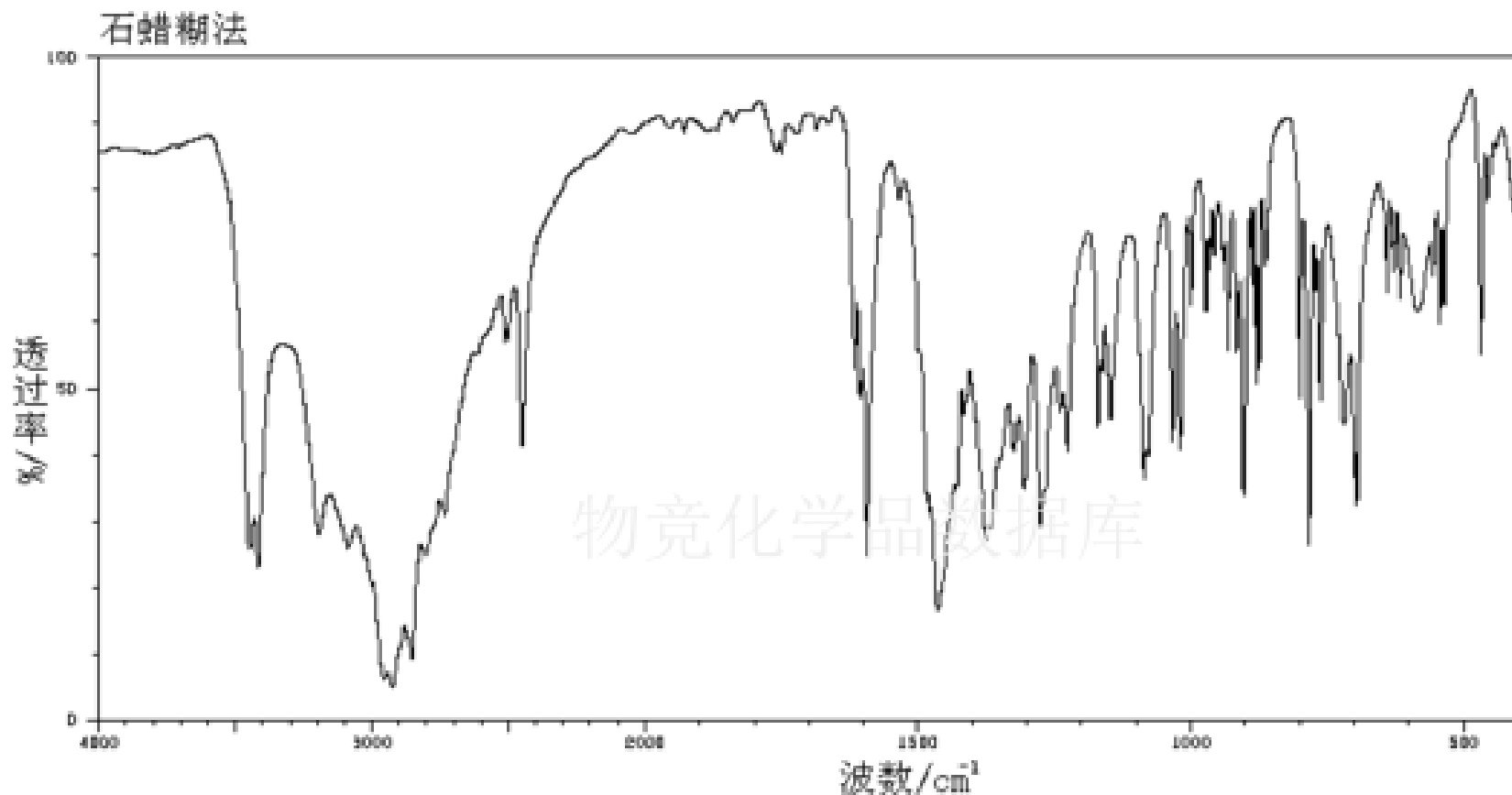
实验操作

仪器与注意事项

思考题



# 盐酸去氧肾上腺素的标准红外图谱



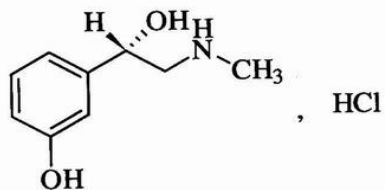
3448	24	2864	9	1417	44	1240	44	1020	38
3416	21	2803	23	1376	26	1226	38	903	32
3196	26	2734	29	1360	27	1171	42	800	46
3089	26	2460	38	1326	30	1147	43	789	26
2956	6	1805	48	1306	33	1085	35	720	42
2942	6	1894	23	1276	27	1079	38	701	38
2924	4	1484	16	1266	33	1034	41	696	31

$$\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CH}_3 \cdot \text{HCl}$$

# 盐酸去氧肾上腺素的标准红外图谱-药典标准

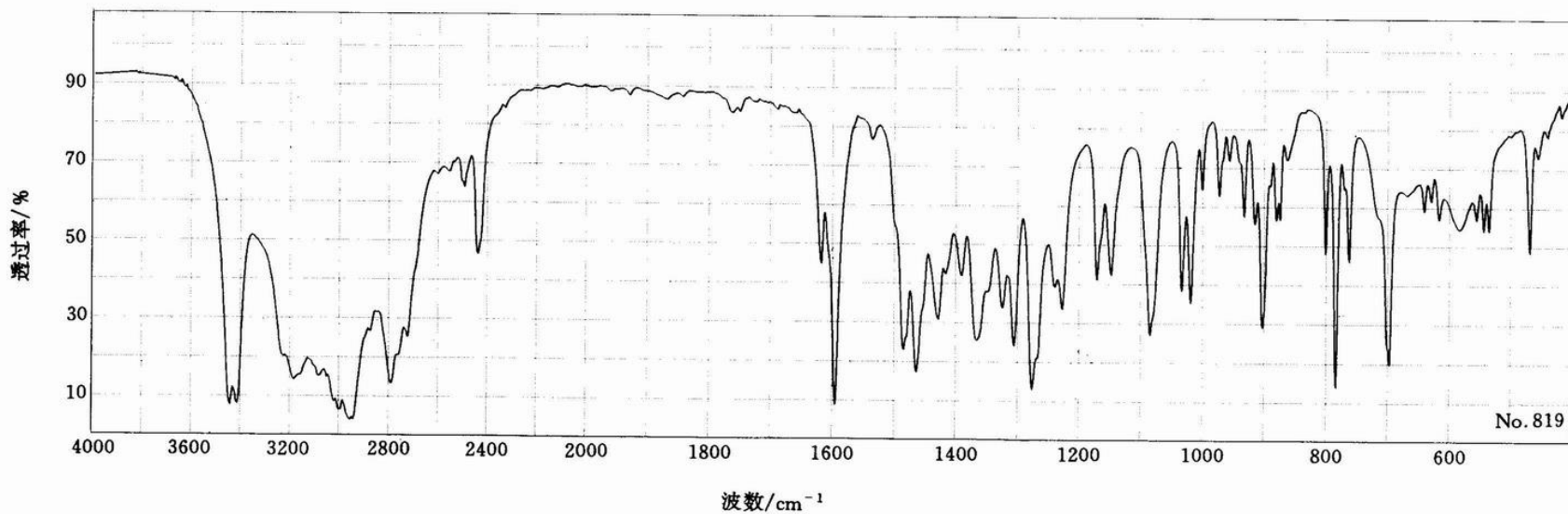
中文名：盐酸去氧肾上腺素

英文名：Phenylephrine Hydrochloride



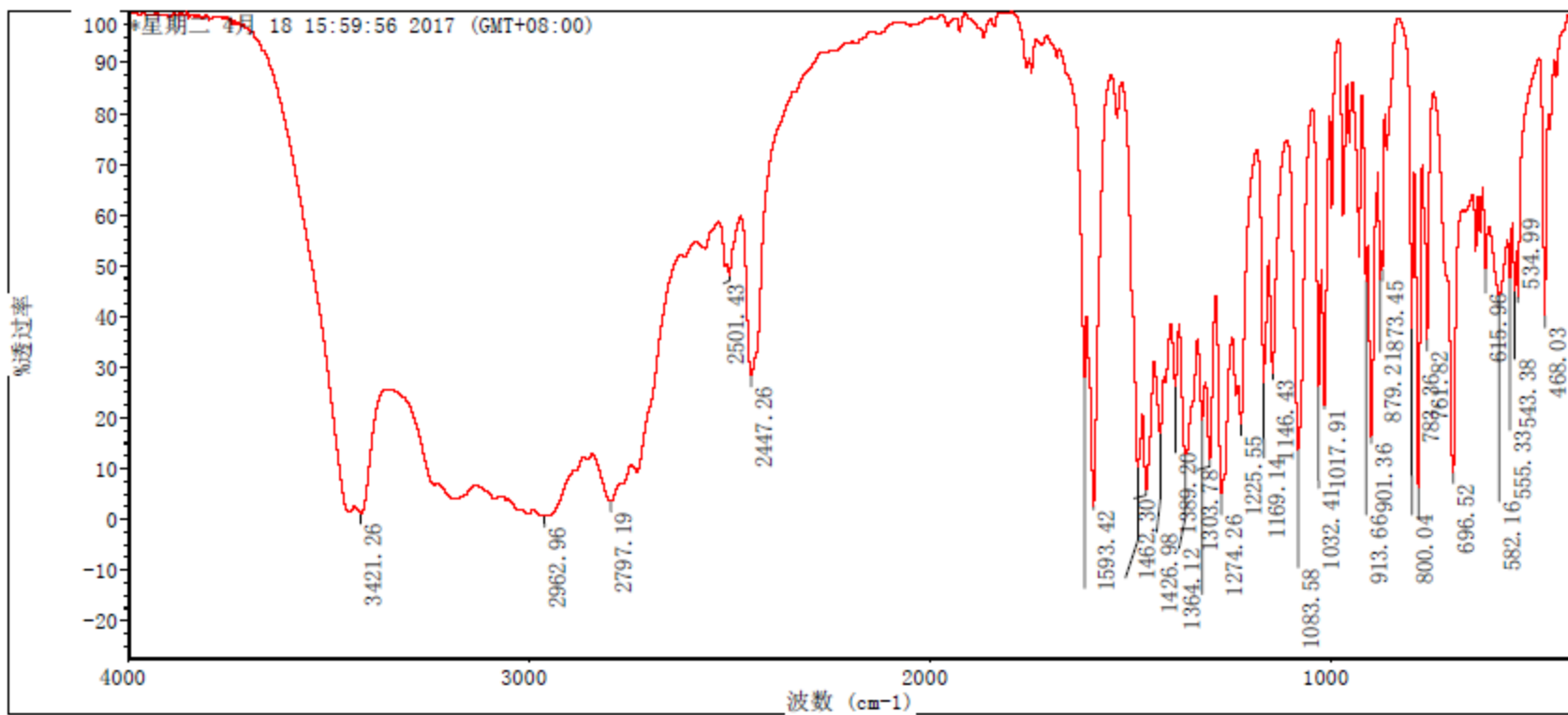
分子式：C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub> · HCl

试样制备：KBr 压片法



光谱号 819

# 结果



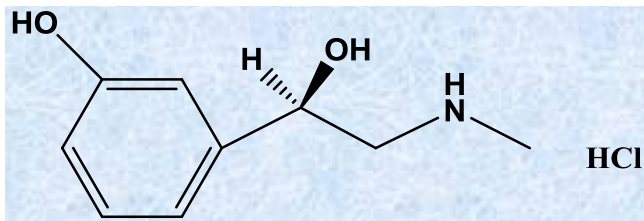
# 检查

## 紫外-可见分光光度法

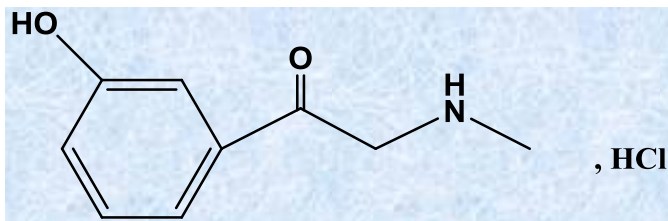
在190~800nm波长范围内测定物质的吸光度。

用于鉴别、杂质检查和定量测定的方法。

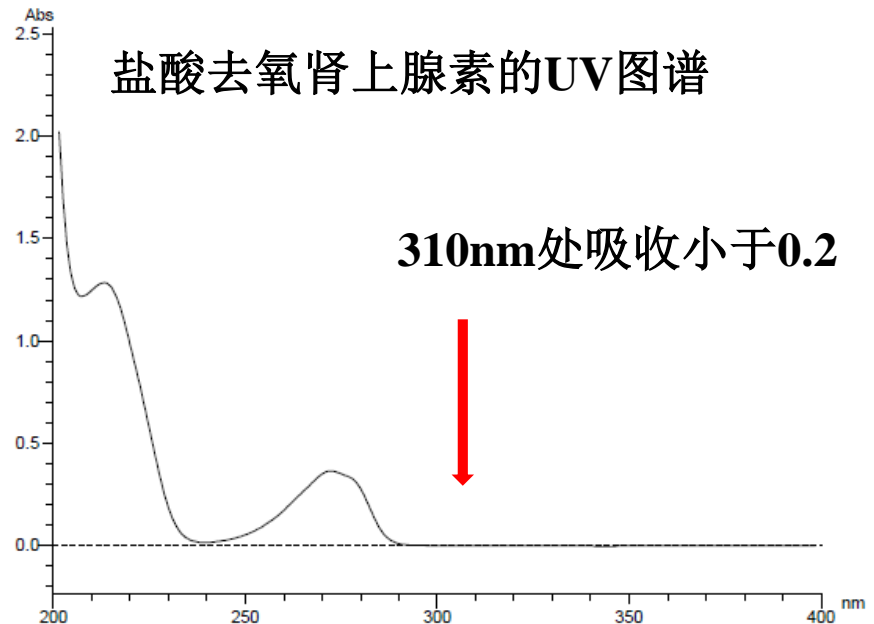
盐酸去氧肾上腺素和盐酸去氧肾上腺素酮体。



盐酸去氧肾上腺素



酮体



# 检查

- **酮体**

取本品2.0g，置100mL量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。取2mL，置10mL量瓶中，用0.01mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。照紫外-可见光谱法（通则0401），在310nm的波长处测定吸光度，不得大于0.20。

（每8人做一份）

# 检 查

## 最大吸收

取酮体检查溶液100uL用0.01mol/L盐酸溶液稀释至10mL，进行最大扫描（200-400nm）测定。

（每8人做一份）



**203的同学按顺序先做去氧肾上腺素红外--紫外-阿托品，**

**204的同学柜号1-33号先做阿托品-紫外-红外，**

**34-64先做阿托品-紫外-红外。**