

1996-11-28

Determination of Organic Basis of Hydrochloride by the Oscillopolarographic Titration

Yongfu Zhan

Zhaoren Meng

Guirong Zhao

Recommended Citation

Yongfu Zhan, Zhaoren Meng, Guirong Zhao. Determination of Organic Basis of Hydrochloride by the Oscillopolarographic Titration[J]. *Journal of Electrochemistry*, 1996 , 2(4): Article 14.

DOI: 10.61558/2993-074X.3093

Available at: <https://jelectrochem.xmu.edu.cn/journal/vol2/iss4/14>

This Article is brought to you for free and open access by Journal of Electrochemistry. It has been accepted for inclusion in Journal of Electrochemistry by an authorized editor of Journal of Electrochemistry.

研究简报 ·

示波极谱滴定法测定有机碱盐酸盐类药物

战永复* 孟昭仁 赵桂荣

(吉林师范学院化学系,吉林 132011)

郑建斌 高 鸿

(西北大学电化学分析研究所)

盐酸苯海拉明是抗过敏药,盐酸普鲁卡因是局麻药,VB₁与VB₆是维生素类药物,盐酸麻黄素是平喘药,其测定方法文献报道分别为重氮化法、硅钨酸重量法及非水滴定法^[1]。重氮化通常采用外指示剂法,由于多次外试,会增加误差;重量法操作烦琐;非水滴定法虽准确可靠,但需消耗有机溶剂,条件要求又较严格。

本文根据在由20 ml的0.5 mol L⁻¹ KNO₃、1.5 g磺基水杨酸和0.2 ml的0.2%聚乙烯醇组成的极谱底液中,极微量的Cl⁻可使汞膜-钨电极的交流示波极谱呈现一个灵敏切口,过量1滴的Ag⁺可使示波极谱图形发生突变,即Cl⁻切口消失。指示终点很灵敏。上述五种药物系有机碱盐酸盐类药物,通过对Cl⁻的测定便可知该药的含量。据此,本文提出对上述五种药物统一采用示波^[2~7]银量法进行测定。其特色是在于以示波图形为指示终点,直观,不受溶液颜色、沉淀以及赋形剂的影响。并可上述五种药物通常测定的重氮化法、硅钨酸重量法及非水滴定法简化为一种方法,因而简化了测定程序。

1 实验部分

1) 仪器与试剂:LS-1A交流示波极谱测定仪(山东电讯七厂产品);容量分析仪器均经校正。

硝酸银标准溶液:将经105℃烘2h的分析纯硝酸银配成浓度 3.615×10^{-2} mol L⁻¹溶液;氯化钠(优级纯)标准溶液的浓度 3.977×10^{-2} mol L⁻¹;0.2%聚乙烯醇溶液;各药物待测液浓度均为1 mg mL⁻¹;以上溶液皆用二次蒸馏水准确配制。

2) 底液组成:经筛选实验底液以下列组成效果最佳,即20 ml的0.5 mol L⁻¹ KNO₃, 1.5 g磺基水杨酸及0.2 ml的0.2%聚乙烯醇。极谱图形切口清晰,终点变化灵敏。实验同时表明,磺基水杨酸在1.0-2.0 g间,0.2%聚乙烯醇在0.1-0.3 mL范围内均可获满意效果。磺基水杨酸小于1.0 g,切口不明显,大于2.0 g,切口太深,示波图变形,不利终点观察。不加聚乙烯醇,示波图不整,加聚乙烯醇可以改善电极表面状态,示波图形稳定。此外,底液的酸度以pH=2效果最佳,pH<1或pH>3时,示波图形的切口消失缓慢,终点迟钝。

3) 样品浓度范围:检样在10 mg以上均能准确测定。

4) 电极对的选择:经筛选以汞膜电极为指示电极,钨电极为参比电极效果最佳。

本文1996-01-04收到,1996-06-08收到修改稿

2 结果与讨论

2.1 测定方法与结果

分别准确吸取上述药品的待测液各 10 mL,各置 50 mL 烧杯中,加 1.5 g 磺基水杨酸,20 mL 的 $0.5 \text{ mol L}^{-1} \text{ KNO}_3$ 和 0.2 mL 的 0.2% 聚乙烯醇,用稀硫酸调 pH 值为 2,插入电极,恒速电磁搅拌,用 AgNO_3 标准溶液滴至示波图形突变,以 Cl^- 切口消失为终点,滴定过程切口变化(终点)见图 1,测定结果见表 1.

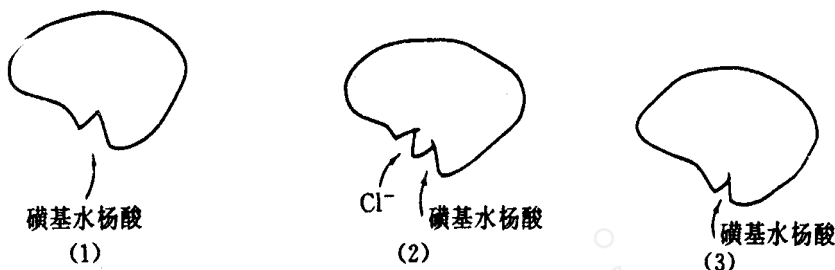


图 1 极谱图

(1)底液图 (2)滴定前 (3)终点时

Fig. 1 Polarogram

2.2 片剂及针剂的测定

各取样品(片剂)10片,研成细粉,准确称量,加水使溶,再分别转移到 100 ml 容量瓶中,然后按原料药的测定方法进行测定.取针 5 支,定容于 100 ml 容量瓶中,然后按原料药的测定方法进行测定,以上结果均见表 1.

表 1 原料药及片剂、针剂测定

Table. 1 Determination of pharmaceuticals

药物名称	测定次数	示波法(%)	RSD(%)	药典法(%)
盐酸普鲁卡因	10	99.80	0.01	99.83
盐酸苯海拉明	10	99.88	0.01	99.85
盐酸麻黄素	10	99.66	0.01	99.65
VB ₁	10	99.68	0.01	99.65
VB ₆	10	99.67	0.01	99.66
盐酸普鲁卡因注射液	5	101.1	0.03	100.5
盐酸麻黄素片	5	99.03	0.03	99.00
盐酸苯海拉明片	5	96.90	0.03	96.86
VB ₁ 片	5	98.58	0.03	98.55
VB ₆ 片	5	96.64	0.03	96.60

2.3 Cl^- 的回收率测定:

准确适当吸取 NaCl 标准溶液,置 50 mL 烧杯中,按原料药测定方法进行测定,表 2 列出回收率测定结果.

表 2 示波法测定 Cl^- 的回收率Tab. 2 Determination of recovery of Cl^- by oscillopolargraphy

加入 Cl^- 的量 (mg)	滴定剂 AgNO_3 的量 (ml)	测得 Cl^- 的量 (mg)	回收率 (%)
1.41	1.10	1.40	99.29
2.11	1.65	2.11	100.0
2.82	2.21	2.81	99.65
3.52	2.76	3.53	100.3
4.23	3.30	4.23	100.0
5.64	4.42	5.65	100.1
7.05	5.52	7.05	100.0
8.46	6.61	8.44	99.76
11.28	8.82	11.27	99.91
16.92	13.25	16.92	100.0

2.4 讨 论

1) 微量的 Cl^- 可使汞膜—钨电极的示波图形出现切口, 过量一滴 Ag^+ 可使示波图形发生突变, 切口消失指示终点很灵敏.

2) 通过对 NaCl 标准样的回收实验及五种药物的测定结果与药典法对比无显著性差异, 说明示波法准确可靠. 可以予示有机碱盐酸盐类药物均可用示波—银量法测定.

3) 虽然能定量滴定的反应很多, 但因缺乏合适的指示剂, 能用于滴定分析的沉淀反应为数甚少, 示波极谱滴定法将会拓宽滴定的领域.

Determination of Organic Basis of Hydrochloride by the Oscillopolarographic Titration

Zhan Yongfu Meng Zhaoren Zhao Guirong

(Jilin Teacher's College, Jilin 132011)

Zheng Jianbin Gao Hong

(Institute of Electroanalytical Chemistry, Northwest Univ.)

Abstract In this paper, diphenhydramine hydrochloride, ephedrine hydrochloride, procaine hydrochloride, vitamin B_1 and vitamin B_6 have been determined by the Oscillopolarographic titration. This method has not been reported in any papers up to now.

The characteristics of the method are being quick and exact, easy to observe the final result and saving material tested.

Key words Oscillopolarography, Titration, Organic basis of hydrochloride

References

- 1 中国药典编委会. 中国药典(二部). 北京:人民卫生出版社,1985版:392,423,486,490;1963版:203
- 2 高鸿. 示波极谱滴定. 南京:江苏科技出版社,1985
- 3 战永复. 示波滴定-溴量法在药物分析中的应用. 化学通报,1990(4):31
- 4 战永复. 示波极谱滴定法在药物分析中的应用 IV. 分析化学,1992(2):199
- 5 战永复. 用示波滴定法测定对氨基水杨酸钙的含量. 分析测试学报. 1992(4):61
- 6 战永复. 示波滴定的进展. 化学世界. 1995(4):1
- 7 战永复. 示波极谱滴定法测磺胺、乙酰苯胺的含量. 药物分析杂志,1990(5):616

《电化学》1997年第3卷第1期 部份内容预告

综述

柳厚田,周伟舫等:硫酸溶液中铅阳极膜研究的几个问题

研究快讯

C. S. Cla, J. Chen, P. F. Liu: Improvement of the output characteristics of amperometric Ni_2S_2 electrode by using powder microelectrode technique

X. N. Cai, Z. X. Xie, B. W. Mao(毛秉伟): ECSTM Observations of Chloride adsorption

研究论文

X. H. Xia, T. Iwasita, W. Vielstich: Study of the nature of formic acid adsorbates formed at rough Pt and its interaction with CO

吴志斌,吴浩青等:异咯嗪蒙脱石修饰电极的电化学行为

技术论文

李君,胡信国等:电沉积 Ni-PSZ 梯度镀层过程中阴极电流效率的研究

Sun Peiju, Yi Baolian et al: Studies on an iron heteropolyacid redox flow battery