

2002-05-28

Determination of Novalgin with Second Order Differential Simple Oscillographic Voltammetry

Fu-fang TAO

Hong-fang ZHANG

Xun-yu XIONG

Jian-bin ZHENG

Recommended Citation

Fu-fang TAO, Hong-fang ZHANG, Xun-yu XIONG, Jian-bin ZHENG. Determination of Novalgin with Second Order Differential Simple Oscillographic Voltammetry[J]. *Journal of Electrochemistry*, 2002 , 8(2): Article 18.

DOI: 10.61558/2993-074X.3292

Available at: <https://jelectrochem.xmu.edu.cn/journal/vol8/iss2/18>

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 ·

文章编号: 1006-3471(2002)01-0224-04

二次微分简易示波伏安法用于安乃近测定

陶福芳, 张宏芳, 熊迅宇, 郑建斌*

(西北大学电分析化学研究所, 陕西 西安 710069)

摘要: 根据安乃近在 $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ KNO}_3$ 底液中产生切口 (-1.2 V (vs. SCE)) 的示波特性, 建立了安乃近的二次微分简易示波伏安测定法, 并对安乃近片剂中的含量进行了直接测定. 校正曲线的线性范围为 $5.0 \times 10^{-6} \sim 5.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$, 检出限为 $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$, 对 $3.000 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ 安乃近五次测定结果的相对标准偏差为 2.1%. 本法具有仪器装置简单、经济、方法简便、快速, 无需通氮除氧以及不必滤除赋形剂等优点.

关键词: 示波分析; 二次微分简易示波伏安法; 安乃近

中图分类号: O 657.1

文献标识码: A

安乃近 (Novalgin [1,5-甲基-2-苯基-3-氧代-2,3-二氢-1H-吡唑-4-氨基] 甲烷磺酸钠) 是一种解热镇痛药, 见光受热易分解. 对于安乃近的测定有碘量法、分光光度法^[2~4] 和单扫描示波极谱法^[5~6] 等方法. 本文利用安乃近在 $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ KNO}_3$ 缓冲溶液中产生较灵敏切口的示波特性, 建立了测定安乃近的二次微分简易示波伏安法, 用于安乃近药片中安乃近含量的测定, 获得了满意的实验结果.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

SR-071B 二踪示波器 (江苏扬中电子仪器厂); XD-22 低频信号发生器 (洪泽电子设备厂); 78HW-1 恒温磁力搅拌器 (杭州仪表电机厂). 二次微分简易示波伏安装置由本实验室自制^[7]. 采用三电极系统: 悬汞电极为工作电极, 铂电极为对电极, 饱和甘汞电极为参比电极.

$5.000 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ 安乃近标准储备液: 准确称取一定量的安乃近对照品 (中国药品检定所) 溶于适量水中. 避光保存备用. 其余试剂均为分析纯, 所用蒸馏水为二次蒸馏水.

1.2 实验方法

在 50 mL 烧杯中, 加入 $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ KNO}_3$ 溶液 50.0 mL, 插入电极, 接通电路, 调节合适

收稿日期: 2001-07-23, 修订日期: 2001-10-18

* 通讯联系人: Tel: (+86-29)-8302077, E-mail: zhengjb@nwu.edu.cn

基金项目: 国家自然科学基金 (29775018)、国家教育部《高等学校骨干教师资助计划》(GG-150-71006-2877), 陕西省教育厅专项基金 (01J K076) 资助项目

的搅拌速度,调节交、直流等参数以获得一个两端亮点同样清晰的 $dE/dt-E$ 示波图,然后转换成二次微分简易示波伏安图,加入一定量安乃近溶液并测量其在二次微分简易示波伏安图上产生的峰高或者是 $dE/dt-E$ 示波图上的切口深度、相对切口深度^[8]。

2 结果与讨论

2.1 条件实验

1) 底液的选择

试验了安乃近在 NaOH、 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ ($\text{pH} = 9$)、 NaHCO_3 、 $\text{KH}_2\text{PO}_4\text{-NaOH}$ ($\text{pH} = 7$)、NaCl、LiCl、 KNO_3 、KBr、NaAc-HAc ($\text{pH} = 5$)、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 、HCl、 H_2SO_4 、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 等 13 种底液中的示波行为,结果表明:在 NaOH、 NaHCO_3 、KBr、HCl、 H_2SO_4 、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 、 KNO_3 底液中,分别于 -1.3 V (vs. SCE)、 -1.4 V 、 -1.3 V 、 -0.5 V 、 -0.6 V 、 -1.3 V 和 -1.2 V 处示波计时电位图阴极支上有切口,其中以在 KNO_3 中的切口最灵敏。

图 1 示出, KNO_3 溶液浓度对安乃近示波峰高的影响(图 1)。由图可见:底液浓度在 $0.1 \sim 0.3\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 之间变化时,安乃近的二次微分简易示波伏安峰高最高且基本保持不变,底液浓度小于 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 或大于 $0.3\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 时,峰高降低,图形稳定性变差。实验中选择 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{ KNO}_3$ 溶液作底液。

2) 电极面积的影响

图 2 示出在含有 $3.000 \times 10^{-5}\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 安乃近的 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{ KNO}_3$ 溶液中,电极面积对安乃近相对切口深度 $(H-h)/H$ 的影响。由图 2 可见:当调节 $E-t$ 曲线的 $\min = \max$,且时滞百分比为 67.6%、电极面积在 $0.0107 \sim 0.0313\text{ cm}^2$ 之间变化时,安乃近峰高先是增高,随后又降低,峰值处的面积为 0.0223 cm^2 。实验中选择 0.0223 cm^2 的悬汞电极为工作电极以得到最佳的灵敏度。

3) 干扰实验

在 $3.000 \times 10^{-5}\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 安乃近 + $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{ KNO}_3$ 体系中,当安乃近含量测定的相对误差小于 $\pm 5\%$ 时,下列物质或离子的允许量分别为:淀粉为 900 倍,糊精为 8 倍,硬脂酸镁为 24 倍, Mg^{2+} 为 20 倍, Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 和 Al^{3+} 为 10 倍, Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Ca^{2+} 和 Co^{2+} 为 1 倍。

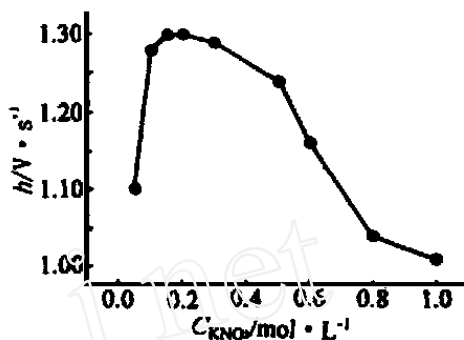


图 1 KNO_3 浓度的选择

Fig. 1 Selection of KNO_3 concentration

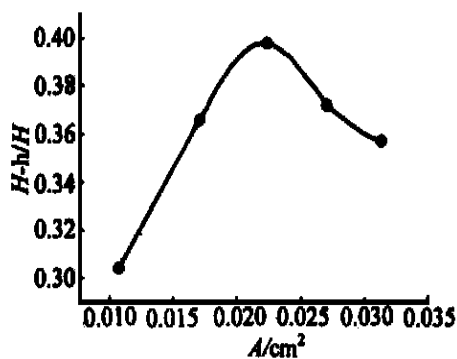


图 2 悬汞电极面积的选择

Fig. 2 Selection of area of hanging Hg electrode

2.2 线性范围、检出限和精密度

在选定条件下,按实验方法测得在 $5.0 \times 10^{-6} \sim 5.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ 范围内安乃近浓度与 KNO_3 的二次微分简易示波伏安峰高呈线性关系,回归方程为 $h(\text{V}) = 0.536 + 1.684 \times 10^4 C$ (mol L^{-1}),相关系数 $r = 0.9986$,检出限为 $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$.在 $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ KNO}_3$ 体系中,对 $3.000 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ 进行五次测定的 RSD 为 2.1%,说明该法的精密度良好.

2.3 样品测定

取安乃近药片 5 片(标示量为 0.5 g/片),精密称量,研成细粉,准确称取其 1/5 的量,用少量水溶解后转入 250 mL 容量瓶中并用水稀释至刻度.采用校正曲线法对样品中安乃近含量进行测定,结果见表 1.

表 1 安乃近片剂样品分析结果

Tab. 1 Analytical results of novalgin samples

Found/ g	Average/ g	RSD/ %	Added/ $\times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$	Found/ $\times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$	Recovery/ %
0.489			1.000	0.960	96.0
0.483			2.000	2.040	100.5
0.516	0.499	3.2	4.000	4.060	101.5
0.490			5.000	5.010	100.2
0.516			6.000	5.840	97.3

实验结果表明:本方法具有仪器装置简单、经济,方法简便、快速,无需通氮除氧以及不必滤除赋形剂等优点.

Determination of Novalgin with Second Order Differential Simple Oscillographic Voltammetry

TAO Fu-fang, ZHANG Hong-fang, XIONG Xun-yu, ZHENG Jian-bin

(Institute of Electroanalytical Chemistry, Northwest University, Xi'an 710069, China)

Abstract: Based on the oscillographic characteristic of novalgin that incision can be caused at -1.2 V (vs. SCE) in $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ KNO}_3$, a new electroanalytical method, second order differential simple oscillographic voltammetry for the determination of novalgin was found. The method was applied to the determination of novalgin in tablet. The calibration graph is linear from 5.0×10^{-6} to $5.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ with a detection limit of $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$. The relative standard deviation of the method is 2.1% for $3.00 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ novalgin. The determination results

showed that the simple oscillographic voltammetry is a convenient method for its cheap equipment and rapid measurement.

Key words : Oscillographic analysis ,Second order differential simple oscillographic voltammetry , Novalgin

References :

- [1] Chinese Pharmacopeia Commission. Pharmacopeia Part of The People 's Republic of China [M]. Peiking ; Chemical Industry press ,2000 :248.
- [2] MA Wei-Xing. New determination method study of novalgin [J]. Spectroscopy and Spectroanalysis ,1999 ,19 (3) :505.
- [3] LIU Wan-Zhong. Flow injection and spectrophotometric method analysis [J]. Journal of pharmacy ,1993 ,28 (4) :317.
- [4] MA Wei-Xing ,HAN Dong-Mei. Spectrophotometric determination of novalgin in tablet and injection [J]. Chinese Journal of Pharmrceuticals ,1996 ,27(7) :321.
- [5] YANG Yun-Fa. Electroanalytical chemistry research of medical molecule in glass-carbon electrode :V. Voltammetric behavior and determination of novalgin [J].J. Instrumental Analysis ,1995 ,14(6) :54.
- [6] ZHANG Jun ,LI Ju-Nan ,WU Wen-Bo. Quantitative determination of novalgin by single-sweep oscillographic polarography [J].Journal of Analytical Science ,2000 ,16(1) :61.
- [7] ZHENG Jian-Bin ,SU Yu-Xiang. Multifunctional oscillographic chronopotentiometric instrument [J].J. Northwest Univ. 1997 ,27(5) :389.
- [8] GAO Hong. Oscillographic Titration [M]. Nanjing :Nanjing University Press ,1990 :35.