

线性滴定法同时测定小儿退烧片中 乙酰水杨酸和对乙酰氨基酚的含量

沈阳药学院药分教研室(沈阳 110015)

齐美玲 王海慧 王鹏

摘要 本文利用线性滴定法同时测定了小儿退烧片中乙酰水杨酸和对乙酰氨基酚的含量。将线性滴定法用于复方制剂中两种成份的同时测定还未见报道。乙酰水杨酸回收率为 99.5%(KSD = 0.48%, n = 157)。对乙酰氨基酚回收率为 100.2%(RSD = 0.74%, n = 15)。本法测定结果与甘卫药准字(85)方法测定结果基本一致。本法简便,快速,结果准确,适合该制剂中两组份的同时测定。

关键词 线性滴定 小儿退烧片 计算机
近年来,线性滴定法在药物分析中应用增多。目前文献报道主要用于单一成份的测定(如原料药、单方制剂),用于复方制剂中两种成份的同时测定还未见报道。小儿退烧片中含有乙酰水杨酸和对乙酰氨基酚两种成份(每片含乙酰水杨酸 59.3mg,对乙酰氨基酚 34.4mg),甘卫药准字(85)对这两种成份分别采取氯仿萃取—碱量法和亚硝酸钠法测定含量。对乙酰氨基酚为有机弱酸($K_a = 3.09$

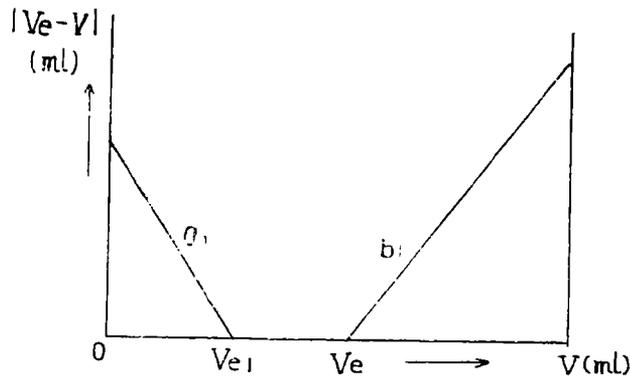
$\times 10^{-10}$),用传统的酸碱滴定法不能直接测定。本文利用线性滴定法同时测定了该制剂中两种成份的含量,结果满意。本法操作简便,快速,结果准确,适于该制剂的常规分析。

原理

设有 HA1 和 HA2 两种弱酸的混合酸,用线性滴定法以 NaOH 标准溶液滴定。把所得的一组 V-pH 数据代入 Ingman 滴定公式 (1):

$$V_e - V = K_{HA}^H V \{H\} + \frac{V_e + V}{C_B} [H] - [OH] (1 + \{H\} K_{HA}^H) \dots \dots \dots (1)$$

式中 V_1 为被测样品的初始体积; V, V_e 分别为消耗的标准溶液体积及等当点时的体积; C_B 为标准溶液的摩尔浓度; K_{HA}^H 为 HAL 的稳定常数(已知常数); $\{H\}, \{H\}$ 分别为溶液中氢离子浓度和活度; $[OH]$ 为氢氧根离子浓



度。

由实验测得的 $V-pH$ 数据, 根据上式算出 $(V_e - V) - V$ 的各对数据, 以 $V_e - V$ 对 V 作图, 得到两条与 V 轴相交的直线 a_1 和 b_1 。直线 a_1 与 V 轴的交点为 V_{e1} , 直线 b_1 与轴的交点为 V_e 。如图所示:

如果 K_{HA1}^H 与 K_{HA2}^H 之比大于 10^4 , 则 V_{e1} 处为 HA_1 的滴定终点, 而 V_e 处为 $HA_1 + HA_2$ 的总的终点, 即 HA_2 的终点 V_{e2} 在 $(V_e - V_{e1})$ 处。根据上述原理, 用 BASIC 编写计算机程序。将实验测得的 $V-pH$ 数据输入微机, 求得等当点体积。数据运算在 IBMPC 上进行。

二、仪器与试剂

231 型玻璃电极和 232 型饱和甘汞电极, $pH-2$ 型酸度计, 电磁搅拌器, IBMPC/XT

机。10ml 半微量滴定管。0.1mol/L NaOH 标准溶液, 1mol/L KCl 溶液。乙酰水杨酸及对乙酰氨基酚精制品。小儿退烧片。实验中所用水均为新沸放冷蒸馏水, 所用试剂均为分析纯。

三、实验方法与结果

1. 回收率测定 按照处方模拟配制片粉, 精密称取一定量于 250ml 量瓶中。加乙醇 10ml, 使溶解, 加水至刻度。摇匀, 过滤。弃去初滤液, 精密量取续滤液 25ml, 于 150ml 烧杯中, 加入 KCl 溶液 10ml, 水 65ml。开启搅拌器, 加入 NaOH 标准溶液, 每加入一定量标准溶液后, 搅拌 10s, 读取相应的 pH 值。将每份样品测得的 $V-pH$ 数据输入微机, 求得等当点时的体积, 进而求得回收率。测定结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

| 加入量(mg) | | 测得量(mg) | | 回收率(%) | |
|---------|------|---------|------|--------|-------|
| A | P | A | P | A | P |
| 71.0 | 43.1 | 70.1 | 43.4 | 98.7 | 100.7 |
| 71.1 | 43.2 | 70.4 | 43.4 | 99.2 | 100.5 |
| 71.0 | 43.2 | 70.3 | 43.7 | 99.0 | 101.2 |
| 74.0 | 46.7 | 73.9 | 46.7 | 99.9 | 100.0 |
| 74.0 | 46.7 | 73.3 | 47.0 | 99.0 | 100.6 |
| 74.0 | 46.7 | 73.3 | 47.2 | 99.0 | 101.1 |
| 77.1 | 44.6 | 76.8 | 44.6 | 99.6 | 100.0 |
| 77.1 | 44.6 | 77.1 | 44.4 | 100.0 | 99.6 |
| 77.1 | 44.7 | 76.8 | 44.4 | 99.6 | 99.3 |
| 77.2 | 41.4 | 77.2 | 41.1 | 100.0 | 99.3 |
| 77.2 | 41.4 | 76.9 | 41.4 | 99.6 | 100.0 |
| 77.1 | 41.4 | 77.1 | 41.4 | 100.0 | 100.0 |
| 80.2 | 45.0 | 80.2 | 44.9 | 100.0 | 99.8 |
| 80.2 | 45.0 | 80.0 | 45.8 | 99.8 | 101.8 |
| 80.2 | 45.0 | 79.6 | 44.8 | 99.2 | 99.6 |
| X(%) | | | | 99.5 | 100.2 |
| RSD(%) | | | | 0.45 | 0.78 |

注: A-乙酰水杨酸

P-对乙酰氨基酚

表2

样品测定结果

| 批号 | 线性滴定法(mg/片) | | | | 标准法(mg/片) | | | |
|--------|-------------|------------------|-------|------------------|-----------|------------------|-------|------------------|
| | A | $\bar{X} \pm SD$ | P | $\bar{X} \pm SD$ | A | $\bar{X} \pm SD$ | P | $\bar{X} \pm SD$ |
| 930513 | 51.03 | | 33.58 | | 51.14 | | 33.46 | |
| | 51.33 | | 33.91 | | 51.45 | | 33.51 | |
| | 50.96 | 51.2±0.183 | 33.41 | 33.7±0.23 | 51.50 | 51.4±0.20 | 33.56 | 33.5±0.06 |
| | 51.28 | | 33.82 | | 51.60 | | 33.43 | |
| | 51.08 | | 34.64 | | 51.75 | | 34.13 | |
| 930519 | 51.23 | | 34.26 | | 51.21 | | 34.09 | |
| | 50.98 | 51.1±0.10 | 34.54 | 34.5±0.16 | 51.25 | 51.4±0.25 | 34.14 | 34.1±0.09 |
| | 51.13 | | 34.4 | | 51.45 | | 33.95 | |
| | 51.45 | | 34.18 | | 51.90 | | 33.86 | |
| 930525 | 51.29 | | 34.23 | | 51.78 | | 33.81 | |
| | 51.21 | 51.3±0.13 | 34.01 | 34.2±0.11 | 51.28 | 51.7±0.31 | 33.91 | 33.8±0.07 |
| | 51.15 | | 34.28 | | 51.95 | | 33.74 | |

2. 样品测定 取本品20片,精密称重,研细。精密称取片粉适量(约相当于乙酰水杨酸0.3g),置100ml量瓶中,加中性乙醇10ml,振摇使溶解、加水至刻度,摇匀,过滤。以下按“回收率测定”项下操作。求得样品等当点时的体积及含量。本文利用线性滴定法

和甘卫药准字(85)方法同时对三批样品进行了测定。测定结果见表2。

参考文献

- [1] Ingma F, et al. *Talanta*, 1966,13:1431
 [2] 汪葆俊等.线性滴定法,北京高等教育出版社,1985.

紫外分光光度法测定氧氟沙星滴耳液的含量

湖南医科大学附二院药剂科(长沙 410011)

李健和 黄波 许树梧 郑剑侠*

摘要 紫外分光光度法测定氧氟沙星滴耳液中氧氟沙星的含量,以0.1mol/L盐酸为溶剂,测定波长293nm,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为913,测定平均回收率为99.4%,RSD=0.20%(n=5)。滴耳液附加剂对测定无干扰。

关键词 氧氟沙星 滴耳液 分光光度法
 氧氟沙星(Ofloxacin)又名氟嗟酸,其滴耳液已由日本第一制药株式会社生产上市,用于治疗儿童及成人中耳炎、外耳道炎及鼓膜炎具有显著疗效及安全性。该原料药和片剂的含量测定采用电位滴定法^[1],但此法操作繁琐,难适用于滴耳液的含量测定。本文

* 河南省汝县人民医院药剂科