

定量分析样品的前处理方法：不经有机破坏的分析方法 PDF
转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E5_AE_9A_E9_87_8F_E5_88_86_E6_c23_18254.htm

(一) 直接测定法 凡金属原子不直接与碳原子相连的含金属药物或某些C - M (金属原子直接与碳原子相连) 键结合不牢固的有机金属药物，在水溶液中可以电离，因而不需有机破坏，可直接选用适当的方法进行测定。例如：富马酸亚铁的测定 (中国药典，1995年版) 本品在水中几乎不溶而能溶于热稀硝酸，同时分解释放出亚铁离子，可选用硫酸铈滴定液进行滴定，指示剂邻二氮菲与亚铁离子形成红色配位化合物，遇微过量氧化剂 (硫酸铈) 被氧化生成浅蓝色高铁离子配合化合物指示终点。此时所生成的富马酸没有干扰。测定方法：取本品约0.3g，精密称定，加稀硫酸15ml，加热溶解后，放冷，加新沸过的冷水50ml与邻二氮菲指示液2滴，立即用硫酸铈滴定液 (0.1mol / L) 滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml的硫酸铈滴定液 (0.1mol / L) 相当于16.99mg的C₄H₂FeO₄。

(二) 经水解后测定法 1. 直接回流后测定法 本法是将含卤素的有机药物溶于适当溶剂 (如乙醇) 中，加氢氧化钠溶液或硝酸银溶液后，加热回流使其水解，将有机结合的卤素经水解作用转变为无机的卤素离子，然后选用间接银量法进行测定。本法适用于含卤素有机药物结构中卤素原子结合不牢固的药物，如卤素和脂肪碳链相连者。以三氯叔丁醇的测定 (中国药典，1995年版) 为例。原理 本品在氢氧化钠溶液中加热回流使分解产生氯化钠，与硝酸银生成氯化银沉淀，过量的硝酸银用硫氰酸铵液回滴定。测定方法 取本品约0.1g，精密

称定，加乙醇5ml，溶解后，加20%氢氧化钠溶液5ml，加热回流15min，放冷至室温，加水20ml与硝酸5ml，精密加硝酸银滴定液（0.1ml/L）30ml，再加邻苯二甲酸二丁酯5ml，密塞、强力振摇后，加硫酸铁铵指示液2ml，用硫氰酸铵滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。

每1ml的硝酸银滴定液（0.1mol/L）相当于6.216mg的 $C_4H_7Cl_3O_1 / 2H_2O$ 。实验中加入的邻苯二甲酸二丁酯5ml作为滴定时的凝聚剂，取代了中国药典前几版中应用的硝基苯。本品的其他定量方法，据文献报道有氢氧化钾乙醇溶液水解后，过量的氢氧化钾用盐酸液滴定，以甲红指示液指示终点：在碱性水溶液中与碘作用生成碘仿，过量的碘用硫代硫酸钠液滴定；气相色谱法也可用于药品制剂中三氯叔丁醇的测定。2.用硫酸水解后测定法如中国药典（1995年版）收录的硬脂酸镁，与定量硫酸液共沸、水解生成硬脂酸和硫酸镁，剩余的酸以氢氧化钠液滴定。测定方法取本品约1g，精密称定，精密加硫酸滴定液（0.05mol/L）50ml，煮沸至油层澄清，继续加热10min，放冷至室温，加甲基橙指示液1~2滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定。每1ml的硫酸滴定液（0.05mol/L）相当于2.016mg的MgO。（三）经氧化还原后测定法 1.碱性还原后测定 卤素结合于芳环上时，由于分子中碘的结合较牢固，需在碱性溶液中加入还原剂（如锌粉）回流，使碳-碘键断裂，形成无机碘化物后测定。泛影酸测定的还原反应式如下：测定方法取本品约0.4g，精密称定，加氢氧化钠试液30ml与锌粉1.0g，加热回流30min，放冷，冷凝管用少量水洗涤，滤过，烧瓶与滤器用水洗涤3次，每次15s，洗液与滤液合并，加冰醋酸5ml与曙红钠指示液5滴，用

硝酸银滴定液 (0.1mol / L) 滴定。每1ml的硝酸银滴定液 (0.1mol / L) 相当于20.46mg的C₁₁H₉I₃N₂O₄ 100Test 下载
频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问
www.100test.com