

药物分析之西药分析甲氧基测定法 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__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18323.htm 仪器装置 A为50ml圆底烧瓶，侧部具一内径为1mm的支管供导入二氧化碳或氮气流用；瓶颈垂直装有长约25cm、内径为9mm的直形空气冷凝管E，其上端弯曲成出口向下、并缩为内径2mm的玻璃毛细管，浸入内盛水约2ml的洗气瓶B中；洗气瓶具出口为一内径约7mm的玻璃管，其末端为内径4mm可拆卸的玻璃管，可浸入两个相连接的接受容器C、D中的第一个容器C内液面之下。

测定法 取干燥的供试品（相当于甲氧基10mg），精密称定，置烧瓶中，加熔融的苯酚2.5ml与氢碘酸5ml，连接上述装置；另在两个接受容器内，分别加入10%醋酸钾的冰醋酸溶液6与4ml，再各加溴0.2ml；通过支管将CO₂或N₂气流缓慢而均衡地(每秒钟1~2个气泡为宜)通入烧瓶，缓缓加热使温度控制在恰使沸腾液体的蒸气上升至冷凝管的半高度(约至30分钟使油液温度上升至135~140)，在此温度下通常在45分钟可完成反应(根据供试品的性质而定，如果供试品中含有多于二个甲氧基时，加热时间应延长到1~3小时)。而后拆除装置，将两只接受器的内容物倾入250ml碘瓶(内盛25%醋酸钠溶液5ml)中，并用水淋洗使总体积约为125ml，加入甲酸0.3ml，转动碘瓶至溴的颜色消失，再加入甲酸0.6ml，密塞振摇，使过量的溴完全消失，放置1~2分钟，加入碘化钾1.0g与稀硫酸5ml，用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml的硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于0.5172mg的甲氧基。

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