

药物分析：复方制剂分析示例 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_18422.htm

1. 复方阿司匹林分析 中国药典（1995）版，复方阿司匹林片剂是由阿司匹林、非那西丁、咖啡因3中有效成分。含量测定多采用以下几种类型的测定方法。1）滴定法（1）阿司匹林 A.方法：取本品20片，精密称定，研细，精密称取细粉适量（相当于阿司匹林0.5g），加约10 的中性乙醇20ml，振摇，使阿司匹林溶解，加酚酞指示液3滴，在不超过10 下，用氢氧化钠滴定溶液

（0.1mol/L）滴定，即得。 B.讨论：10 以下。防止水解水杨酸和醋酸干扰滴定；中性乙醇，排除乙醇中酸性物的干扰；但此条件仍有部分阿司匹林水解。 BP和USP采用加枸橼酸钠防止水解，但在制备制剂中往往已加入枸橼酸或酒石酸作为稳定剂，要消耗碱，使测定结果偏高，排除方法，氯仿提取后测定或采用两步酸碱滴定法。（2）非那西丁 A.方法：精密称取上述细粉适量（相当于非那西丁0.3g），置锥型瓶中，加稀硫酸25ml，缓缓加热回流40min，放冷至室温，将析出的水杨酸滤除，滤渣与锥型瓶用盐酸溶液（1 2）40ml分数次洗涤，合并滤液和洗液，加溴化钾，溶解后，以永停法指示终点，用亚硝酸钠滴定液滴定至终点，即得。（3）咖啡因 A.方法：精密称取上述细粉适量（相当于咖啡因50mg），加稀硫酸5ml，振摇数分钟，使咖啡因溶解，滤过，滤液置50ml量瓶中，滤器和滤渣用水洗涤3次，每次5ml，合并滤液和洗液，精密加入碘滴定液（0.1mol/L）25ml，用水稀释至刻度，摇匀，在25 避光放置15min，滤过，弃去初滤液，精密量取

续滤液25ml，用硫代硫酸钠滴定液（0.05mol/L）滴定至近终点，加淀粉指示液继续滴定至蓝色消失，并将滴定结果用空白试验校正，即得。 B.讨论：生物碱类药物，但碱性很弱， $P_{kb}14$ ，一般生物碱的方法均不适用，根据咖啡因在酸性条件下，与碘定量生成沉淀设计剩余碘量法，药典测定安钠咖注射液亦采用此法。 注意碘液的挥发。 2) 分光光度法 (1) 阿司匹林的测定 JP13测定复方阿司匹林散剂含量的方法： A. 方法：取本品约0.15g，精密称定，加无水乙醇30ml，振摇使溶解，并用无水乙醇准确稀释至50ml，摇匀，用干燥滤纸滤过，弃去初滤液，续滤液作为供试液。另取阿司匹林对照品（于硅胶为干燥剂的干燥器中干燥5hr）约0.05g，精密称定，用无水乙醇溶解并稀释至50ml，作为对照液。分别精密量取供试液和对照液各2ml，分别置50ml量瓶中，各准确加入0.2mol/L氢氧化钠液10ml，放置10min，并时时振摇，加溴酚蓝试液1滴，滴加0.2mol/L盐酸溶液至溶液呈黄色后，在分别加硝酸铁试液，并稀释至刻度，摇匀，分别作为T溶液和S溶液。在精密量取供试液2ml置50ml量瓶中，加0.1mol/L氯化钠试液20ml及硝酸铁试液，并稀释至刻度，摇匀，作为T'溶液。将上述T、T'及S溶液均放置10min后，以水作对照，于530nm波长处分别测定其吸收度为 A_T 、 $A_{T'}$ 及 A_S ，按以下公式计算阿司匹林的量（mg） $M=MDZHP*(A_T - A_{T'})/A_S$

B.讨论：对照品对照法 原理：在碱性条件下，阿司匹林水解后，调节溶液的pH值至2.0~3.0（溴酚蓝指示剂变为黄色），加硝酸铁试液与水解产生的水杨酸及存在的水杨酸杂质生成红紫色的配位化合物，并于其最大吸收处（530nm）测定吸收度。测定的是水杨酸的总量。供试品加氯化钠试液代替水

解液测定原已存在的水杨酸的量。二者相减为阿司匹林的量。显色反应适宜的pH值为2.0~3.0，而pH值的变化对呈色反应影响很大，因此，应加入pH2.0缓冲溶液（HCl-KCl缓冲液）控制pH值。另可用双波长紫外分光光度法测定水杨酸的含量，并将其从上述测定方法的测定结果中减去，即可排除水杨酸的干扰。方法：选择阿司匹林吸收度相等的两个波长，且水杨酸的吸收度差值较大， A 与水杨酸的浓度成正比，计算水杨酸的含量。（2）非那西丁：A.方法：酸性条件下水解，生成氨基苯乙醚，重氮化后，加N-（1-萘）-N'-二乙基-乙二胺试液，既发生偶合显色反应，于495nm波长处测定吸收度。JP改进，二步改为一步硝基化反应。方法：乙酸乙酯60 溶解，用硝酸-冰醋酸-亚硝酸钠液（1 1000）混合溶液（300：200：1），取氯层，用标准品对照法（黄色硝基化合物）（3）咖啡因的测定 A.JP方法：取本品约0.5g，精密称定，加稀盐酸10ml及水50ml，置60 水浴中，于时时振摇下，加温10~15min，放冷，准确加水至100ml，离心分离；精密量取上清液10ml，置分液漏斗A中，加水10ml及氯化钠3g，用氯仿提取4次，每次40ml，并将每次氯仿提取液依次放入预先装有NaOH试液10ml的分液漏斗B中进行洗涤，经洗涤的氯仿液用脱脂棉过滤；分液漏斗中的水层用氯仿洗涤2次，每次10ml，合并氯仿提取液和氯仿洗涤液，置水浴上蒸去氯仿，残渣加水70ml，再置约80 水浴中加热15min并时时振摇，放冷后准确加水至250ml，摇匀，作为供试品。另制对照溶液。分别精密量取供试液和对照液10ml后，各加吡啶-醋酸试液5ml，摇匀，于冰水中放置5min，再加氯化钠试液（1 20）2ml，振摇5min后，加硫代硫酸钠溶液（1 2）2ml，振摇

，继续加NaOH试液5ml，放置至室温，准确加水至50ml，摇匀；以水作对照，于460nm波长处测定吸收度，计算。7位有取代的嘌呤类药物的特殊反应茶碱不能。BP273nm直接测定。

（4）同时测定：紫外吸收不同和吸收度的加和性测定。

双波长差示分光光度法，等吸收波长的确定 3）柱分配色谱法

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