

量热滴定法测定盐酸普萘洛尔及其制剂含量**

孟繁德 张友香* 赵全芹 徐丽君 (山东医科大学药学院, 济南 250012)

摘要 利用量热滴定法测定了盐酸普萘洛尔及其制剂的含量, 讨论了分析条件及其影响因素。平均回收率为99.76%、变异系数为0.47%。

关键词 盐酸普萘洛尔 量热滴定法

盐酸普萘洛尔(心得安)的原料药及其制剂的含量测定中国药典(二部)均有收载^[1], 原料药采用非水滴定法, 制剂采用提取后分光光度法, 操作繁琐且消耗大量有刺激性的有机溶剂如冰醋酸、甲醇等。量热滴定法是以测定反应体系温度的变化为基础的容量分析方法^{[2], [3]}。本文利用盐酸普萘洛尔中 Cl^- 与标准溶液中 Ag^+ 沉淀反应的热效应来测定盐酸普萘洛尔原料药及其制剂的含量, 此法与药典法相对照, 结果满意, 并且具有简便、快速、准确的优点。

1 仪器及药品

仪器: 量热滴定仪(自制), 热敏电阻(电阻6000 Ω , 热惯常数 $<1\text{S}$); 灵敏检测器($2.8 \times 10^{-6} \text{A/G}$)。

药品: 盐酸普萘洛尔原料药(沈阳东北制药厂);

盐酸普萘洛尔片剂(济南东风制药厂); AgNO_3 标准溶液0.06761 mol/L。

2 实验方法

2.1 样品溶液的配制:

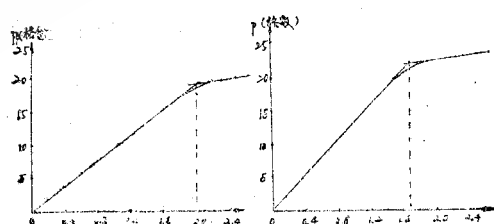
盐酸普萘洛尔原料药(I)溶液的配制: 精称 I 0.3995 g 溶解后转入500 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

盐酸普萘洛尔片剂(I_R)溶液的配制: 精称 I_R 20 片, 研细、精称片剂粉0.1003 g 溶解后转入500ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

2.2 测定方法:

精确量取样品溶液 50.00 ml 于反应器皿中, 放置一段时间使其温度均恒, 调节 AgNO_3 标准溶液的温度与样品溶液的温度相等或几乎相等, 逐渐加入一定量的标准溶液, 记录其温度变化情况。热敏电阻的阻值随温度的变化, 经电桥转换成电信号在灵敏检测器上显示出来。以反应体系温度变化为纵坐标、以标准溶液的消耗体积为横坐标绘出量热滴定曲线, 从而求出标准溶液的体积 V_1 , 计算出样品的含量。

2.3 滴定曲线的绘制:



I 原料药的量热滴定曲线

I_R 制剂的量热滴定曲线

盐酸普萘洛尔的量热滴定曲线

3、结果与讨论

3.1 测定条件的考察

3.1.1 温度本方法是测定反应体系的热效应变化来

*现在山东滨州市人民医院。

**本文曾经在《第五届全国 STTT 会议》上宣读。

指示反应终点, 因此反应器皿中溶液初始温度与标准溶液的温度应该均恒一致。本实验是在恒温25°C下进行的。

3.1.2 绝热反应体系为一镀银的玻璃真空圆瓶(约100 ml), 外面用绝热材料包裹起来, 用玻璃棒搅拌, 用热敏电阻作感温元件, 量热器只与玻璃接触, 热量损失极小。另外, 本法并不测定反应热的绝对值, 因而对绝热可以适当放宽。

3.1.3 浓度当玻璃器皿及内容液体的容积固定后, 热效应的变化仅依赖于反应物与产物的量, 样品的浓度根据药典配制。为消除稀释热的影响, 样品的浓度与标准溶液的浓度比为1:50。

3.1.4 稳定性实验: 取0.3995 g I 原料药制成一定浓度的溶液, 在25°C下放置1、2、3、4 h, 分别测定其含量, 结果无甚影响。

3.2 回收率试验:

精称I 原料药适量, 配成一定浓度的溶液, 依样品测定方法操作, 测得平均回收率为99.76%, 变异系数为0.47%。

3.3 量热滴定法与药典法比较:

3.3.1 I 原料药的热量滴定法与中国药典法比较, 见表1。

表1

批号	相当于标示量(%)	
	量热滴定法 (n = 6)	中国药典法 (n = 5)
900161	99.72 ± 0.24	99.70 ± 0.18
900820	99.84 ± 0.38	99.86 ± 0.27

3.3.2 盐酸普萘洛尔(I_R)片剂的热量滴定法与中国药典法比较, 见表2。

表2

批号	相当于标示量(%)	
	量热滴定法 (n = 6)	中国药典法 (n = 5)
900118	99.64 ± 0.44	99.63 ± 0.28
900120	99.76 ± 0.21	99.73 ± 0.24

参考文献

- 1 中国药典(二部), 542, 1990.
- 2 Greenhow, E. J. et al. Talanta. 24, 201, 1977.
- 3 孟繁德, 刘学启. 中国医药工业杂志. 上海: 上海医药工业研究院, 1992.

收稿日期: 1992—12—18