

表4 旋光法测定结果 (%)

	样品批号						平均值
	870902-1	870902-2	860412	870129	860828	861106	
旋光Ⅰ法:							
放置(min) 0	20.32	20.21	19.81	19.31	19.83	19.06	19.76
20	20.23	20.19	19.79	19.19	19.79	19.62	19.70
40	20.21	20.21	19.87	19.26	19.91	19.09	19.76
60	20.19	20.30	19.83	19.30	19.85	19.06	19.76
煮沸(min) 10	20.29	19.83	19.57	19.28	19.91	18.98	19.64
20	20.28	19.94	19.79	19.43	19.96	19.02	19.74
30	20.35	20.00	19.70	19.28	20.06	18.89	19.71
旋光Ⅱ法:							
放置(min) 0	19.75	20.25	19.47	18.37	19.50	18.12	19.24
20	20.00	20.21	19.50	18.90	19.49	18.16	19.36
40	19.93	20.18	19.54	18.58	19.54	18.08	19.31
60	19.93	20.14	19.57	18.62	19.43	18.09	19.30
煮沸(min) 10	19.75	19.89	19.47	18.37	19.50	18.06	19.17
20	19.75	19.82	19.61	18.48	19.47	18.16	19.22
30	20.00	19.93	19.57	18.65	19.50	18.16	19.30

致谢: 感谢方子季主任药师、吴骅主任医师、张西安主管药师、王菊荣药师给予指导和大力协作。

参 考 文 献

1. 中国药典1985年版, 二部, 1985: 60
2. BP1980, 1: 271

- BP1980, 2: 633 A44~45
3. 烟台地区卫生局编: 医院制剂规范 1983: 195
4. 海军后勤部卫生部: 医院制剂选编 1985: 432~33
5. 青岛市卫生局: 医院制剂规范 1983: 250
9. 于如馥·分析化学(上册), 第二版, 北京: 人民卫生出版社, 1986: 27~30

氯化铵甘草合剂中氯化铵的含量测定

空军上海第一医院 李 吉 范德贤

提要 本文报道采用佛尔哈德法测定氯化铵甘草合剂中氯化铵的含量。平均回收率: 100.03%, 变异系数0.28%。并就摩尔银量法测定偏高的原因进行了探讨。

关键词: 氯化铵; 复方甘草合剂; 摩尔银量法; 佛尔哈德银量法。

氯化铵甘草合剂中氯化铵的含量测定方法, 各地标准及制剂手册中均采用摩尔银量法^(1,2)。实际应用测得结果偏高。本文通

过实验在硝酸酸性条件下, 采用佛尔哈德银量法测定氯化铵的含量, 结果满意。

一、处方组成:

氯化铵50g, 蒸馏水100ml, 复方甘草合剂加至1000ml。

二、方法与结果:

1. 供试液制备: 准确称取105°C干燥至恒重的氯化铵约5g, 用适量蒸馏水溶解后置100ml容量瓶中, 加复方甘草合剂至刻度, 摇匀备用。

2. 测定方法: 精密吸取供试液2ml (含 NH_4Cl 0.1g) 置50ml容量瓶中, 加稀硝酸3ml, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 用

滤纸滤过, 弃去初滤液。精密吸取续滤液5ml置锥形瓶中, 加稀硝酸3ml, 再精密加入0.1mol/L AgNO_3 标准液5ml, 摇匀, 加甘油5ml, 强烈振摇后, 加硫酸铁铵指示液1ml。用0.1mol/L NH_4SCN 标准液滴定至淡红棕色即得 (每1ml 0.1mol/L AgNO_3 标准液相当于5.35mg NH_4Cl)。

3. 回收率试验: 准确称取氯化铵适量, 模拟氯化铵甘草合剂按含量测定项下方法进行测定, 计算回收率。结果见表1。

表1 氯化铵回收率试验结果

实验号	投入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	变异系数 (%)
1	10.22	10.19	99.71		
2	20.44	20.44	100.0		
3	30.65	30.63	99.93	100.0	0.28
4	40.87	40.87	100.0		
5	51.09	51.35	100.5		

4. 佛尔哈德法与摩尔银量法比较: 取医院制剂室配制的5个批号的氯化铵甘草合

剂进行测定, 结果见表2。

表2 佛尔哈德法与摩尔银量法比较

批号	佛尔哈德法 (%)	摩尔银量法 (%)	两法比较偏差 (%)	平均偏差 ± 标准差
880315	99.80	104.00	4.20	
880630	100.00	105.40	5.40	
880822	101.80	108.00	6.20	5.98 ± 0.75
890304	101.00	106.00	5.00	
890324	99.82	104.40	4.58	

三、讨论

1. 复方甘草合剂在生产工艺过程中为防止产生沉淀, 用浓氨水调节pH在碱性范围内。故用摩尔银量法测定结果偏高与其含氨有关。可生成 $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ 而溶解。且摩尔银量法不宜在含氨性溶液中进行测定。亦有报告采用加热驱氨后再用摩尔银量法测定^(3,4)。

2. 本文采用加入稀硝酸不仅满足了佛

尔哈德法测定条件的需要, 而且具有中和氨的作用。

3. 在测定过程中, 为使 AgCl 表面形成薄膜, 不再与 SCN^- 离子接触, 使结果准确, 我们加入甘油代替硝基苯, 试验证明效果满意, 和加入硝基苯比较含量测定无明显差异。通过试验甘油加入量5ml足以满足本法要求。这样不仅避免了硝基苯的毒性, 且甘油价廉易得。值得在药物分析中推广应用。

参考文献

1. 上海市卫生局编, 上海市药品标准(下册), 上海科学技术出版社, 1980; 294
2. 北京市卫生局编, 制剂手册, 人民卫生出版社, 1978; 163
3. 南京药学院主编, 分析化学, 人民卫生出版社, 1983; 136
4. 中国药学会上海分会编, 上海市医院制剂手册(第二版), 上海科学技术出版社, 1988; 21

双波长法测定复方苯甲酸酯的含量

苏州医学院附属第一医院 陶仲良 薛苏冬 金鸿滨

复方苯甲酸酯为医院常用制剂。每100.0 ml 75%乙醇中含水杨酸3.0g, 苯甲酸6.0g。中国医院制剂规范⁽¹⁾及各医院制剂手册多用中和法测定其总酸量。本文采用双波长分光光度法⁽²⁾不经分离直接测定水杨酸和苯甲酸的含量。方便快捷, 结果准确, 适合医院快速分析。

一、仪器和试剂

Beckman DV-70型分光光度计; 751G型分光光度计; 水杨酸、苯甲酸、乙醇均符合1985版中国药典

二、实验条件的选择

1. 吸收光谱的绘制

精密称取干燥至恒重的水杨酸0.15g和苯甲酸0.3g, 分别按处方加入乙醇使溶解, 并用0.1mol/L硫酸液稀释成适当浓度, 以0.1mol/L硫酸液(内含处方量乙醇)为空白, 在200nm~260nm范围内绘制紫外吸收光谱图。结果表明, 水杨酸在236.4nm波长处, 苯甲酸在229.3nm波长处均有最大吸收。见附图。

2. 波长组合的选择

按作图法在图上初选测定水杨酸的组合波长为 $\lambda_2 = 236.4\text{nm}$ 和 $\lambda_1 = 222.0\text{nm}$ 左右; 测定苯甲酸的组合波长为 $\lambda_2' = 229.3\text{nm}$ 和 $\lambda_1' = 241.5\text{nm}$ 左右。然后分别配制三种不同浓度的水杨酸(3.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ~6.6 $\mu\text{g}/\text{ml}$) 和苯甲酸(6.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ~13.2 $\mu\text{g}/\text{ml}$) 溶液进

行精选。经实验最后确定, 测定水杨酸最佳波长为 $\lambda_2 = 236.4\text{nm}$, $\lambda_1 = 222.2\text{nm}$; 测定苯甲酸最佳波长为 $\lambda_2' = 229.3\text{nm}$, $\lambda_1' = 241.8\text{nm}$ 。

三、线性关系试验

分别精密吸取每ml含水杨酸0.6mg, 苯甲酸1.2mg的标准溶液0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1.0ml分别置100.0ml容量瓶中, 用0.1mol/L硫酸液稀释至刻度, 摇匀, 以0.1mol/L硫酸液为空白, 在236.4nm与222.2nm及229.3nm与241.8nm同时测得各自的吸光度, 分别求得两组 ΔA , 并进行回归计算。

$$C_{\text{水}} = 34.75 \Delta A + 0.0886 \quad r = 0.9998$$

$$C_{\text{苯}} = 18.97 \Delta A + 0.264 \quad r = 0.9995$$

四、回收率试验

准确配制供试液5批, 再分别用0.1mol/L硫酸液稀释至每ml含水杨酸0.6mg和苯甲酸1.2mg, 分别精密吸取0.68ml-0.84ml置100.0ml容量瓶中, 用0.1mol/L硫酸液稀释至刻度, 摇匀, 依上法测定, 分别求 ΔA , 并计算水杨酸和苯甲酸的含量。结果见表1。

五、样品测定

取本院自制复方苯甲酸酯, 准确稀释, 依上法测定, 并与中和法比较, 结果见表2。

六、讨论

1. 水杨酸和苯甲酸均为有机弱酸, 在酸性溶液中较稳定。在2h、4h、6h后复测,