

· 研究简报 ·

示波极谱滴定法测定茶碱的含量

孟昭仁 战永复

(吉林师范学院化学系 吉林 132013)

茶碱系 1,3-二甲基嘌呤, 氨茶碱系茶碱和乙二胺的复盐, 前者为强心利尿药, 后者为止喘药, 其含量测定方法文献报道皆为重量法^[1], 但操作繁琐 本文采用示波极谱滴定法测定茶碱类药物中茶碱的含量, 并以示波图形的突变来确定滴定终点, 其终点直观, 且不受溶液的颜色、沉淀、赋形剂的影响, 具有准、快、简、省的特点

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: LS-1A 交流示波极谱测定仪(山东电讯七厂产品); 容量分析仪器均校正

试剂: 硝酸银标准溶液, 准确称取先经 105 °C 烘干于 2 h 的分析纯硝酸银 1.6133 g, 定容 500 mL, 浓度为 0.01899 mol/L; DDTC(二乙基二硫代氨基甲酸钠)标准溶液, 称取一定量分析纯 DDTC, 定容 500 mL, 过滤除去悬浮物, 用硝酸银标准溶液按本法标定, 浓度为 0.01514 mol/L; 茶碱及氨茶碱待测液分别为 0.5 g/L 和 1.0 g/L; 上述各溶液皆用二次蒸馏水准确配制

1.2 方法原理

茶碱在一定条件下能与硝酸银发生沉淀反应 据此, 向待测组分加入给定量(过量)的硝酸银, 待反应完全后, 以 DDTC 作滴定剂滴定剩余硝酸银 滴定过程示波图形变化如图 1 所示

底液含银离子时, 图形收缩, Ag^+ 含量愈多, 收缩愈明显, 随 DDTC 的滴加, 图形逐渐展开并伴随出现黄色沉淀, 接近终点时, 示波图形变化有予兆, 提示注意滴定速度, 过量半滴 DDTC 可使交流示波极谱图形发生突变, 产生一敏锐切口, 用以指示滴定终点很灵敏



图 1 DDTC 滴定 $AgNO_3$ 的极谱图

1) 底液图 2) 终点图

1.3 实验方法

分别准确吸取茶碱及氨茶碱待测液各 20.00 mL, 各置 100 mL 烧杯中, 在不断搅拌下分别加入给定量(过量)的 $AgNO_3$ 标准溶液, 使茶

Fig 1 Polarogram of using DDTC to titrate $AgNO_3$

碱沉淀完全,再各加 1.0 mol/L NaAc 20 mL 及 0.2% 聚乙烯醇 0.2 mL,插入电极,极性转换开关置“0”位,交流工作电压置二档,直流工作电压置 0 档,恒速电磁搅拌,然后用 DDTC 标准溶液滴定过量的 AgNO₃ 标准溶液,随 DDTC 的逐渐加入,示波图形逐渐展开,接近终点时当缓慢滴加,待到出现如图 1(2) 所示切口时而为终点

2 结果与讨论

2.1 实验条件的选择

1) 底液的组成 经筛选由 1.0 mol/L NaAc 20 mL 和 0.2% 聚乙烯醇 0.2 mL 组成的极谱底液效果最佳,DDTC 示波极谱图形切口清晰,终点变化灵敏

实验表明,NaAc 浓度在 0.5 mol/L 至 1.5 mol/L 范围内,0.2% 聚乙烯醇在 0.2 mL 与 0.3 mL 范围内均能准确测定

2) 底液的酸度 pH 值在 6—9 的范围内对滴定无影响,pH < 6 时,示波图形变化迟钝,无法滴定,pH > 9 时,滴定终点提前 本文采用 pH = 8

3) 电极对的选择 经对钨电极-汞膜电极、铂片电极-微铂电极、银电极-汞膜电极筛选实验,选择汞膜电极作指示电极,银电极作参比电极效果最佳

4) 沉淀剂的用量 沉淀剂硝酸银用量以过量 30% ~ 100% 范围内均可

5) 聚乙烯醇的影响 实验结果表明,于底液中加入聚乙烯醇后,则示波图形伸展,终点切口变化敏锐,在 20 mL 底液中加入 0.2% 聚乙烯醇 0.2 mL 到 0.3 mL 效果最佳

2.2 Ag⁺ 的回收率测定

取 1.0 mol/L NaAc 溶液 20 mL 及 0.2% 聚乙烯醇 0.2 mL 置 50 mL 烧杯中,用 10% 稀硫酸调底液 pH 为 8,准确吸取 AgNO₃ 标准溶液适量,然后按实验方法用 DDTC 标准溶液滴定,回收率测定结果见表 1

表 1 DDTC 滴定 Ag⁺ 的回收率测定结果

Tab 1 Determination of recovery of Ag⁺ with DDTC as titrant by oscillography

Ag ⁺ 加入量/mg	滴定剂		测得 Ag ⁺ 量/mg	回收率/%
	DDTC(0.01514 mol/L)用量/mL			
1.02	0.62		1.01	99.02
2.05	1.25		2.04	99.51
3.07	1.88		3.07	100.0
4.10	2.51		4.10	100.0
5.12	3.12		5.10	99.61
6.15	3.75		6.13	99.67
8.20	4.99		8.15	99.39
10.25	6.23		10.18	99.32
16.39	10.00		16.34	99.69
20.49	12.49		20.40	99.56

2.3 样品分析

1) 原料药的测定 表 2 列出按上述实验方法测定结果

2) 片剂的测量 分别取氨茶碱和茶碱片剂 10 片,准确称其重量,研成细粉 再分别称取研

磨后的氨茶碱 1.000 0 g, 茶碱 0.500 0 g, 各自加水使溶并转移到 1 000 mL 容量瓶中; 然后分别按实验方法测定, 如表 2 所示

3) 针剂的测定 取氨茶碱肌注针剂 4 支, 加水使溶转移到 1 000 mL 容量瓶中, 然后按实验方法测定, 结果见表 2

表 2 原料药及片剂、针剂测定结果

Tab 2 Detem ination results of medicam ents

药物名称	测定次数	含 量		药典法 (%)
		示波法 x (%)	RSD (%)	
氨茶碱中茶碱	10	81.38	0.03	81.35
茶碱	10	99.10	0.03	99.18
氨茶碱片* 中茶碱	5	81.26	0.05	81.28
茶碱片*	5	97.82	0.04	97.73
氨茶碱针剂中茶碱	5	77.02	0.05	77.05

* 含量为标示量

2.4 结 论

在一定条件下, DDTC 不仅能定量的沉淀 Ag^+ , 而且 DDTC 本身还是示波活性物质, 过量半滴 DDTC 便可使汞膜-银电极的示波图形发生突变, 产生一敏锐切口, 指示终点很灵敏, 又由于示波极谱滴定法对上述药物的测定结果与文献法相符, 用于代替传统的重量法, 具有快速、准确、简便、省药的实用价值

Detem ination of Theine and Theinein Am inophylline by O scillographic Titration

M eng Zhaoren Zhan Yongfu

(D ep t . of Chem. , Jilin Teacher 's Coll . , Jilin 132013)

Abstract In this paper, a method is described for the detem ination of theine and theine in am inophylline by oscillographic titration. The theine or theine in am inophylline and $AgNO_3$ can make precipitation quantitatively. The quantitative and excess $AgNO_3$ is added in it, when reaction has been completed, the residual $AgNO_3$ can be carried out directly by oscillographic titrimetry with DDTC as titrant. Trace DDTC can make a slot on oscillogram of mercury membrane and silver electrodes. Using DDTC standard solution to titrate, that is the slot appearing. It can be used to indicate end point sensitively. The characteristics of the method are being quick and exact, easy to observe the final result and saving materials.

Key words Oscillography, Titration, Theine

References

- 1 中国药典编委会 中国药典(二部), 北京: 人民卫生出版社, 1963: 580, 55