

## 研究簡報

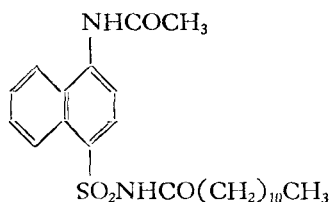
# PANS 含量測定的研究

## I. 重氮化返滴定法測定 PANS 的含量\*

蕭其杰 吳麗君

(沈阳药学院药化教研室)

PANS 是治疗乙型脑炎有效的化学药物,其化学名称为 4-乙酰氨基-萘-1-十二酰基磺酰胺(4-Acetylamine Naphtalene-1-Lauroyl-Sulfonamide),简称 PANS, 结构式如下:



本品是 Takeo Ueda 等于研究 1-氨基萘磺酸[3]衍生物抗乙型脑炎作用的同时, 从大约 700 个衍生物中发现的一种有效药物<sup>[1,2]</sup>。但迄至目前为止, 尚未见到有关本品含量测定方法的文献。为了保证质量, 确定规格, 我们提出了 PANS 含量测定的研究题目, 下面是用重氮化方法进行含量测定的经过和结果。

在采用重氮化测定 PANS 的含量之初, 我们先按一般重氮化的方法, 先将样品用硷水解, 再用酸中和后直接用亚硝酸钠标准液滴定, 所得结果很低, 无法采用。我们也采用过丙酮作溶剂, 样品经硷水解后, 用酸中和时加入丙酮, 使析出的沉淀溶解, 再按一般方法以亚硝酸钠标准液滴定; 另外, 我们也曾将样品溶解于 1:1 的丙酮—水溶液中, 直接用酸水解, 最后再按一般重氮化方法处理和滴定。这些方法, 皆因丙酮溶剂影响淀粉-碘化钾指示剂的灵敏度, 所得结果极高而失败。最后, 我们采用一般重氮化返滴定方法, 经过多次试验和改进, 找出了合适的条件和操作方法, 并得到满意的结果。

## 实 驗 部 分

試藥和样品:

20% 氫氧化鈉溶液。

溴化鉀: 化学純品。

0.1M 亚硝酸鈉标准液: 按中国药典(1953)配制。

\* 1960年2月9日收到。

盐酸:化学純.

对-氨基苯磺酸标准液: 精密称出精制的对-氨基苯磺酸 7.8321 克, 溶于 500 毫升水中, 浓度为 0.01566 克/毫升.

淀粉-碘化钾指示剂: 按中国药典(1953)配成.

样品 PANS: 所用样品系我院出产, 用 75% 乙醇精制过的純品. 熔点 198~200°C(未校正). 經元素分析(杜馬氏定氮)的結果, 計算含氮值平均为 6.25% (理論值为 6.27%, 按  $C_{24}H_{34}O_4N_2S$  計算).

操作方法: 精密称取样品 0.4~0.5 克. 加入 20% 氢氧化鈉溶液 20 毫升和蒸餾水 30 毫升使溶解. 加热, 使均匀沸騰水解一小时后, 冷却. 在冰水冷却下用盐酸中和至中性. 加入溴化钾 3 克和过量的 0.1M 亚硝酸鈉标准液(較理論量約多 2 毫升). 攪拌数分鐘后, 在冰水充分冷却并激烈攪拌下加入浓盐酸 15 毫升. 再在冰水冷却下攪拌十五分鐘. 以淀粉-碘化钾溶液作外指示剂, 用对氨基苯磺酸标准液返滴定过量的亚硝酸.

1 毫升 0.1MNaNO<sub>2</sub> 液 ≡ 44.66 毫克 PANS.

实验結果: 列表表示如下:

样品量(克)	加入 0.1MNaNO <sub>2</sub> (毫升) ( $F=1.016$ )	返滴入对-氨基苯磺酸标准液(毫升)	PANS 的含量 (%)
0.4545	12	2.34	99.00
0.4554	12	2.20	100.00
0.4570	12	2.19	99.51
0.4666	12	1.96	99.72

## 結 論

1. 用一般重氮化的方法, 将样品水解再用酸中和后直接用亚硝酸鈉标准液滴定以測定 PANS 的含量, 所得結果很低, 无法采用.

2. 用重氮化方法測定 PANS 的含量, 不能采用丙酮作溶剂, 因影响淀粉-碘化钾指示剂的灵敏度.

3. 作者采用重氮化返滴定的方法測定 PANS 的含量, 找出了合适的条件和操作法, 得到滿意的結果.

注: 样品的元素分析是我教研室元素分析室王致蓮同志所做.

## 参 考 文 献

- [ 1 ] Takeo Ueda 等, Keio J. Med., 1953, 2, 157—65.
- [ 2 ] Takeo Ueda, Pharm. Bull (Japan), 1953, 1, 379—83.
- [ 3 ] 周云程, 染料中間体的工业分析法(1958 年科学技术出版社出版).

## STUDY ON THE ESTIMATION OF PANS

### I. ESTIMATION OF PANS BY DIAZOTIZATION METHOD

HSIAO CHEE-CHIET AND WU LEE-CHÜN

*(Shenyang College of Pharmacy, Shenyang)*

#### ABSTRACT

A method for the estimation of PANS is proposed as follows:

Weigh accurately 0.4 to 0.5 gm of sample into a 200 ml beaker and dissolve in 30 ml water by the addition of 20 ml of 20 per cent sodium hydroxide solution. Heat the solution with a small flame and boil gently for one hour, cool and neutralise with hydrochloric acid under cooling with ice water. Add 3 gm of potassium bromide and an excess of M/10 sodium nitrite solution. After agitating for several minutes 15 ml of hydrochloric acid are added with thorough agitation cooling. Stir the solution continuously for fifteen minutes and back titrate the excess of sodium nitrite with a standard solution of para-aminobenzenesulfonic acid, using starch-iodide as indicator. Each ml of M/10 sodium nitrite solution is equivalent to 44.66 mg PANS.