

胃舒平片剂中铝含量测定方法研究

加建斌 (榆林学院生命科学学院, 陕西榆林 719000)

摘要 研究了胃舒平片剂中铝含量的测定方法。样品消解后, 先在pH值为7~8时, 用稀NaOH溶液将 Al^{3+} 沉淀为 $Al(OH)_3$, 再加入KI, 反应中生成的游离KOH溶液, 以酚酞为指示剂, 用HCl标准溶液滴定至终点。加标回收率(R)在96.8%~100.1%, 测定结果的相对标准偏差(RSD) < 1.0%。结果表明, 改进后的方法, 操作方便、测定快捷, 其准确度和精密度与标准法一致。

关键词 胃舒平; 铝含量; 酸碱滴定法

中图分类号 R97 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)24-07388-01

Study on the Method of Determining Aluminum Content in Compound Aluminum Hydroxide Tablets

JIA Jianbin (School of Life Science, Yulin College, Yulin, Shaanxi 719000)

Abstract The study on the method of determining aluminum content in compound aluminum hydroxide tablets was conducted. The sample was digested, the Al^{3+} was deposited as $Al(OH)_3$ with thin solution of NaOH, while that remains pH 7~8. Then, KI was added and dissociated KOH was released. With phenolphthalein as the indicator and HCl as the standard solution, dissociated KOH was titrated to end point. The recovery of standard addition was between 96.8% and 100.1%, and the relative standard deviation of determination result was < 1.0%. The results showed that the improved method was a facility-operating way with the fast determination. The accuracy and precision of this method accorded with those of national standard method.

Key words Compound aluminum hydroxide; Aluminum content; Acid base titration

胃舒平(Compound aluminum hydroxide), 别名复方氢氧化铝, 主要成分为氢氧化铝及三硅酸镁、颠茄流浸膏, 同时含有淀粉、滑石粉和液体石蜡等辅料, 具有中和胃酸、减少胃液分泌、保护胃黏膜及解痉、镇痛作用, 用于治疗胃酸过多、胃溃疡及胃痛等。其中的 $Al(OH)_3$, 起着中和胃中酸的作用。由于铝是一种慢性神经毒性物质, 过多地摄入会沉积在神经原纤维缠结和老年斑中使神经系统发生退行性改变, 从而诱发老年性痴呆、肌萎缩性侧索硬化症等疾病^[1-2]。

胃舒平片剂中铝含量的测定, 国家药典法采用的是EDTA容量滴定法^[3]。该法是在pH值3.5的样品溶液中, 加入过量的EDTA标准溶液并加热至沸, 使 Al^{3+} 与EDTA迅速反应而定量进行。反应完成后, 调节溶液pH值为5~6, 以二甲酚橙为指示剂, 再用 Zn^{2+} 标准溶液返滴定剩余的EDTA而测得Al的含量。由于该法要配制并标定EDTA和 Zn^{2+} 两种标准溶液, 因而, 实验时间较长; 同时, 该法干扰严重, 选择性不高^[4]。文献^[5-6]利用光谱法测定了复方氢氧化铝片中的铝。该法虽速度快、准确度高, 但因仪器昂贵、操作技术不易掌握, 普通实验室难以普及应用。关于氢氧化钠沉淀、氟盐置换的酸碱滴定法未见有测定胃舒平片剂中铝含量的相关报道。笔者经大量实验, 采用酸碱滴定法测定了胃舒平片中的铝含量, 收到了良好的实验效果(以下称改进法)。改进法是在样品消解后pH为7~8的溶液中, 先用稀NaOH溶液将 Al^{3+} 离子沉淀为 $Al(OH)_3$, 再加入KF, 反应中生成的游离KOH溶液, 以酚酞为指示剂, 用HCl标准溶液滴定至终点。

1 材料与方

1.1 主要试剂 HCl标准溶液: 0.10 mol/L, 在通风橱内用小量筒量取浓盐酸($\rho = 1.19$) 4.2~4.5 ml, 用水稀释至500 ml, 摇匀后, 以甲基橙为指示剂, 用270~300 干燥1 h的无水 Na_2CO_3 基准物质标定其浓度; NaOH溶液 100 g/L; HCl溶液 6 mol/L; 酚酞指示剂; 2 g/L乙醇溶液; KF(S)。所用试剂均应为分析纯级或基准试剂, 所用水为二次去离子水。

1.2 铝含量的测定 取适量胃舒平片剂, 在瓷钵中研细后用分析天平称取0.7~0.8 g(准确至0.000 1 g)于250 ml烧杯中, 分别加入10 ml HCl及15 ml HNO_3 , 盖上表面皿, 置于电热板上加热消解, 5 min后, 加入3 ml高氯酸, 去掉表面皿, 继续加热至冒白烟, 但切勿蒸干。取下冷却后, 加入8 ml 6 mol/L HCl溶液及10 ml水, 温热使残渣溶解, 试液成透明状, 冷却至室温后, 转入250 ml容量瓶中, 用水定容至刻度。

准确移取上述试液25.00 ml于250 ml三角瓶中, 加入2滴酚酞指示剂, 先用NaOH溶液中和至刚呈微红色, 再用HCl标准溶液滴至红色刚褪, 使pH值稳定在7~8(不计体积), 摇动后静置3~5 min, 使 $Al(OH)_3$ 沉淀完全。加入2 g KF, 充分摇动至溶解后, 用标定好的HCl标准溶液滴定至溶液的红色刚刚褪去, 再加少量的KF, 摇动, 若出现红色, 继续用HCl滴定, 直至加少许KF并经充分摇动后不显红色为止。记录滴定用去标准溶液的体积。

1.3 Al含量计算 按下式计算胃舒平片剂中Al的质量分数(%):

$$Al(\%) = (CV \times 10^{-3} \times 1/3 \times M) \times 10 \times 100 / m$$

式中, C、V分别表示HCl标准溶液的浓度(mol/L)和消耗的体积(ml); M为Al的相对原子质量; m_s为样品的质量(g)。

2 结果与分析

2.1 测定结果的比较 以浙江某药业有限公司生产的胃舒平为试样, 采用EDTA药典标准法进行对照实验, 以NaOH沉淀、氟盐置换的酸碱滴定法进行测定, 结果见表1。

| 方法 | A | | | | | | D | RSD | R |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|------|------------|
| | 平均 | | | | | | | | |
| 药典法 | 28.62 | 28.66 | 28.72 | 28.75 | 28.80 | 28.71 | 0.31 | 0.25 | 97.2~101.4 |
| 改进法 | 28.72 | 28.76 | 28.80 | 28.84 | 28.89 | 28.80 | 0.31 | 0.23 | 96.8~100.1 |

2.2 准确度与精密度实验 由表1可见, 两种方法测定结果的相对偏差 $D < 1.0\%$, 说明同一样品用两种不同的方法比较测定, 其结果基本相符。为了检验改进法

(上接第7388页)

品平行测定5次,分别加入 Al^{3+} 标准溶液进行了加标回收实验,其测定结果的回收率在96.8%~100.1%,说明改进法的准确度高。同时,由表1可知,测定结果的相对标准偏差,即变异系数(*RSD*)仅为0.23%,说明改进法的重现性好,精密度较为理想。

2.3 溶液的酸度及其控制 由于改进法是先先将 Al^{3+} 沉淀为 $\text{Al}(\text{OH})_3$,再加入 KF ,然后才用 HCl 标准溶液滴定析出的 KOH 。而 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 又属于两性氢氧化物,所以,为使 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 既沉淀完全而又不致溶解,其溶液的酸度应控制适当。一般来讲,当 Al^{3+} 的浓度在10 mmol/L以下时, Al^{3+} 在pH值4.0时开始形成沉淀,pH值为10~12时溶解。实验表明,适宜的pH值为7~8,pH值过高或过低均不利于 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的生成,且易使共存的 Mg^{2+} 离子生成沉淀而干扰测定。改进法用稀 NaOH 及 HCl 溶液调节其酸度,至酚酞的红色刚刚消失即可。

2.4 共存离子的干扰 根据胃舒平片剂中可能存在的金属离子,进行了 Mg^{2+} 的干扰实验,对于0.5 ng/L的含铝测

试液,当相对误差 $< \pm 5\%$ 时,小于8倍的 Mg^{2+} 不干扰 Al^{3+} 的测定。而试液中 Mg^{2+} 的含量远小于此限量。故改进法无干扰。

3 结论

改进法与EDTA国家药典法均可作为复方氢氧化铝片剂中铝含量的测定方法。但改进法方便、快捷、准确、干扰小,既可快速测定胃舒平中铝的含量,也可测定硫糖铝等含铝药剂中的铝,值得推广使用。

参考文献

- [1] 唐焕文,谢佩意,胡万达.铝的神经毒作用机理研究进展[J].中国职业药学,2001,28(3):42.
- [2] 傅洪军.铝的神经毒性与老年性痴呆的研究进展[J].国外医学:卫生学分册,2001(6):337.
- [3] 中华人民共和国卫生部药典委员会.中华人民共和国药典[M].北京:化学工业出版社,1995:493.
- [4] 华中师范大学,东北师范大学,陕西师范大学.分析化学实验[M].3版.北京:高等教育出版社,2001:73-74.
- [5] 贾文平,李芳,张利龙,等.增敏火焰原子吸收法测定复方氢氧化铝片中的铝[J].台州学院学报,2005,27(3):71-73.
- [6] 郑永军,陈明玉,杨光.等离子发射光谱法测定胃舒平中的镁和铝[J].济宁医学院学报,2005,28(3):33.