

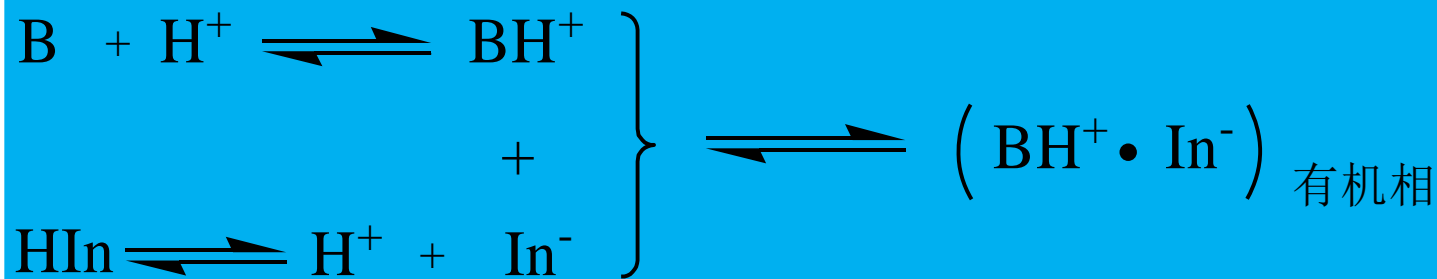
# 实验6 酸性染料比色法测定

硫酸阿托品注射液的含量

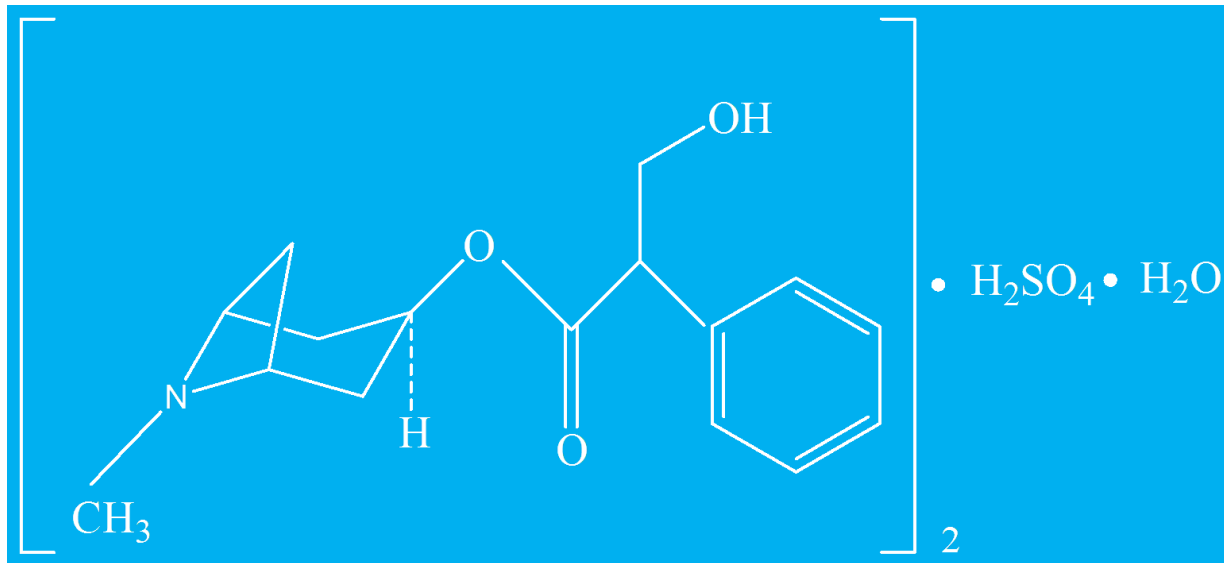
# 一、实验目的：

通过硫酸阿托品注射液含量测定，掌握酸性染料比色法的操作条件。

# 二、实验原理：



## 二、实验原理：



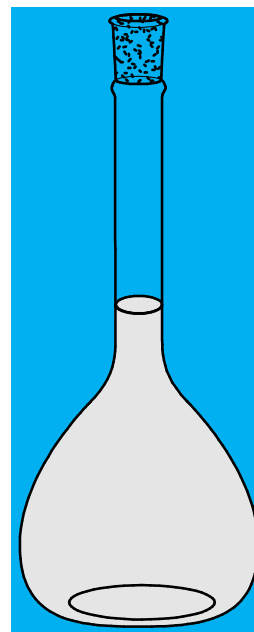
硫酸阿托品  $(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  694.84



### 三、实验操作：

#### 1、对照液的制备

已事先制备好，浓度见试剂瓶。



#### 2、供试液的制备

精密移取硫酸阿托品注射液1.0mL，置10mL容量瓶中，水稀释至刻度，摇匀，即得。



### 3、 提取测定

水（空白）  
阿托品对照液  
阿托品供试液2份

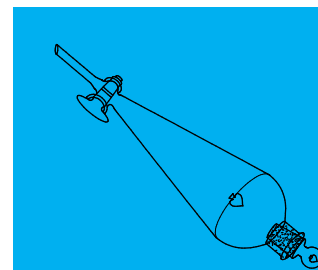
精密吸取

2.0mL



溴甲酚绿染料

2.0mL



氯仿

10.0mL

振摇，放气

3-4次，2分钟后

静置，待分层

水层

弃去

氯仿层

置10mL试管

无水硫酸钠

脱水

420nm进行紫外测定。



## 4、 仪器操作



### UV-2000紫外-可见分光光度计操作规程

- 1、仪器预热20分钟以上，调节旋钮选择测定波长。
- 2、用手接触比色杯磨砂面，将样品溶液和参比溶液分别倒入比色杯中，用溶液分别淋洗2-3次，溶液倒入约三分之二位置，用软纸擦干比色杯四周，**切忌将溶液带入仪器内部。**
- 3、打开样品室盖，将盛有样品溶液和参比溶液的比色杯分别插入比色槽（通常将参比液放入第一个槽位），盖上样品室盖。
- 4、将参比溶液推（拉）至光路中，按“100%.inc”键，使显示器显示的“BLA”直至显示“0.000”A为止。
- 5、将样品溶液拉（推）至光路中，读取数据，依次测定。
- 6、测定完毕后，关闭仪器开关，拔下电源。倾出溶液至废液杯中，比色杯用合适溶剂清洗，再用无水乙醇淋洗，擦干放好。

## 4、 仪器操作



- ✓ 比色皿不要用水洗（实验未结束）；
- ✓ 比色皿的四边和底边都擦拭干净，防止腐蚀仪器和比色皿架；
- ✓ 比色皿按空白（最外）、对照、样1、样2位置摆放；
- ✓ 用好后，把溶液倒出，比色皿擦干净按顺序放在比色皿架上供下一组同学使用；
- ✓ 最后一个同学乙醇、水洗比色皿，至清洗干净；



## 4、 仪器操作



水



对照或样品





## 四、数据记录与计算

$$\text{标示量}\% = 1.027 \times \frac{A_{\text{试}} \times C_{\text{对}} \times \text{稀释倍数}}{A_{\text{标}} \times \text{标示量}} \times 100\%$$

本法中换算系数1.027（694.85/676.83）系无水硫酸阿托品相当于硫酸阿托品；

此处是指硫酸阿托品在注射液中的标示百分含量；

标示量：1mL硫酸阿托品注射液含硫酸阿托品0.5 mg。



## 五、结论

中国药典（2015版规定），含硫酸阿托品 应为标示量的？

## 六、注意事项

- 1、分液漏斗检漏；
- 2、平行操作；
- 3、氯仿废液回收，水封住液面；
- 4、紫外分光光度计的使用；



# 实验八 盐酸去氧肾上腺素原料药鉴别、杂质检查和含量测定



## 鉴别

### 红外分光光度法

在 $4000\sim 400\text{cm}^{-1}$ 波数范围内测定物质的吸收光谱，用于化合物的鉴别、检查或含量测定的方法。

盐酸去氧肾上腺素的红外吸收光谱与对照的图谱一致（光谱集819图）。

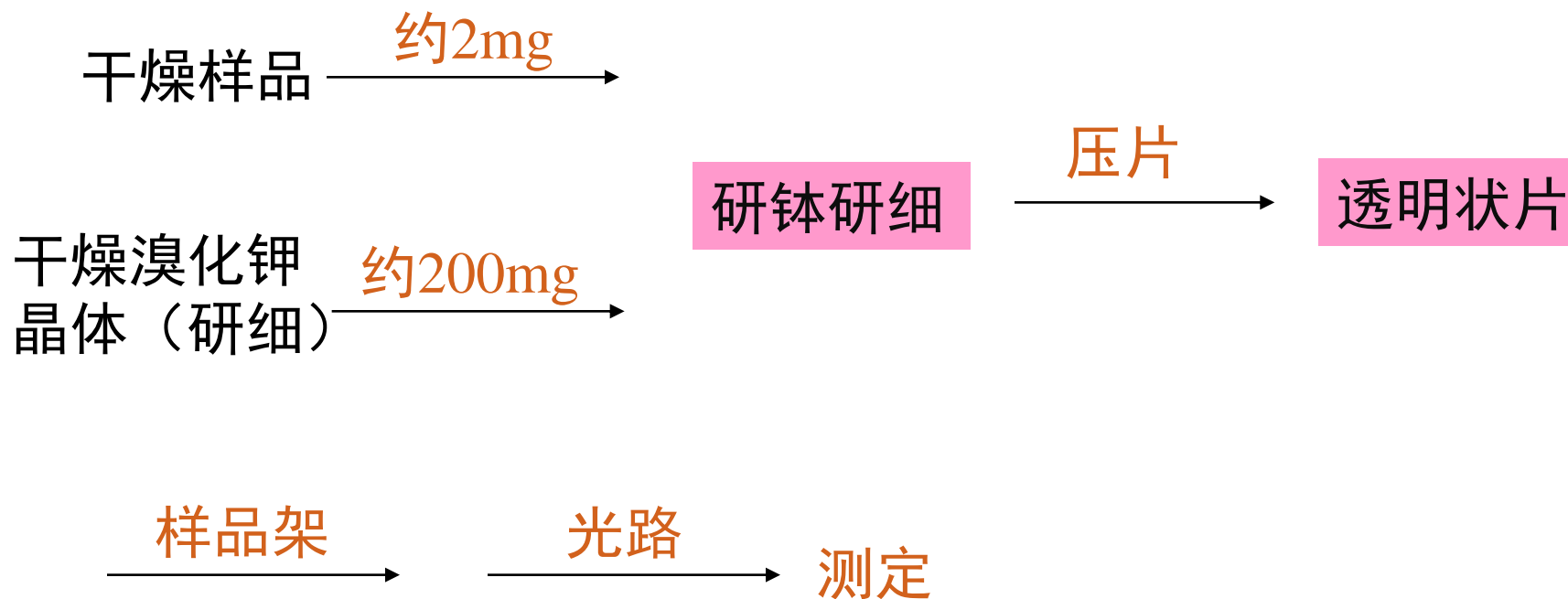
实验操作：

（每4人做一份）



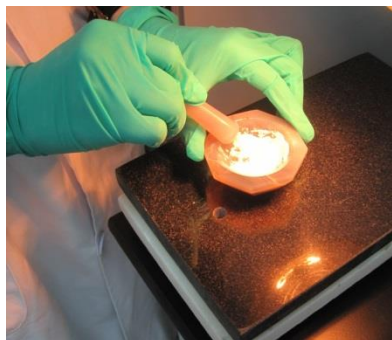
# Procedures and methods

## 红外压片法



# 压片过程

## 样品准备

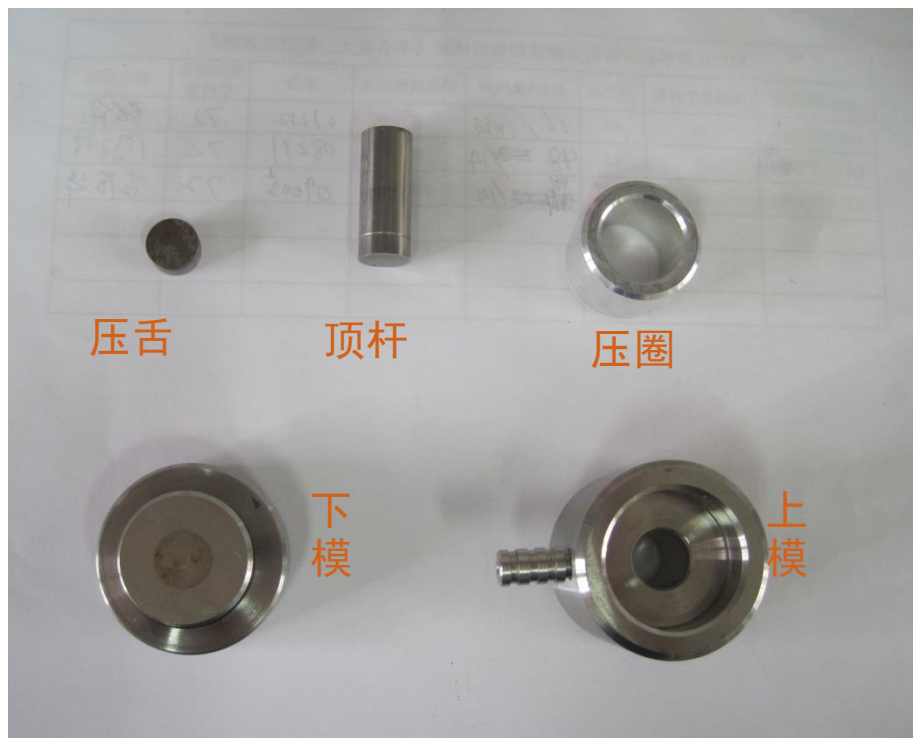


溴化钾晶体研细



混入样品研细

## 冲模组成



实验目的与要求

实验原理

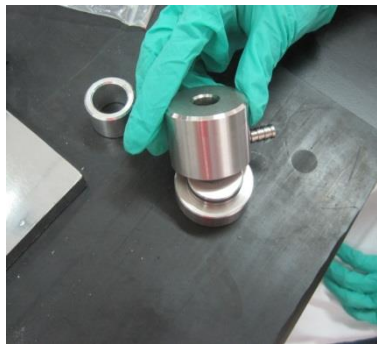
实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Procedures and methods

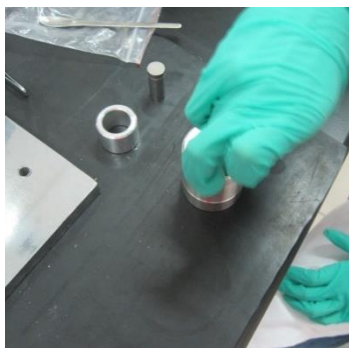
填入  
冲模



上模倒置，放  
在下模上



上模放反了，  
凹槽应向下



在上模孔中，放入压舌，压舌光洁度  
高的一面朝上放

实验目的与要求

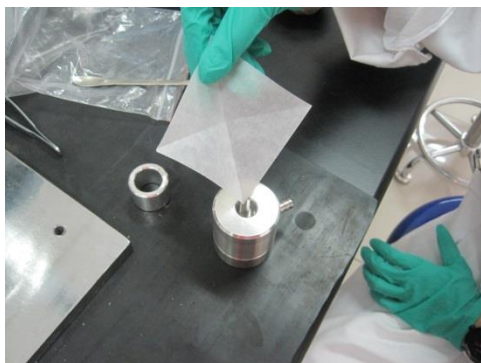
实验原理

实验操作

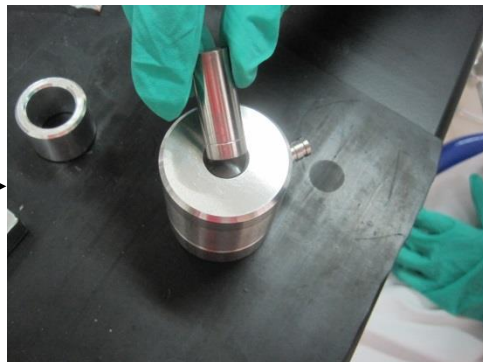
仪器与注意事项

思考题

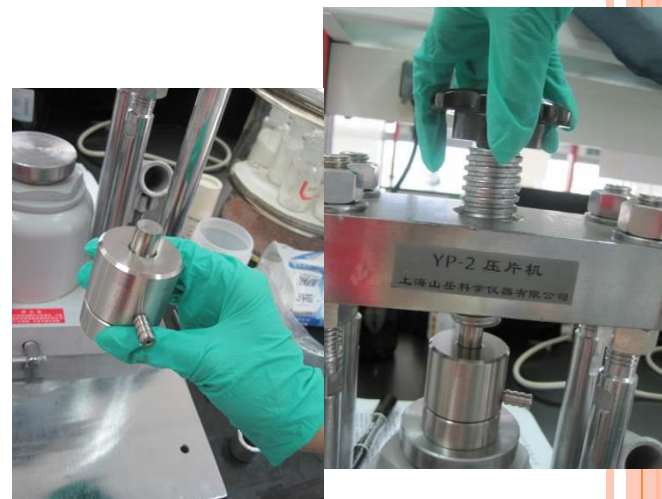
# Procedures and methods



压舌上放入研细的样品和氯化钾混合物，轻微晃动，粉末应保持平整



放入顶杆



放置于压片机工作台中央，旋紧螺丝

实验目的与要求

实验原理

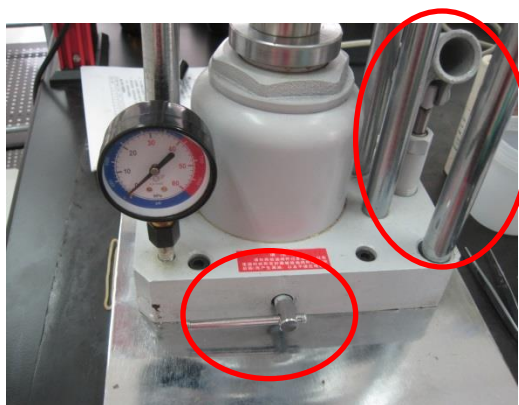
实验操作

仪器与注意事项

思考题



# Procedures and methods



螺杆置于右侧

手柄和手孔



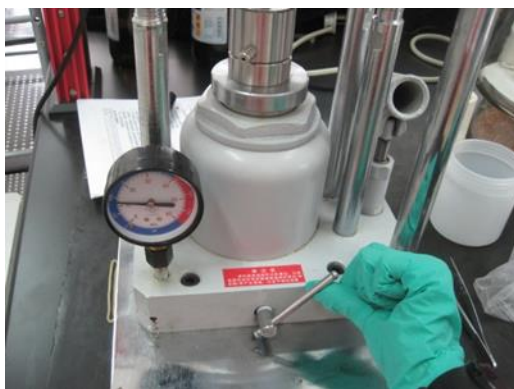
手柄插入压片机的  
手孔中



压力应不超过  
30MPa



保持3-5分钟



螺杆逆时针旋  
约30度，轻轻  
泄压



取下模具，

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Procedures and methods



去下模，换上压圈，在置于压片台中央，旋紧螺杆，直到压舌脱出，接好样品片



样品片置于样品架凹槽里

整个样品架置于仪器测定位置处

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

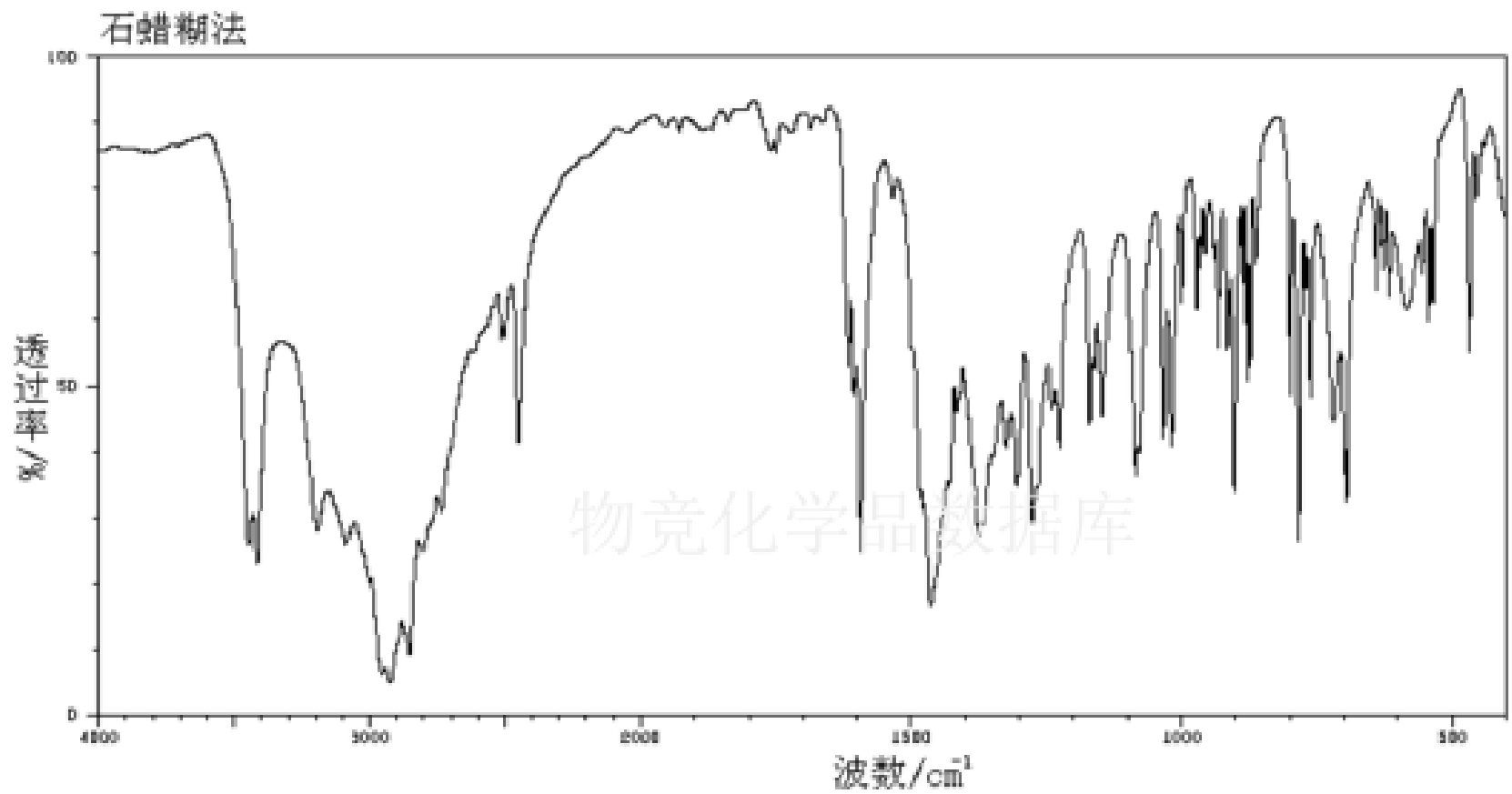
思考题

# Attention

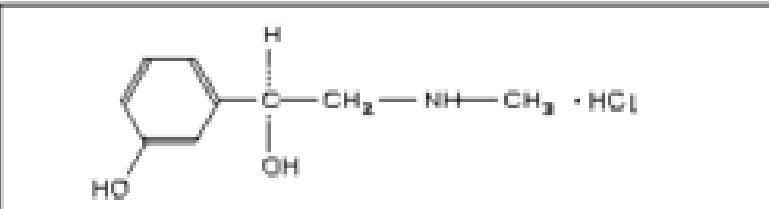
- 压片过程中，物料必须磨细并混合均匀；
- 压片完成后，所有模具应该用无水酒精棉洗干净；
- 实验室废液的处理



# 盐酸去氧肾上腺素的标准红外图谱

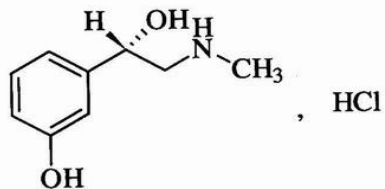


3448	24	2864	9	1417	44	1240	44	1020	38
3416	21	2803	23	1376	26	1226	58	903	32
3195	26	2734	29	1360	27	1171	42	800	46
3069	26	2460	30	1326	30	1147	43	769	26
2956	6	1805	48	1306	33	1085	55	720	42
2942	6	1594	23	1276	27	1079	58	701	58
2924	4	1484	16	1256	33	1034	41	696	31



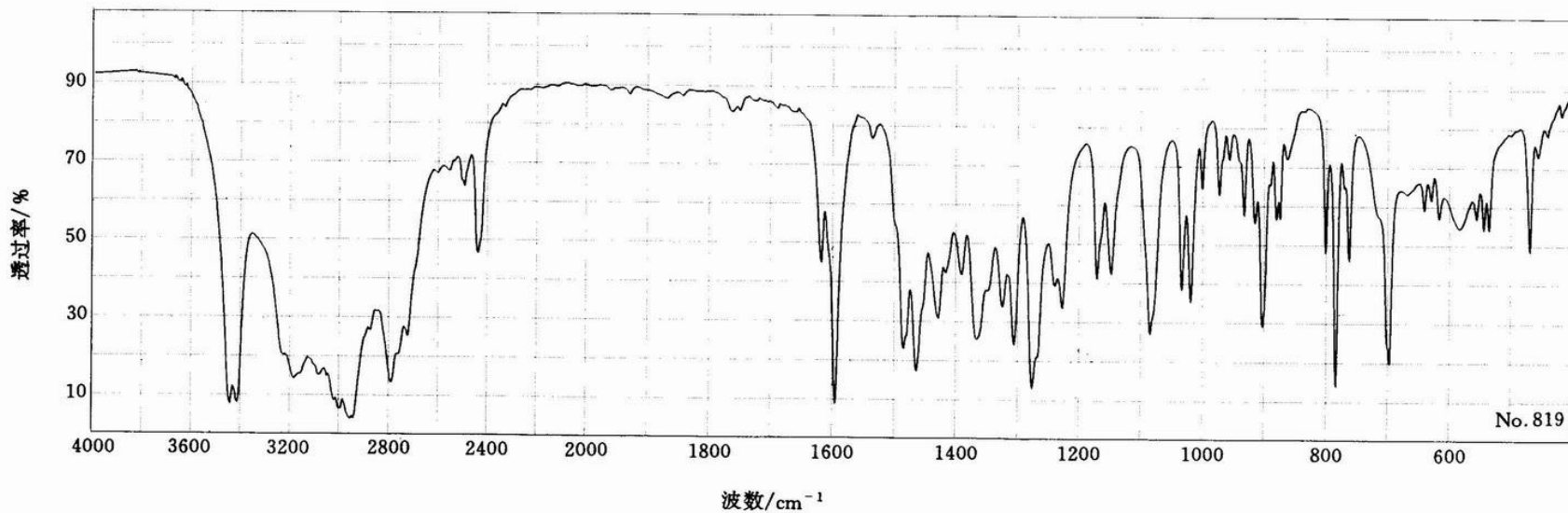
# 中文名: 盐酸去氧肾上腺素 **盐酸去氧肾上腺素的标准红外图谱-药典标准**

英文名: Phenylephrine Hydrochloride



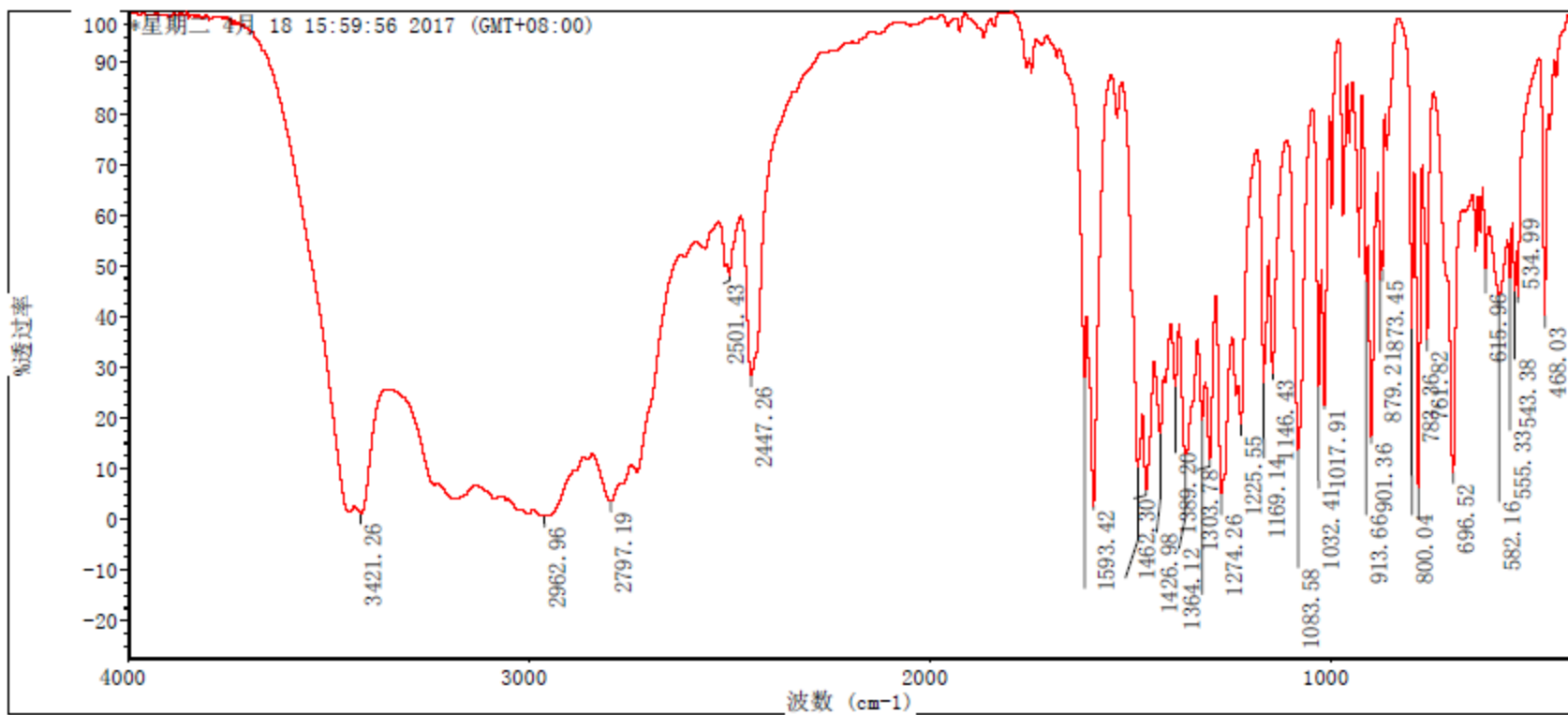
分子式:  $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$

试样制备: KBr 压片法



光谱号 819

# 结果



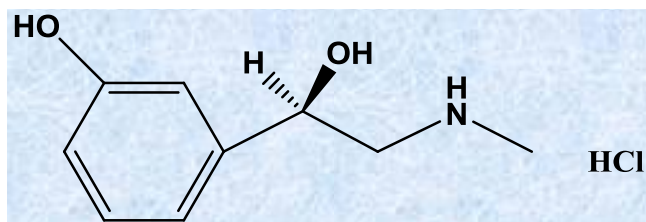
# 检查

## 紫外-可见分光光度法

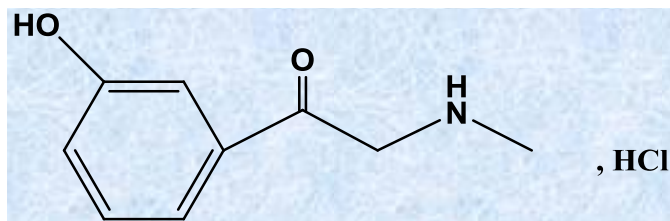
在190~800nm波长范围内测定物质的吸光度。

用于鉴别、杂质检查和定量测定的方法。

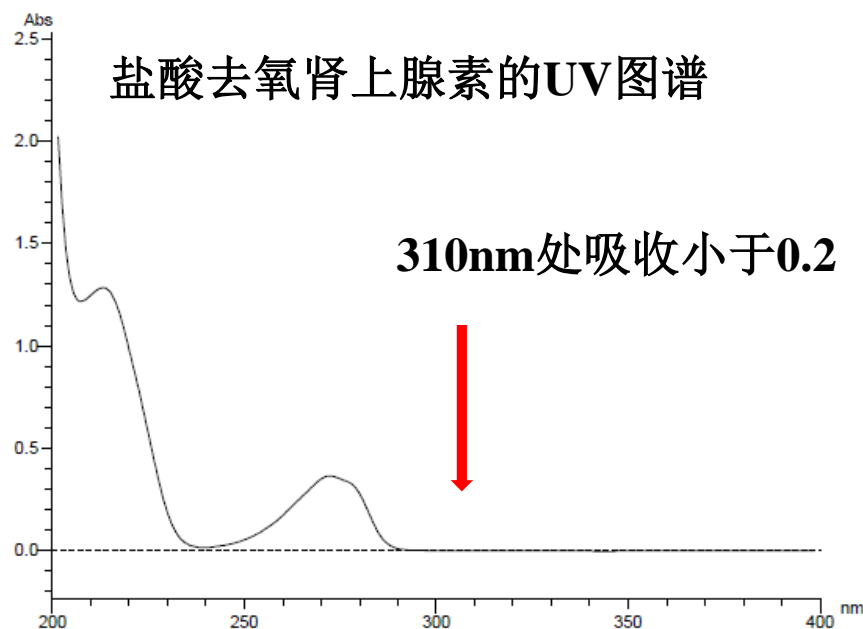
盐酸去氧肾上腺素和盐酸去氧肾上腺素酮体。



盐酸去氧肾上腺素



酮体



## 检 查

### ○ 酮体

取本品2.0g，置100mL量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀（已制备好）。

取2mL，置10mL量瓶中，用0.01mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。照紫外-可见光谱法（通则0401），在310nm的波长处测定吸光度，不得大于0.20。

（每4人做一份）





# 检 查

## 最大吸收

取酮体检查溶液100 $\mu$ L用0.01mol/L盐酸溶液稀释至10mL，进行最大扫描（200-400nm）测定。

（每4人做一份）



**203的同学按顺序先做去氧肾上腺素红外--紫外-阿托品，**

**204的同学柜号1-33号先做阿托品-紫外-红外，**

**34-64先做阿托品-紫外-红外。**



谢谢大家！

