



# 药物分析实验

## 实验七——氧瓶燃烧法测定 含卤素药物含量



药物分析实验教学中心

沈阳药科大学



# 氧瓶燃烧法测定含卤素药物含量

## ■ 实验目的

1. 掌握氧瓶燃烧法的基本原理与方法
2. 熟悉含卤素药物含量测定的方法与操作

沈阳药科大学



# 一、氧瓶燃烧法简介

- 原理：有机药物在充满氧气的燃烧瓶中完全燃烧后，共价结合的待测元素转化为无机的氧化物或无氧酸，被吸收于吸收液中，采用适当方法测定
- 应用：含卤素，硫，磷，硒等元素药物的检查与测定

沈阳药科大学



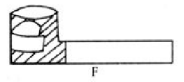
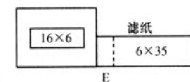
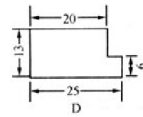
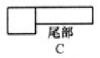
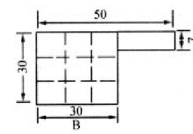
# 一、氧瓶燃烧法简介

## ■ 仪器装置

- 铂丝: 1mm; 2/3瓶高
- 燃烧瓶: 硬质玻璃/石英

10-20mg: 500ml

200mg: 1000-2000ml



单位 mm

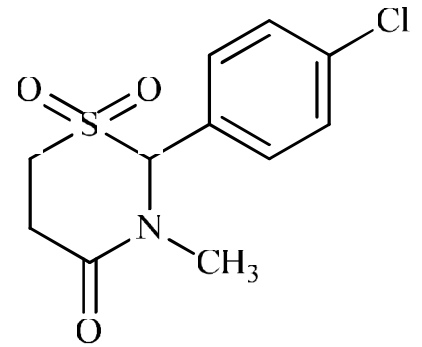
沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (一) 实验药品

- 氯美扎酮，化学名：  
3-甲基-2-(4-氯苯基)-1,3-  
氢化噻嗪-4-酮-1,1-二氧化物



$C_{11}H_{12}ClNO_3S=273.74$   
CAS: 80-77-3

- 氯美扎酮片 (规格: 0.2g) 含氯美扎酮



( $C_{11}H_{12}ClNO_3S$ ) 应为标示量的93.0%~107.0%

沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (二) 实验原理

氯美扎酮片粉在氧气中充分燃烧后，有机物分解生成二氧化碳和水，有机结合的氯转变为氯化氢；燃烧产物以氢氧化钠液吸收后，用硝酸汞滴定液 (0.005mol/L) 滴定，以二苯卡巴腓-溴酚蓝混合液为指示剂，终点为玫瑰紫色

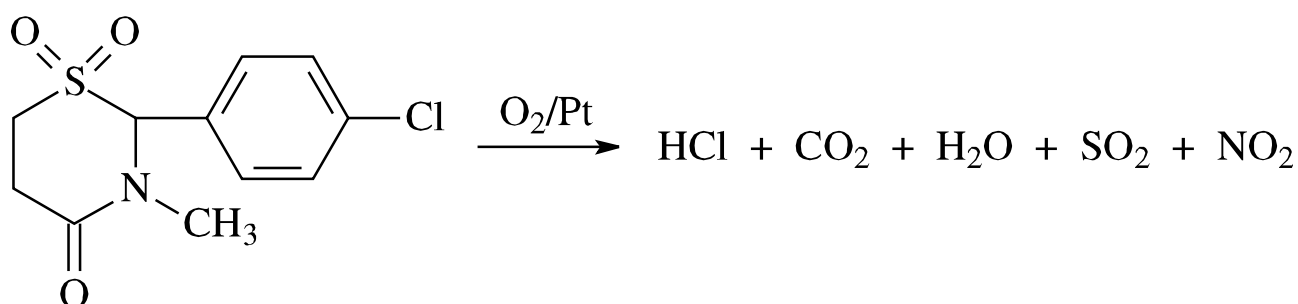
沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (三) 实验内容

#### 1. 燃烧



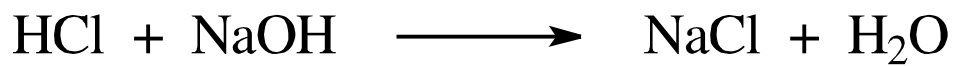
沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (三) 实验内容

#### 2. 吸收



0.2mol/L氢氧化钠溶液10ml为吸收液

沈阳药科大学

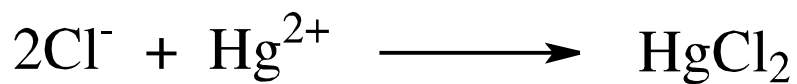




## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (三) 实验内容

#### 3. 滴定



硝酸汞滴定液（0.005mol/L）

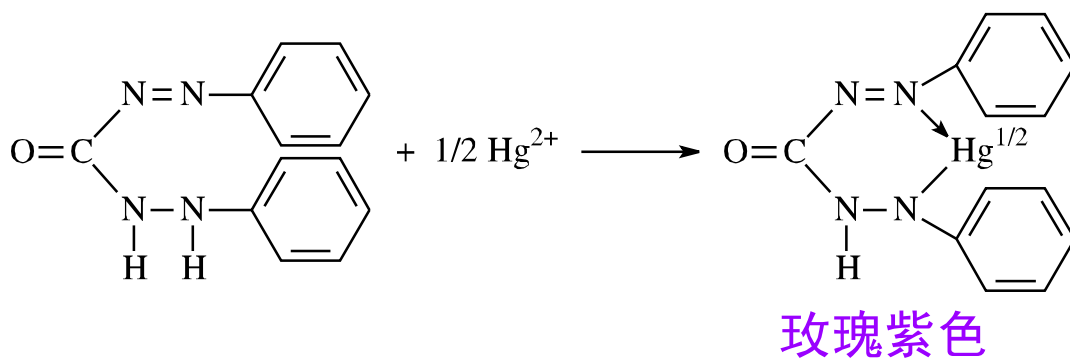
沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (三) 实验内容

#### 4. 终点指示



溴酚蓝与二苯偶氮碳酸肼混合指示液

沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (三) 实验内容

#### 5. 结果计算

$$\text{标示量}\% = \frac{V \times T \times F \times \text{平均片重}}{W \times \text{标示量(g/片)}} \times 100\%$$

沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (四) 操作

- 样品制备——称样、滤纸包裹、固定, 备用
- 燃烧瓶准备——瓶内加吸收液、通入氧气
- 燃烧——点燃样品, 置燃烧瓶内(燃烧至无残渣)
- 吸收——振摇(吸收至无烟雾)
- 测定——采用适当方法(滴定)

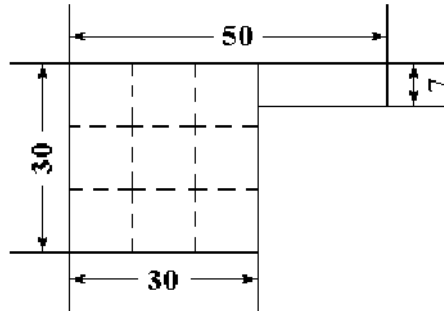
沈阳药科大学



# 氧瓶燃烧法操作

## 1. 样品制备

- 称样
- 滤纸包裹 ⇒
- 固定
- 备用

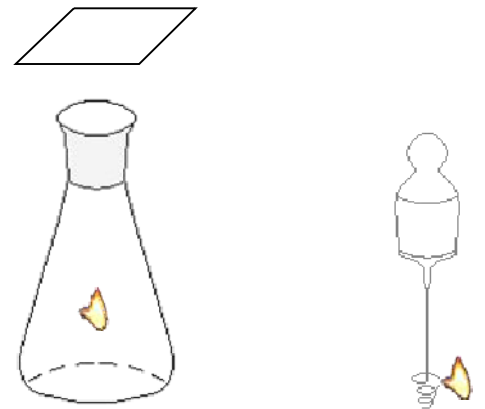


沈阳药科大学



# 氧瓶燃烧法操作

2. 燃烧瓶准备——瓶内加吸收液、通入氧气
3. 燃烧——点燃样品  
置燃烧瓶内
4. 吸收——振摇(吸收至无烟雾)
5. 测定——采用适当方法(滴定)



沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (五) 注意事项

- 氧气充足——急速通氧气1-2min
- 吸收完全——振摇30min至无烟雾  
碘-紫色; 溴-棕色; 氯, 氟-白色; 硫-黄色; 磷-白色
- 防爆——高温, 高压 (防护措施)

沈阳药科大学



## 二、氯美扎酮片的含量测定

### (六) 操作演示

[观看Flash/视频](#)



沈阳药科大学