

# Chelatometric Titration에 의한 PAS 와

## INAH 合劑中의 INAH의 定量法

藥品 檢定 科

### 緒 論

INAH의 定量法으로는 沃度法 比重法 比色法 Polarography에 의한 定量法 및 非水溶液滴定法等이 報告된바 있다. 然이나 本衛生試驗所에서는 르단카드미움  $Cd(OHS)_2$ 에 依해서 히드라진 (hydrazide) 아미노피린 (Aminopyrin) 등의 化合物이 定量的으로 沈澱하므로 Chelatometric Titration에 依하여 過剩의 Cd Ion을 EDTA 試液으로 逆滴定하여 實際 INAH, PAS 合劑中에서 INAH의 定량을 實施하였다.

### 實 驗 方 法

#### A) 實驗材料

實驗材料로서는 INAH의 標準物質 U.S.P 15改正에 準하는것과 實際合劑로서의 主成分인 Ca-PAS와 Na-PAS의 標準物質을 U.S.P 15改正에 準하는것을 使用하였고 各各 70°C로 真空乾燥器에서 3~4時間 乾燥하여 使用하였다. 이 實驗에 使用한 물은 蒸溜水를 Ambarite 120인 Ion交換樹脂로 處理하였다.

B) 試 藥

i) 0.25M Cd(CNS)<sub>2</sub> 溶液

ii) 0.01M EDTA 溶液

iii) Hexamine 緩衝液 (PH 5.4) Hexamine 40g 濃塩酸 10ml  
蒸溜水 100ml 의 混液

C) 操 作

처음에는 INAH 单独으로 그 回收량을 보았고 다음 各各 Na-PAS 와 Ca-PAS 만을 使用하여 空試驗을 하였다. 그다음에 INAH 와 Na-PAS 를 混合한것과 INAH 와 Ca-PAS 를 混合한것中의 INAH 를 定量하였고 殘液으로서 同時에 Ca-PAS 와 Na-PAS 를 定量하였다.

實驗: ① INAH 만을 精秤하여 15ml 의 물에 溶解시킨後 0.25 M Cd(CNS)<sub>2</sub> 溶液 5ml 를 加하여 全량을 20ml 로하여 沈澱이 完結되면 이것을 遠心分離하여 上澄液의 10ml 를 精密히 取하여 Erlenmyer Flask 에 넣고 물 10ml 를 加해서 稀釈하고 X.O (Xylenol Orange) 를 Indicator 로하여 Hexamine 緩衝液을 加하여 PH 5.0 ~ 6.0 이 되도록한後 0.01M EDTA 試液으로 逆滴定 하였다.

End-Point 는 赤色이 黄色으로 變하는 點이다.

0.01M EDTA 液 1ml = 1.3714mg INAH

그 結果는 第一表와 같다.

TABLE I ( $X \pm S.D. = 101.00 \pm 0.23$ )

No	Taken (mg)	Recovery (mg)	Recovery (%)
1	50	50.39	100.78
2	50	50.53	101.06
3	100	100.78	100.78
4	100	101.06	101.06
5	100	101.34	101.34

Titration of INAH in EDTA-method.

實驗: ② 各各 Na-PAS 와 Ca-PAS 만을 가지고 Cd(CNS)<sub>2</sub> 試液 1ml 를 加하여 空試驗을한 EDTA 試液의 消費量과 물을 使用하여 空試驗한 消費量과 同一하였다. 即 Cd(CNS)<sub>2</sub> 溶液은 Na-PAS 와 Ca-PAS 에 對하여 아무런 障礙가 없다.

實驗: ③ 이번에는 Na-PAS 와 INAH, 그리고 Ca-PAS 와 INAH 를 다음表와 같은 比率로 精稱하여 混合한것에 對하여 INAH 를 定量하였다. 그方法은 亦是 INAH 만을 使用하여 定量하는法과 同一하며 그結果는 各各 第二表와 第三表와 같다.

TABLE II  $X \pm S.D. = 100.22 \pm 0.68$

No	Taken (mg)		Recovery (mg)	Recovery (%)
	INAH	Na-PAS		
1	100	100	99.94	99.94
2	100	100	101.00	101.00
3	100	300	100.29	100.29
4	100	300	99.22	99.22
5	100	300	100.64	100.64

Titration of INAH in Na-PAS, INAH Powder

TABLE III ( $\bar{X} \pm S.D. = 100.30 \pm 0.77$ )

No	Taken (mg)		Recovery (mg)	Recovery (%)
	INAH	Ca-PAS		
1	100	100	100.32	100.32
2	100	100	101.24	101.24
3	100	300	99.86	99.86
4	100	300	100.73	100.73
5	100	300	99.34	99.34

Titration of INAH in Ca-PAS, INAH Powder.

실험: ㉔ ㉕의 실험에서의 잔액의 一定량을 취하여 Ca-PAS는 N.N指示薬으로 Chelatometric Titration에 의하여 直接 滴定하였고 Na-PAS는 大韓藥典의 亞硝酸法으로 定量할수 있었다.

#### 考察 및 結論

以上 前述한바 結果를 보면 INAH와 Na-PAS, INAH와 Ca-PAS를 混合하였을때 INAH의 取得量 %는 各各 100.22%와 100.30%인데 이들 數字의 差는 有意義한 差가 아니고 이 定量法 自体가 逆滴定인 同時에 實驗操作過程에 따르는 誤差라고 본다. 또한 全体的 實驗誤差는 不過 2.02%인것으로 보아 이 實驗은 正確한 것이라고 본다.

此方法은 他方法에 比하여 特別한 器機와 設備를 要하지않는 方法이며 簡便하고 正確한 實驗方法이라고 思料된다.