

电位滴定法测定坎利酮酸钾的含量

1 前言

坎利酮酸钾是一种分子式为 $C_{22}H_{29}KO_4$ 的药物，该方案是利用 T860 全自动电位滴定仪，通过高氯酸非水滴定来测定该药品有效成分的含量，看其含量指标是否符合大批量生产要求。该方案实验流程简单，耗时少，且避免了人工判断终点带来的主观误差，是检测该类药品含量的不错选择。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T860 电位滴定仪，复合 PH 电极。

2.2 试剂

高氯酸标准溶液（0.1 mol/L），冰醋酸。

3 实验方法

3.1 实验步骤

(1) 准确称取 0.15g(精确至 0.0001g)邻苯二甲酸氢钾基准试剂，置于干燥的滴定杯中，加入 50mL 冰醋酸溶液，温热搅拌使其完全溶解，置于搅拌台上，插入电极，用高氯酸滴定液滴定至电位突越终点，记录滴定体积，重复三次，同时做空白滴定实验。计算滴定液的浓度。

(2) 准确称取试样 0.2g(准确到 0.0001g)置于干燥的滴定杯中，加入 50mL 冰醋酸溶解，开启搅拌 20s，保证试样完全溶解，插入电极，用标定好的高氯酸滴定液滴定至电位突越终点，记下滴定体积，重复 3 次，同时做空白体积。

3.2 参数设置

终点数	1	结束体积	20mL
电位突越量	500mV	最小添加体积	0.02mL

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	样品编号	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	空白体积 V ₀ (mL)	含量 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
坎利酮 酸钾	1	0.1029	0.20061	5.245	0.021	106.158	106.3507	0.16
	2		0.20080	5.264		106.443		
	3		0.20044	5.255		106.451		

计算公式：

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 396.56}{1000m} \times 100$$

式中：

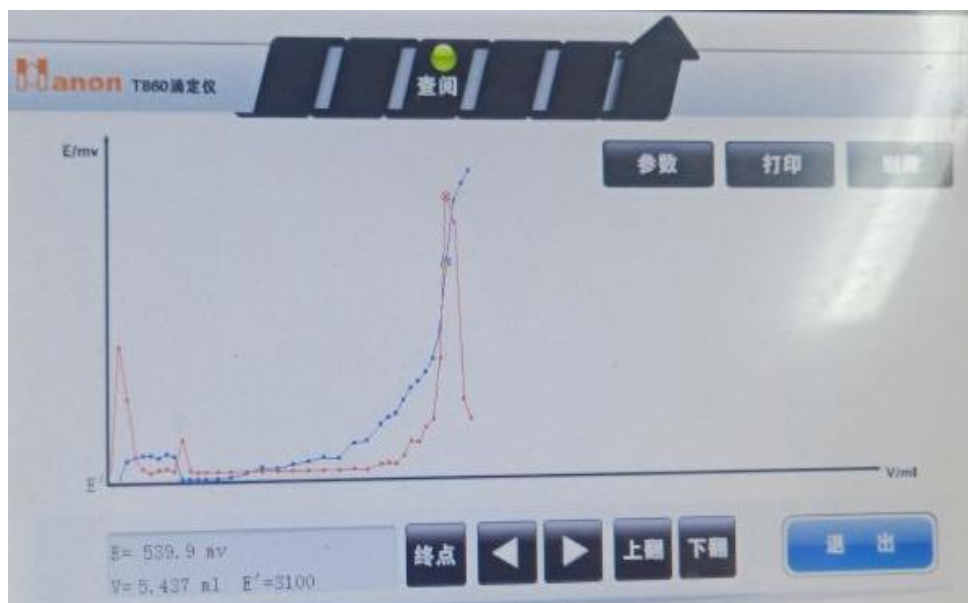
m 是称取试样的质量;

V₁ 是消耗滴定剂的量;

V₀ 是空白体积;

396.56 是 C₂₂H₂₉KO₄ 的分子质量

4.2 实验图谱



4.3 结论

用 T860 全自动电位滴定仪测定坎利酮酸钾的含量结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内，且 $RSD \leq 0.5\%$ ，T860 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。

海能技术