

# 电位滴定法测定聚山梨酯 80 中过氧化值含量

## 1 前言

作为一种多元醇型非离子表面活性剂，聚山梨酯 80 属对电解质有显著的抵抗力，亲水性强，能够与多种药物良好配伍，且具有低毒特点，广泛应用于液体、半固体、固体制剂中，作 O/W 型乳化剂、增溶剂、湿润剂、分散剂和稳定剂。研究表明，聚山梨酯 80 过氧化值含量与制剂主成分含量呈负相关，测定其过氧化值含量对保证制剂产品质量具有重要意义。

本文参照《中国药典 2020 年版通则 0713 脂肪与脂肪油测定法 过氧化值》，采用电位滴定的方式，改进了聚山梨酯 80 中过氧化值含量的测定方法，结果精准可靠。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

T960 电位测定仪、9222PT 复合氧化还原电极。

### 2.2 试剂

乙酸、异辛烷、碘化钾、0.01mol/L 的硫代硫酸钠。

## 3 实验方法

### 3.1 实验步骤

精密称定试样（精确至 0.0001g），置于滴定杯中，加入 30mL 乙酸-异辛烷（3：2）溶解，加入 0.5mL 碘化钾试液，盖上盖子反应  $60 \pm 1s$ ，立即加水 30mL，用 0.01mol/L 的硫代硫酸钠滴定。同时用空白试验校正。

### 3.2 参数设置

滴定类型:	动态滴定	方法名:	硫代硫酸钠滴定过氧化值
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	铂复合电极	参比电极:	无
搅拌速度:	6	预搅拌时间:	30s
电极平衡时间:	6s	电极平衡电位:	1mv
滴定速度:	慢	滴定前平衡电位:	6mv
最小添加体积:	0.02mL	结束体积:	10mL
滴定剂名称:	硫代硫酸钠	理论浓度:	0.01008

## 4 结果与讨论

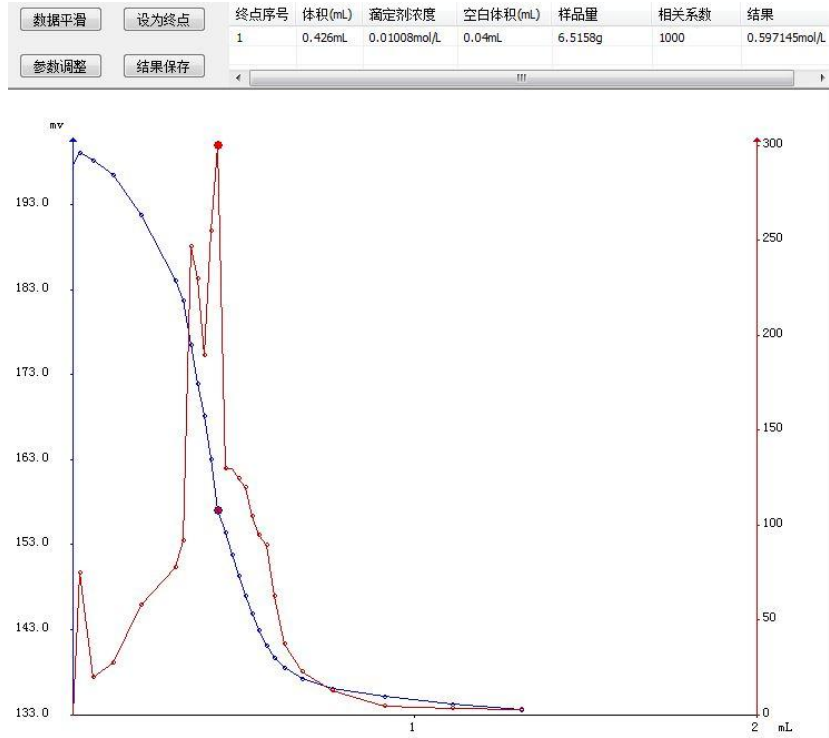
### 4.1 实验结果

经过分析检测，聚山梨酯 80 过氧化值测定结果如下表：

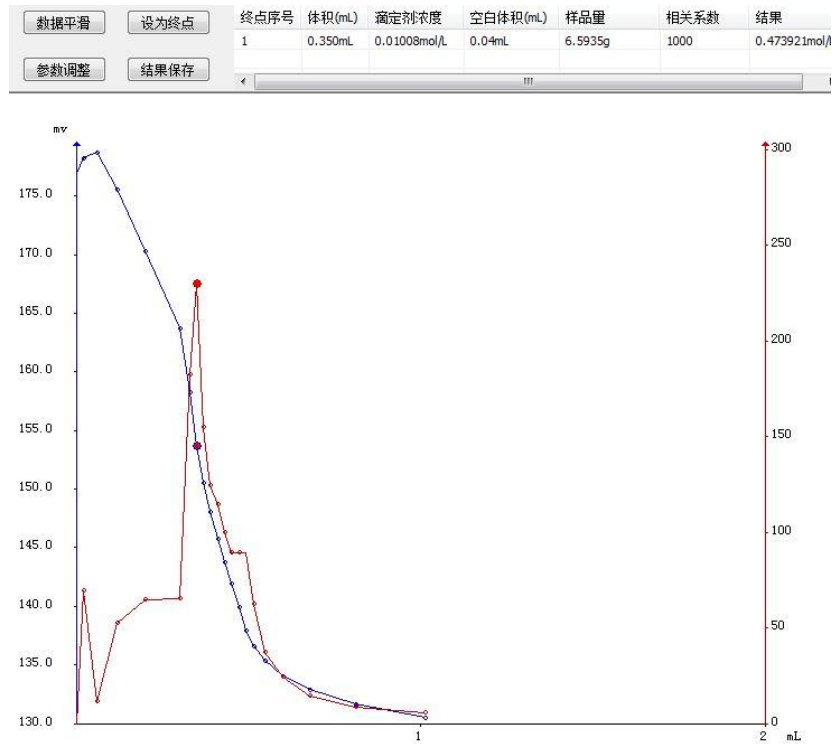
样品名称	取样量/g	滴定样品体积 $V_1$ /mL	滴定空白体积 $V_2$ /mL	$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ /mol/L	含量/ meq/g	含量/ meq/g
0206	6.4787	0.406	0.040	0.01008	0.569	0.565
	6.5158	0.426			0.597	
	6.5204	0.383			0.530	
0403-3	6.5993	0.523			0.435	0.460
	6.5935	0.350			0.474	
	6.5885	0.347			0.470	

### 4.2 滴定谱图

0206 聚山梨酯 80 测试滴定图谱:



0403-3 聚山梨酯 80 测试滴定图谱:



4.3 结论

本文建立了聚山梨酯 80 过氧化值的电位滴定测定方法,并在样品放置一段时间后进行重复测试,验证方案的可行性。为聚山梨酯 80 过氧化值的测定提供了一定的参考依据。

## 参考文献

【1】中国药典 2020 年版通则 0713 脂肪与脂肪油测定法 过氧化值

【2】LS/T 6106-2012 动植物油脂 过氧化值测定 自动滴定分析法

## 注意事项

1、聚山梨酯 80 自身较容易被氧化,开瓶后需要立即测定其过氧化值。方法开发过程中开瓶后立即分装,冷冻保存,测定前取出,恢复室温后使用。(分装使用的离心管、取样用的注射器均做避光处理,使用棕色滴定杯配合杯盖进行滴定,保持密封避光)

2、碘化钾溶液要求:新配置的碘化钾饱和溶液应有结晶存在,存放于避光处,不得含有游离碘和碘酸盐。

3、使用三氯甲烷—冰乙酸 (2:3) 作溶剂时,终点附近有电位波动导致图谱不光滑,故参考《LS/T 6106-2012 动植物油脂 过氧化值测定 自动滴定分析法》,采用乙酸-异辛烷 (3:2) 为溶剂。溶剂对空白测定无影响。

4、样品测定前,可用 5%的稀硝酸浸泡铂电极。两次样品测定间隙,以去离子水充分冲洗电极,冲洗后的电极无需纸巾擦拭。⑤样品如需要久置,应当分装后严格密闭,于冷冻保存。

5、过氧化值实验的参数设置及试剂使用于其他各类脂肪与脂肪油样品中过氧化值的测试。