

电位滴定法测定碳酸司维拉姆可滴定胺含量

一、前言

碳酸司维拉姆（Sevelamer carbonate）是一种新型的磷酸盐结合剂，主要用于治疗慢性肾脏病患者的高磷血症。在碳酸司维拉姆的生产和质量控制中，可滴定胺含量是一个关键的质量指标。胺含量直接影响药物的化学稳定性和生物利用度，进而影响其疗效和安全性。因此，准确测定碳酸司维拉姆中的可滴定胺含量对于确保产品质量、保障患者用药安全具有重要意义。

通过电位滴定法，可以实现对碳酸司维拉姆中可滴定胺含量的快速、准确测定，为药品的质量控制和研发提供可靠的技术支持。本研究旨在建立一种基于电位滴定法的碳酸司维拉姆可滴定胺含量的测定方法。通过优化滴定条件和实验参数，确保方法的准确性和可靠性，并将其应用于碳酸司维拉姆的质量控制和稳定性研究。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 电位滴定仪, pH 复合电极。

2.2、试剂

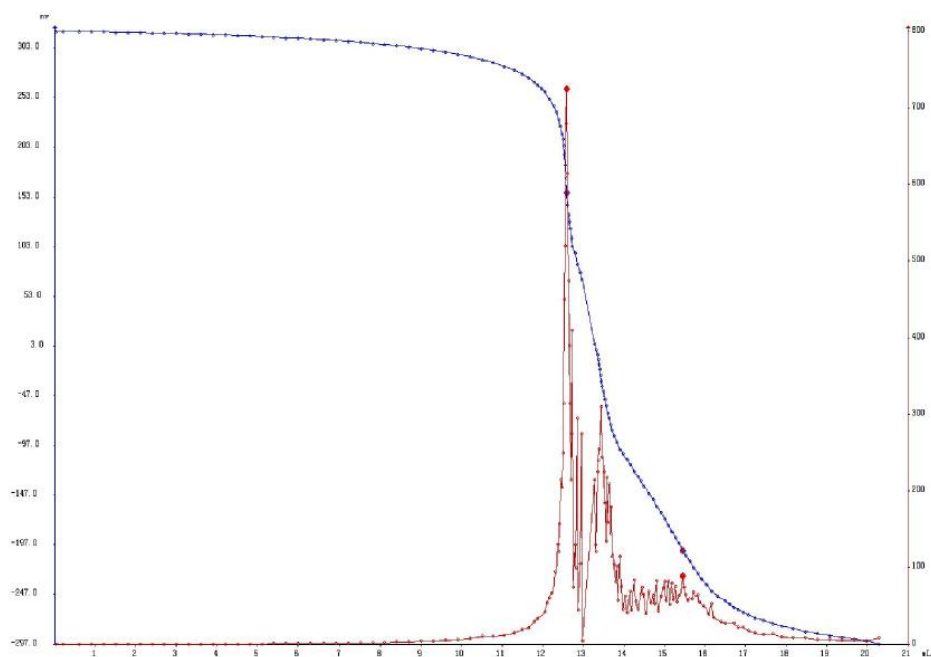
盐酸标准溶液（0.5mol/L），氢氧化钠滴定液（0.5mol/L）。

三、实验方法

3.1、可滴定胺含量测试

先将样品内容物混合均匀后，取约 0.1g，精密称定，置滴定杯中，加入 0.5mol/L 盐酸溶液 15ml 和水 35ml，超声 3 分钟，边超声边间歇轻摇滴定杯匀，滴定前搅拌 40min，照电位滴定法（中国药典 2020 年版四部通则 0701），采用 pH 复合电极，用氢氧化钠滴定液（0.5mol/L）滴定测定,先中和掉加入的过量的盐酸，滴定到第一个电位突跃终点，记下滴定体积，然后滴定到第二个终点（如有多个突跃，将最后一个突跃定位终点），铵离子完全转换成氨基，记下消耗的滴定液体积，两次结果相减即为氨基消耗滴定液的量。（平行测定 3 份）

3.3、滴定图谱



3.3、仪器参数

仪器参数设置见下表：

滴定类型：	动态滴定	方法名：	碳酸思维拉姆含量测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	pH 复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	5	预搅拌时间：	30s
电极平衡时间：	4s	电极平衡电位：	1mv
滴定速度：	标准	滴定前平衡电位：	6mv
最小添加体积：	0.02mL	结束体积：	20mL
滴定剂名称：	氢氧化钠	理论浓度：	0.5
第一终点突跃量：	150	计算公式：	$(V2-V1) * C * w / (m * 0.8)$
第二终点突跃量：	300*	结束体积：	20mL

*第二突跃点设置为较高突跃的原因是样品可能存在多个突跃点，需要手动判断，将最后一个突跃点设置为终点

四、结果与讨论

4.1、实验结果

序号	质量/g	氢氧化钠浓度 (mol/L)	盐酸浓度 (mol/L)	V1/mL	V2/mL	含量 (mmol/g)	RSD/%
1	0.10493	0.5164	0.5	12.631	15.010	16.300	0.75%
2	0.10155			12.593	15.454	16.240	
3	0.10089			12.671	15.555	16.478	

4.2、结论

使用海能 T960 全自动电位滴定仪测定碳酸司维拉姆中可滴定胺含量，可通过电位突跃的判断方式得到氨基的含量，相比于传统的指示剂酸碱滴定法，其测试更为准确，不会因为氨基的碱性较弱而影响结果的判断，而且其测试的数据结果重复性良好，测试结果的 RSD 值为 0.75%，小于 2%符合重复性的测试要求^[1]，能够满足日常测试需求。

参考文献

[1]乔苗等.一种用电位滴定法测定碳酸司维拉姆中总可滴定胺的方法[P]