

电位滴定法测定吡罗克酮乙醇胺盐含量

1 前言

吡罗克酮乙醇胺盐是一种高效、无毒无刺激的去屑剂，作用机理是通过杀菌，抗氧化作用和分解过氧化物等方法，从根本上阻断头屑产生的外部渠道，从而有效地根治头屑，止头痒，广泛使用于去屑香波、养发液和护发素等洗护类化妆品中。

吡罗克酮乙醇胺盐在 pH3--9 的范围内可以稳定存在。在中性条件下，以游离酸形式存在。国标中其含量的测定是高效液相色谱法，本文依据其游离酸特性，使用强碱滴定吡罗克酮乙醇胺盐的纯品，采用电位滴定仪的二次微商法计算实验结果，符合相关企业的出厂标准。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪、10mL 滴定管、pH 复合电极、超声波清洗仪

2.2 试剂

NaOH 溶液 (0.1mol/L), 无水乙醇, 超纯水

3 实验方法

3.1 实验步骤

称约 0.8g 试样于滴定杯中，加 30mL 无水乙醇，超声使其溶解，再加 20mL 水，用 NaOH 溶液滴定至终点。

3.2 参数设置

滴定模式：二次微商	搅拌速度：6
电极平衡时间：20s	预搅拌时间：8s
电极平衡电位：0.5mv	滴定速度：无
最小添加体积：0.1mL	预滴定添加体积：21mL
结束体积：30mL	预滴定搅拌时间：6s
滴定前平衡电位：50mV	补液速度：6
电位突跃量：100	预控 mv 值：无

4 结果与讨论

4.1 结果

空白体积：0.03mL，滴定度为 29.84mg/mL。

滴定体积 (mL)	取样量 (g)	含量 (%)	RSD (%)
27.008	0.80406	100.1	0.14%
27.172	0.81146	99.8	
26.868	0.80232	99.8	
26.802	0.79966	99.9	

计算公式

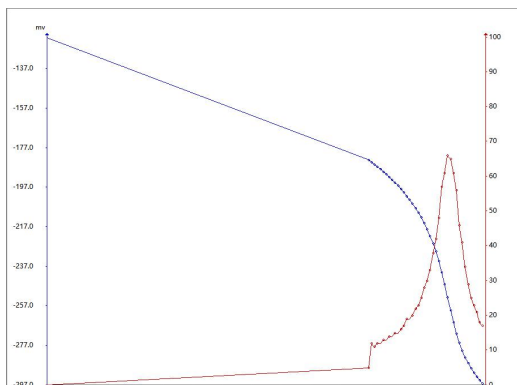
$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m}$$

式中：

- X --吡罗克酮乙醇胺盐的含量，单位是百分含量 (%)；
- V₁ --滴定试样时氢氧化钠溶液的消耗量，单位为毫升 (mL)；
- V₀ --滴定空白时氢氧化钠溶液的消耗量，单位为毫升 (mL)；

- T --氢氧化钠溶液对于吡罗克酮乙醇胺盐的滴定度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；
- m --样品的质量，单位为克 (g)。

4.2 图谱



4.3 结论

由结果得知，平行样的绝对偏差是 0.3%，RSD 为 0.14%，用电位滴定的二次微商法计算重复性良好。由于吡罗克酮乙醇胺盐酸性较弱，建议每次添加体积为 0.1mL，图谱数据走势平缓，方便仪器计算二次微商。同时，根据 NaOH 浓度预加一定量体积可以减少样品测试时间。

注意事项

- 1、建议在滴定前搅拌一会，使乙醇和水充分混合。
- 2、因乙醇和水对气体溶解度存在较大的差异，两者混合后氧气等气体在混合溶液中的溶解度变小，所以有气体产出并在搅拌过程中附着在搅拌桨和电极的离子交换孔附近，需要将电极上的气泡上下震摇掉，以免影响电极感知溶液电位的变化，最终影响结果平行性。搅拌桨上气泡可不作处理。
- 3、由于 NaOH 浓度较高，每次实验结束后需仔细冲洗电极和搅拌桨。