

电位滴定法测定甘氨酸的含量

1 前言

甘氨酸又名氨基乙酸，其化学式为 $C_2H_5NO_2$ ，常温常压下为白色固体，是氨基酸系列中结构最为简单，人体非必需的一种氨基酸，在医学上它是治疗重症肌无力和进行性肌肉萎缩的药物，与阿司匹林合用可以减少对胃的刺激性，还可以治疗儿童高脯氨酸血症。本文参照药典，用 T960 全自动滴定仪测定其含量，该过程操作简单，尽可能减少了手工滴定带来的误差，实验结果重复性良好。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪，PH 复合电极。

2.2 试剂

高氯酸滴定液（0.1 mol/L），无水乙酸，甲酸。

3 实验方法

3.1 实验步骤

样品测试：先记录滴定时温度，进行高氯酸溶液浓度的校对。后准确称取 70mg 待测样品，于干燥的滴定杯中，用移液枪准确吸取 1.5mL 甲酸于滴定杯中，超声至完全溶解，再加冰醋酸 40mL，保证没过电极，开启搅拌，至溶液混合均匀后用校对过的 0.1mol/L 高氯酸标准滴定液滴定至终点，同时作空白试验。

3.2 参数设置

滴定模式： 动态滴定	搅拌速度： 5
电极平衡时间： 6s	预搅拌时间： 10s
电极平衡电位： 1mv	补液速度： 6
最小添加体积： 0.02mL	预滴定添加体积： 0.02mL
结束体积： 20mL	预滴定后搅拌时间： 2s
电位突跃量： 500	预控 mv 值： 无

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名	滴定液浓度 (mol/L)	取样量	滴定体积 (mL)	空白体积 (mL)	甘氨酸含量 (%)	平均值	RSD(%)
甘氨酸原料药	0.1044	0.06877	8.750	0.02	100.00	100.06	0.2065
		0.06983	8.920		99.89		
		0.06780	8.696		100.29		

计算公式：

$$X(\%) = \frac{C \times (V_1 - V_0) \times 7.507}{1000m \times 0.1} \times 100$$

式中：

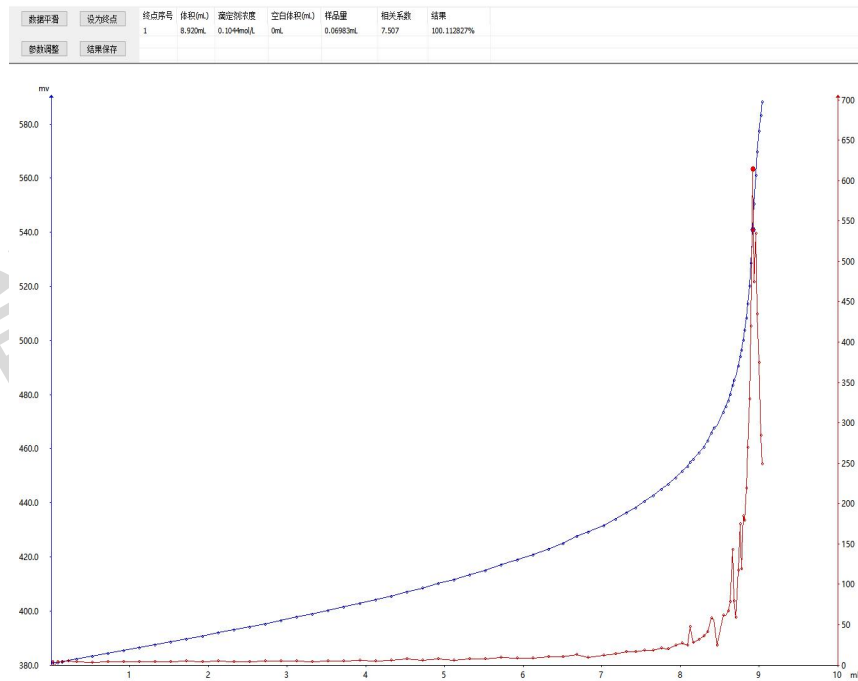
X 是甘氨酸的含量，单位是%；

V_1, V_0 分别是滴定样品和空白所消耗的滴定液的体积；

7.507 是 1mL 0.1mol/L 高氯酸对应的甘氨酸的质量；

1000 是换算系数

4.2 图谱



4.3 结论

在重复性条件下获得的三次独立测定结果均在 99%-101%之间，且 RSD 值为 0.2065，满足客户要求。

参考文献

[1] 中华人民共和国药典[M].二部.北京:中国医药科技出版社, 2020:139-140.