

电位滴定法测定复方聚乙二醇电解质散中氯化物的含量

1 前言

复方聚乙二醇电解质散为复方制剂，主要是用于大肠内窥镜检查和大肠手术前处置时的肠道内容物的清除。其组成为聚乙二醇 4000、无水硫酸钠、氯化钠、氯化钾、碳酸氢钠。该方案主要是检测其氯化物的含量，该方案的优点是实验流程简单，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

T960 电位滴定仪，复合银电极。

2.2 试剂

硝酸银滴定液溶液（0.1mol/L）。

3 实验方法

3.1 实验步骤

氯化物含量的测定：

1) 氯化钾：准确称取 0.3gA 包样品（精确至 0.0001g）；置于滴定杯中，加 50mL 去离子水，放于滴定台开启搅拌，使其完全溶解，用标定的 $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 滴定至突跃终点，记下终点体积。

2) 氯化钠：称取 B 包样品，测定过程与上述步骤一致，滴定至电位突跃终点，记录滴定体积。

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： 4s	预搅拌时间： 8s
电极平衡电位： 1mv	补液速度： 7
最小添加体积： 0.02mL	预滴定添加体积： 6mL
结束体积： 30mL	预滴定后搅拌时间： 20s
电位突跃量： 200	预控 mv 值： 无

4 结果与讨论

4.1 实验结果

1. 氯化钾含量

样品名称	c(AgNO ₃) (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(%)
20210514A 包	0.1023	0.2609	9.840	0.02	28.600	28.690	0.8083
		0.2672	10.011		28.516		
		0.3057	11.589		28.953		
20210515A 包		0.2546	10.154		30.208	30.302	0.3975
		0.2512	10.007		30.312		
		0.3306	13.056		30.081		
20210516A 包		0.20400	21.218		30.991	30.795	0.7489
		0.20280	20.393		30.542		
		0.20468	20.280		30.858		

2. 氯化钠含量

样品名称	c(AgNO ₃) (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(%)
20210514B 包	0.1023	0.2703	9.678	0.02	21.350	20.972	1.628
		0.2720	9.520		20.880		
		0.3129	10.762		20.868		

20210515B 包	0.2052	7.142		20.750	20.769	0.6789
	0.2563	8.988		20.919		
	0.2691	9.310		20.639		
20210516B 包	0.2915	10.523		21.541	21.677	0.5493
	0.2866	10.452		21.761		
	0.2941	10.710		21.730		

计算公式：

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{1000m \times 0.1} \times 100$$

式中：

m 是称取试样的质量，单位 g;

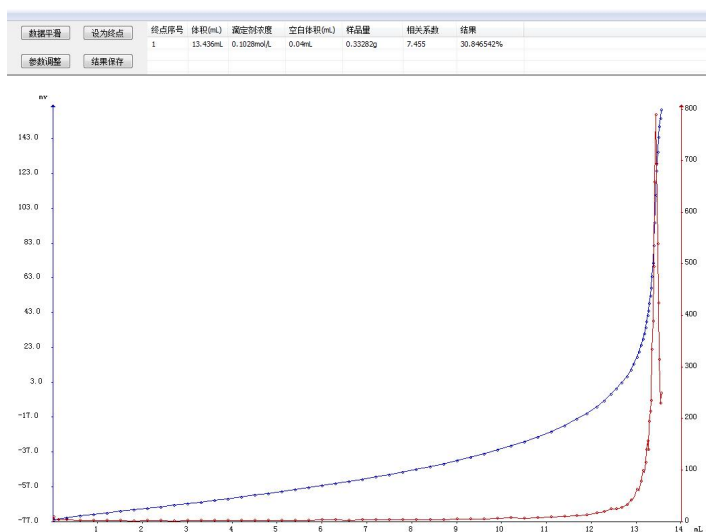
V₁ 是消耗滴定剂的量，单位 mL;

V₀ 是空白体积，单位 mL;

c 是标定的硝酸银的浓度，单位是 mol/L;

M 是 1mL0.1mol/L 硝酸银对应的氯化钾的质量是 7.455、对应的氯化钠的质量是 5.844mg

4.2 图谱



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定复方聚乙二醇电解质散中氯化物的含量结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内，T960 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。