

电位滴定法测定乌洛托品的含量

1 前言

乌洛托品，分子式为 $C_6H_{12}N_4$ ，别名六亚甲基四铵。该物质用途广泛，在医学上常用作消毒防腐药，用于防治慢性或复发性的下尿路感染，还用于治疗手足多汗及腋臭；在军事上，常用作军事燃料；在工业上，主要用作树脂和塑料的固化剂、氨基塑料的催化剂和发泡剂、橡胶硫化的促进剂。该方案是利用 T960 全自动电位滴定仪，通过高氯酸滴定来测定该药品有效成分的含量，看其含量指标是否符合大批量生产要求。该方案实验流程简单，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 全自动电位滴定仪，复合非水 PH 电极。

2.2 试剂

高氯酸标准滴定溶液（0.1 mol/L），无水甲醇。

3 实验方法

3.1 实验步骤

准确称取 0.1g 待测试样（精确至 0.0001g），置于滴定杯中，加入 50mL 无水甲醇，放于滴定台开启搅拌，使其完全溶解，用标定的 0.1mol/L 高氯酸滴定液滴定至电位突越终点，记录消耗的体积。

3.2 参数设置

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积：	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	10s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
滴定前平衡电位：	10mv	工作电极：	PH 复合电极
结束体积：	20mL	预滴定添加体积：	0mL
电位突跃量：	150	预控 mv 值：	200

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	c(高氯酸) (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	空白体积 V ₀ (mL)	含量 (%)	平均含量 (%)	RSD(%)
乌洛托品	0.1018	0.12207	8.545	0.02	99.674	99.537	0.2493
		0.10437	7.278		99.251		
		0.10788	7.555		99.687		

计算公式：

$$W = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 14.02}{m}$$

式中：

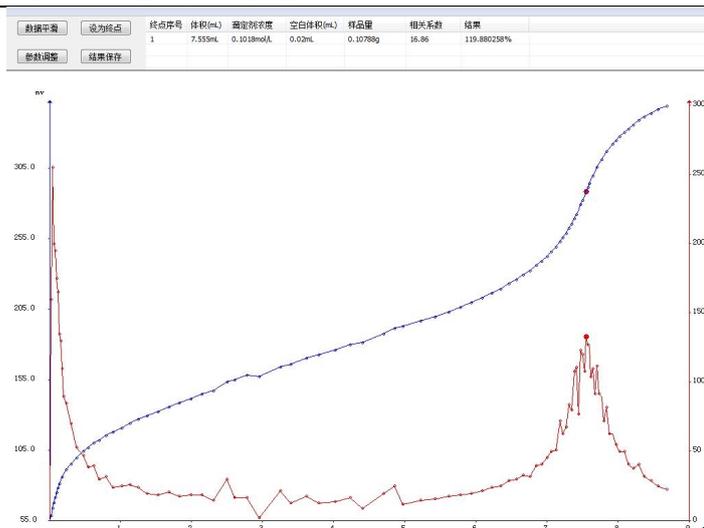
m 是称取试样的质量;

V₁ 是样品消耗滴定剂的量;

V₀ 是空白消耗滴定液的体积;

14.02 是 1mL 0.1 mol/L 高氯酸滴定液对应的 C₆H₁₂N₄ 的质量，单位 mg

4.2 图谱



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定乌洛托品的含量结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内，且 $RSD \leq 0.5\%$ ，T960 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。

参考文献：

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