

容量法测定盐酸小檗碱水分

一、前言

盐酸小檗碱又称黄连素，对痢疾杆菌、大肠杆菌、肺炎双球菌、金葡菌、链球菌、伤寒杆菌及阿米巴原虫有抑制作用。临床主要用于肠道感染及菌痢等。即照药典水分测定法中卡尔·费休容量法进行测定。用甲醇溶解试样，用卡尔·费休滴定液进行滴定。

本方法采用卡尔·费休容量法测定其中水分，重复性良好，能够较准确地测出其中水分含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T930 全自动水分测定仪，分析天平等

2.2、试剂

卡尔·费休滴定液。

三、实验方法

3.1、样品检测

通过水分测定仪排液装置，排除残液，加入甲醇溶剂 50mL 于滴定杯中，溶剂需要没过电极，设置好参数后，仪器开始预滴定，待仪器处于待机状态时，点击系统进样，打开加料口橡胶塞，将含水分适量的样品加入滴定杯，立即盖好橡胶塞，点击开始测定，用卡尔·费休滴定剂滴定至终点，输入样品的称样量，计算样品的水分含量。

设定测定仪参数如表 1 所示：

表 1 滴定参数设置

| | |
|----------------|-----------------|
| 搅拌速度：35% | 终点：80mv |
| 控制区：400mv | 漂移值：25ug/min |
| 混合时间：60s | 终止类型：相对漂移停止 |
| 开始加液速率：较慢 | 结束体积：10mL |
| 最大加液速率：5mL/min | 最小加液速率：80uL/min |

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 2 所示：

表 2 测试结果

| 样品编号 | 滴定度 (mgH ₂ O/mL) | 取样量 (g) | 滴定体积 (mL) | 水分 (%) | 平均值 (%) |
|------|--------------------------------|------------|-----------|--------|---------|
| 1 | 5.22 | 0.1776 | 3.49 | 10.31 | 10.48 |
| 2 | | 0.1959 | 3.99 | 10.63 | |
| 3 | | 0.2148 | 4.32 | 10.5 | |

4.2、结论

本次检测的的盐酸小檗碱水分含量在 10.48%左右，符合药典中规定的不超过 12%的要求说明该产品水分符合药典标准，并且数据重复性较好，检测效率高，同时能够减小外界环境对检测结果的影响。是检测这类产品水分的优良选择。但是该实验值得注意的是，盐酸小檗碱在甲醇中溶解度并不高，重复三次实验后，需要更换新的溶剂进行实验，防止样品不能完全溶解导致的水分释放不充分。

参考文献

[1] 中国药典 2020 版 二部 正文品种第一部分 盐酸小檗碱[S].