

电位滴定法测定氟尼辛葡甲胺的含量

1 前言

氟尼辛葡甲胺是一种分子式为 $C_{14}H_{11}F_3N_2O_2C_7H_{17}NO_5$ 的白色粉末类有机物，属于烟酸类衍生物，是环氧化酶的抑制剂。它通过抑制花生四烯酸反应链中的环氧化酶，减少前列腺素和血栓烷等炎性介质的生成等成为一种新型的、非甾体类动物专用的解热镇痛药物。该方案是利用 T860 全自动电位滴定仪，通过高氯酸非水滴定来测定该药品的有效成分的含量，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

T860 电位滴定仪，复合 PH 电极。

2.2 试剂

高氯酸标准溶液（0.1 mol/L），冰醋酸。

3 实验方法

3.1 实验步骤

（1）准确称取 0.15g(精确至 0.0001g)邻苯二甲酸氢钾基准试剂，置于干燥的滴定杯中，加入 50mL 冰醋酸溶液，温热搅拌使其完全溶解，置于搅拌台上，插入电极，用高氯酸滴定液滴定至电位突越终点，记录滴定体积，重复三次，同时做空白滴定实验。计算滴定液的浓度。

（2）准确称取试样 0.2g（准确到 0.0001g）置于干燥的滴定杯中，加入 50mL 冰醋酸溶

解，开启搅拌 20s，保证试样完全溶解，插入电极，用标定好的高氯酸滴定液滴定至电位突越终点，记下滴定体积，重复 3 次，同时做空白体积，计算样品的含量。

3.2 参数设置

终点数	1
电位突越量	500mV
结束体积	20mL
最小添加体积	0.02mL

4 结果与讨论

4.1 实验结果

滴定液浓度 0.1033mol/L，空白体积 0.041mL。

样品名称	样品批号	样品编号	取样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	含量 (%)	平均值 (%)	RSD(%)
氟尼辛葡甲 胺	202103029	1	0.20135	7.980	100.086	100.4327	0.3124
		2	0.20391	8.130	100.697		
		3	0.20092	7.997	100.515		
	202102006	1	0.20764	8.254	100.404	100.3793	0.0231
		2	0.20575	8.177	100.376		
		3	0.20556	8.168	100.358		

计算公式：

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 24.573}{100m} \times 100$$

式中：

m 是称取试样的质量;

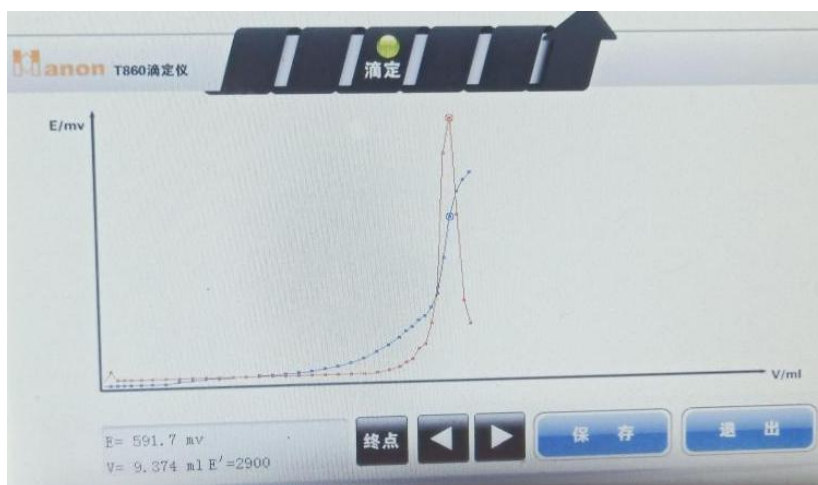
V_1 是消耗滴定剂的量;

V_0 是空白体积;

24.573 是 1mL (0.1mol/L) 高氯酸滴定液相当于

24.573mg $C_{14}H_{11}F_3N_2O_2 \cdot C_7H_{11}NO_5$

4.2 图谱



4.3 结论

用 T860 全自动电位滴定仪测定氟尼辛葡胺的含量结果重复性较好, 测定结果都在其标准范围内 ($99\% \leq X \leq 101\%$), 且 $RSD \leq 0.5\%$, T860 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。