

容量法测定枸橼酸水分含量

一、前言

枸橼酸又称柠檬酸，是一种重要的有机酸，常用作酸度调节剂和食品添加剂。作为一种常用的药品原料，在药典中对于它的水分有明确的指标和要求。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

甲醇，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，加入溶剂甲醇 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。

设定滴定仪参数如表 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：30s	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	滴定液浓度 (mg/mL)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	水分 (%)
1	5. 0132	2. 20824	0. 523	0. 1184
2		1. 83922	0. 722	0. 1210
3		2. 52706	0. 445	0. 1219

4.2、结论

本次检测枸橼酸水分含量为 0. 1204%，数据重复性较好，测试较为迅速，同时能够减小外界环境对检测结果的影响。减少实验试剂对实验人员的危害。

参考文献

[1] 中国药典 2020 版 四部通则 0832 水分测定法 第一法（卡尔·费休法）[S].