

卡尔费休容量法测定盐酸川穹嗪、艾曲波帕、他达拉非中水分的含量

周冲, 周雄晨

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 使用 T930 全自动水分测定仪测定盐酸川穹嗪、艾曲波帕、艾曲波帕中的水分含量, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 盐酸川穹嗪;艾曲波帕;艾曲波帕;水分

1 仪器与试剂

1.1 仪器

T930 全自动水分测定仪, 双铂电极, 5mL 滴定单元, 分析天平等

1.2 试剂

卡尔·费休滴定剂双组份。

2 样品测试

2.1 盐酸川穹嗪

(1) 标定单组分卡尔·费休滴定剂;

(2) 在分析杯中加入 40~60 mL 卡尔·费休单组分溶剂, 进行预滴定, 仪器待机时, 进入下一步骤;

(3) 进样 (差量法):

样品称取 0.05 g 左右至分析杯中, 开始测试。

2.2 艾曲波帕和他达拉非样品

(1) 标定双组分卡尔·费休滴定剂;

(2) 在分析杯中加入 40~60 mL 卡尔·费休双组分溶剂, 进行预滴定, 仪器待机时, 进入下一步骤;

(3) 进样 (差量法):

艾曲波帕的样品称取量需小于 0.2 g, 加到分析杯中进行测试;

他达拉非样品称取量需小于 0.2 g, 加到分析杯中进行测试。

3 结果与讨论

3.1 实验结果

卡尔·费休试剂标定见表 1。

表 1 卡尔·费休试剂

序号	样品名称	进样量 (g)	滴定剂消耗体积 (mL)	滴定剂实际浓度 mg/mL
1	纯水	0.0100	2.065	4.8648
2	纯水	0.0100	2.057	4.8823
3	纯水	0.0100	2.058	4.8787
	平均值 (mg/mL)		N/A	4.8752
	相对标准偏差 (%)		N/A	0.1896

盐酸川穹嗪样品水分含量测试结果见表 2。

表 2 盐酸川穹嗪样品水分含量测试结果

样品名称	检测项目	序号	滴定剂浓度 (mg/mL)	进样质量 (g)	滴定剂消耗体积 (mL)	水分含量 (%)	平均值 (%)	重复性 (%)	检测方法
盐酸川穹嗪	水分	1		0.0400	1.420	17.3557	17.3403	0.1512	卡尔·费休容量法
		2	4.8752	0.0509	1.812	17.3553			
		3		0.0543	1.928	17.3101			

卡尔·费休试剂标定见表 3。

表 3 卡尔·费休试剂

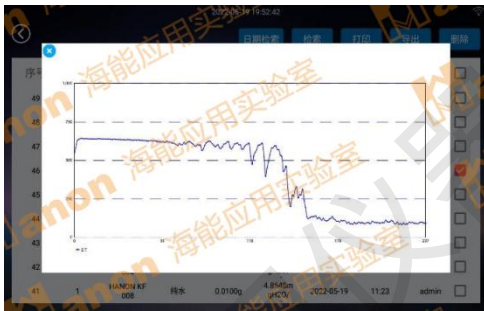
序号	样品名称	进样量 (g)	滴定剂消耗体积 (mL)	滴定剂实际浓度 mg/mL
1	纯水	0.0100	2.168	4.6300
2	纯水	0.0100	2.155	4.6497
3	纯水	0.0100	2.183	4.5918
	平均值 (mg/mL)		N/A	4.6283
	相对标准偏差 (%)		N/A	0.6367

艾曲波帕和他达拉非样品水分含量测试结果见表4。

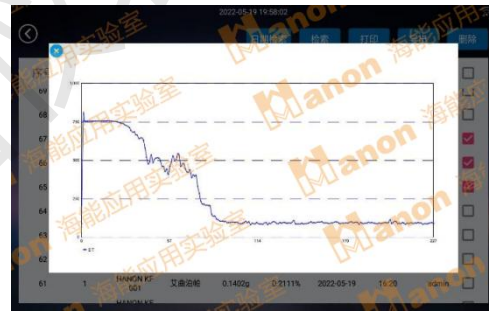
表4 艾曲波帕和他达拉非样品水分含量测试结果

样品名称	检测项目	序号	滴定剂浓度 (mg/mL)	进样质量 g	滴定剂消耗体积 mL	水分含量 (%)	平均值 (%)	重复性 (%)	检测方法
艾曲波帕	水分	1	4.6283	0.1575	0.120	0.3523	0.3297	5.9660	卡尔·费休容量法
		2		0.1138	0.079	0.3210			
		3		0.0995	0.068	0.3160			
他达拉非	水分	1	4.6283	0.1007	1.227	5.6340	5.6071	0.5414	卡尔·费休容量法
		2		0.0939	1.132	5.5742			
		3		0.0916	1.112	5.6132			

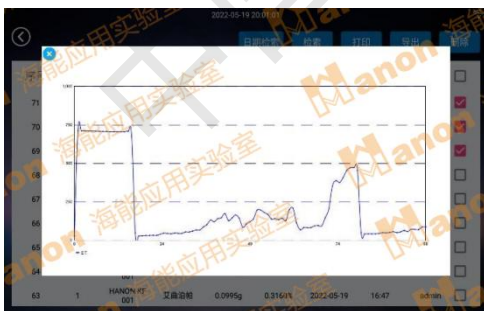
3.2 图谱



(1) 盐酸川穹嗪



(2) 艾曲波帕



(3) 他达拉非