

药物分析之西药分析水分测定法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18183.htm

第一法(费休氏法) 本法是根据碘和二氧化硫在吡啶和甲醇溶液中能与水起定量反应的原理以测定水分。所用仪器应干燥，并能避免空气中水分的侵入；测定操作宜在干燥处进行。费休氏试液的制备与标定 (1) 配制 称取碘(置硫酸干燥器内48小时以上)110g，置干燥的具塞烧瓶中，加无水吡啶160ml,注意冷却，振摇至碘全部溶解后，加无水甲醇300ml，称定重量，将烧瓶置冰浴中冷却，通入干燥的二氧化硫至重量增加72g，再加无水甲醇使成1000ml，密塞，摇匀，在暗处放置24小时。本液应遮光，密封，置阴凉干燥处保存。临用前应标定浓度。(2) 标定用水分测定仪直接标定；或取干燥的具塞玻璃瓶，精密称入重蒸馏水约30mg，加无水甲醇2~5ml，用本液滴定至溶液由浅黄色变为红棕色，或用永停滴定法(附录 A)指示终点；另作空白试验，按下式计算。 $WF = \frac{W(A-B)}{A-B}$ 式中F为每1ml费休氏试液相当于水的重量，mg；W为称取重蒸馏水的重量，mg；A为滴定所消耗费休氏试液的容积，ml；B为空白所消耗费休氏试液的容积，ml。测定法 精密称取供试品适量(约消耗费休氏试液1~5ml),用水分测定仪直接测定.或将供试品置干燥的具塞玻璃瓶中，加无水甲醇2~5ml，在不断振摇(或搅拌)下用费休氏试液滴定至溶液由浅黄色变为红棕色，或用永停滴定法(附录 A)指示终点；另作空白试验，按下式计算。 $(A - B)F$ 供试品中水分含量% =

$\times 100\%$ W 式中 A为供试品所消耗费休氏试液的容积,ml；B

为空白所消耗费休氏试液的容积,ml ; F为每1ml费休氏试液相当于水的重量,mg ; W为供试品的重量,mg。 第二法(甲苯法) 仪器装置 如图。 A为500ml的短颈圆底烧瓶 ; B为水分测定管 ; C为直形冷凝管 , 外管长40cm。 使用前 , 全部仪器应清洁 , 并置烘箱中烘干。 测定法 取供试品适量(约相当于含水量1~4ml) , 精密称定 , 置A瓶中 , 加甲苯约200ml , 必要时加入玻璃珠数粒 , 将仪器各部分连接 , 自冷凝管顶端加入甲苯至充满B管的狭细部分。 将A瓶置电热套中或用其他适宜方法缓缓加热,待甲苯开始沸腾时 , 调节温度 , 使每秒钟馏出2滴。 待水分完全馏出 , 即测定管刻度部分的水量不再增加时,将冷凝管内部先用甲苯冲洗 , 再用饱蘸甲苯的长刷或其他适宜方法,将管壁上附着的甲苯推下,继续蒸馏5分钟 , 放冷至室温 , 拆卸装置 , 如有水粘附在B管的管壁上 , 可用蘸甲苯的铜丝推下 , 放置使水分与甲苯完全分离(可加亚甲蓝粉末少量 , 使水染成蓝色,以便分离观察)。 检读水量 , 并计算成供试品中含有水分的百分数。 【附注】 甲苯须先加水少量充分振摇后放置 , 将水层分离弃去 , 经蒸馏后使用。 100Test 下载频道开通 , 各类考试题目直接下载。 详细请访问 www.100test.com