

电位滴定法检测气痛丸中朱砂含量

1 前言

气痛丸用于治疗气机阻滞，脘腹胀痛，朱砂是气痛丸的主要成分之一，具有清心镇静，安神解毒的功效，朱砂中含有的硫化汞对人体及动物具有一定的毒性而不宜久服。目前朱砂含量的测定方法主要有硫氰酸铵滴定法、分光光度法、比色法等，2015 版药典中规定了 1g 气痛丸中所含朱砂含量应在 24-36mg 之间。本文采用硫氰酸铵滴定法，测得气痛丸中朱砂含量为 26.2mg/g。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

T960 电位测定仪、石墨消解仪、铅复合电极

2.2 试剂

硫酸、硝酸钾、高锰酸钾溶液（4%）、硫酸亚铁溶液（2%）、硫酸铁铵指示液、硫氰酸铵溶液（0.02mol/L）

3 实验方法

3.1 实验步骤

准确称取约 1g 样品，置于 250mL 锥形瓶中，加入硫酸 25mL 和硝酸钾 2g，置于石墨消解仪上在 380℃ 下消解 6h，使之呈微黄色溶液，放冷。缓缓加水 50mL，滴加 4% 高锰酸钾溶液至呈粉红色，且两分钟内不变色，再滴加 2% 硫酸亚铁溶液至红色消失后，加入硫酸铁铵指示液 2mL，用硫氰酸铵滴定液滴定至终点。

3.2 仪器参数

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	4
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	8s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
预滴定添加体积：	0.02mL	最小添加体积：	0.02mL
结束体积：	20mL	预滴定后搅拌时间：	6s
电位突跃量：	100	预控 mv 值：	无

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	样品重量 (g)	滴定体积 (mL)	朱砂含量 (%)	平均值 (%)
气痛丸	0.9876	10.103	2.57	2.62
	1.0103	10.614	2.64	
	1.0019	10.662	2.67	
	0.9988	10.116	2.54	
	1.0010	10.578	2.66	

计算公式：

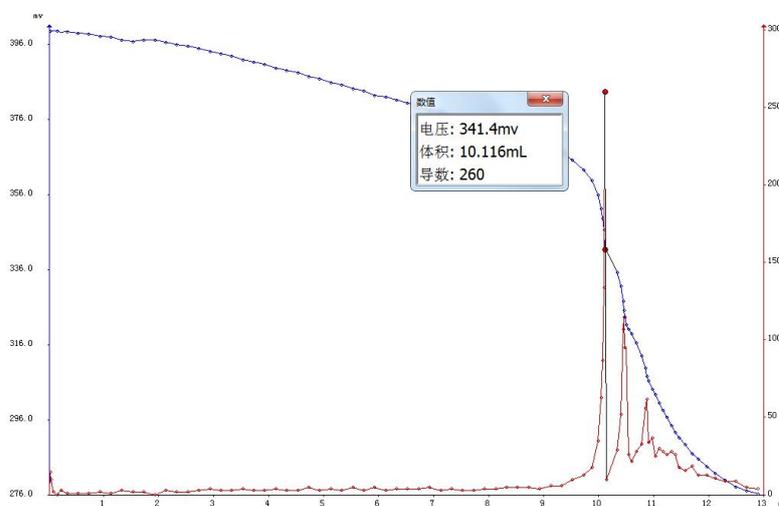
$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 2.326}{0.02 \times m \times 1000} \times 100$$

式中：

X --样品中朱砂含量，单位为（%）；

- V --样品试样消耗硫氰酸铵溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_0 --空白消耗硫氰酸铵溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- m --样品质量，单位为克（g）；
- c --硫氰酸铵的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- 2.326 --每 1mL 硫氰酸铵溶液（0.02mol/L）相当于 2.326mg 的硫化汞。

4.2 滴定曲线



4.3 结论

电位滴定法测定气痛丸中朱砂含量两次独立实验结果的绝对差值小于 5%，重复性较好。

参考文献

[1].中华人民共和国药典[M] . 一部. 北京: 化学工业出版社, 2015:664

注意事项

加热结束时溶液呈微黄色溶液，且底部无沉淀，冷却后出现乳白色沉淀；水要分次加入，加入时有棕黄色烟冒出，为正常现象。