

电位滴定法测定左炔诺孕酮乙炔基含量

一、前言

左炔诺孕酮是一种常见的紧急避孕药品,其执行的标准依据在中国药典第二部中,其中明确规定乙炔基含测定的方法,规定该品含乙炔基应为 7.81%~8.18%。

本方法采用电位滴定的方法测定其乙炔基含量,重复性良好、终点突跃明显,能够准确地测出其含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪, 非水 pH 复合电极, 分析天平等

2.2、试剂

四氢呋喃(AR),硝酸银溶液(100g/L),氢氧化钠标准滴定液(0.1mol/L)。

三、实验方法

3.1、样品检测

精准称取 0.2g 样品(精确到 0.00001)于 100mL 滴定杯中,加入 45mL 四氢呋喃溶解,再加入 10mL 硝酸银溶液(100g/L),搅拌均匀,将非水 pH 复合电极放入待测溶液中,设置好仪器参数,用氢氧化钠标准滴定液(0.1mol/L)进行滴定,滴定至电位突跃的终点。记下滴定终点消耗氢氧化钠标准滴定液的体积。同时做空白实验。每 1mL 氢氧化钠标准滴定液(0.1mol/L)相当于 2.503mg 乙炔基(-C≡CH)。

设定滴定仪参数如表 1 所示:

表 1 滴定参数设置

滴定模式:	动态滴定	最小添加体积	0.020mL	
电极平衡时间:	4s	预添加体积:	0mL	
电极平衡电位:	1mv	滴定速度:	标准	
结束体积:	20mL	相关系数:	2.503	
电位突跃量:	500	补液速度:	5	



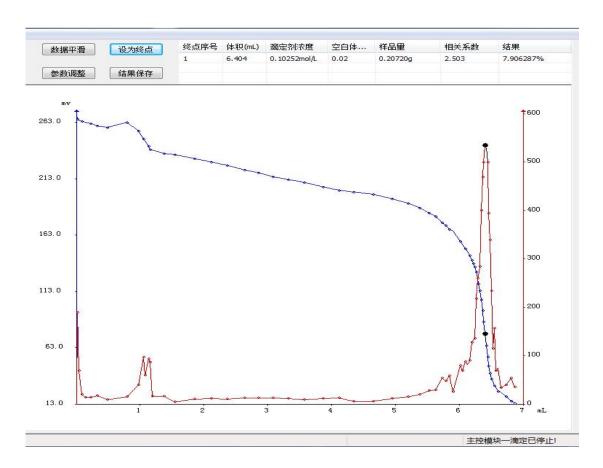
搅拌速度:

7

滴定前平衡电位:

10 mv

3.3、测试图谱示例



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	样品序号	质量/g	空白体积 /mL	滴定液浓度(氢 氧化钠)/(mol/L)	滴定体 积/mL	含量 (%)	平均值 (%)
左炔诺孕酮	1	0.20609	0.020	0.10252	6.385	7.925	7.924	
	2	0.20651			6.411	7.941		
	3	0.20720			6.404	7.906		

4.2、结论

使用海能 T960 电位滴定仪,可以快速、准确的检测出左炔诺孕酮中乙炔基的含量,并且重复性良好,满足实验检测要求。

参考文献

[1] 中国药典 2020 版 第二部 左炔诺孕酮[S].