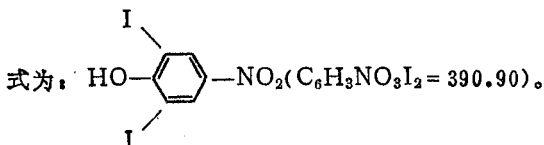


沉淀滴定法和HPLC法测定碘硝酚的含量

黄跃生* 刘志松 周 密 (沈阳药学院, 沈阳 110015)

碘硝酚(Disophenol)为畜用驱虫药,其结构



文献报导碘硝酚的含量测定采用氧瓶燃烧法^[1],该法操作复杂,重现性较差。对于有机卤化物的测定各国药典均采用回流碱解后用沉淀滴定法进行测定。但是碘硝酚经回流碱解后,由于空气的氧化,溶液呈红棕色,无法使用指示剂指示终点。我们提出碱解后用高锰酸钾破坏碱解产物,过量的高锰酸钾用亚硫酸氢钠还原,消除了溶液颜色的影响,结果满意。同时用HPLC法测定了碘硝酚的含量。

1 沉淀滴定法

精密称取0.25 g的碘硝酚,加1 mol/L氢氧化钠20 ml和锌粉1 g。加热回流30 min,过滤。加5%高锰酸钾溶液15 ml,加50%硫酸10 ml和10%亚硫酸氢钠溶液10 ml。滴加高锰酸钾使溶液呈淡黄色,加淀粉指示液0.5 ml,用0.1 mol/L硝酸银标准液滴至蓝色消失。每1 ml硝酸银溶液(0.1 mol/L)相当于19.54 mg碘硝酚。

1.1 回收率 精密称取碘硝酚对照品和工业品适量,按上述方法测定,平均回收率($\bar{x} \pm S\%$)为: $100.2 \pm 0.21\%$ ($n = 5$)。

1.2 精密度 精密称取碘硝酚工业品三批,每批按上述测定方法测定五次, S 分别为0.21、0.26、0.17。

2 HPLC法

2.1 仪器试剂与色谱条件

高效液相色谱仪(日立-655),紫外检测器,833数据处理机,ODS($\phi 4 \times 150$ mm)色谱柱,流动相:甲醇-水(20:80),用前脱气,流速1 ml/min,检测波长234 nm。

2.2 方法与结果

2.2.1 线性关系:精密称取碘硝酚对照品适量配成一定浓度的储备液,分别量取一定体积的储备液,加入内标苯甲酸2 mg,再稀释成40、80、120、160、200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的对照液,在上述条件下进样5 μl ,记录对照品峰面积(A_r)及内标物峰面积(A_s)。以进样量 $m_r(\mu\text{g})$ 对峰面积比(A_r/A_s)作图得一直线,回归方程为: $\frac{A_r}{A_s} = 1.6445 m_r - 0.01653$ (相关系

数 $r = 0.9997$)。结果表明,进样量在0.2—1.0 μg 之间呈良好的线性关系。

2.2.2 校正因子:精密量取对照品储备液,加入内标苯甲酸2 mg,稀释成160 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的溶液,进样5 μl ,计算校正因子。

2.2.3 样品分析结果:精密称取碘硝酚工业品适量,分别按上述方法测定,结果见表1。

表1 沉淀滴定法和HPLC法测定样品结果 $n = 5$

批 号	930102	930103	930104
沉淀滴定法	98.86	99.35	99.62
HPLC法	99.18	99.89	100.91

上述结果表明沉淀滴定法和HPLC法对三批碘硝酚工业品的含量测定结果基本一致,重现性好。

参 考 文 献

- 1 Svobodova D, Vaiaskava I. Analytical studies on 2,6-diiodo-4-nitrophenol I. Determination of disophenol by oxidative methods. Cesk Farm, 1972, 21(4), 156.

收稿日期:1993-04-01

*黄跃生,男,35岁。1982年毕业于武汉水利电力大学,讲师。