

一阶导数光谱法测定碘化钾溶液的含量

冯志祥 郭 军 张俊美 (中国人民解放军第153医院药剂科 郑州 450065)

碘化钾溶液为临床常用制剂,其含量测定有银量法^[1],紫外光谱法^[2]。银量法操作繁琐,终点难以掌握,紫外光谱法抗氧剂硫代硫酸钠有干扰。本文采用一阶导数光谱法,不经分离直接测定碘化钾溶液的含量,方法简便,结果满意。

1 仪器与试药

岛津 UV-3000 分光光度计(日本);碘化钾(AR),硫代硫酸钠(AR),10%碘化钾溶液(本院自制,处方为10 g 碘化钾,0.1 g 硫代硫酸钠,蒸馏水加至100 ml)。

2 实验方法与结果

2.1 零阶导数和一阶导数光谱的测定 按处方比例,分别称取碘化钾、硫代硫酸钠用水稀释至适宜浓度,以水为空白,在260~200 nm 波长范围内扫描,分别得零阶和一阶导数光谱图,见图1、2。

从图1知,碘化钾和硫代硫酸钠的零阶导数光谱在同一紫外区相互干扰。而图2提示,在测定波长范围内,碘化钾在234.3 nm 处有一吸收谷,而硫代硫酸钠在该谷处的一阶导数光谱与零线基本重合。

2.2 测定条件的选择 选取234.3 nm 波长处为测定波长,采用谷—零法,以该波长处的导数振幅值D作为碘化钾的定量依据,测定方式为ABS,上限0.400,下限-0.400,扫描速度为50 nm/min,波

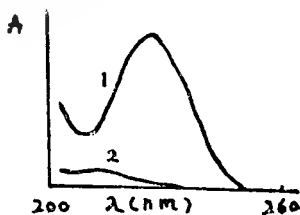


图1 零阶导数光谱

1. 碘化钾 2. 硫代硫酸钠

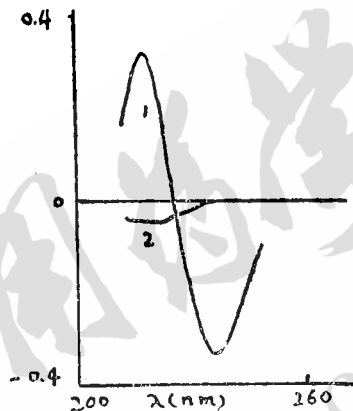


图2 一阶导数光谱

1. 碘化钾 2. 硫代硫酸钠

长标度20 nm/cm,狭缝为2 nm, $\Delta\lambda = 9$ nm。

2.3 标准曲线 精密称取碘化钾0.1042 g置100 ml量瓶中,加水溶解定容,精密量取2.5 ml置50 ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取该液1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 ml于25 ml量瓶中,加水至刻度,摇匀,以水为空白,分别在260~200 nm 波长范围内作一阶导数光谱,测定234.3 nm 处的导数振幅值D,经计算求得回归方程:

$$D = 1.0188C + 0.1164, r = 0.9999.$$

结果表明,在2.084~6.252 $\mu\text{g/ml}$ 范围内,碘化钾一阶导数振幅值与浓度呈良好线性关系。

2.4 回收率试验 按处方比例精密配制10%碘化钾溶液适量,加水稀释成适当浓度,按标准曲线项下方法,测定振幅值D,代入回归方程计算含量。结果如表1。

2.5 稳定性试验 取回收率试验项下溶液室温放置0, 2, 4, 6, 24 h后,以同等条件绘制一阶

表1 碘化钾回收率测定结果

编号	投入量 ($\mu\text{g/ml}$)	D (cm)	测得量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)
1	3.126	3.330	3.154	100.90
2	3.126	3.286	3.110	99.49
3	4.168	4.354	4.159	99.78
4	4.168	4.368	4.173	100.12
5	4.168	4.318	4.124	98.94
6	5.210	5.378	5.164	99.12
7	5.210	5.412	5.198	99.77

导数光谱,测定234.3 nm处的D值,结果表明,在24 h内其振幅值基本无变化。

2.6 样品含量测定 精密量取10%碘化钾溶液适量,用蒸馏水制成100 $\mu\text{g/ml}$ 供试液。取供试液1.0 ml,加水稀释至25 ml,以水为空白,绘制一阶导数光谱,读取D值,代入回归方程计算含量,并与紫外法比较,见表2。

平均回收率 $\bar{x} = 99.73\%$, $\text{RSD} = 0.66\%$

表2 样品测定结果($n=3$)

序号	本 法		紫 外 法	
	标示量 (%)	RSD (%)	标示量 (%)	RSD (%)
1	97.85	0.73	98.64	0.62
2	100.27	0.52	101.56	1.13
3	99.35	0.64	100.74	0.97
4	98.46	0.55	99.60	0.85
5	102.18	0.89	101.85	1.25

参 考 文 献

- 1 中国人民解放军总后勤部卫生部编. 中国人民解放军医疗单位制剂规范. 人民军医出版社, 1991, 19
- 2 牛桂田, 许新冬, 赵力健. 紫外光谱法测定碘化钾及其制剂的含量. 药学情报通讯, 1992, 10(4), 303